



HAL
open science

Suivi temporel des perturbations thermiques induites par les corbeilles géothermiques : modélisation pétrophysique et imagerie géo-électrique

Antoine Coperey

► **To cite this version:**

Antoine Coperey. Suivi temporel des perturbations thermiques induites par les corbeilles géothermiques : modélisation pétrophysique et imagerie géo-électrique. Océanographie. Université Grenoble Alpes [2020-..], 2021. Français. NNT : 2021GRALU011 . tel-03256522

HAL Id: tel-03256522

<https://theses.hal.science/tel-03256522>

Submitted on 10 Jun 2021

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

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

THÈSE

Pour obtenir le grade de

DOCTEUR DE L'UNIVERSITE GRENOBLE ALPES

Spécialité : **Sciences de la Terre, de l'Univers et de L'Environnement**

Arrêté ministériel : 25 mai 2016

Présentée par

Antoine COPERREY

Thèse dirigée par **Benoit Stutz, Professeur, LOCIE**, et
codirigée par **Jean-Luc Got, Professeur, ISTerre**

préparée au sein du **l'Institut des Sciences de la Terre (ISTerre)**
dans **l'École Doctorale Terre, Univers, Environnement**

Suivi temporel des perturbations thermiques induites par les corbeilles géothermiques : modélisation pétrophysique et imagerie géo-électrique

Thèse soutenue publiquement le **06/04/2021**,
devant le jury composé de :

Myriam SCHMUTZ

Professeur, INP, Bordeaux, Rapporteur

Thomas HERMANS

Professeur assistant, Ghent University, Rapporteur

Lydie GAILLER,

Physicienne adjointe, LMV, Clermont-Ferrand, Examinatrice

Daniel PAHUD

Professeur assistant, LESBAT HESSO, Yverdon-les-Bains, Examineur

Stéphane GARAMBOIS

Professeur, ISTerre, Grenoble, Président du jury

Benoit STUTZ

Professeur, LOCIE, Chambéry, Directeur de thèse

Jean-Luc GOT

Professeur, ISTerre, Chambéry, Co-directeur de thèse



« Je reposais sur trois cents mètres d'épaisseur de coquillages. L'assise énorme, tout entière, s'opposait, comme une preuve péremptoire, à la présence de toute pierre. Des silex dormaient peut-être dans les profondeurs souterraines, issus des lentes digestions du globe, mais quel miracle eût fait remonter l'un d'entre eux jusqu'à cette surface trop neuve ? Le cœur battant, je ramassai donc ma trouvaille : un caillou dur, noir, de la taille du poing, lourd comme du métal, et coulé en forme de larme.

Une nappe tendue sous un pommier ne peut recevoir que des pommes, une nappe tendue sous les étoiles ne peut recevoir que des poussières d'astres : jamais aucun aérolithe n'avait montré avec une telle évidence son origine.

Et, tout naturellement, en levant la tête, je pensai que, du haut de ce pommier céleste, devaient avoir chu d'autres fruits. Je les retrouverais au point même de leur chute, puisque, depuis des centaines de milliers d'années, rien n'avait pu les déranger. Puisqu'ils ne se confondraient point avec d'autres matériaux. Et, aussitôt, je m'en fus en exploration pour vérifier mon hypothèse.

Elle se vérifia. Je collectionnai mes trouvailles à la cadence d'une pierre environ par hectare. Toujours cet aspect de lave pétrie. Toujours cette dureté de diamant noir. Et j'assistai ainsi, dans un raccourci saisissant, du haut de mon pluviomètre à étoiles, à cette lente averse de feu. »

Terre des Hommes, Antoine de Saint-Exupéry

Remerciements

Je dois bien avouer que ces quelques années passionnantes en thèse ont été très enrichissantes aussi bien d'un point scientifique, technique, technologique que personnel. Je ne retiendrai que le meilleur et ce meilleur, tient essentiellement aux nombreuses personnes que j'ai eu la chance de rencontrer qui m'ont aidé, soutenu, égayé, ... Je tiens chaleureusement à les remercier. Il faut dire que durant ces années, nous avons le droit de faire beaucoup de choses, le droit de développer, de tester, de mesurer, de se tromper, de douter, de s'améliorer, le droit de comprendre mais surtout le droit de travailler en équipe, de réfléchir ensemble dans un but commun, sans égo... C'est sûrement pour cela que j'ai tant aimé à travailler dans nos salles de labo à la recherche d'une solution commune...

C'est pour cela, que je tiens à remercier mes directeurs de thèse pour l'expérience enrichissante à tous points de vue et pleine d'intérêt qu'ils m'ont permis de vivre durant cette thèse. J'ai particulièrement apprécié travailler avec Benoit notamment en raison de sa pédagogie, de son transfert de connaissances, de sa patience, de son écoute, de sa constance et son soutien indéfectible... Mon premier regret est de n'avoir pas plus tôt travaillé ensemble.

Je remercie bien sûr Jean-Luc pour les nombreuses discussions, aides et corrections sur ce manuscrit. Enfin je remercie aussi André pour le travail accompli ensemble et pour m'avoir permis de rencontrer tant de personnes enrichissantes. Mon deuxième regret est qu'André a souhaité quitter ma direction de thèse pour des raisons personnelles.

Je remercie également les membres du jury, les rapporteurs Myriam Schmutz et Thomas Hermans et les examinateurs Lydie Gailler, Daniel Pahud et Stephane Garambois pour avoir évalué ces travaux.

C'est aussi, avec une profonde humilité, que je souhaite remercier Jacques, ingénieur à ISTerre. Je remercie Jacques pour m'avoir accompagné et aidé durant ce projet fou de construction de cuve, pour m'avoir soutenu dans les moments de doutes. Je vois encore, son sourire de savant fou, lorsque je lui ai dit que la cuve remplie de 3 tonnes de sables et d'eau devait être vidée... puis quelques instants plus tard, revenir avec un aspirateur... Bref, je le remercie aussi pour nos nombreuses discussions autour d'un café, pour nos évasions en kayak et musicales, ou tout simplement pour notre amitié.... Je remercie aussi sa compagne, Catherine pour son accueil. J'en profite pour remercier aussi Jean-Marie et Brigitte pour avoir organisé cette belle évasion géophysique à la recherche d'une source d'eau dans le Luberon...

Bien-sûr, je remercie Abdel, ami et collègue, pour sa participation à cette thèse notamment en matière d'inversion, pour le temps consacré, pour son partage de connaissance et tout simplement pour notre entre-aide... Dire que nous en avons passé du temps à tester de nouveaux protocoles, à inverser, à douter, à comprendre...

C'est encore avec nostalgie, que je repense aux travaux, aux mesures effectuées avec mon ami Ahmad Ghorbani, professeur en Iran. J'ai beaucoup appris à ses côtés. Il m'a transmis sa passion pour les mesures expérimentales et a fait évoluer ma vision du monde. Merci pour tout mon ami, je souhaite beaucoup de courage à ta famille et à toi, en attendant de se revoir sous de meilleurs jours.

Je remercie aussi Thierry avec qui nous avons développé et mené les mesures en spectroscopie large bande. Ces quinze jours de manip ont été longues et intenses, parsemés d'écueils (e.g trouver de l'eau milli-q, un 1^{er} mai n'est pas évident quand tout est fermé). Bref, je te remercie pour le travail mené ensemble, tes commentaires et notre amitié....

Je remercie également toutes les personnes qui ont aussi participé à cette thèse, aux développements de manips comme Xavier Moch ; Thierry Goldin ; Martine Le Floch ; Odile pour les commandes du Locie ; Julien Pertuiset, Arthur Hervouet, Florian Kubosi pour avoir commencé à construire la cuve avant mon arrivée et les gardiens du Technolac pour leur sympathie et mes accès privilégiés 24/24.

Evidemment, je n'oublie pas David, ingénieur au Locie, qui m'a grandement aidé dans le développement de la cuve notamment sur la partie logiciel d'acquisition et de régulation. Je pouvais toujours compter sur lui, pour développer mes infâmes LabVIEW, sur lesquels on s'est arraché les cheveux plus d'une fois...

Je remercie aussi les membres du labo d'ISTerre Chambéry... notamment Marielle pour sa rayonnante personnalité, sa disponibilité, sa bienveillance, son soutien... ; Fabien pour son efficacité, sa bonne humeur et surtout pour la clé de la vitrine... ; Pascale pour son aide et son amitié ; Svet pour ses conseils ; Bernard sa bienveillance ; François pour avoir su être là et pour les leçons d'écriture... ; Gilles pour nos nombreux bavardages durant les acquisitions ERT... ; Virginie pour son soutien surtout à l'EGU... ; Philippe, Joseph, Riccardo pour leur amitié ; Bill pour nos discussions autour de la Grèce et pour les mesures de granulométrie... Guy et Franck, directeurs de l'école doctorale pour leur soutien et leur compréhension... J'en profite pour remercier, au fond du long couloir d'ISTerre, les personnels de l'UFR : Maxime, Myriam,... et surtout Françoise pour son soutien, nos échanges de disques, notre complicité.

Je remercie également mes collègues thésardes, thésards : Mlle. Grâce pour tous les surnoms auquel j'ai eu le droit ; Timothée ; Alexandre ; Léa ; Sandrine ; Prisca.

Je remercie naturellement toutes les personnes formidables et enrichissantes rencontrées grâce à André, notamment, Lucille pour sa jeunesse, nos débats, sa joie de vivre, nos instants autour d'une paire d'enceinte... ; Sandra pour le travail accompli ensemble, nos soirées au lacs, le MusiLac, les bons moments passés au labo, nos éclats de rire...

Je tiens aussi à remercier, Philipe et Franck du Laboratoire Magma et Volcan pour leur pédagogie, leurs conseils, les stages pleins d'intérêts que j'ai pu réaliser grâce à eux et tout simplement pour m'avoir transmis leur passion de la géophysique. J'en profite pour remercier également mes anciens collègues, Roger de la CGG, David, JB, Manu de Fimurex Méditerranée.

Naturellement, je remercie aussi René et Valérie pour leur sympathie, leur soutien. Pour m'avoir offert un cadre agréable et enrichissant avec beaucoup d'échanges, au sein de Georeva, ce qui m'a permis de finir ma thèse plus sereinement. Je remercie également mes collègues. J'en profite pour remercier les labo IUEM (Université de Brest), notamment Sara et le labo de l'ECGS (Luxembourg), notamment Nicolas, pour m'avoir accueilli lors de l'écriture.

Je tiens à remercier mes anciennes orthophonistes, particulièrement Isabelle, pour son aide en français et en anglais ; mes amis notamment Magali, Julien, Aurélie, Mélissa ... pour leur écoute.

Enfin, je remercie ma famille, mes parents pour nos coups de fils, pour nos débats, leur patience, leurs conseils, pour leur soutien... tout simplement parce qu'on forme une équipe soudée...

Pour finir, je suis reconnaissant envers cette petite boule de poil, cette mémère nommé Dolly, qui me miaulait dessus (à défaut ronflait) les soirs après le travail pour m'encourager...

Mais plus sérieusement, je remercie de tout cœur Delphine, qui m'a encouragé, soutenu, qui a fait preuve de compréhension, de patience, durant ces dernières années. Je te remercie aussi pour l'EGU, pour tes commentaires, pour nos débats scientifiques, pour avoir rendu mon manuscrit « moins couflant » (Delphine, 2020)... Bref, je te remercie pour ce que tu m'apportes chaque jour... Dimanche, Entre les rangées d'arbres ...

Antoine

Résumé

Les corbeilles géothermiques sont des échangeurs thermiques hélicoïdaux implantés dans le proche sous-sol qui couplés à une pompe à chaleur, permettent de chauffer et/ou de rafraîchir les bâtiments. Comprendre les transferts thermiques liés à ces systèmes et étudier leurs performances requiert de prendre en compte les propriétés pétrophysiques hétérogènes du sol, les phénomènes de changement de phase et les conditions environnementales, dont les variations de température de l'air et la pluviométrie. Dans ce but un monitoring géophysique en conductivité électrique et en polarisation provoquée a été développé à l'aide de trois expériences à différentes échelles. Tout d'abord, un modèle pétrophysique a été élaboré à partir d'une série d'expériences en laboratoire. Ce modèle décrit la variation de la conductivité électrique et de la chargeabilité en fonction de la température et du gel du sol à l'échelle porale. Ce modèle a été appliqué à une expérience in-situ pour suivre la formation d'un noyau de glace. Nous avons aussi développé une expérience analogique à échelle réduite et en conditions contrôlée pour mieux comprendre les transferts de chaleur au sein du sol et étudier l'impact du gel dans différentes conditions environnementales. Ces études ont montré l'importance des apports thermiques latéraux et l'impact du changement de phase lors du prélèvement de chaleur par la corbeille. Le modèle pétrophysique a été validé sur plusieurs jeux de données et les résultats du monitoring géophysique permettent de détecter la formation et la fonte d'un noyau glace.

Abstract

Basket geothermal heat exchanger buried at shallow depth and connected to heat pumps can be used to heat and/or cool buildings. Heat transfers and performance related to geothermal basket are complex due to heterogeneous petrophysical properties of the soil, freezing of ground and surface environmental conditions e.g. air temperature variations. To study heat transfers, a geophysical monitoring of electrical conductivity and induced polarization has been developed using three experiments at different scales. First, a petrophysical model was designed from laboratory measurements. This model describes at the pore scale, the variation of electrical conductivity and chargeability according to the soil temperature and frost. This model was applied to an in-situ experiment to monitor the growth of an ice-core. We have also designed an analogic experiment at small scale and under controlled conditions in order to study the heat transfers and the effect of the soil freezing according to different environmental conditions. This study shows the importance of lateral flow and the influence of freezing during system operation. The petrophysical model was tested and validated with several datasets and geophysical monitoring was able to detect the formation and melting of the ice core.

Sommaire

Remerciements	3
Résumé	5
Abstract	5
Sommaire	6
Liste des figures	10
Liste des tables	17
Introduction générale	19
Chapitre 1. Etat de l'art	23
1.1. <i>Chauffage géothermique superficiel</i>	24
1.1.1. Le sol : une source d'énergie	25
1.1.2. Principe du chauffage géothermique	27
1.1.3. Types d'échangeurs	31
1.1.4. Milieux poreux	36
1.1.5. Modélisation numérique et analogique	42
1.2. <i>Méthodes géo-électriques</i>	48
1.2.1. Conductivité complexe d'un milieu poreux : conduction et polarisation	48
1.2.2. Conductivité	48
1.2.3. Différentes polarisations	52
1.3. <i>Méthode de la Polarisation Provoquée</i>	59
1.3.1. Polarisation Provoquée en domaine temporel (TIP)	59
1.3.2. Polarisation Provoquée Spectrale (SIP)	64
1.4. <i>Modèles en conductivité complexe et en polarisation provoquée</i>	65
1.4.1. Modèles de conductivité empiriques	65
1.4.1. Modèles de conductivité à base physique	67
1.5. <i>Application des méthodes géo-électriques pour le suivi des transferts thermiques</i>	68
1.5.1. Suivi des transferts thermiques liés à la géothermie	68
1.5.2. Cas du permafrost	70
1.5.3. Cas des corbeilles géothermiques	71
1.6. <i>Conclusion</i>	72
Chapitre 2. Conductivité complexe des sols	74
2.1. <i>Introduction</i>	75
2.2. <i>Analyse de la conductivité complexe de 71 sols</i>	77
2.3. <i>Conclusion</i>	104
Chapitre 3. Evolution de la conductivité complexe d'échantillons durant le gel	105
3.1. <i>Introduction</i>	106
3.2. <i>Dépendance de la conductivité complexe au changement de phase</i>	109
3.3. <i>Conclusion</i>	131

Chapitre 4. Signature de la glace en spectroscopie large bande	133
4.1. <i>Problématiques</i>	134
4.1.1. Polarisation liée à la glace	134
4.1.2. Phénomène d'hystérèse	134
4.2. <i>Introduction à la spectroscopie large bande</i>	138
4.2.1. Notations	139
4.2.2. Permittivité de l'eau libre, de l'eau liée et de la glace	140
4.2.3. Effet de la température et du changement de phase	141
4.3. <i>Méthode</i>	142
4.3.1. Instrumentation	142
4.3.2. Expériences et échantillons	145
4.4. <i>Evolution de la conductivité et de la permittivité complexe en fonction de la température</i>	147
4.4.1. Continuité des spectres d'impédance mesurés avec Z-SIP et E44990C	147
4.4.2. Expérience #A1 : Evolution de la permittivité relative	148
4.4.3. Expérience #B : Spectres de conductivité	150
4.4.4. Expérience #B : Evolution de la permittivité relative (partie réelle) en fonction de la température	151
4.5. <i>Modélisation de l'effet de la température sans changement de phase, sur la permittivité</i>	153
4.6. <i>Discussion et conclusions</i>	156
Chapitre 5. Monitoring en tomographie électrique de résistivité d'une corbeille géothermique (expérience in-situ)	160
5.1. <i>Introduction</i>	161
5.2. <i>Evolution de la conductivité électrique lors de l'utilisation d'une corbeille géothermique</i>	163
5.3. <i>Conclusion</i>	171
Chapitre 6. Etude expérimentale à échelle réduite (1/10) et conditions contrôlées	172
6.1. <i>Introduction et enjeux</i>	173
6.2. <i>Description de l'expérience</i>	175
6.2.1. Mise à l'échelle et cahier des charges	176
6.2.2. Structure	182
6.2.3. Milieu modèle	184
6.2.4. Echangeur géothermique et systèmes de régulation	189
6.2.5. Instrumentations	203
6.2.6. Dispositif géophysique	212
6.2.7. Réception du banc d'essai et essais effectués	218
6.3. <i>Bilans thermiques</i>	220
6.3.1. Bilan thermique sans changement de phase	221
6.3.2. Bilans thermiques appliqués aux expériences sans changement de phase	228
6.3.3. Ajout du changement de phase dans le calcul du bilan thermique	241

6.3.4. Application du bilan thermique aux essais avec changement de phase	245
6.4. Discussion	252
6.5. Conclusions et perspectives	257
Chapitre 7. Monitoring géophysique pour l'essai en milieu totalement saturé et puissance variable (essai E)	259
7.1. Acquisition des données géophysiques	262
7.2. Inversion des données géophysiques	264
7.3. Comparaison entre la conductivité moyenne du milieu poreux saturé et la conductivité mesurée en laboratoire	267
7.3.1. Conductivité du sable	267
7.3.2. Estimation du coefficient de dépendance en température (αT)	270
7.3.3. Evolution de la conductivité globale de la cuve en fonction de la température	272
7.3.4. Choix de la distribution de conductivité 2D (demi-plan)	273
7.3.5. Distribution spatiale de température et de conductivité - détection du noyau de glace par un seuil de conductivité	274
7.4. Evolution ponctuelle de la conductivité au droit des thermocouples	279
7.4.1. L'évolution de la conductivité électrique, un indicateur d'un changement de phase	279
7.4.2. Cycle d'hystérèse de la conductivité lors du gel/dégel et surfusion	283
7.4.3. Utilisation du modèle de conductivité avec changement de phase	285
7.5. Identification et délimitation du noyau de glace	288
7.5.1. Méthode 1 : utilisation conjointe des distributions de température et de conductivité	289
7.5.2. Méthode 2 : utilisation d'un seuil de conductivité local	294
7.5.3. Méthode 3 : gradient spatial de conductivité	302
7.6. Discussion	311
7.6.1. Estimation du volume du noyau de glace	311
7.6.2. Intérêt du suivi temporel de la conductivité électrique	313
7.6.3. Limites et améliorations du suivi temporel de la conductivité	314
7.7. Conclusions et perspectives	319
Chapitre 8. Conclusions générales	322
8.1. Conclusions géothermiques	323
8.2. Suivi temporel géophysique	326
Bibliographie	331
Annexe A. Polarisation d'électrode	345
Annexe B. Historique de la méthode de Polarisation Provoquée.	346
Annexe C. Modèles de Polarisation	350
Annexe D. Platine de mesure SIP, de type « Wenner »	354
Annexe E. Protocole de CEC	355
Annexe F. Développement méthodologique pour la détermination de la CEC avec la méthode au chlorure de cobaltihexamine (III)	358

Annexe G. Dispositif de mesure de Polarisation Provoquée Spectrale en fonction de la température	368
Annexe H. Influence de la température sur la réponse de Polarisation Provoquée pour un milieu contenant des particules métalliques	374
Annexe I. Spectres de conductivité complexe (0.1 Hz -45 kHz) de la glace (tests préliminaires)	375
Annexe J. Compléments - Spectroscopie large bande	382
Annexe K. Compléments - Chapitre 5	387
Annexe L. Nouveau dispositif géophysique en 3D pour le suivi géophysique in-situ	394
Annexe M. Données techniques du sable siliceux	397
Annexe N. Données techniques complémentaires pour l'expérience analogique	400
Annexe O. Compléments d'informations sur les essais réalisés	404
Annexe P. Suivi des acquisitions géophysiques pour l'essai E	409
Annexe Q. Compléments - suivi géophysique de l'essai E	410
Annexe R. Dérivée temporelle de la conductivité : intérêt pour la détection du changement de phase.	417

Liste des figures

Figure 1. Photographie d'une corbeille géothermique en cours d'installation (Moch, 2013).	20
Figure 2. Estimation des profils de température pour un sol de diffusivité $6.8 \cdot 10^{-7} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ calculés à partir des constantes climatique de la ville de Chambéry, (Moch, 2013).	26
Figure 3. Cycle thermodynamique d'une PAC, modifié à partir de Riederer, (2012).	27
Figure 4. Les différents types de PAC.	30
Figure 5. Capteurs verticaux (a) et capteurs horizontaux (b) (Riederer, 2012).	32
Figure 6. Réseau de corbeilles géothermique (Riederer, 2012).	34
Figure 7. Différentes formes de corbeilles géothermiques.	35
Figure 8. Dispositif expérimental développé par Eslami-nejad et Bernier (2012) pour l'étude des capteurs géothermiques verticaux.	45
Figure 9. Dispositif expérimental pour l'étude des pieux géothermique développé par Kramer et al. (2015).	46
Figure 10. Exemple de distribution du potentiel électrique dans l'espace poral.	51
Figure 11. Exemple de dépendances de la conductivité.	51
Figure 12. Les différents types de polarisation et leurs gammes de fréquence.	52
Figure 13. Polarisation d'interface de type Maxwell-Wagner.	54
Figure 14. Formation d'une double couche électrique.	55
Figure 15. Sites électriquement chargés à la surface de grains d'argile.	56
Figure 16. Schéma de la double couche électrique et les excès de conductivité associés	57
Figure 17. Polarisation de membrane, un processus lié à la présence de la double couche électrique (vue à l'échelle granulométrique).	58
Figure 18. Principe de mesure en TIP.	61
Figure 19. Différence entre un milieu avec un temps caractéristique et un milieu avec une distribution de temps caractéristiques.	63
Figure 20. Principe de mesure en SIP.	64
Figure 21 WRR. Nature of the electrical double layer in clay minerals.	79
Figure 22 WRR. Polarization of a grain coated by an electrical double layer.	80
Figure 23 WRR. Equivalent circuit of a soil.	81
Figure 24 WRR. First-order approximation of the equivalent circuit of a soil at high frequencies.	82
Figure 25 WRR. Origin of the core samples and sampling devices.	87
Figure 26 WRR. Impedance meter, position of the electrodes, and core samples.	89
Figure 27 WRR. Complex conductivity spectrum for AC, CH, CW samples.	90
Figure 28 WRR. Complex conductivity spectrum for BJ, AM, AX, CG samples.	91
Figure 29 WRR. Relationship between the CEC and the clay content.	92
Figure 30 WRR. Conductivity versus pore water conductivity.	92
Figure 31 WRR. Conductivity versus the pore water conductivity for BJ, AC, BK, AM samples.	93
Figure 32 WRR. Conductivity versus the pore water conductivity for AE, AG, CF, BG samples.	94
Figure 33 WRR. Relationship between the formation factor and the porosity.	94
Figure 34 WRR. Relationship between the percentage frequency effect PFE and the phase.	95

Figure 35 WRR. Quadrature conductivity (32Hz) versus Normalized chargeability (1-1000 Hz).	95
Figure 36 WRR. Quadrature conductivity (100Hz) versus normalized chargeability (0.1Hz-10kHz).	96
Figure 37 WRR. Relationship between quadrature conductivity and surface conductivity.	96
Figure 38 WRR. Quadrature conductivity versus surface conductivity, comparison with data from the literature.	97
Figure 39 WRR. Relationship between normalized chargeability and surface conductivity.	97
Figure 40 WRR. Relationship between normalized chargeability and quadrature conductivity.	98
Figure 41 WRR. Relationship (normalized) chargeability versus CEC or specific surface area.	99
Figure 42 WRR. Influence of the temperature on complex conductivity.	100
Figure 43 WRR. Saturation dependence of the complex conductivity.	100
Figure 44 WRR. Saturation dependence of the in-phase conductivity.	101
Figure 45 SE. Polarization of the electrical double layer under the influence of an applied electrical field.	111
Figure 46 SE. Conductivity versus temperature above the freezing point : Arrhenius or linear laws.	112
Figure 47 SE. Analogy between the capillary pressure curve.	112
Figure 48 SE. Sensitivity study of the in-phase quadrature conductivities versus temperature at different CEC.	113
Figure 49 SE. Equipments and sample holder.	114
Figure 50 SE. Temperature monitoring for Experiments #8 and #9	115
Figure 51 SE. Determination of the formation factor and surface conductivity at 20°C.	115
Figure 52 SE. Analysis of the formation factor and surface conductivity.	116
Figure 53 SE. Complex conductivity spectra at different temperatures during freezing.	117
Figure 54 SE. Complex conductivity spectra during freezing for experiment #12 (ValT2).	118
Figure 55 SE. Hysteresis phenomena for experiments #1 (sample AX) and #4 (sample ValT).	118
Figure 56 SE. Comparison between the normalized chargeability and the quadrature conductivity.	119
Figure 57 SE. Conductivity and normalized chargeability as a function of the temperature (experiments #1,2).	119
Figure 58 SE. Conductivity and normalized chargeability as a function of the temperature (experiments #3,4).	120
Figure 59 SE. Conductivity and normalized chargeability as a function of the temperature (experiments #5,6).	120
Figure 60 SE. Conductivity as a function of the temperature (experiments #7 to 11).	121
Figure 61 SE. Evolution of the conductivity as a function of the temperature (experiment #12).	122
Figure 62 SE. Normalized chargeability versus the conductivity.	123
Figure 63 SE. Evolution of the formation factor as a function of the equilibrium temperature (sample ValT).	124
Figure 64 SE. Evolution of the surface conductivity as a function of the equilibrium temperature (sample ValT).	124
Figure 65 SE. Normalized chargeability versus the surface conductivity (sample ValT).	125
Figure 66 SE. Product of the formation factor by the surface conductivity versus temperature (sample ValT).	125
Figure 67 SE. Water content versus temperature determined from the formation factor.	126
Figure 68. Conductivité en phase et en quadrature et phénomène d'hystérèse.	135
Figure 69. Gel/dégel dans différents types de pores.	136
Figure 70. Effet du blocage lié aux pores de tailles différentes.	137
Figure 71. Les différentes méthodes pour la spectroscopie large bande.	139
Figure 72. Type de régimes en spectroscopie large bande.	140
Figure 73. Illustration de la répartition de l'eau libre et de l'eau liée dans un milieu poreux.	142

Figure 74. Gamme de fréquence des différents instruments utilisés pour nos expériences en spectroscopie. _____	143
Figure 75. Instruments pour la spectroscopie large bande. _____	144
Figure 76. Schéma du dispositif de mesure de spectroscopie large bande. _____	146
Figure 77. Spectroscopie Exp#A1 - continuité des spectres entre le Z-SIP et le E44990C pour l'échantillon de Montmorillonite. _____	148
Figure 78. Spectroscopie Exp#A1 - Permittivité relative complexe issue des mesures hautes fréquences (VNA). _____	149
Figure 79. Spectroscopie Exp#A1 – Extraction de quelques spectres de permittivité durant l'expérience. _____	149
Figure 80. Spectroscopie Exp. #B - Conductivité complexe entre 0.01Hz et 1MHz pour les échantillons de Montmorillonite et d'Illite au cours de l'expérience #B. _____	150
Figure 81. Spectroscopie Exp. #B - Evolution de la partie réelle de de la permittivité relative en fonction de la température. _____	152
Figure 82. Spectroscopie Exp. #B – Application d'un modèle de dépendance en température. _____	155
Figure 83. Effet ailette dû à la sonde et schéma du dispositif expérimental. _____	158
Figure 84 GRL. Sketch of the geometrical setup used for the field experiment. _____	165
Figure 85 GRL. Experimental setup. _____	166
Figure 86 GRL. Snapshots of the temperature change and relative change in resistivity distributions for five selected times. _____	166
Figure 87 GRL. Electrical conductivity versus temperature from the in situ measurement. _____	167
Figure 88 GRL. Electrical conductivity data versus temperature for two soils samples from the test sites. _____	168
Figure 89 GRL. Sensitivity study of the electrical conductivity versus temperature for different values of characteristic temperature, freezing point, initial and residual water contents. _____	168
Figure 90 : Schéma de la cuve représentant les fronts thermiques générés. _____	175
Figure 91. Vue d'ensemble de l'expérience analogique. _____	177
Figure 92. Principales fonctions simulées dans l'expérience analogique. _____	178
Figure 93. Constantes climatiques pour la ville de Chambéry. _____	180
Figure 94. Disposition géométrique des différents éléments de l'expérience analogique. _____	181
Figure 95. Vues des différents châssis sur lesquels repose la cuve. _____	182
Figure 96. Vue de la virole en place. _____	183
Figure 97. Corbeille géothermique à l'échelle réduite. _____	190
Figure 98. Schéma du système géothermique avec sa régulation. _____	192
Figure 99. Exemple de consignes en température pour la corbeille et la soufflerie lors d'essais de type cycle. _____	193
Figure 100. Régulation en puissance de la corbeille géothermique. _____	194
Figure 101. Exemple de consigne pour la régulation en puissance de la corbeille (mode cycle). _____	195
Figure 102. Echangeur spiralé basal (condition frontière inférieure). _____	196
Figure 103. Isolation et garde thermique de la cuve. _____	197
Figure 104. Descriptif du système de soufflerie. _____	198
Figure 105. Schéma du contrôleur de niveau d'eau et du générateur de précipitations _____	199
Figure 106. Vue d'ensemble du système de simulation des précipitations. _____	201
Figure 107. Positions des thermocouples présents dans le milieu modèle. _____	204

Figure 108. Support de fixation pour les thermocouples mis en place dans le milieu modèle.	206
Figure 109. Système de compensation et de calibration.	207
Figure 110. Acquisition et capteur pour les données de saturations.	210
Figure 111. Disposition des électrodes au sein de la cuve.	212
Figure 112. Classement des quadripôles de mesures afin d'éviter la polarisation d'électrode.	214
Figure 113. Protocole de mesures et simulation du champ du potentiel électrique sous Comsol.	215
Figure 114. Inversion d'un cas synthétique avec une anomalie au centre de la cuve.	216
Figure 115. Distribution de la conductivité inversée pour l'essai de validation du monitoring géophysique.	217
Figure 116. Définition des zones de calcul et discrétisation	223
Figure 117. Gradient thermique et flux estimés pour la zone 1.	227
Figure 118. Suivi de température pour l'expérience A (milieu sec, échelon de température).	228
Figure 119. Bilan thermique avec un flux périphérique calculé par différence - Essai A, zone 1.	229
Figure 120. Evolution des flux thermiques après la mise en marche de la corbeille géothermique (essai A).	231
Figure 121. Bilan thermique pour les zones 1 à 3 (a, b, c) avec un flux périphérique calculé par différence – Essai A.	232
Figure 122. Bilan thermique pour la zone 1 - Essai A.	234
Figure 123. Suivi de température pour l'expérience B (milieu sec, cycle de température).	236
Figure 124. Bilan thermique pour la zone 1, expérience B.	237
Figure 125. Bilan thermique du dernier cycle (entre 263 et 306 h), expérience B.	238
Figure 126. Décomposition du flux périphérique durant l'expérience B.	238
Figure 127. Suivi de température pour l'expérience C (milieu saturé, échelon de température sans changement de phase).	240
Figure 128. Bilan thermique calculé pour la deuxième approche dans le cas d'un milieu saturé et sans changement de phase (essai C).	241
Figure 129. Etapes de calcul du bilan thermique dans le cas d'un changement de phase.	243
Figure 130. Evolution des paramètres physiques du milieu en fonction de la température.	244
Figure 131. Suivi de température pour l'expérience D (milieu saturé, échelon de température à -3.5°C).	245
Figure 132. Bilan thermique de l'essai D.	246
Figure 133. Evolution des températures du système pour la totalité de l'essai E.	247
Figure 134. Evolution des températures au cours des cinq derniers cycles de l'essai E.	248
Figure 135. Bilan thermique du dernier cycle de corbeille de l'essai E.	249
Figure 136. Bilan thermique au niveau de la rupture de surfusion (essai E).	250
Figure 137. Impact de la conductivité thermique du milieu saturé sur le flux périphérique pour l'essai E.	253
Figure 138. Calcul du flux de chaleur latente à partir du volume de glace moyenné (essai E)	254
Figure 139. Variations du volume de glace formé et néoformé en fonction des températures de transition (essai E)	256
Figure 140. Répartition des acquisitions au cours de l'essai E.	263
Figure 141. Discrétisation du modèle sous Comsol.	265
Figure 142. Tomogrammes de conductivité électrique au temps 372 h (acquisition n°13).	268
Figure 143. Localisation des centres de mailles des données de conductivité à l'issue de l'inversion.	269
Figure 144. Conductivité électrique moyenne en fonction de la température de la cuve.	271

Figure 145. Distribution spatiale de température et de conductivité, pour les acquisitions aux temps 649 et 661 h. _	275
Figure 146. Distribution spatiale de température et de conductivité, pour les acquisitions aux temps 673 et 679 h. _	276
Figure 147. Distribution spatiale de température et de conductivité, pour les acquisitions aux temps 691 et 721 h. _	277
Figure 148. Rupture de surfusion après la mise en route de la corbeille. _____	279
Figure 149. Conductivité électrique en fonction de la température pour le plan X+. _____	280
Figure 150. Evolution de la conductivité électrique en fonction de la température. _____	281
Figure 151. Evolution de la température pour les profils PV1 et PV2. _____	281
Figure 152. Evolution de la température et de la conductivité électrique pour le profil PV3. _____	282
Figure 153. Cycle d'hystérèse de la conductivité électrique en lien avec le changement de phase _____	284
Figure 154. Application du modèle décrivant l'évolution de la conductivité électrique en fonction de la température et du changement de phase. _____	286
Figure 155. Distribution spatiale de température, de conductivité et d'écart à la conductivité théorique, pour les acquisitions aux temps 649 et 661 h. _____	291
Figure 156. Distribution spatiale de température, de conductivité et d'écart à la conductivité théorique, pour les acquisitions aux temps 673 et 679 h. _____	292
Figure 157. Distribution spatiale de température, de conductivité et d'écart à la conductivité théorique, pour les acquisitions aux temps 691 et 721 h. _____	293
Figure 158. Distribution spatiale des variations de température et de conductivité, pour les acquisitions aux temps 649 et 655 h. _____	296
Figure 159. Distribution spatiale des variations de température et de conductivité, pour les acquisitions aux temps 661 et 667 h. _____	297
Figure 160. Distribution spatiale des variations de température et de conductivité, pour les acquisitions aux temps 673 et 679 h. _____	298
Figure 161. Distribution spatiale des variations de température et de conductivité, pour les acquisitions aux temps 685 et 691 h. _____	299
Figure 162. Distribution spatiale des variations de température et de conductivité, pour les acquisitions aux temps 697 et 721 h. _____	300
Figure 163. Distribution du gradient spatial de conductivité au temps 649 h. _____	303
Figure 164. Evolution temporelle des gradients spatiaux entre 640 et 721h. _____	304
Figure 165. Evolution temporelle du gradient de conductivité le long du profil radial, calculée par rapport à l'acquisition de référence de 649 h. _____	305
Figure 166. Evolution temporelle du gradient de conductivité le long du profil vertical, calculée par rapport à l'acquisition de référence à 649 h _____	309
Figure 167. Evolution temporelle des gradients le long des profils vertical et radial. _____	310
Figure 168. Résumé de la dépendance en température et au changement de phase de la conductivité électrique. _	328
Figure 169. Influence de la polarisation d'électrode. _____	345
Figure 170. Comparaison des modèles Debye, Cole-Cole, Davidson-Cole et Havriliak-Negami. _____	352
Figure 171. Platine de mesure SIP. _____	354
Figure 172. Corrélation entre la Capacité d'Echange Cationique (CEC) et la Surface Spécifique (SSA). _____	355

Figure 173. Exp. #1 – Influence de la masse mise en solution sur la détermination de la CEC. _____	359
Figure 174. Exp. #2 – Influence de la normalité sur la détermination de la CEC, formule corrigée. _____	361
Figure 175. Exp. #3 – Quantification de la répétabilité pour la détermination de la CEC avec la méthode du chlorure de cobaltihexamine. _____	364
Figure 176: Spectres à multi-voltages (SIP) - Exp#11- sample MON. _____	370
Figure 177. Suivi temporel de la température lors de mesures SIP en fonction de la température : surfusion et équilibre thermique. _____	372
Figure 178. Impédance, déphasage entre 1Hz-45 kHz pour une solution NaCl à 0.1 S.m ⁻¹ . _____	377
Figure 179. Spectres SIP entre 0.1Hz – 45kHz pour des échantillons de neige et de glace considérée mono-cristalline. _____	378
Figure 180. Spectres SIP entre 0.1Hz – 45kHz pour des échantillons de glace pilée. _____	379
Figure 181. Evolution des parties réelles et imaginaires de la conductivité lors de la prise en glace d'un échantillon. _____	380
Figure 182. Spectres SIP au cours du gel/degel d'un échantillon de glace pilée. _____	381
Figure 183. Spectroscopie Exp. #A et #B – Suivi de température. _____	382
Figure 184. Spectres large bande pour la montmorillonite en statique. _____	382
Figure 185. Exp #B2 – Spectres large bande pour l'illite en statique. _____	383
Figure 186. Spectroscopie Exp. #A1 (Montmorillonite) – Continuité des spectres (T = -2°C). _____	383
Figure 187. Spectroscopie Exp. #A1 (Montmorillonite) – Continuité des spectres (T = -18°C). _____	384
Figure 188. Spectroscopie Exp. #B – Parties réelle (a,c) et imaginaire (b, d) entre 0.01Hz et 45kHz (Z-SIP). _____	384
Figure 189. Spectroscopie Exp.#B – Parties réelle (a, b) et imaginaire (c, d) entre 2 et 1MHz (E4990C). _____	385
Figure 190. Spectroscopie Exp. #B – Partie réelle (a, b) et imaginaire (c, d) de la conductivité en fonction de la température. _____	386
Figure 191. Evolution de la résistivité en fonction de la température à différentes localisations. _____	387
Figure 192. Distributions de la chargeabilité normalisée au cours de l'expérience in-situ. _____	389
Figure 193. Monitoring en Potentiel Spontané durant l'expérience in-situ. _____	391
Figure 194. Radargrammes aux temps -22, 74 et 518 h pour l'expérience in-situ. _____	393
Figure 195. Acquisition géoradar 3D et bloc 3D à 518 h. _____	393
Figure 196. Nouveau dispositif de monitoring 3D pour l'expérience in-situ. _____	395
Figure 197. Distribution de conductivité pour un cas synthétique. _____	395
Figure 198. Suivi de température pour l'expérience in-situ. _____	396
Figure 199. Données du fournisseur du sable siliceux TF15. _____	397
Figure 200. Analyses granulométriques par diffraction laser du sable siliceux TF15. _____	398
Figure 201. Caractéristiques thermiques du fluide KRYO 30. _____	401
Figure 202. Evolution des températures du milieu modèle au cours de l'essai A. _____	404
Figure 203. Profils de température en fin de l'essai A. _____	404
Figure 204. Evolution des températures du milieu modèle au cours de l'essai B. _____	405
Figure 205. Profils caractéristiques de température au cours de l'essai B. _____	405
Figure 206. Evolution des températures du milieu modèle au cours de l'essai C. _____	406
Figure 207. Evolution des températures du milieu modèle au cours de l'essai D. _____	406
Figure 208. Evolution du volume de glace au cours de l'essai D. _____	407

Figure 209. Evolution du débit de la corbeille au cours des cinq derniers cycles de l'essai E. _____	407
Figure 210. Evolution de la masse de la cuve au cours de l'essai E. _____	408
Figure 211. Evolution des températures du milieu poreux au cours des cinq derniers cycles de l'essai E. _____	408
Figure 212. Distribution spatiale de température et de conductivité, pour les acquisitions aux temps 336, 348 et 360. _____	410
Figure 213. Distribution spatiale de température et de conductivité, pour les acquisitions aux temps 372, 385 et 649 h. _____	411
Figure 214. Distribution spatiale de température et de conductivité, pour les acquisitions aux temps 655, 661 et 667 h. _____	412
Figure 215. Distribution spatiale de température et de conductivité, pour les acquisitions aux temps 673, 679 et 685 h. _____	413
Figure 216. Distribution spatiale de température et de conductivité, pour les acquisitions aux temps 691, 697 et 703 h. _____	414
Figure 217. Distribution spatiale de température et de conductivité, pour les acquisitions aux temps 709 et 721 h. _____	415
Figure 218. Distribution spatiale de température, de conductivité et écart à la conductivité théorique, calculé sans imposer la température du sol à l'aplomb des spires, au temps 661 h. _____	416
Figure 219. Distribution spatiale des variations de température et de conductivité, pour l'acquisition au temps 649 h et en considérant une référence au temps 336 h. _____	416
Figure 220. Distribution spatiale de la dérivée temporelle de la conductivité pour les temps 348 à 385 h. _____	418
Figure 221. Distribution spatiale de la dérivée temporelle de la conductivité pour les temps 649 à 667 h. _____	419
Figure 222. Distribution spatiale de la dérivée temporelle de la conductivité pour les temps 673 à 691 h. _____	420
Figure 223. Distribution spatiale de la dérivée temporelle de la conductivité pour les temps 697 à 721 h. _____	421
Figure 224. Evolution temporelle de la dérivée temporelle de la conductivité le long d'un profil radial et d'un profil vertical. _____	423
Figure 225. Evolution temporelle de la conductivité et de sa dérivée temporelle en cinq nœuds différents. _____	425

Note : les figures avec le sigle WRR correspondent aux figures de l'article *Water Resources Research* (Chapitre 2), les figures avec le sigle SE aux figures de l'article *Journal of Geophysical Research - Solid Earth* (Chapitre 3) et les figures avec le sigle GRL aux figures de l'article *Geophysical Research Letters* (Chapitre 5).

Liste des tables

Table 1. Conductivité thermique, capacité thermique volumique et masse volumique pour différents sols et roches.	40
Table 2. CEC des minéraux argileux et de sols.	49
Table 3 WRR. Petrophysical of parameters of the soil samples.	88
Table 4 SE. Relevant petrophysical of parameters of the samples	113
Table 5 SE. List of experiments performed in the present study.	114
Table 6 SE. List of the optimized parameters for in-phase conductivity.	122
Table 7 SE. List of the optimized parameters for normalized chargeability.	123
Table 8. Liste des expériences en spectroscopie large bande.	146
Table 9 GRL. List of the optimized parameters for the in-phase conductivity.	167
Table 10. Principales caractéristiques du climat de Chambéry et équivalences dans l'expérience analogique.	180
Table 11. Caractéristiques du graviers.	184
Table 12. Conductivité thermique de sables, sec, saturé et englacé, mesurée en laboratoire.	186
Table 13. Mesure de la capacité calorifique du sable sec entre -15 et 30°C.	187
Table 14. Résumé des caractéristiques du sable Sd 184.	188
Table 15. Caractéristiques géométriques de la corbeille.	190
Table 16 : Cablage des cartes multiplexeur pour la centrale d'acquisition.	208
Table 17. Localisation des capteurs de saturation.	210
Table 18. Liste des essais réalisés avec l'expérience analogique.	219
Table 19. Caractéristiques des zones de calcul.	222
Table 20. Paramètres pour le calcul du bilan thermique.	225
Table 21. Flux calculés pour la zone 1, au cours de l'essai A.	230
Table 22. Bilan thermique pour les différentes zones de l'essai A.	233
Table 23. Comparaison entre les deux approches pour le calcul du flux périphérique (zone 1).	234
Table 24. Valeurs caractéristiques des flux pour l'expérience B.	239
Table 25. Caractéristiques du bilan thermique pour l'essai C.	241
Table 26. Paramètres d'acquisition du Terrameter SAS4000 pour le suivi géophysique.	262
Table 27. Statistiques des erreurs sur les mesures de résistances	264
Table 28. Rappel des caractéristiques pétrophysiques du sable de cuve.	267
Table 29. Conductivité moyenne du sable calculée à partir des conductivités inversées.	270
Table 30. Conductivité moyenne de la cuve reportée à une température référence de $T_0 = 20^\circ\text{C}$.	272
Table 31. Estimation du volume du noyau de glace.	312
Table 32. Rayon équivalent du noyau de glace calculé à partir des volumes maximaux.	312
Table 33. Mesure de conductivité sur des solutions salines pour déterminer le coefficient géométrique du dispositif de mesure.	354
Table 34. Détermination de la CEC, influence de la masse.	360
Table 35. Limite maximale de CEC titrable en fonction de la normalité et de la masse.	362
Table 36. Détermination de la CEC : influence de la normalité.	363
Table 37. Quantification de la répétabilité des mesures CEC.	365

Table 38. Exemple de préconisation sur la masse à mettre en solution en fonction de la gamme de CEC attendue. __	366
Table 39. Caractéristiques des solutions témoins de chlorure de cobaltihexamine. _____	367
Table 40. Liste des mesures SIP (0.1Hz – 45 kHz) effectuées sur des échantillons de glace pure. _____	376
Table 41. Résumé des mesures de conductivité thermique pour chaque éprouvette. _____	399
Table 42. Données climatiques pour la ville de Chambéry. _____	400
Table 43. Cycle en température : consignes pour la soufflerie et la corbeille géothermique. _____	402
Table 44. Résumé des principales modifications du positionnement des capteurs de température. _____	402
Table 45. Polynômes de calibration pour les thermocouples. _____	403
Table 46. Coefficient de calibration des débimètres. _____	403
Table 47. Carnet de suivi du monitoring géophysique. _____	409
Table 48. Résistance de contact des électrodes pour l'essai en sable saturé. _____	409

Note : les tableaux avec le sigle WRR correspondent aux tables de l'article *Water Resources Research* (Chapitre 2), les tables avec le sigle SE aux tables de l'article *Journal of Geophysical Research - Solid Earth* (Chapitre 3) et la table avec le sigle GRL à la table de l'article *Geophysical Research Letters* (Chapitre 5).

Introduction générale

Depuis quelques années, une volonté politique et sociétale encourage la mise en place d'un développement et d'un aménagement durable de notre société. Cette politique d'aménagement durable s'applique dans plusieurs domaines de notre société comme par exemple les transports, la production d'énergie, l'aménagement du territoire ou de l'habitat. L'aménagement durable de nos logements peut s'effectuer d'une part en réduisant la consommation énergétique, et d'autre part en améliorant le mode de chauffage et la production d'énergie. En effet, les futurs bâtiments devront être « neutres » énergétiquement c'est à dire qu'ils devront produire au moins autant d'énergie qu'ils en consomment. Cet objectif a été fixé par l'ADEME à l'horizon 2020/2021 (ADEME, 2020, 2017). Pour atteindre cet objectif, il faut donc réduire la consommation énergétique du bâtiment et produire de l'énergie à partir de sources renouvelables telles que le photovoltaïque, l'éolien ou la géothermie. La réduction de la consommation énergétique nécessite une meilleure isolation du bâtiment, une gestion optimisée de l'énergie par la domotique, une diminution de la consommation liée aux activités de l'utilisateur et un système de chauffage adapté. Le choix du meilleur mode de chauffage pour un bâtiment donné est un compromis entre la demande énergétique, l'énergie disponible dans son environnement proche, son impact environnemental et la rentabilité économique. Autrement dit, les logements individuels énergivores sont peu compatibles avec un chauffage par énergie renouvelable de par leur faible densité énergétique et leur intermittence. Lorsque le mode de chauffage utilise des énergies renouvelables, celui-ci peut être considéré à la fois comme une source de production d'énergie et comme une source de réduction de la consommation d'énergie fossile.

Parmi toutes les ressources renouvelables, dévolues au chauffage des bâtiments, trois mettent en œuvre des pompes à chaleur : l'aérothermie (i.e. un prélèvement de chaleur dans l'air), l'aquathermie (i.e. un prélèvement de chaleur dans une nappe phréatique, une rivière, un lac) et la géothermie (i.e. un prélèvement de chaleur dans le sous-sol). Nous nous sommes intéressés à la géothermie superficielle car ces systèmes offrent souvent de meilleurs rendements par rapport à l'aérothermie et ne nécessitent pas d'environnement particulier comme l'aquathermie. De plus, la géothermie superficielle nécessite un investissement plus faible que la géothermie très profonde. Cette dernière devient rentable pour le chauffage d'un ou plusieurs collectifs avec un réseau de chaleur et requiert généralement un environnement particulier (Christodoulides et al., 2019; Daniilidis et al., 2017; Farzanehkhameh et al., 2020; Vogt et al., 2013)

Les systèmes géothermiques superficiels se composent de trois éléments principaux : un échangeur captant l'énergie présente dans le sol, une pompe à chaleur (ou PAC) permettant de rehausser la température au niveau requis pour le fonctionnement du système et des émetteurs restituant l'énergie au bâtiment.

Les systèmes géothermiques superficiels sont des systèmes à basse enthalpie qui nécessitent une grande surface d'échange avec le milieu. Cette grande surface d'échange est disposée soit verticalement soit horizontalement (ADEME and BRGM, 2010). Dans le premier cas, les capteurs verticaux sont mis en place jusqu'à des profondeurs de l'ordre d'une centaine de mètres, mais le coût d'installation est élevé. Dans le deuxième cas, les capteurs horizontaux sont placés sur le terrain jouxtant le bâtiment à environ 80 cm de profondeur mais cela nécessite d'avoir une grande surface disponible. Depuis une dizaine d'années, un nouveau type de capteurs géothermiques est mis en place nécessitant une superficie moindre à coût avantageux. Ces capteurs sont les corbeilles géothermiques dits aussi échangeurs compacts ou échangeurs hélicoïdaux. Schématiquement, une corbeille géothermique correspond à un tube enroulé en hélice et enterré généralement entre 1.0 et 3,5 mètres de profondeur (Figure 1). Ces capteurs géothermiques sont placés à quelques mètres du bâtiment.



Figure 1. Photographie d'une corbeille géothermique en cours d'installation (Moch, 2013). Cette corbeille géothermique RYB-Terra a été installée sur le site de Technolac (Le Bourget-du-Lac, France). La base de la corbeille est à une profondeur d'environ 3.5 m. Son diamètre et sa hauteur sont respectivement de 1.0 m et de 2.4 m.

Les études numériques et techniques des corbeilles géothermiques sont assez récentes, (e.g. Rabin and Korin, 1996; Becmeur, 2011; Zarrella et al., 2013; Moch, 2013; Boughanmi et al., 2018) et moins nombreuses que celles dévolues aux autres systèmes car ces corbeilles sont encore peu implantées. Nos travaux de recherche font suite aux travaux de Xavier Moch (Moch, 2013) où une étude théorique et expérimentale des corbeilles géothermiques a été réalisée notamment avec le développement de modélisation par éléments finis et par solution analytique. Ces travaux ont démontré la viabilité de ce mode de chauffage et donnent des conseils pour le dimensionnement (e.g. distance entre les corbeilles, puissance de la pompe à chaleur, etc.). Mais ils ont aussi démontré la nécessité de mieux prendre en compte la nature du sol dans les règles de dimensionnement et l'impact du gel. En effet, l'utilisation des corbeilles géothermiques peut provoquer le gel du sol. L'impact du gel du sol sur les performances du système géothermique à court terme (i.e. durant la saison hivernale) et à long terme (i.e. sur plusieurs années) reste à déterminer. Les travaux préliminaires de Moch (2013) à ce sujet interrogent quant à l'impact à long terme du gel du sol.

Les lois de dimensionnement des systèmes à base de corbeilles géothermiques ne prennent pas en compte la nature du sol et des transferts thermo-hydriques complexes ce qui limite leurs performances. Nos travaux de recherche visent à mieux comprendre les transferts thermo-hydriques dans le sol, et l'impact du changement de phase sur les performances du système. En raison de la complexité des transferts thermo-hydriques et afin de répondre à ces problématiques, nous avons besoin d'informations supplémentaires amenées par un monitoring géophysique. Les méthodes géophysiques que nous avons appliquées sont la Tomographie de Résistivité Electrique et la Polarisation Provoquée en domaine temporel et spectral. Ces méthodes permettent de caractériser les propriétés électriques du milieu (e.g. conductivité, chargeabilité) qui dépendent de paramètres pétrophysiques du sol tels que la minéralogie, la porosité, la saturation, la température. Les corbeilles géothermiques ne requièrent pas d'environnement particulier pour être utilisées. Ainsi, pour appliquer ces méthodes géophysiques à nos problématiques, nous avons dû quantifier les propriétés électriques pour différents types de sols puis la dépendance vis-à-vis de la température et du changement de phase afin de compléter les modèles existants. Cette partie a été effectuée à l'aide de mesures en laboratoire.

Le Chapitre 1 présente un état de l'art, avec une première partie focalisée sur les corbeilles géothermiques puis nous présentons les différentes méthodes géophysiques que nous avons utilisé. Le Chapitre 2 étudie en laboratoire la réponse de la conductivité complexe de différents types de sol afin de valider les modèles existants. Ensuite, dans le Chapitre 3, nous avons développé une série d'expériences en laboratoire afin de caractériser la conductivité complexe vis-à-vis de la température

et du changement de phase et ainsi valider notre modèle. A l'issue de ce chapitre, nous explorons l'intérêt d'effectuer des mesures sur une plus grande gamme de fréquences afin de mieux caractériser le changement de phase et notamment la polarisation intrinsèque de la glace (Chapitre 4). Nous avons ensuite appliqué le modèle pétrophysique développé sur une expérience in-situ où une corbeille géothermique fonctionne en continu sur plusieurs jours (Chapitre 5). Au cours de cette expérience, un monitoring géophysique a été effectué, permettant de valider notre modèle. Ensuite, afin de déterminer l'impact de la saturation et du changement de phase à court et à long terme sur la performance du système, nous avons développé une expérience analogique (Chapitre 6). Elle consiste à simuler les conditions environnementales (i.e. le gradient de température du sol) et différentes dynamiques de prélèvement de chaleur à l'aide d'une corbeille géothermique à échelle réduite. Les différentes expériences ont été analysées en calculant le flux énergétique et donc le bilan thermique. Le Chapitre 7 présente les résultats du monitoring géophysique effectué sur l'un des essais de l'expérience analogique et les différentes stratégies développées afin de détecter la croissance du noyau de glace. Enfin, le dernier chapitre (Chapitre 8) correspond aux conclusions et perspectives.

Chapitre 1. Etat de l'art

Les travaux de recherche présentés dans cette thèse comportent deux points de vue : la caractérisation des performances énergétiques du système géothermique étudié et la caractérisation géophysique des matériaux. Ainsi, dans une première partie, nous présentons le principe du chauffage géothermique individuel ainsi que les caractéristiques du milieu poreux, les différents types de simulations et sites d'essais. Les parties suivantes correspondent à la présentation des processus de conduction et de polarisation électriques dans le sol, des méthodes géo-électriques et des modèles associés.

1.1. Chauffage géothermique superficiel

Le chauffage géothermique superficiel peut être soit l'unique chauffage du bâtiment soit être le chauffage principal associé à un chauffage d'appoint. En effet, pour les bâtiments énergivores ou pour les environnements difficiles (hiver long et/ou rigoureux) l'utilisation d'un chauffage géothermique superficiel peut ne pas être rentable économiquement et nécessiter d'être couplé à un mode de chauffage complémentaire. Ce mode de chauffage est dit bivalent.

Le but du chauffage géothermique est de limiter la consommation d'énergie primaire du bâtiment en valorisant une énergie présente dans son environnement. Extraire l'énergie du sous-sol demande un apport d'énergie pour rehausser la température du fluide caloporteur. Les pompes à chaleur permettent de limiter cet apport de chaleur grâce à leur Coefficient de Performance (COP) élevé. D'après Sarbu and Sebarchievici (2014), le chauffage géothermique superficiel est plus rentable que les systèmes de chauffage conventionnels pour des climats marqués par de fortes variations journalières ou saisonnières de température, ou lorsqu'il est intégré aux nouvelles constructions, ou encore dans les zones où l'énergie (carbonée ou électrique) est chère. Le prix de l'énergie « conventionnelle » joue un rôle essentiel dans la rentabilité économique du système comme l'indique Self et al. (2013) avec son analyse de la situation au Canada.

Un système de chauffage géothermique superficiel peut se décomposer en trois éléments principaux : des capteurs extrayant la chaleur du sous-sol, une pompe à chaleur (PAC) permettant de rehausser le niveau de température et des émetteurs restituant la chaleur au bâtiment. Nous nous intéressons ici uniquement au système géothermique en circuit fermé (en anglais *closed loop*) ; pour plus de détails sur les autres systèmes se référer par exemple aux travaux de synthèse de Mustafa Omer (2008) ; Sarbu and Sebarchievici (2014).

1.1.1. Le sol : une source d'énergie

Les systèmes géothermiques superficiels ont de meilleurs rendements que les systèmes d'aérothermie en raison de l'amplitude des variations de la source froide et de la qualité des transferts thermiques au niveau des échangeurs extérieurs. En effet, la température de l'air subit des variations journalières et saisonnières importantes qui nuisent à la performance du système puisque les besoins en énergie des bâtiments sont d'autant plus forts que la température extérieure est basse. De plus, les débits d'air importants induits par la faible capacité thermique volumique de l'air impactent le rendement énergétique du système. Pour pallier à ces inconvénients, les pompes à chaleur géothermiques puisent l'énergie dans le sous-sol où les variations de températures sont plus faibles (e.g. figure 2 dans Self et al., 2013) et les transferts thermiques plus efficaces. L'énergie est extraite à l'aide d'échangeurs qui sont présentés plus en détail en partie 1.1.3.

La température du sol jusqu'à une dizaine de mètres de profondeur est principalement contrôlée par les conditions climatiques en surface (Farouki, 1981) et les paramètres physiques du sol. Les phénomènes climatiques importants sont le rayonnement solaire, la température extérieure, les précipitations, le vent. Ils interagissent avec la couche végétalisée à la surface du sol, la topographie, la composition et la teneur en eau du sol affectée par la présence d'une nappe phréatique. Les caractéristiques thermiques du sol dépendent de sa composition minéralogique, de son état de saturation et de sa perméabilité. La caractérisation de chacun de ces paramètres est difficile à appréhender. Aussi la grande majorité des modèles de la littérature utilisés pour décrire les performances énergétiques des pompes à chaleur géothermiques ne considèrent que les transferts thermiques diffusifs basés des propriétés moyennes. L'évolution temporelle de la température du sol non perturbé par les échangeurs peut alors être décrite de manière simplifiée en fonction de la profondeur à partir de la connaissance de la température moyenne annuelle extérieure, de son amplitude de variation, et de la diffusivité du sol (Pahud, 2002) à l'aide de l'équation suivante :

$$T(z, t) = T_{moy} - T_{amp} \cos\left(\omega_a (t - t_f) - z \sqrt{\frac{\omega_a}{2a}}\right) \exp\left(-z \sqrt{\frac{\omega_a}{2a}}\right) \quad 1.1$$

avec, T_{moy} température moyenne annuelle (°C), T_{amp} amplitude de la variation de température de la surface (°C), ω_a pulsation du cycle sinusoïdal (rad.s⁻¹), t temps (s), t_f temps auquel la température de surface est la plus froide (s), a diffusivité thermique (m².s⁻¹).

Pahud (2002) montre qu'à partir d'une quarantaine de centimètres, l'influence de la variation journalière de la température est réduite d'un facteur 10 et que les variations annuelles sont négligeables au-delà de sept mètres (voir Table 2.2 dans Pahud (2002)). Toujours à partir de cette équation, Moch (2013) a calculé le profil de température d'un sol de diffusivité $6.8 \cdot 10^{-7}$ m².s⁻¹ en prenant en compte les constantes climatiques de Chambéry pour différents mois de l'année (Figure

2). L'onde thermique perçue en profondeur est amortie et déphasée par rapport à l'onde thermique en surface. Ce déphasage peut être estimé à trois mois à deux mètres de profondeur, si bien que le sous-sol est le plus froid et le plus chaud à cette profondeur respectivement aux mois d'avril et d'octobre (Sarbu and Sebarchievici, 2014). Ce déphasage est avantageux en début d'hiver puisque le système commence le prélèvement de chaleur au moment où le sol est le plus chaud en profondeur. Le rendement du chauffage géothermique superficiel dépend des conditions climatiques puisqu'il prélève l'énergie thermique accumulée durant la période estivale dans le sol. Il peut être sensiblement impacté par la présence d'écoulements souterrains d'eau (infiltrations, écoulements de la nappe).

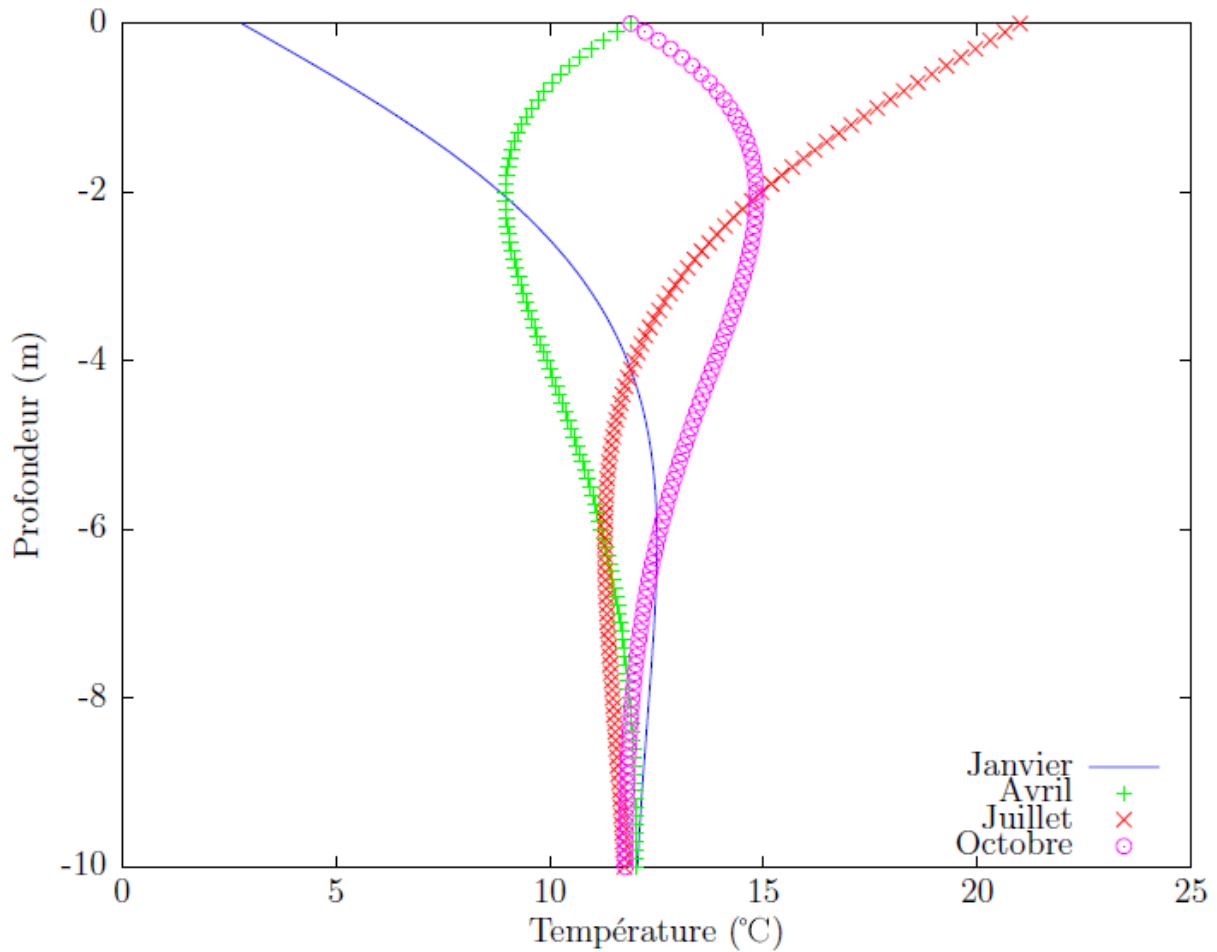


Figure 2. Estimation des profils de température pour un sol de diffusivité $6.8 \cdot 10^{-7} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ calculés à partir des constantes climatique de la ville de Chambéry, (Moch, 2013). Les profils de température ont été calculés à partir de l'équation de chaleur, de la température annuelle moyenne et de l'amplitude de température de l'air.

1.1.2. Principe du chauffage géothermique

Le chauffage géothermique superficiel consiste à prélever de la chaleur à basse température dans le sol et de la transmettre aux bâtiment à un niveau de température plus élevé (l'énergie récupérée à l'aide des capteurs ou échangeurs géothermiques est trop faible pour être utilisée directement pour le chauffage d'un bâtiment c'est-à-dire que la température des fluides glycolés n'est pas suffisante pour restituer de la chaleur au bâtiment). Le rehaussement de la température est assuré par une pompe à chaleur. L'injection de la chaleur dans le bâtiment est effectuée à l'aide d'émetteurs.

Dans cette partie, nous présentons le cycle thermodynamique, les différents types de pompe à chaleur et d'émetteurs. La partie suivante (1.1.3) présente les différents types de capteurs géothermiques, notamment les corbeilles géothermiques qui font l'objet de cette thèse.

➤ Cycle thermodynamique d'une pompe à chaleur

La pompe à chaleur (PAC) est basée sur le même principe physique qu'un réfrigérateur. Elle extrait de l'énergie d'une source froide pour la restituer à une source chaude grâce à un apport d'une énergie motrice ou mécanique au niveau du compresseur. La PAC est donc un système thermodynamique qui peut être décrit à l'aide d'un diagramme de Mollier qui est une application du cycle théorique de Carnot (Figure 3).

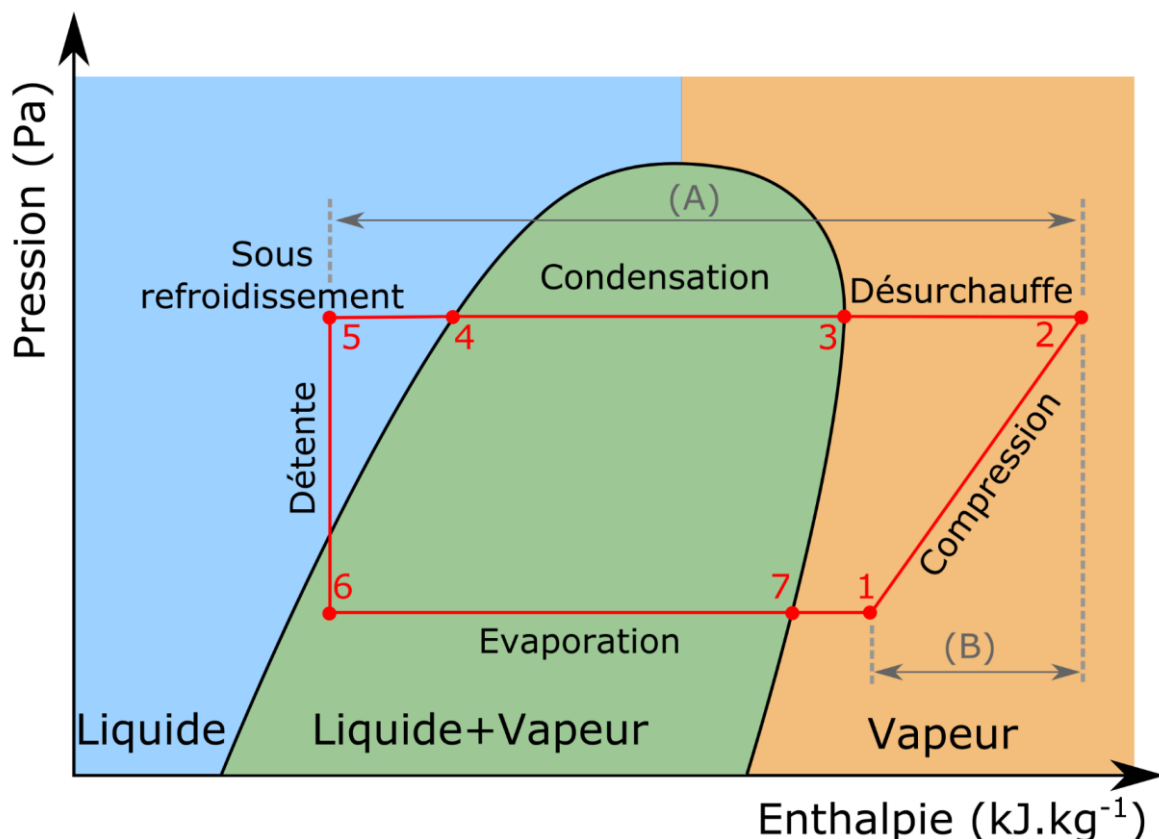


Figure 3. Cycle thermodynamique d'une PAC, modifié à partir de *Riederer, (2012)*.

Le cycle thermodynamique d'une PAC peut se décomposer en sept phases. La première étape est la phase de compression (1→2), où le fluide frigorigène à l'état gazeux est comprimé permettant d'élever sa température et sa pression. Le travail consommé correspond au gain d'enthalpie du système. A l'issue de cette phase, la vapeur est à haute pression. La deuxième étape dite de « Désurchauffe » (2→3) correspond à une diminution de la température du gaz qui cède sa chaleur au circuit caloporteur des émetteurs, avant l'apparition des premières gouttes. Il suit alors une étape de condensation (3→4) où l'énergie libérée (chaleur latente) est aussi transmise au fluide caloporteur circulant dans les émetteurs. La quatrième étape correspond au sous-refroidissement (4→5), le fluide frigorigène à l'état liquide est refroidi de quelques degrés au-dessous de sa température de saturation avant de quitter le condenseur. Ensuite, le fluide subit une détente (5→6) avant d'aller dans l'évaporateur (6→7 et 7→1). Durant ces étapes, le fluide frigorigène prend de la chaleur au fluide caloporteur circulant dans l'échangeur géothermique. Le fluide frigorigène s'évapore à la température de changement de phase de la basse pression. Lorsque tout le liquide est évaporé, le fluide frigorigène à l'état gazeux est surchauffé de quelques degrés.

➤ Coefficient de Performance et dimensionnement d'une PAC

La chaleur transférée au fluide des émetteurs et servant au chauffage de l'habitation constitue la puissance calorifique dite de chauffe. La chaleur prélevée au fluide des échangeurs géothermiques et conduisant au refroidissement du sol constitue la puissance frigorigène. Durant ce cycle, la phase de compression consomme de l'énergie électrique (via l'utilisation du compresseur (label B dans la Figure 3)). Le rapport entre la puissance utile (dévolue au chauffage) (label A, Figure 3) et la puissance électrique consommée par le système (label B pondérée par le rendement électrique du compresseur, Figure 3) définit la performance du chauffage géothermique est appelé le Coefficient de Performance (COP). Autrement dit, un système qui a un COP de 4 et consommant 1 kW d'électricité, restitue 4 kW en puissance de chauffe. Les PAC géothermiques ont des COP compris entre 3.5 et 5.0. Le COP est d'autant plus élevé que l'écart de température entre la source froide et le bâtiment à chauffer est faible. Comme cet écart de température évolue au cours de la saison hivernale, il est possible de définir des COP saisonniers (Sarbu and Sebarchievici, 2014).

Le dimensionnement de la PAC dépend de son utilisation (chauffage et/ou eau sanitaire) du type d'émetteur et d'échangeurs. La puissance de la PAC est dimensionnée avec les conditions climatiques de base (température minimales attendue) en tenant compte des systèmes d'appoint éventuels. Il ne faut pas sur-dimensionner le système, au risque que la PAC réalise de nombreux cycles courts provoquant une usure prématurée du compresseur et globalement une consommation plus importante en raison des nombreux démarrages du compresseur.

➤ La réversibilité d'une PAC

Certains systèmes géothermiques permettent aussi d'inverser les flux thermiques afin de « rafraichir » l'habitat durant l'été. Selon les systèmes, il s'agit d'un abaissement de la température intérieure de 5 à 7°C. Le condenseur est alors relié au capteur géothermique et l'évaporateur aux émetteurs. La PAC puise les calories dans le logement et les dissipe dans l'environnement extérieur. Il est préférable d'employer le terme rafraichissement. Le refroidissement de l'habitation ne peut pas être aussi important qu'avec une climatisation classique puisqu'il faut éviter l'apparition de condensation au niveau de l'émetteur, notamment dans le cas d'un plancher « chauffant ».

➤ Les différentes technologies d'une PAC

D'un point de vue technique, la PAC se compose au minimum d'un compresseur et d'un détendeur, d'un évaporateur et d'un condenseur. Le capteur géothermique et l'émetteur peuvent jouer le rôle d'évaporateur et de condenseur, ou être connectés à ces derniers via un échangeur (Figure 4). Il existe trois types de PAC : sol/sol, eau glycolée /eau et sol/eau (Mustafa Omer, 2008; Riederer, 2012). La PAC sol/sol est généralement utilisée pour les capteurs horizontaux. Le capteur géothermique et l'émetteur jouent le rôle d'évaporateur et de condenseur (Figure 4a). La PAC eau glycolée/eau peut être utilisée pour tout type de capteur géothermique. Dans ce type de système, il y a trois types de fluides : de l'eau glycolée (eau + antigel) dans les échangeurs géothermiques, un fluide frigorigène pour la PAC et de l'eau pour les émetteurs (Figure 4b). Enfin, pour la PAC sol/eau, le capteur géothermique joue le rôle d'évaporateur. L'eau circule dans les émetteurs alors que le fluide frigorigène circule dans la PAC et les capteurs géothermiques (Figure 4c). Les pompes à chaleur installées en France ne sont plus que de type eau glycolée/eau, comme c'est le cas pour l'installation étudiée, pour limiter la quantité de fluide frigorigène dans les installations.

Le compresseur est l'élément le plus important dans une PAC car il est le principal organe consommant de l'électricité. La plupart des compresseurs actuels des PAC sont des compresseurs spiralés de type Scroll qui sont silencieux et ont peu de pièces mobiles. D'autres composants sont associés au compresseur comme les vannes d'inversion permettant la réversibilité des systèmes ou comme des échangeurs liquide/vapeur permettant d'assurer la surchauffe des vapeurs et le sous-refroidissement du fluide frigorigène. Ces échangeurs permettent d'augmenter le COP.

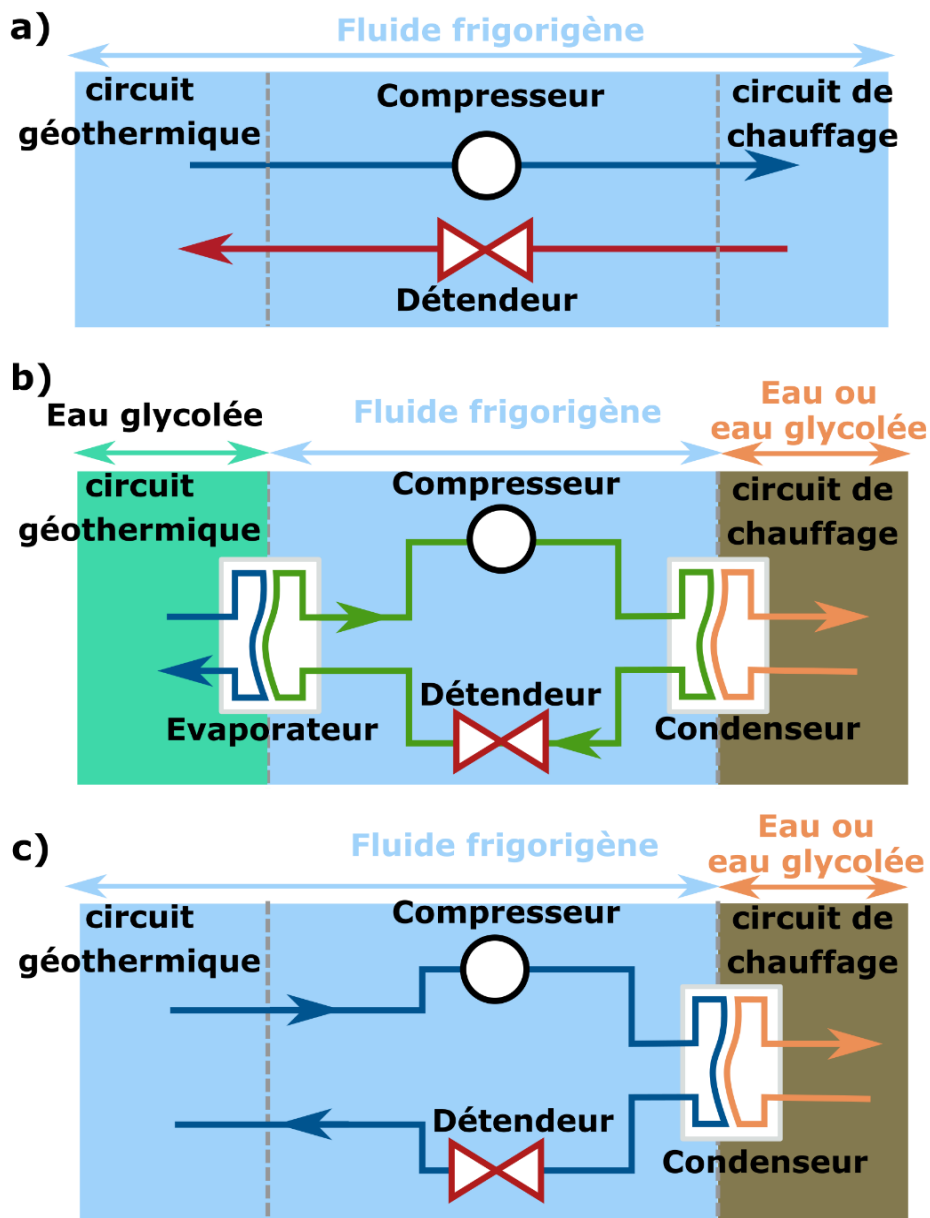


Figure 4. Les différents types de PAC.
 a) PAC sol/sol, b) PAC eau glycolée/eau, c) PAC sol/eau, modifié de Riederer (2012).

➤ Les types d'émetteurs

La performance globale du chauffage géothermique dépend aussi du type d'émetteur. Les émetteurs privilégiés sont des émetteurs basse température notamment les planchers chauffants ou les groupes ventilo-convecteurs (Sarbu and Sebarchievici, 2014). Les planchers chauffants ou à défaut les murs chauffants ont une grande surface d'échange avec le milieu. Ainsi, la température du fluide circulant dans ce type d'émetteur n'est pas très élevée (généralement entre 28 et 30°C). Le COP global du système est parmi les meilleurs existants pour un système de chauffage géothermique. Les planchers chauffants autorisent la réversibilité du système à condition que la température du fluide ne descende pas au-dessous de 18°C pour éviter la condensation. Les ventilo-convecteurs font circuler de l'eau dans un échangeur eau/air avec un ventilateur qui souffle l'air réchauffé dans la

pièce. La température de l'eau en sortie de la PAC doit généralement être comprise entre 40 à 45°C (entre 30 et 35°C pour les ventilo-convecteurs les plus performants (Percebois, 2011)). La réversibilité du système est possible avec ce type d'émetteur.

Enfin, bien que cela ne soit pas optimal, il est aussi possible d'utiliser les radiateurs préexistants dans le cas de rénovation. La température optimale du fluide circulant dans d'anciens radiateurs est d'environ 75°C. Ainsi, la PAC consomme plus d'énergie pour amener le fluide à la température requise et donc le rendement global du système est plus faible. Actuellement, la température maximale conseillée en sortie de la pompe à chaleur basse température est de 55°C, il est même recommandé de dimensionner son installation selon une température optimale entre 45 et 50°C (ADEME et AFPG, 2017). Dans la pratique, les PAC basse température peuvent fournir des températures plus élevées à la sortie, mais cela n'est plus rentable d'un point de vue financier. Deux solutions s'offrent alors à l'utilisateur : i) compléter le système avec des émetteurs basse-énergie, ii) améliorer l'isolation du logement pour compenser la faible puissance de chauffe du radiateur. Il est aussi possible d'opter pour une PAC haute température avec un COP plus bas que les PAC basse température.

1.1.3. Types d'échangeurs

Le prélèvement de chaleur dans le sol peut s'effectuer avec plusieurs types d'échangeurs géothermiques. Pour le chauffage individuel, les principaux échangeurs sont les capteurs verticaux, les capteurs horizontaux (Figure 5) et les échangeurs compacts ou corbeilles géothermiques (Figure 6).

Les capteurs verticaux prélèvent la chaleur du sol à l'aide d'une sonde géothermique placée dans un forage vertical dont la profondeur varie entre 50 et 200 m (Figure 5a). Pour ces profondeurs la température du sol peut être considérée comme quasiment constante au cours de l'année. A 10m de profondeur, la température du sol est égale à la température moyenne annuelle (sauf anomalie thermique). Au-delà, la température du sol s'élève de 2 à 3 °C par tranche de 100 mètres. Selon la conductivité thermique du sol, la puissance des sondes verticales varie entre 30 et 70 W par ml (Vu, 2007). En moyenne, l'utilisation d'une PAC pendant 1800 heures permet l'extraction thermique de l'ordre de 50 W/ml (Percebois, 2011).

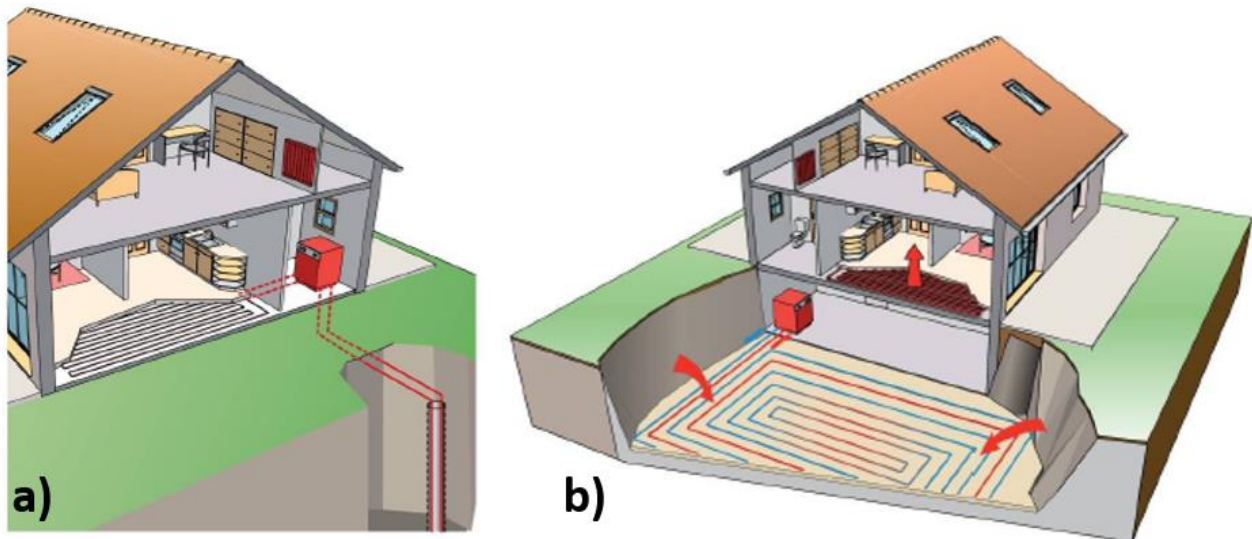


Figure 5. Capteurs verticaux (a) et capteurs horizontaux (b) (Riederer, 2012).

La sonde géothermique est généralement composée de tubes en polyéthylène haute densité (PEHD) dans lesquels circule de l'eau glycolée. La plupart des sondes se composent de 4 tubes (diamètre de 32 mm) formant un double U ou se finissant par une sonde coaxiale. Le forage est colmaté par de la bentonite notamment pour éviter la présence d'air qui est un isolant thermique, pour optimiser la recharge thermique et pour isoler les aquifères.

La mise en place de ce système doit respecter des contraintes en termes de distance par rapport aux bâtiments, de température de fluide et de réglementation lié au forage. Les capteurs verticaux sont intéressants d'un point de vue rendement global du système puisque la température du sol ne varie pas en fonction des saisons ; mais il baisse au cours du temps avec le prélèvement lorsqu'il n'y pas de circulation d'eau en profondeur. Il est possible de régénérer thermiquement le sol en été via l'utilisation de capteurs solaires thermiques ou d'une climatisation réversible. Par contre, le prix du forage est le principal frein dans la mise en place de ce type de système. Ainsi, des variantes de ce système ont été développées afin de réduire le coût d'installation. Une des variantes consiste à utiliser des forages obliques de 40 mètres linéaires à partir d'un seul point de forage.

Une alternative aux sondes géothermiques verticales est l'utilisation de capteurs horizontaux qui ont un coût d'installation bien plus faible. Le principe de ce système est de prélever la chaleur du sol à faible profondeur (environ 0,8 m). L'énergie prélevée provient majoritairement du rayonnement solaire et des transferts convectifs avec l'air (Percebois, 2011). Comme la puissance thermique extraite du sol par mètre linéaire de sol est faible (de l'ordre de 10 à 20 W/ml (Moch, 2013)), il est nécessaire d'avoir une surface d'échange importante avec le milieu. Ainsi, les capteurs horizontaux sont constitués d'une grande longueur de tube de polyéthylène placée dans des tranchées ou posée en décapage sous la limite hors gel (Figure 5b). Les tubes doivent être assez éloignés les uns des autres

pour limiter les interactions thermiques entre tubes. Le gel du sol occasionné par les capteurs peut provoquer localement des gonflements puis des tassements. La zone de prélèvement nécessaire pour le chauffage de l'habitation est d'au moins 1.5 à 2.0 fois la surface à chauffer (Percebois, 2011). Ces échangeurs ont été largement étudiés e.g. (Philippe et al., 2011). Dans la zone d'implantation des capteurs, il n'est pas possible de construire, de planter des arbres ou d'imperméabiliser la surface par exemple avec une terrasse. Ainsi, ce système ne peut pas être mis en place pour des habitations avec peu de terrain.

Les corbeilles géothermiques offrent l'avantage d'avoir un coût d'installation plus faible que les capteurs verticaux et ne nécessitent pas de grande superficie de terrain comme les capteurs horizontaux (Figure 6). Elles permettent d'extraire l'énergie du sous-sol sur quelques mètres de profondeur. Une corbeille géothermique se compose d'un tube polyéthylène de 40 à 100 m, enroulé sous la forme d'une spirale. Ces corbeilles géothermiques sont enterrées entre 1.0 et 5.0 mètres. Généralement, le diamètre des corbeilles est compris entre 0.8 et 1.2 m et la hauteur entre 1.4 et 3.0 m. Il existe donc plusieurs formes de corbeilles selon les constructeurs (Figure 7). La surface interne du tube peut être rainurée afin de maximiser le transfert thermique. Généralement, le fluide glycolé entre par la première spire, c'est-à-dire par le haut de la corbeille alors que le retour s'effectue par un tube passant par son centre. Pour définir une corbeille, il faut connaître sa forme, son rayon r (m), sa hauteur h (m), le pas de l'hélice p (m), ce qui nous permet de déduire sa longueur L_{tot} (m) :

$$L_{tot} = H \sqrt{1 + \left(\frac{2 \pi r}{p}\right)^2} \quad 1.2$$

Le transfert thermique entre le fluide circulant dans la corbeille et le sol peut être modélisé par deux résistances thermiques : i) une résistance thermique de conduction $R'_{th\ cond}$ ($K.W^{-1}$) entre le tube de la corbeille et le sol et une résistance thermique de convection $R'_{th\ conv}$ ($K.m^{-1}.W^{-1}$) entre le tube et le fluide.

$$R'_{th\ cond} = \frac{\ln(r_e/r_i)}{2 \pi \lambda_{paroi}} \quad 1.3$$

$$R'_{th\ conv} = \frac{1}{Nu \pi D_i \lambda_{fluide}} = \frac{1}{h \pi D_i} \quad 1.4$$

avec r_e , r_i respectivement les rayon extérieur et intérieur du tube (m) ; D_i la longueur caractéristique (m) ; λ_{paroi} , λ_{fluide} la conductivité thermique de la paroi du tube et du fluide calorifique ($W.m^{-1}.K^{-1}$), Nu le nombre de Nusselt (-) et h le coefficient de convection thermique ($W.m^{-2}.K^{-1}$).

Les corbeilles géothermiques sont mises en place dans un trou qui est remblayé par les matériaux du site de préférence préalablement criblés. Les corbeilles peuvent être enterrées à quelques mètres des fondations ce qui est un avantage pour les petits terrains.

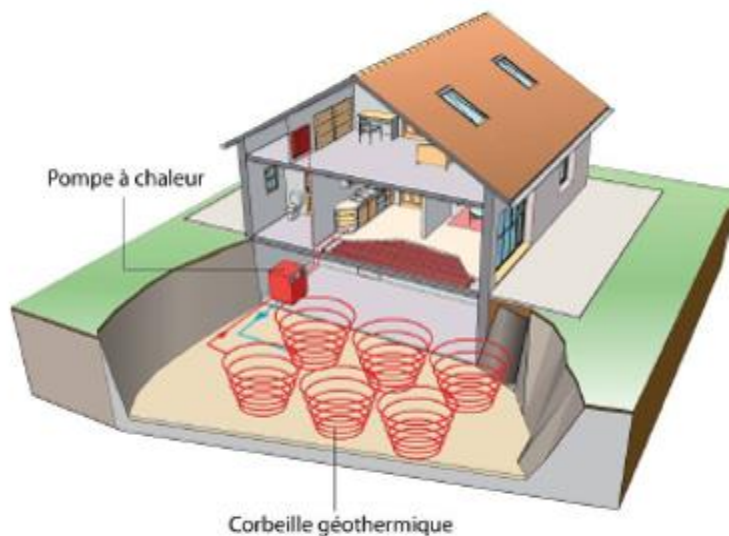


Figure 6. Réseau de corbeilles géothermique (Riederer, 2012).

Le nombre de corbeilles mises en place dépend de la puissance thermique demandée, la puissance de chaque corbeille et du type de sol. La puissance d'une corbeille est comprise entre 500 W et 2 kW (BRGM, 2019a; Grenelle Environnement, 2015). Généralement entre 5 et 10 corbeilles sont installées en fonction de la surface à chauffer et des déperditions thermiques pour les habitats individuels anciens. Les nouvelles construction basses consommations ne nécessitent plus que de 2 à 3 corbeilles pour leur chauffage et la production d'ECS. Les échangeurs sont généralement montés en parallèle, ils doivent être espacés d'une distance minimale afin d'éviter les d'interagir entre eux (Agbossou et al., 2018; Dehghan et al., 2016; Moch, 2013). Actuellement, il n'y a pas réellement de réglementation pour le dimensionnement de ce type de système (Grenelle Environnement, 2015). Les professionnels retiennent un taux d'extraction entre 6 et 17.5 W/ml. Selon le nombre de corbeilles mis en œuvre, un gel du sol peut se produire. Afin d'aider les professionnels, le BRGM et l'ADEME ont mis en place un outil pour aider au dimensionnement des corbeilles dans le cadre du projet LOGECOOL (BRGM and ADEME, 2015).

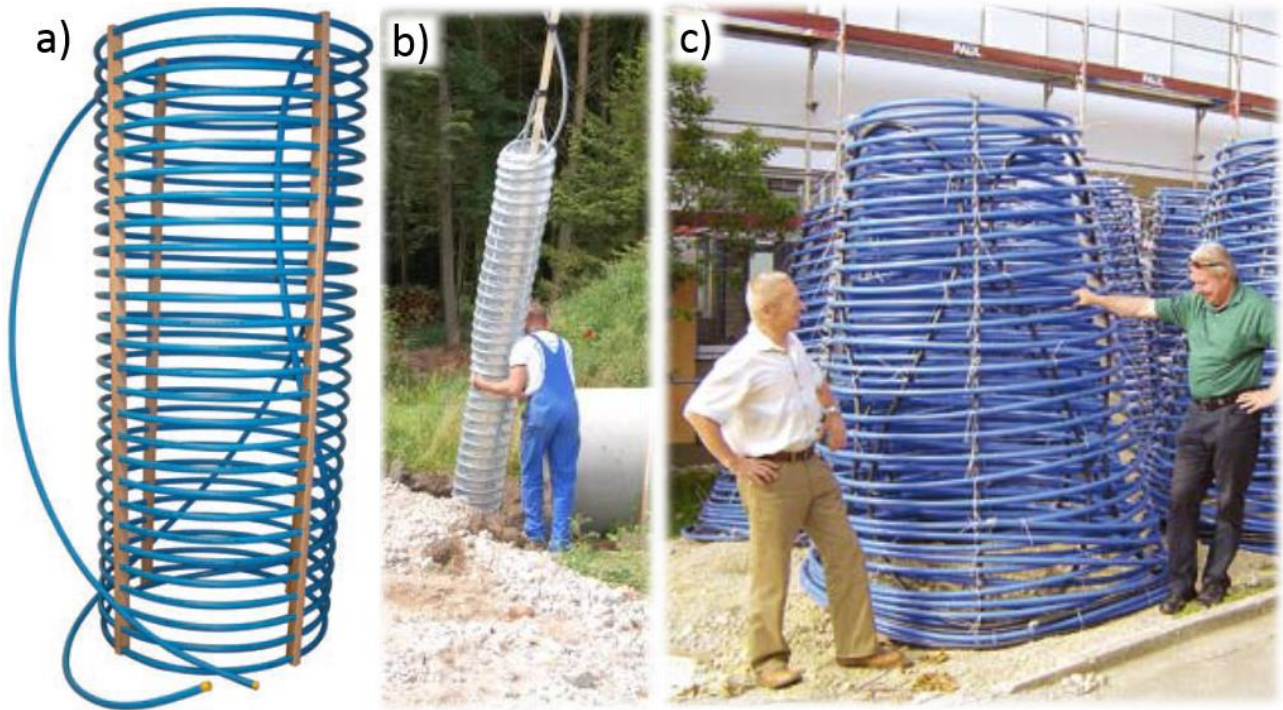


Figure 7. Différentes formes de corbeilles géothermiques.

a) Echangeur compact Terral Spiral de Ryb Terra (Ryb Terra, 2016), b) Echangeur cylindrique à faible rayon de Rehau (REHAU, 2010), c) Echangeur conique de Betatherm (HTI, 2007)

D'autres systèmes moins courants sont aussi employés pour le chauffage des habitations, comme par exemple utiliser les fondations des bâtiments comme capteurs géothermiques. Ce type de système est plutôt mis en place pour des bâtiments collectifs dont les fondations sont des pieux (e.g. Gao et al., 2008; Wood et al., 2009), mais les éventuels cycles gel/dégel peuvent abaisser le coefficient de frottement utilisé pour le dimensionnement des pieux, et affecter la stabilité du bâtiment. Actuellement plusieurs travaux de recherche portent aussi sur des échangeurs spiralés mis en place dans des tranchées à l'horizontale (e.g. voir la Figure 3 dans Chong et al., 2013; Han et al., 2017) ou encore sur des dispositifs de stockage d'énergie dans le sol (Fan and Khodadadi, 2011).

1.1.4. Milieux poreux

Les corbeilles géothermiques n'ont pas besoin d'environnement géothermique particulier pour être installées, sans préjuger de leur fonctionnement. En effet, elles sont généralement installées entre 1 et 5 m de profondeur (plus rarement jusqu'à 10 m) dans des sols très différents selon le contexte géologique et l'utilisation passée du site (présence ou non de remblais). Ce sol peut être décrit comme un milieu poreux. Un milieu poreux se compose d'une phase solide correspondant aux minéraux et aux grains, d'une phase liquide qui peut être reliée à la notion d'eau porale et d'une phase gazeuse qui correspond à l'air présent dans les pores. Les pores sont les vides entre les grains. La porosité correspond à la fraction volumique occupée par ces pores. Un paramètre important du milieu est la porosité connectée ou efficace ϕ (équation 1.5). La valeur de la porosité varie en fonction de la distribution granulométrique, de la forme des grains et de l'état de compacité du milieu. Les pores peuvent être remplis soit d'air soit d'un fluide généralement appelé fluide poral ou eau porale. Le taux de remplissage des pores peut être décrit à l'aide de la teneur en eau volumétrique θ (équation 1.6) ou de la saturation S_r (équation 1.7).

$$\phi = \frac{V_{\text{pores connectés}}}{V_t} \quad 1.5$$

$$\theta = \frac{V_e}{V_t} \quad 1.6$$

$$S_r = \frac{V_e}{V_{\text{pores connectés}}} \quad 1.7$$

avec, ϕ la porosité (-) ; $V_{\text{pores connectés}}$, V_t , V_e respectivement le volume des pores interconnectés, le volume total du sol et le volume occupé par l'eau porale (m^3 ou cm^3) ; θ la teneur en eau (-) et S_r la saturation (-) variant entre 0 (milieu sec) et 1 milieu (saturé).

Chacune de ces phases ont leurs propres caractéristiques physiques, et à l'aide de modèles pétrophysiques il est possible d'estimer les caractéristiques effectives du milieu poreux. Par exemple, la masse volumique du milieu poreux peut être estimée à partir d'une loi de mélange alors que la conductivité électrique d'un milieu poreux nécessite un modèle pétrophysique plus complexe (voir 1.2.1). D'un point de vue thermique, le milieu poreux peut se décrire par cinq propriétés :

La conductivité thermique (λ) décrit la capacité du matériau à conduire la chaleur par conduction, exprimé en $\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ (équation 1.8). Elle représente la quantité d'énergie (de chaleur) qui est transmise par un matériau sous l'effet d'un gradient de température. La conductivité thermique dépend de la température du milieu.

$$\varphi = -\lambda S \frac{\partial T}{\partial x} \quad 1.8$$

avec φ le flux de chaleur (quantité de chaleur échangée par unité de temps) transmis par conduction (W) ; λ la conductivité thermique ($\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$), S la surface de passage du flux de chaleur (m^2), T la température (K) et x la variable d'espace (m).

La capacité calorifique (ou thermique) massique Cp_m (ou chaleur massique) correspond à la quantité d'énergie à transmettre à un kilogramme de matériau pour augmenter sa température d'un degré Kelvin. Son unité est le $\text{J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$. Il est aussi possible de définir la capacité calorifique volumique (ou chaleur volumique) avec comme unité $\text{J.m}^{-3}.\text{K}^{-1}$.

$$Q = m Cp_m \Delta T = V Cp_v \Delta T \quad 1.9$$

avec Q la chaleur (J) ; m la masse (kg) ; Cp_m capacité calorifique massique ($\text{J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$) ; ΔT l'écart de température ($^{\circ}\text{K}$) ; Cp_v capacité calorifique volumique ($\text{J.m}^{-3}.\text{K}^{-1}$).

Le rapport de la conductivité thermique et de la capacité thermique volumique définit la diffusivité thermique (α) exprimée en $\text{m}^2.\text{s}^{-1}$:

$$\alpha = \frac{\lambda}{\rho Cp_m} \quad 1.10$$

Cette propriété détermine la vitesse de diffusion de la chaleur au sein d'un matériau. En complément, l'effusivité thermique E correspond à la capacité d'un matériau à imposer sa température au contact d'un autre matériau. Elle s'exprime en $\text{J.K}^{-1}.\text{m}^{-2}.\text{s}^{-1/2}$:

$$E = \sqrt{\lambda \rho Cp_m} = \sqrt{\alpha} \rho Cp_m \quad 1.11$$

avec ρ la masse volumique du matériau (kg.m^{-3}).

Enfin, la dernière caractéristique à prendre en compte est liée au dégagement de chaleur latente lors du gel du sol. La chaleur latente est la quantité d'énergie libérée ou à fournir à un matériau pour qu'il change d'état. Dans notre cas, la chaleur latente massique de fusion (L_F) correspond au changement d'état solide/liquide de l'eau contenue dans le sol qui est égale à 334 kJ.kg^{-1} .

Les principales propriétés thermiques d'un milieu poreux à estimer sont donc la conductivité thermique et la capacité calorifique puisqu'à partir de ces deux paramètres, il est possible de déduire la diffusivité et l'émissivité, comme l'indique dans son introduction Bristow (2002). Il est possible de mesurer certains de ces paramètres à l'aide de différentes techniques comme par exemple la

méthode des plaques chaudes (*guarded hot plate method*) ou comme la méthode de source plane transitoire dite aussi *hot disk*. Pour plus de détails sur les différentes techniques se référer au chapitre 6 de Farouki (1981) ou aux articles de Bristow (2002) ; Jackson and Taylor (1986) ; Presley and Christensen (1997)). Les propriétés thermiques du milieu peuvent être estimées à partir des caractéristiques des phases et en s'aidant de modèles. L'estimation de la chaleur massique (capacité thermique massique) du milieu peut s'effectuer à partir d'une loi de mélange et en intégrant la masse volumique de chaque phase (équation 1.12).

$$(Cp_m)_{effective} = (1 - \phi)(\rho Cp_m)_{solide} + \theta(\rho Cp_m)_{eau} + (\theta - \phi)(\rho Cp_m)_{air} \quad 1.12$$

Par contre la conductivité thermique effective du milieu peut être estimée à partir de différents modèles en intégrant ou non la surface de contact entre les grains. La synthèse de Van Antwerpen et al. (2010) ou encore la table 8 de Esence et al. (2017) présentent les principaux modèles utilisés pour calculer la conductivité thermique d'un empilement de billes de verre. Pour déterminer la conductivité thermique effective de notre milieu modèle de notre expérience analogique (Chapitre 6), nous utilisons l'équation 1.13 issue de Zehner and Schlünder (1970). Zhang and Wang (2017) quant à eux présentent des modèles plus adaptés pour les sols.

$$\frac{\lambda_{eff}^0}{\lambda_f} = 1 - \sqrt{1 - \varepsilon} + \frac{2\sqrt{1 - \phi}}{1 - \frac{\lambda_f}{\lambda_s} B} \left[\frac{\left(1 - \frac{\lambda_f}{\lambda_s}\right)^B}{\left(1 - \frac{\lambda_f}{\lambda_s} B\right)^2} \ln\left(\frac{\lambda_s}{B \lambda_f}\right) - \frac{B + 1}{2} - \frac{B - 1}{1 - \frac{\lambda_f}{\lambda_s} B} \right] \quad 1.13$$

où, λ_{eff}^0 , λ_f , λ_s respectivement la conductivité effective du milieu, de la phase fluide et de la phase solide ($W.m^{-1}.K^{-1}$), ϕ la porosité (-), B paramètre de déformation du solide (-) prenant en compte la forme du grain, pour plus de détail voir l'article de Zehner and Schlünder (1970)

Les propriétés thermiques des sols varient principalement en fonction de la lithologie, de la porosité et de la saturation. La conductivité thermique des sols varie entre 0.2 pour la tourbe à 6.6 $W.m^{-1}.K^{-1}$ pour une quartzite (Table 1, Pahud, 2002) c'est-à-dire d'un facteur 30. Pour des sols de type argile limoneuse, sable sec ou saturé, la conductivité est aux alentours de 1.0 $W.m^{-1}.K^{-1}$. La capacité calorifique volumique varie entre 1.3 pour le sable sec à 3.4 pour l'argile saturée et au maximum 3.8 $MJ.m^{-3}.K^{-1}$ pour la tourbe. Généralement, le dimensionnement suit les recommandations de la norme VDI 4640 (VDI, 2010), notamment pour les propriétés thermiques du sol. Une mauvaise estimation de ces propriétés conduit à un mauvais dimensionnement du système et peut donc impacter ses performances.

Les propriétés thermiques et pétrophysiques du sol conditionnent les transferts thermiques, la performance du système et sa capacité à se recharger thermiquement. Par exemple, l'anomalie thermique sera plus importante dans les sols ayant une conductivité thermique élevée. Autrement dit, une conductivité thermique élevée permet de capter de la chaleur dans un rayon plus grand ce qui implique d'éloigner les corbeilles des unes des autres. De plus, si le produit $\rho C p_m$ d'un sol est élevé cela signifie que le sol stocke (libère) plus d'énergie pour chaque degré gagné (perdu). Ainsi, augmenter ce produit augmente la capacité de stockage énergétique du sol. En d'autres termes, améliorer un sol d'un point de vue thermique, dans l'hypothèse d'un transfert thermique par conduction, consiste à améliorer ses propriétés pétrophysiques comme par exemple : (voir aussi le chapitre 5 de Farouki 1981).

- Densifier le milieu afin d'augmenter le produit $\rho C p_m$ ce qui peut se faire en réduisant la porosité du sol, en améliorant sa distribution granulométrique et sa compaction.
- Augmenter la saturation du milieu afin d'améliorer la conductivité thermique et le produit $\rho C p_m$ d'un milieu.
- Changer la lithologie du sol afin d'augmenter la conductivité et la capacité calorifique de la phase solide. Un grain de quartz a une meilleure conductivité qu'un grain d'argile.
- Améliorer le contact entre les grains de la phase solide afin d'augmenter la conductivité thermique du milieu. La surface de contact entre les grains est liée à la forme des grains, à la distribution granulométrique du sol et à son état de compaction.

Table 1. Conductivité thermique, capacité thermique volumique et masse volumique pour différents sols et roches.

Extrait de (a) *Pahud (2002)* ; (b) *(Bejan and Kraus (2003))* ; (c) *Sharma (1997)* ; (d) *Oldenburg et al. (2020)*.

	Conductivité thermique λ (W.m ⁻¹ .K ⁻¹)		Capacité calorifique volumique Cp_v (MJ.m ⁻³ .K ⁻¹)	Masse volumique ρ (.10 ³ kg.m ⁻³)
	Moyenne	Min - Max	Min – Max	Moyenne
Roches magmatiques				
Basalte	1.7 ^a	1.3 – 2.3 ^a	2.3 – 2.6 ^a	2.7 – 3.3 ^c
Diorite	2.6 ^a	2.0 – 2.9 ^a	2.9 ^a	2.67 – 2.79 ^c
Gabbro	1.9 ^a	1.7 – 2.5 ^a	2.6 ^a	2.85 – 3.12 ^c
Granite	3.4 ^a	2.1 – 4.1 1.7 – 4.0 ^b	2.1 – 3.0 2.5 ^b	2.75 ^b 2.52 – 2.81 ^c
Péridotite	4.0 ^a	3.8 – 5.3 ^a	2.7 ^a	3.15 – 3.28 ^c
Rhyolite	3.3 ^a	3.1 – 3.4 ^a	2.1 ^a	2.35 – 2.7 ^d
Roches métamorphiques				
Gneiss	2.9 ^a	1.9 – 4.0 ^a	1.8 – 2.4 ^a	2.6 – 2.9 ^c
Marbre	2.1 ^a 2.8 ^b	1.3 – 3.1 ^a	2.0 ^a 2.1 ^b	2.68 ^d
Micaschistes	2.0 ^a	1.5 – 3.1 ^a	2.2 ^a	2.39 – 2.8 ^d
Schistes argileux	2.1 ^a	1.5 – 2.1 ^a	2.2 – 2.5 ^a	
Roches sédimentaires				
Calcaire	2.8 ^a	2.5 – 4.0 ^a 1.26 – 1.33 ^b	2.1 – 2.4 ^a 2.1 ^b	2.5 – 2.75 ^c
Marne	2.1 ^a	1.5 – 3.5 ^a	2.2 – 2.3 ^a	
Quartzite	6.0 ^a	3.6 – 6.6 ^a	2.1 – 2.2 ^a	2.6 – 2.7 ^c
Grès	2.3 ^a	1.3 – 5.1 ^a 1.6 – 2.1 ^b	1.6 – 2.8 ^a 1.6 ^b	2.15 – 2.65 ^c
Argilites	2.2 ^a	1.1 – 3.5 ^a	2.1 – 2.4 ^a	1.8 – 2.2 ^d
Sel	5.4 ^a	5.3 – 6.4 ^a	1.2 ^a	2.1 – 2.4 ^c
Gypse		1.7 – 4.0 ^b	1.09 ^b	1.0 ^b ; 2.3 ^c
Formations non-consolidées et sols				
Gravier sec	0.4 ^a	0.4 – 0.5 ^a	1.4 – 1.6 ^a	
Gravier saturé	1.8 ^a	-	2.4 ^a	
Sable sec	0.4 ^a	0.3 – 0.8 ^a	1.3 – 1.6 ^a	1.6 – 2.0 ^c
Sable saturé	2.4 ^a	1.7 – 5.0 ^a	2.2 – 2.9 ^a	
Argile/limon sec	0.5 ^a	0.4 – 1.0 ^a	1.5 – 1.6 ^a	
Argile/limon saturé	1.7 ^a	0.9 – 2.3 ^a	1.6 – 3.4 ^a	
moraine	2.0 ^a	1.0 – 2.5 ^a	1.5 – 2.5 ^a	1.5 – 2.0 ^c
Tourbe	0.4 ^a	0.2 – 0.7 ^a	0.5 – 3.8 ^a	

	Conductivité thermique λ (W.m ⁻¹ .K ⁻¹)		Capacité calorifique volumique Cp_v (MJ.m ⁻³ .K ⁻¹)	Masse volumique ρ (·10 ³ kg.m ⁻³)
	Moyenne	Min - Max	Min – Max	Moyenne
<i>Autres matériaux</i>				
Quartz	8.4 ^b		1.9 ^b	2.6 ^b
Mica	0.75 ^b		2.5 ^b	2.8 ^b
Argile	0.6 ^a 1.28 ^b	0.5 – 0.8 ^a	3.9 ^a 1.2 ^b	1450 ^b
Béton	1.6 ^a	0.9 – 2.0 ^a	1.8 ^a	
Air (0-20°C) sec	0.02 0.026 ^b		0.0012 ^{a, b}	
Eau (10°C)	0.58 ^a		4.19 ^a	
Glace (0°C)	2.25 ^b		2.2 ^b	917 ^b
Glace (-10°C)	2.32 ^a		1.87 ^a	

1.1.5. Modélisation numérique et analogique

➤ Modèles analytiques et numériques

Pour mieux comprendre les transferts thermiques dans le sol et optimiser les systèmes et leur gestion, il a été développé très tôt des modèles analytiques et numériques. De nombreux modèles existent pour les études de capteurs verticaux, horizontaux et des pieux géothermiques. Par contre, les modèles numériques ou analytiques pour l'étude des échangeurs compacts sont encore assez peu répandus. La plupart du temps, ils ne sont pas évoqués dans les principaux articles de synthèse (e.g. [Atam and Helsen, 2016](#); [Sarbu and Sebarchievici, 2014](#); [Yang et al., 2010](#)).

L'un des premiers modèles a été développé par [Ingersoll et al. \(1954\)](#) pour étudier les capteurs horizontaux. Ce premier modèle simplifie la géométrie du capteur en considérant que l'énergie est extraite par une source linéaire infinie (*infinite linear source*). Ce modèle a été largement repris par la suite pour différentes études. Ce fut notamment le cas par [Claesson \(1983\)](#) qui a adapté ce modèle pour prendre en compte un prélèvement de chaleur périodique. Par la suite, d'autres modèles ont aussi été développés en simplifiant la géométrie du capteur en une source finie linéaire (*finite linear source*) ou comme une source cylindrique infinie (*infinite cylindrical source*) ([Eskilson, 1987](#)). Ces modèles ne sont pas adaptés pour les études des corbeilles géothermiques car les transferts thermiques à l'intérieur de la zone de la corbeille ne sont pas modélisés alors qu'ils jouent un rôle important, aussi bien aux temps courts que longs ([Philippe et al., 2011](#); [Moch et al., 2014](#); [Fossa et al., 2017](#)).

Les premiers modèles exclusivement dévolus à l'étude d'échangeurs spiralés ont été développés par [Doughty et al. \(1991\)](#) et [Rabin and Korin \(1996\)](#). Le premier de ces modèles consiste à approximer la géométrie de la corbeille en un cylindre annulaire fini et a été validé en comparant les résultats de la modélisation aux données issues d'une expérience en milieu aride ([Doughty et al., 1991](#); [Nir et al., 1992](#)). Le deuxième modèle, développé par [Rabin and Korin \(1996\)](#), consiste à décrire l'échangeur par une série d'anneaux espacés régulièrement en fonction du pas de la corbeille. Les résultats ont été comparés à des données expérimentales et ont permis d'effectuer une étude paramétrique sur l'influence des propriétés thermiques du sol et des caractéristiques géométriques de la corbeille.

Avec le développement des pieux géothermiques, de nouveaux modèles ont été développés en adaptant les modèles classiques de source finie et infinie, permettant ainsi de prendre en compte la zone à l'intérieur de la spirale (e.g. [Man et al. \(2010\)](#) et [Cui et al. \(2011\)](#)). Malheureusement, ces nouveaux modèles n'ont pas été spécifiquement appliqués au cas des corbeilles géothermiques.

Par la suite, [Zarrella et al. \(2013\)](#) proposent un modèle basé sur une analogie électrique pour résoudre le problème thermique dans le cas de corbeilles géothermiques. Le milieu est décomposé en trois zones (au-dessus, à côté et au-dessous de l'échangeur) et dans chacune de ces zones des

résistances et des capacités thermiques sont connectées. Ce modèle est comparé avec des données de terrain issues de corbeilles. A partir de ce modèle, une étude a été menée pour étudier l'effet du mode de prélèvement (continue, intermittent) sur les performances globales du système géothermique (Zarella et al., 2015). Cette étude conclut que la dynamique de prélèvement ne joue pas un rôle majeur sur la performance saisonnière du système de chauffage.

Ensuite, Dehghan et al., (2016) ont développé un modèle numérique 3D par la méthode des éléments finis. Dans cette étude, deux domaines sont définis, un domaine pour le sol et un domaine pour le tube de la corbeille. Après validation du modèle à l'aide de données de terrain, ils analysent l'effet du nombre de corbeilles géothermiques et leur disposition sur les performances globales du système. Agbossou et al. (2018) ont aussi développé un modèle 3D par éléments finis en modélisant la corbeille géothermique comme une ligne 1D afin de conseiller une configuration et des distances minimales entre les différentes corbeilles.

Ces études ont été réalisées avec des températures positives de fluide circulant dans l'échangeur géothermique. Dans ce cas le changement de phase fluide-solide n'est pas pris en compte. Cette prise en compte peut se faire soit en distinguant chaque phase (squelette solide, liquide, glace, air) et en décrivant les transferts thermiques à leurs interfaces, soit sans distinguer les différentes phases mais en estimant les propriétés d'un milieu équivalent décrites en fonction de la température. Cette dernière méthode est généralement la plus simple et la plus utilisée. Les premiers modèles prenant en compte le changement de phase ont été développés pour des capteurs verticaux (Eslami-Nejad and Bernier, 2012; Yang et al., 2015) ou pour des systèmes de stockage d'énergie (Fan et al., 2008; Yu et al., 2008). Les modèles portant sur le stockage d'énergie ne peuvent pas être appliqués en l'état aux corbeilles géothermiques, principalement à cause de la forme de l'échangeur et parce que les conditions aux limites ne sont pas similaires. De plus certains modèles simplifient les conditions aux limites du milieu (e.g. températures constantes). Finalement, la prise en compte du changement de phase dans des modèles dédiés aux corbeilles géothermiques a été effectuée par Moch et al. (2014, 2015) en adaptant les modèles en série d'anneaux et de cylindre. Ces deux modèles 2D sont validés par des données de terrain. Le modèle cylindrique annulaire est plus facilement paramétrable et plus rapide (Moch et al., 2014).

En conclusion, il existe assez peu de modèles numériques dédiés spécifiquement à l'étude des corbeilles géothermiques. Parmi ces modèles, il y en a peu qui prennent en compte la possibilité d'un changement de phase. Actuellement, il manque un modèle en 3D aux temps courts et longs prenant en compte le changement de phase et des conditions aux limites fonctions du temps (par exemple température de l'air, puissance de prélèvement). Dans ce type de modèle le choix de représentation de la source (point, ligne, spirale en 3D) conditionne le type de données d'entrée et la rapidité du code et donc son utilisation en phase de gestion de la ressource. De plus, l'élaboration de ce type de modèle

aux temps courts permettrait de mieux comprendre l'effet du gel sur la température du sol et sur les performances instantanées et saisonnières du système alors qu'aux temps longs, il permettrait de vérifier dans quelles conditions environnementales la recharge thermique s'effectue efficacement et (e.g. type de sol, degré de saturation, caractéristiques climatiques). La deuxième caractéristique à ajouter au modèle concerne des effets associés au changement de phase comme la variation de volume, la cryo-suction (Sass, 2004), la topologie de la glace, etc. Pour cela des études expérimentales à l'échelle porale seront vraisemblablement nécessaires pour valider les modèles. Enfin, l'hétérogénéité du milieu n'est pas encore prise en compte dans les modélisations alors que l'implantation des corbeilles thermiques se fait dans la tranche superficielle du sol, souvent remaniée par la construction du bâtiment, et particulièrement hétérogène. De plus il faudrait aussi prendre en compte l'hétérogénéité liée à la saturation du sol, par exemple en considérant un gradient de saturation.

L'étude des corbeilles géothermiques et des transferts thermiques peut aussi s'effectuer à l'aide d'expériences analogiques. A notre connaissance, il n'existe pas d'expérience analogique à échelle réduite permettant de reproduire le fonctionnement des corbeilles géothermiques et les transferts thermo-hydriques associés, expliquant ainsi notre souhait de développer ce type d'expérience (Chapitre 6). Néanmoins, il existe des expériences analogiques qui ont été développées afin d'étudier les transferts thermiques et de valider des modèles numériques liés à des systèmes de chauffage géothermiques. Deux expériences sont intéressantes du point de vue de leur construction.

La première est celle de Eslami-Nejad et Bernier (2012) qui consiste à étudier le gel du sol autour de capteurs verticaux. Cette expérience consiste en une cuve cylindrique d'assez petite taille (hauteur : 50 cm, diamètre 43 cm) remplie de sable siliceux, avec en son centre un échangeur vertical (Figure 8). Cette expérience a été développée pour valider un modèle 1D de changement de phase dans le but d'étudier l'intérêt de faire geler le sol. Les auteurs concluent que le gel du sol présente un intérêt puisque le changement de phase apporte un surcroît d'énergie (chaleur latente) mais qu'il faut s'assurer que le noyau de glace fond durant l'été, par exemple en injectant un fluide réchauffé à l'aide de panneau solaire durant l'été. Cette expérience n'est pas adaptée à notre problème à cause des conditions aux limites. En effet, les côtés, le haut et la base de la cuve sont isolés mais leur température n'est pas régulée.

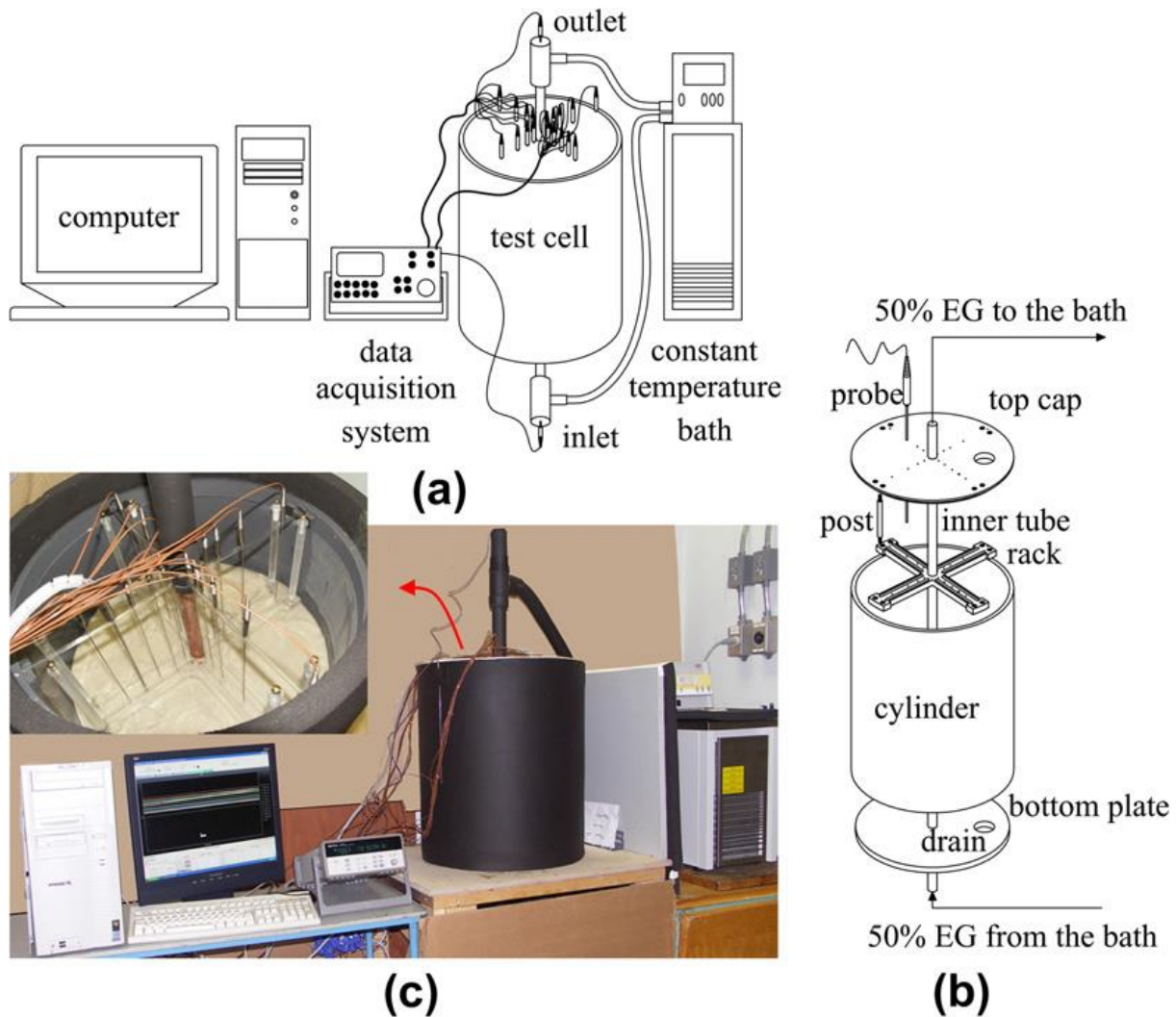


Figure 8. Dispositif expérimental développé par Eslami-nejad et Bernier (2012) pour l'étude des capteurs géothermiques verticaux.

a) Principaux éléments de l'expérience, b) Capteur géothermique et instrumentation au sein de la cuve, c) Photographies de l'expérience. Figure issue de Eslami-Nejad et Bernier (2012).

La deuxième expérience que nous souhaitons présenter est celle de Kramer et al. (2015). Cette expérience consiste en une cuve carrée de grande taille (1.83 m de côté et 2.13 m de haut), remplie de sable siliceux. Au centre, un pieu géothermique est partiellement enterré (Figure 9). Différents essais ont été réalisés afin d'étudier notamment les temps caractéristiques des transferts thermiques et l'effet de la vitesse du fluide caloporteur. Dans cette expérience, la température du sol est enregistrée à l'aide de 90 thermocouples. L'inconvénient de cette expérience réside dans les conditions aux limites : la cuve n'étant pas isolée, les auteurs estiment qu'au-delà de sept jours, la température de la pièce influence l'essai.

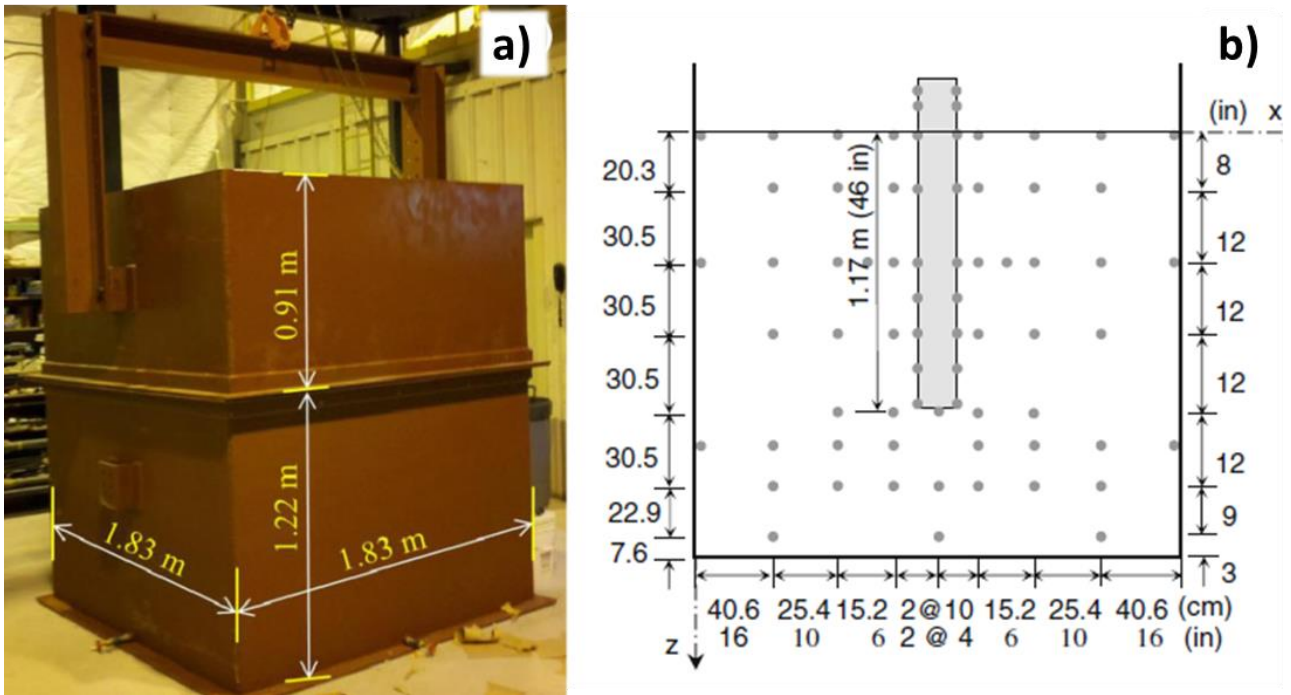


Figure 9. Dispositif expérimental pour l'étude des pieux géothermique développé par Kramer et al. (2015).

a) Photographie de l'expérience, b) dispositif du pieu géothermique et des thermocouples sur le plan XZ. Figure modifiée à partir de Kramer et al. (2015).

Enfin, le développement des systèmes de chauffage géothermique a été aussi effectué à l'aide de données issues d'expériences *in-situ*. La plupart des données de validation ont été acquises en instrumentant un système de chauffage soit lors de la construction du bâtiment soit lors de la rénovation du bâtiment. Ainsi le système géothermique n'a pas été construit dans le but scientifique de valider un modèle mais dans le but de chauffer le bâtiment pour ses occupants. Généralement, ces sites enregistrent uniquement les paramètres du système de chauffage (températures, débit, consommation électrique, puissance) mais rarement la température du sol. Ces sites et ces jeux de données ont été notamment utilisés pour les capteurs verticaux ou pieux géothermiques. A notre connaissance, il existe peu de sites où les capteurs géothermiques ont été développés pour la recherche et peu de sites-test où des corbeilles géothermiques ont été installées. La plateforme géothermique du Bureau de Recherches Géologiques et Minières (BRGM) qui a démarré en 2008 avec notamment plusieurs types de capteurs (corbeilles, sondes verticales et capteurs horizontaux) fait office d'exception. Sur ce site, treize corbeilles de différentes tailles (1.0 à 1.2 m de diamètre et de 2.3 à 2.7 mètres de hauteurs) ont été installées. Ce site a permis d'émettre des recommandations sur le dimensionnement des corbeilles et sur l'effet positif du rainurage des tubes pour la performance du système (BRGM, 2019b). Le deuxième site en France où des corbeilles ont été installées est le site de Technolac (Le Bourget-du-Lac) avec une installation à l'INES, et une installation à Polytech Annecy-Chambéry (cinq corbeilles géothermiques alignées (Moch, 2013)). Au cours de cette thèse, nous avons utilisé ce dernier site pour tester le monitoring géophysique grandeur nature (Chapitre 5).

D'autres sites ont aussi été construits en Europe pour l'étude des corbeilles géothermiques, comme par exemple à Eltersdorf en Allemagne. Sur ce site, plusieurs types de corbeilles ont été mis en place et remblayés avec différents matériaux. Les corbeilles installées sont enterrées à 8 m de profondeur et sont plus élancées que les corbeilles mises en place sur les sites français. Ce site a permis de comparer les performances thermiques des corbeilles selon le matériau remblayé. Il semblerait que le mélange sable et argile en poudre est le matériau permettant les meilleures performances en conservant un coût économique abordable (Bertermann et al., 2018).

1.2. Méthodes géo-électriques

Ce chapitre consiste en une courte introduction aux méthodes électriques. Nous considérons un milieu poreux c'est-à-dire un milieu constitué de particules solides (les grains) dont l'espace entre les grains, appelé espace poral, est saturé par une solution aqueuse. Nous commençons par rappeler les principaux phénomènes physiques résultant de l'application d'un champ électrique extérieur sur ce milieu puis nous présentons les différents processus électrochimiques associés. Nous définirons ainsi les processus de conduction des porteurs de charges au sein du milieu poreux et les processus de polarisation (accumulation réversible des porteurs de charge). Ensuite, la méthode de polarisation provoquée sera présentée en domaine temporel puis en domaine spectral. Enfin, nous présenterons les différents modèles disponibles pour exprimer la conductivité électrique complexe puis les travaux visant à utiliser le monitoring géophysique pour la géothermie.

1.2.1. Conductivité complexe d'un milieu poreux : conduction et polarisation

En présence d'un champ électrique, les charges se déplacent sous l'effet de forces coulombiennes. Dans un milieu poreux, il existe des charges libres et des charges liées. Les charges libres (dites aussi mobiles) correspondent aux électrons de conduction et aux ions libres en solution, qui peuvent se déplacer sur de « grandes » distances (e.g. maille cristalline, liaison métallique). Les charges liées se déplacent uniquement sur des petites distances (i.e. échelle atomique, porale). Ces déplacements sont liés aux propriétés diélectriques du matériau. Ainsi, la capacité des charges libres à se déplacer sous l'effet d'une sollicitation est définie par la conductivité électrique et celle des charges liées par la permittivité diélectrique.

1.2.2. Conductivité

La conductivité complexe d'un milieu poreux (e.g. sol, roche) est la somme de différentes contributions : i) la conduction électrolytique, ii) la conduction de surface, iii) la polarisation (§1.2.3).

La conduction électrolytique s'effectue dans l'espace poral (Figure 10) puisque la matrice est considérée isolante (pour un milieu sans particules métalliques). Cette conduction dépend des ions présents en solution, de la salinité, de la saturation, de la porosité, de la température.

La conduction de surface s'effectue à la surface des grains chargés. Sur cette surface, des réactions électrochimiques ont lieu, permettant le déplacement des porteurs de charges. Ce phénomène est lié à la présence d'une double couche électrique. En effet, les couches diffuses (couche externe de la double couche) des différents grains sont continues, Il n'y a donc pas stockage réversible de charges. Pour plus de détail sur les processus liés à la double couche électronique, voir §1.2.3.

Un matériau se polarise sous l'effet d'un champ électrique extérieur si les charges liées se déplacent et se bloquent ou se réorientent. Les différentes polarisations contribuent ainsi à la conductivité globale du matériau et leur amplitude dépend de la fréquence de sollicitation. Seules les mesures de polarisation provoquée permettent de dissocier la contribution liée aux polarisations de celles liées aux conductions.

La conductivité d'un matériau (avec ou sans phénomène de polarisation) varie en fonction de paramètres physiques (Friedman, 2005) :

- minéralogie (et pH) : les minéraux sont isolants mais leur surface est chargée. Plus un minéral est chargé, plus la conduction de surface est importante (Figure 11a). Le nombre de charges d'un minéral est défini par la Capacité d'Echange Cationique (CEC, en meq/100g). Par exemple, les minéraux argileux ont des CEC plus fortes que les silicates (Table 2).

La valeur de CEC dépend aussi du pH du sol. Par exemple, la CEC de la smectite augmente avec le pH (pour des pH au-dessus de 6.0) et est plutôt constante pour des pH inférieur à 6.0 (voir figure 8.30 dans Weil and Brady (2017)). Bien que la CEC varie de plusieurs ordres de grandeurs entre différents minéraux, la densité de charge surfacique (soit le nombre de charges par unité de surface) varie peu. Il est généralement compris entre 1 et 7 charges par nm^{-2} (A. Revil et al., 2018a; Revil et al., 2017e). En effet, les minéraux avec de fortes CEC présentent aussi de grandes surfaces spécifiques. La densité de charge surfacique correspond au ratio entre la CEC et la surface spécifique SSA (surface exposée entre le minéral et l'électrolyte poral).

Table 2. CEC des minéraux argileux et de sols.

La gamme des valeurs pour les minéraux argileux provient de Dejou (1987). Elle est cohérente pour les minéraux et les types de sol (), trouvés par Dinnis (1994). La CEC de la silice est faible, nous avons trouvé 0.096 meq/100gr pour un sable fin siliceux. Cette valeur est cohérente avec les valeurs trouvées pour des formations de graviers fins - des sables fins (CEC inférieures à 10 meq/100g (voir Malcolm & Kennedy, 1970)).*

Minéraux*	CEC (meq/100 g)	Matériaux**	CEC (meq/100 g)
Kaolinites	3 à 15	Kaolin	3-15
Smectites	80 à 150	Montmorillonite	29-150
Illites	10 à 40	Mat. organique	130-150
Vermiculites	100 à 150	Vermiculites	100-150
Chlorites	10 à 40	Argiles	4-60
		Limon sableux	7-16
		Sable limoneux	2-12
		Sable fins	0.8

- Porosité interconnectée ϕ et/ou tortuosité ϕF : ces paramètres ont un rôle clé dans les processus de conduction électrolytique et de surface. Plus la porosité est importante avec peu

de tortuosité, plus la conduction due à l'électrolyte et à la surface des grains est efficace (Figure 10, Figure 11). Plus simplement, en considérant uniquement les conductions électrolytique et de surface, la conductivité électrique peut s'exprimer par l'équation suivante : (Revil et al., 2018)

$$\sigma_0 = \frac{S_w^n}{F} \sigma_w + \left(\frac{S_w^{n-1}}{F \phi} \right) \rho_g (B - \lambda) CEC \quad 1.14$$

où $n \approx 2$ le coefficient de saturation (-) et F le facteur de formation (-). Le facteur de formation peut s'exprimer par la loi d'Archie : $F = \phi^{-m}$ avec m le facteur de cimentation ou exposant de porosité (sans dimension, compris entre 1 et 4). S_w est la saturation comprise entre 0 et 1, sans dimension. ρ_g est la masse volumique du grain (généralement 2650 kg.m^{-3}). B et λ sont des mobilités apparentes des contre-ions, respectivement pour la conduction de surface et pour la polarisation (conductivité en quadrature), exprimées en $\text{m}^2.\text{s}^{-1}.\text{V}^{-1}$.

- Saturation : plus le milieu est saturé, plus les conductions (électrolytique et de surface) sont importantes (Figure 11b). Cependant, les dépendances par rapport à la saturation sont différentes pour ces deux contributions (voir équation 1.14).
- Fluide poral (i.e. électrolyte) : la nature des ions dissouts et leur concentration déterminent la conductivité du milieu. Plus la salinité est forte, plus la conductivité est élevée (Figure 11).
- Température : une augmentation de la température va de pair avec une augmentation de la conductivité. En effet, une augmentation de la température provoque une baisse de la viscosité du fluide et donc une augmentation de la mobilité ionique des porteurs de charges. Revil et al. (1998) modélise la dépendance thermique de la conductivité du fluide à l'aide de l'équation 1.15. Cette équation peut être extrapolée aussi aux mobilités ioniques et à la conductivité de surface (Chapitre 3).

$$\theta(T) = \theta(T_0) [1 + \alpha_T (T - T_0)] \quad 1.15$$

où $\theta(T)$ correspond à la conductivité du fluide (σ_w) ou à la conductivité de surface (σ_s) ou à la mobilité ionique ($\beta_{(+)}$) et α_T au coefficient de sensibilité ($^{\circ}\text{C}$).

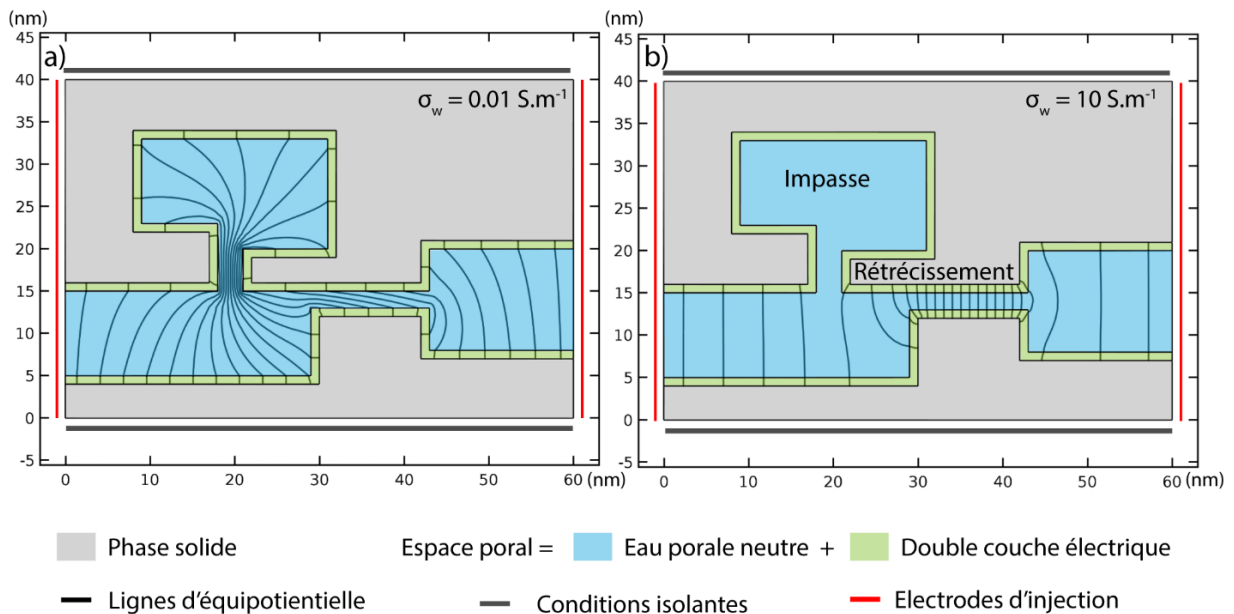


Figure 10. Exemple de distribution du potentiel électrique dans l'espace poral.

a) pour $\sigma_w = 0.01 \text{ S.m}^{-1}$, b) pour $\sigma_w = 10 \text{ S.m}^{-1}$. Un milieu poreux est composé d'une phase solide, isolante électriquement et d'un espace poral (ici saturé). A la surface de cette phase solide, une double couche électrique est présente (voir 1.2.3. Différentes polarisations). La simulation consiste à injecter un courant à l'aide de deux électrodes (lignes rouges) et à déterminer la distribution du potentiel normalisé puis tracer les lignes (surfaces) équipotentielles, en fonction de la salinité du fluide et de la géométrie de l'espace poral. Effet des impasses (dead-end) et des rétrécissements (throat) : le couple porosité interconnectée et tortuosité joue sur les chemins de conduction dans l'espace poral. Ainsi, à basse salinité, la conductivité globale du milieu prend en compte l'impasse alors qu'à haute salinité, l'impasse n'est pas « sondée » par le champ électrique (le champ électrique local est nul). Les rétrécissements modifient/empêchent les chemins de conduction et font baisser la conductivité globale. Effet de la salinité : en fonction de la salinité, l'espace poral n'est pas investigué identiquement par les lignes de courant. A haute salinité, une partie de la porosité interconnectée ne participe plus à la conduction. Pour plus de détail, à propos de la simulation et des résultats, voir Revil et al. (2018); Revil & Soueid Ahmed (2017).

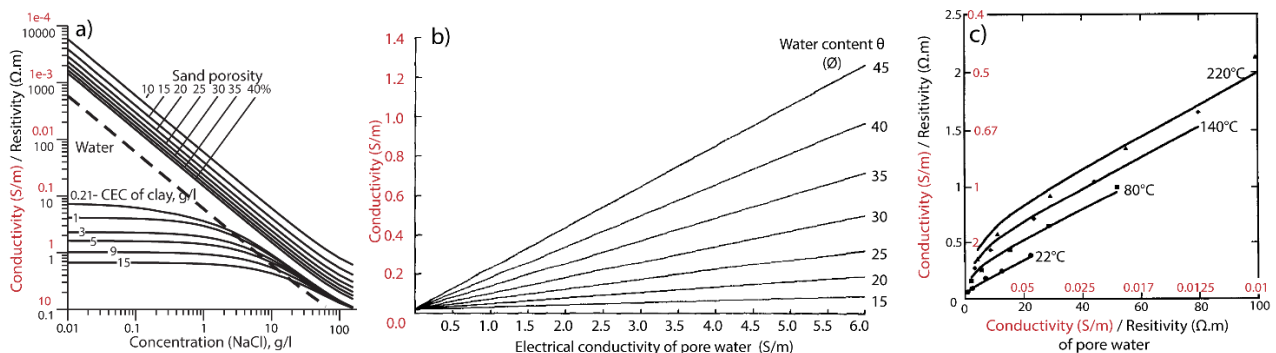


Figure 11. Exemple de dépendances de la conductivité.

a) Dépendance de la conductivité en fonction de la minéralogie, de la salinité du fluide poral et de la porosité pour un milieu totalement saturé, à partir de Shevnin et al. (2006), fig. 5. La salinité du fluide poral (représentée par la conductivité électrique du fluide poral) joue sur la conductivité globale du milieu en modifiant l'ampleur de la conduction électrolytique. Ainsi, plus une roche est saturée avec un fluide salin, plus sa conductivité augmente. Pour la porosité, plus un sol est poreux, plus la conduction dans l'espace poral sera importante et plus la surface de contact entre grain et le fluide sera grande. Ainsi, la conductivité globale du matériau augmente avec une augmentation de la porosité pour un taux de saturation identique. Enfin, Pour chaque type de minéraux une gamme de CEC est associée. Par exemple, les argiles ont de plus fortes CEC que les sables. Ainsi, plus un sol est argileux, plus il sera conducteur. b) Dépendance de la conductivité électrique en fonction de la teneur en eau, modifiée de Rhoades et al. (1976), fig. 7. Cette courbe de calibration a été obtenue à partir de mesures en laboratoire et en utilisant une loi linéaire (pour plus de détail, voir l'article de Rhoades et al. (1976)). La conductivité globale augmente avec la teneur en eau et la salinité du fluide poral. c) Dépendance en température, modifiée de Sen et Goode (1992), fig. 8. Les points correspondent aux mesures alors que les lignes sont issues de leur modèle, basé sur une dépendance en température de la mobilité des contre-ions (cf. équation 7, Sen et Goode, 1992).

1.2.3. Différentes polarisations

Sous l'effet d'un champ électrique, le matériau peut se polariser. Cette polarisation est due aux déplacements ou à la réorientation des charges liées. Les phénomènes de polarisation « participent » à la conductivité du milieu tant que les charges ne sont pas bloquées. Autrement dit, tant que les charges sont en mouvement, la conductivité du matériau vient de deux contributions : i) la conduction, ii) la polarisation. Pour être plus précis, la conductivité en fonction de la fréquence est donc dispersive, puisque la valeur de la conductivité varie entre une conductivité basse fréquence σ_0 (à fréquence zéro) et une conductivité haute fréquence σ_∞ (fréquences proches du Mhz). La différence entre ces deux conductivités représente la part de la conductivité liée au processus de polarisation. L'amplitude des phénomènes de polarisation dépendent de la fréquence du champ électrique et du type de charges liées. Plus la fréquence est haute, plus le temps caractéristique (ou le temps de relaxation) est faible et donc plus la longueur de polarisation est courte. Ainsi aux hautes fréquences, seules les particules de petites tailles se polarisent et contribuent ainsi à l'excès de conductivité du milieu. La dépendance des processus de polarisation vis-à-vis du type de charges est à relier à la mobilité des porteurs de charges. Ainsi, plus les porteurs de charges ont une mobilité faible et plus le processus de polarisation nécessite de temps.

La polarisation totale d'un milieu poreux est la somme de plusieurs processus de polarisation. A chaque processus correspond un temps et une fréquence caractéristique. Dans les milieux poreux, les processus de polarisation les plus répandus sont les suivants : (Figure 12, Chelidze et al., 1999; Revil, Karaoulis, et al., 2012)

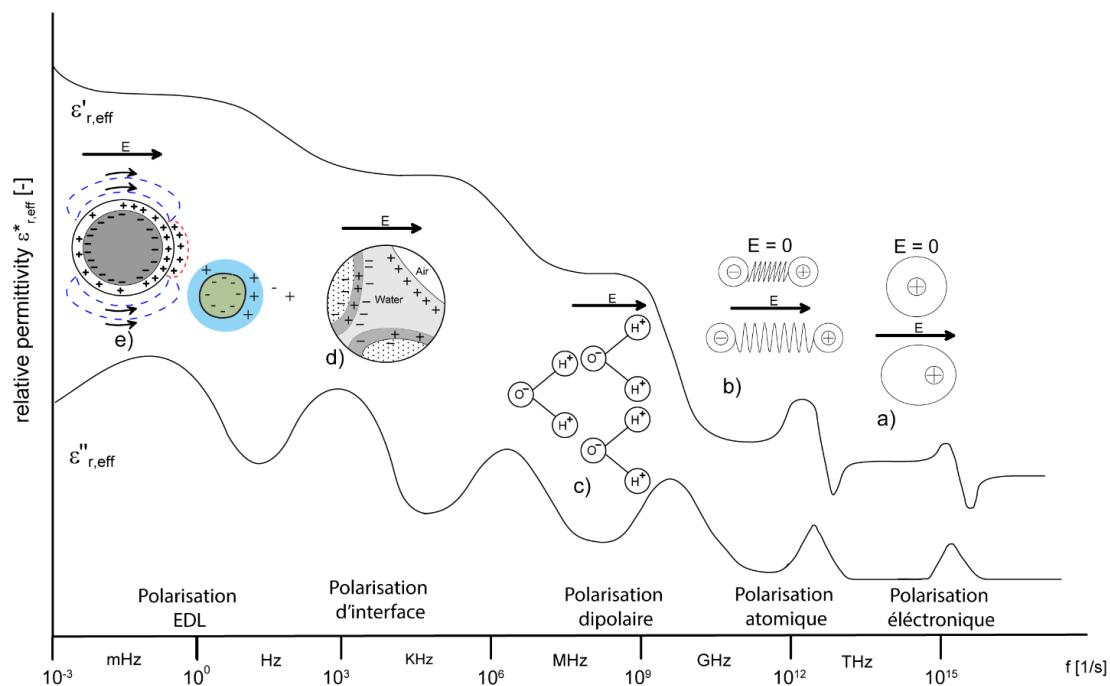


Figure 12. Les différents types de polarisation et leurs gammes de fréquence.

Figure modifiée d'après Schwing (2015). Des hautes vers les basses fréquences, polarisation de type : électronique (a), atomique (b), dipolaire (c), Maxwell-Wagner (d), Double Couche Electrique (e). Les courbes représentent la partie réelle et imaginaire de la permittivité relative attendue pour un sol classique (courbes à titre d'exemple).

- Polarisation électronique ($\approx 10^{15}$ Hz) :

Sous l'effet d'un champ électrique, les électrons accompagnent les variations de ce champ (Von Hippel, 1954). Le nuage électronique d'atome neutre se déplace par rapport au noyau, donnant un moment dipolaire. (Figure 12a).

- Polarisation ionique ou atomique ($\approx 10^{12}$ Hz) :

Un champ électrique perturbe au sein de la molécule la disposition des atomes (Von Hippel, 1954). Le déplacement des atomes les uns par rapport aux autres induit un moment dipolaire à la molécule. (Figure 12b).

- Polarisation dipolaire ou d'orientation ($\approx 10^9$ Hz) :

Cette polarisation s'applique uniquement aux molécules qui ont un moment dipolaire permanent (Bore, 2011). En l'absence d'un champ électrique extérieur, les molécules dipolaires sont orientées aléatoirement au sein du milieu. Sous l'effet d'un champ extérieur, ces molécules se réorientent dans la direction de ce champ, elles sont donc polarisées. (Figure 12c). Une augmentation de la température tend à réduire cette polarisation, puisque l'agitation moléculaire tend à réorienter aléatoirement les molécules.

- Polarisation de type Maxwell-Wagner ou polarisation d'interface (1 kHz à 10 MHz) :

Ce type de polarisation aussi appelée polarisation- β en électrochimie (Chen and Or, 2006a; Rosen and Saville, 1991). Sous l'effet d'un champ électrique extérieur, les charges libres vont s'accumuler au niveau des discontinuités diélectriques. En effet, chaque phase a sa propre conductivité électrique et sa propre permittivité diélectrique. Nous pouvons aussi classer la polarisation d'électrode comme un cas particulier de la polarisation d'interface. Sous l'effet d'un champ électrique, les ions ont tendance à s'accumuler à l'interface électrode/milieu poreux. Un exemple de polarisation d'électrode est présenté en Annexe A. Pour plus de détails à propos de la polarisation d'électrodes voir Marshall & Madden, 1959; Wong, 1979 ou encore la partie 3.4.2 dans Kremer & Schönhals (2012).

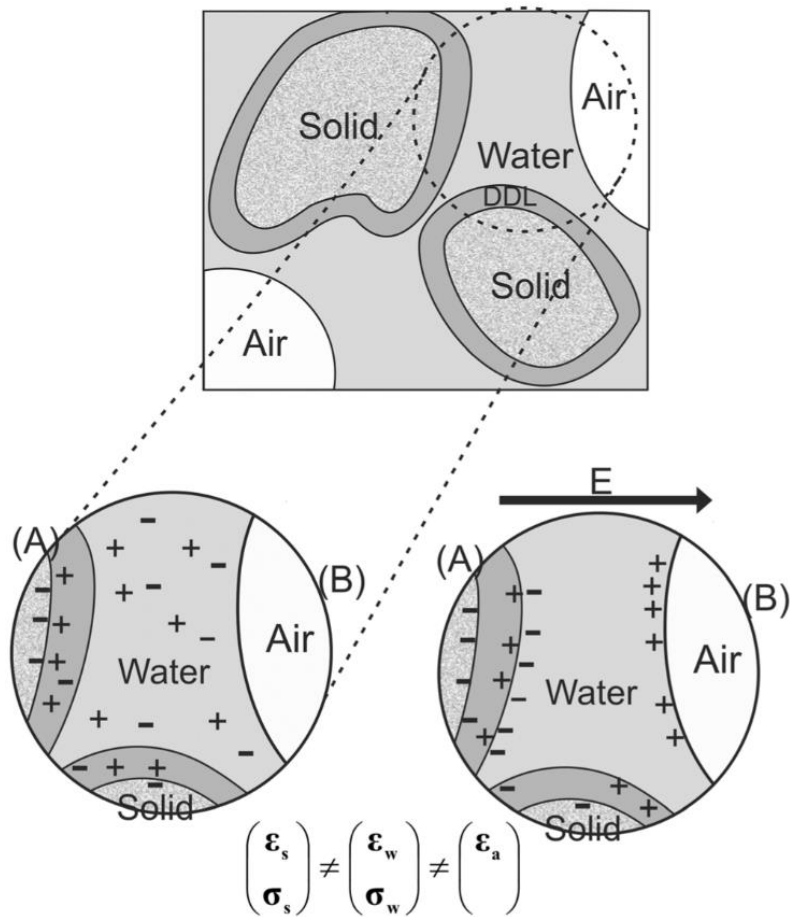


Figure 13. Polarisation d'interface de type Maxwell-Wagner.

Figure d'après Chen & Or (2006). En l'absence d'un champ électrique, les charges libres sont orientées aléatoirement dans l'espace poral (i.e. dans l'eau libre). Sous l'action d'un champ extérieur, les charges vont s'accumuler à l'interface des phases.

- Polarisation de la double couche électrique (*Electrical Double Layer polarization*) (< 10 kHz) :

Cette polarisation est aussi appelée polarisation- α en électrochimie (Rosen and Saville, 1991). Elle est due à la présence d'une double couche électrique à la surface des grains. La surface des minéraux ou des grains est chargée électriquement. La polarité de la charge totale dépend du type de minéraux et du pH (Tournassat et al., 2004). Pour des pH classiquement rencontrés dans les sols ($5 < \text{pH} < 8$), la surface des minéraux est chargée négativement (i.e. densité de charge négative). Cette charge se situe au niveau de groupements chimiques qui peuvent perdre ou gagner un proton. Par exemple, le groupe silanol SiOH peut perdre un proton et devient SiO^- (Figure 14). Dans le cas des argiles, ces groupes chimiques sont essentiellement de type aluminol, silanol ou $\{\text{Al-O-Si}\}$ et sont localisés aux extrémités des feuillets ou au niveau des surfaces basales (Figure 15).

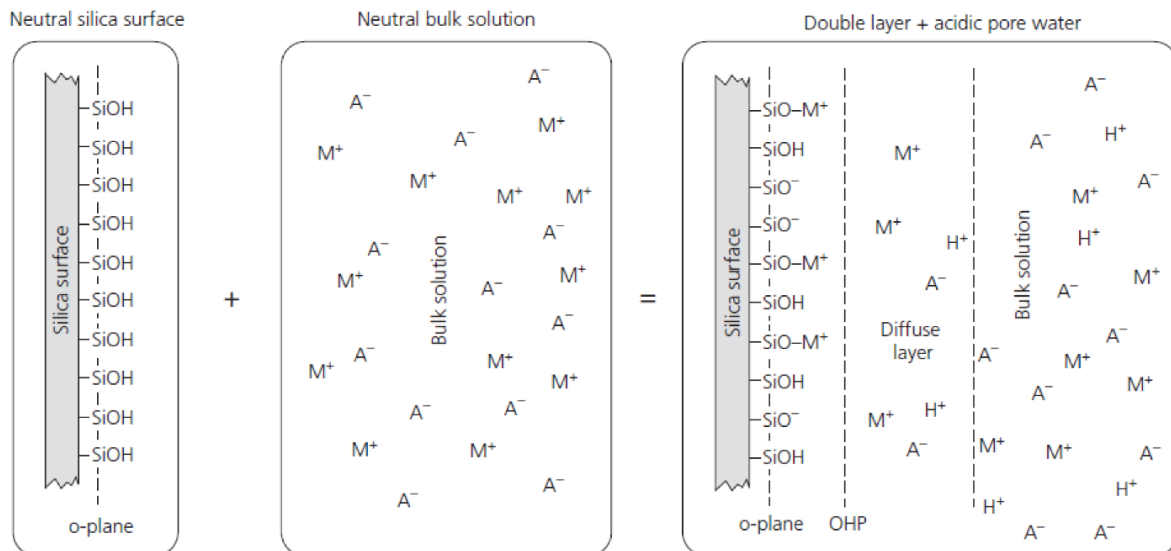


Figure 14. Formation d'une double couche électrique.

Figure d'après [Revil et al. \(2015\)](#). En l'absence de solution pore, la surface des minéraux (e.g. un grain de silice) a des groupes chimiques comme le silanol. La charge totale du minéral est neutre. En présence d'une solution pore, des échanges de protons vont s'effectuer, donnant une charge globale au minéral. La surface du minéral est donc chargée et ce déséquilibre de charge est compensé par l'adsorption de contre ions et par un gradient de concentration. Cette zone correspondant au gradient de concentration et à l'adsorption de contre-ions est appelée double couche électrique.

Afin de respecter l'électroneutralité, et pour une densité de charge négative, les grains attirent des contres charges/contre-ions (cations) dans une double couche électrique et repoussent les anions (Figure 16). Cette double couche se compose d'une couche de Stern (*Stern Layer*) et d'une couche diffuse (*diffuse layer*) appelée en électrochimie couche de Gouy-Chapman (Chapman, 1913; Gouy, 1910). Ces deux couches sont séparées par le plan externe d'Helmholtz (*Shear Plane Out Helmholtz Plane*, dans la Figure 16). La couche de Stern se compose d'une couche de contre-ions adsorbés à la surface des grains au niveau des groupements. Cette couche est dite compacte et exclusive (i.e. aucun ion du même signe que le grain ne peut être présent). Dans cette couche, les liaisons sont de type Van Der Valls. La couche diffuse correspond à un gradient de concentration ionique. Cette concentration ionique décroît progressivement pour atteindre celle de l'eau pore. Des ions de même signe que la polarité du grain peuvent être présents (les liaisons dans cette couche sont plus faibles que dans la couche de Stern). L'épaisseur de la double couche électrique est petite par rapport à la taille du grain (Revil and Florsch, 2010) et certains auteurs nomment cette épaisseur une longueur de Debye, en référence au modèle éponyme (Debye, 1929).

Sous l'effet d'un champ électrique extérieur, les contre-ions se déplacent tangentiellement à la surface du minéral jusqu'à ce qu'il soit totalement polarisé (Schwarz, 1962). Certains scientifiques considèrent que la couche de Stern est discontinue dans un milieu poreux alors que la couche diffuse est continue, c'est-à-dire que les couches diffuses de plusieurs grains sont connectées (Leroy et al., 2008; Revil, 2013a). Ainsi, lors de l'application du champ électrique extérieur, les charges présentes dans la couche de Stern vont migrer jusqu'aux extrémités des grains puis être bloquées tandis que les

charges dans la couche diffuse ne sont pas stoppées. La taille de la particule (ou du pore) polarisée dépend du temps ou de la fréquence du champ électrique appliqué. Dans le cas d'un champ électrique alternatif sinusoïdal de haute fréquence, seuls les grains de petites tailles seront polarisés (variation du champ trop rapide pour les grandes particules). A l'opposé à basse fréquence, les grains de petite et de grande taille seront polarisés. Lorsque le champ électrique extérieur est interrompu, les contre-ions reviennent à leur position d'origine par diffusion. Ce processus de rétrodiffusion définit un temps caractéristique ou temps de relaxation lié à la taille du grain/du pore, au type de porteur de chargeur et à sa mobilité (en lien avec la viscosité du fluide poral).

Pour rappel, le déplacement des charges sous l'effet du champ électrique participe aussi à la conductivité de la roche. Cet excès de conductivité dû à la double couche électrique est dit conductivité de surface σ_s (par opposition à la conductivité de volume liée la conduction dans l'espace poral). La conductivité de surface dépend de la fréquence (voir aussi la partie théorie 2.2 dans le chapitre).

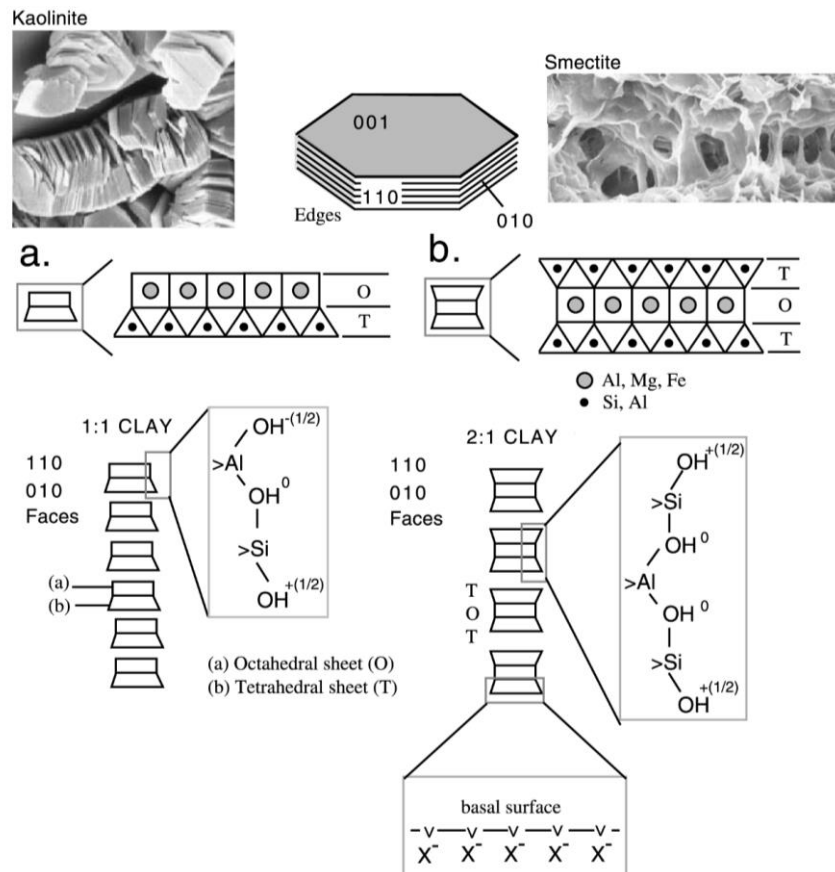


Figure 15. Sites électriquement chargés à la surface de grains d'argile.

Figure d'après Leroy & Revil (2009). **a)** Sites actifs pour la kaolinite. Dans le cas où un minéral de kaolinite est mis en contact avec un électrolyte binaire de type NaCl et pour des pH classiquement rencontrés dans la nature (ph compris en 4 et 10), des réactions de substitution peuvent s'effectuer à la surface du minéral, au niveau des sites aluminol (Al), silanol (Si) et {Al-O-Si}. Ces sites sont essentiellement situés sur les bordures du minéral, notés {110} et {010}. Ces substitutions vont conduire à un déficit de charge, i.e. la surface du minéral sera chargée négativement, définissant ainsi une densité de charge surfacique (Q). **b)** Sites actifs dans le cas de smectite (valable aussi pour l'illite). Dans le cas de ces argiles et pour des pH compris entre 5 et 9, les sites actifs sont aussi au niveau des surfaces basales. Les réactions de substitution sont dites isomorphiques, i.e. substitution de cations de charges différentes au sein de la maille cristalline (Tournassat et al., 2004).

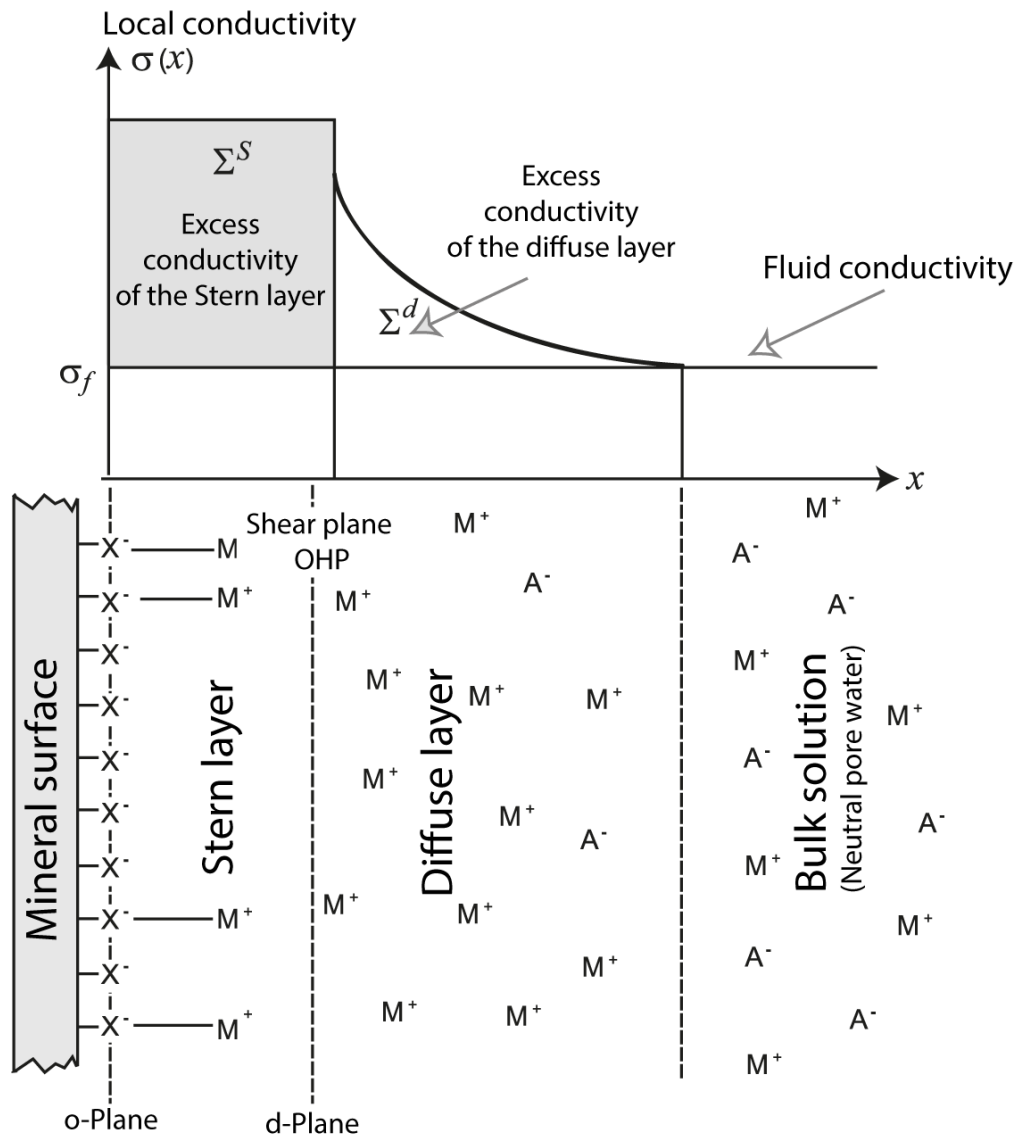


Figure 16. Schéma de la double couche électrique et les excès de conductivité associés

Figure synthétisée à partir de *Revil (2012); Revil et al. (2018)*. La double couche électrique est formée par une couche de Stern et une couche diffuse (couche externe). Afin de respecter l'électroneutralité, des contre-ions viennent s'adsorber à la surface du minéral au niveau de la couche de Stern. Bien que cette couche soit totalement remplie de contre-ions, cela n'est pas suffisant pour totalement contrebalancer la charge du minéral. Ainsi, un gradient de concentration est présent dans la couche diffuse afin de finir de contrebalancer la charge du minéral. L'excès de contre-ions dans la couche de Stern et dans la couche diffuse induit un excès de conductivité par rapport à la conductivité de l'eau porale. L'excès de conductivité dans la couche de Stern, noté Σ^S est constant puisque tous les sites disponibles pour recevoir des contre-ions adsorbés sont occupés. L'excès de conductivité lié aux contre-ions présents dans la couche diffuse Σ^d décroît progressivement jusqu'à la conductivité de l'eau porale. Cet excès de conductivité est lié à un gradient de concentration. Le plan-O (O-plane) et le plan-D (d-plane) correspondent respectivement à la surface du minéral et à l'interface entre la couche de Stern et la couche diffuse. Ce dernier plan est aussi appelé plan d'Helmholtz.

- Polarisation de membrane (membrane polarization) :

La polarisation de membrane est liée à la double couche électrique (i.e. minéraux chargés en surface). L'une des différences entre cette polarisation et la polarisation de la double couche électrique est la longueur de polarisation et donc leurs temps caractéristiques. La polarisation de membrane s'effectue à l'échelle des pores et sa gamme de fréquence est vraisemblablement plus basse que celle de la polarisation de la double couche électrique. La polarisation de membrane s'effectue au niveau : i) de rétrécissements dans l'espace poral, ii) en présence d'argile.

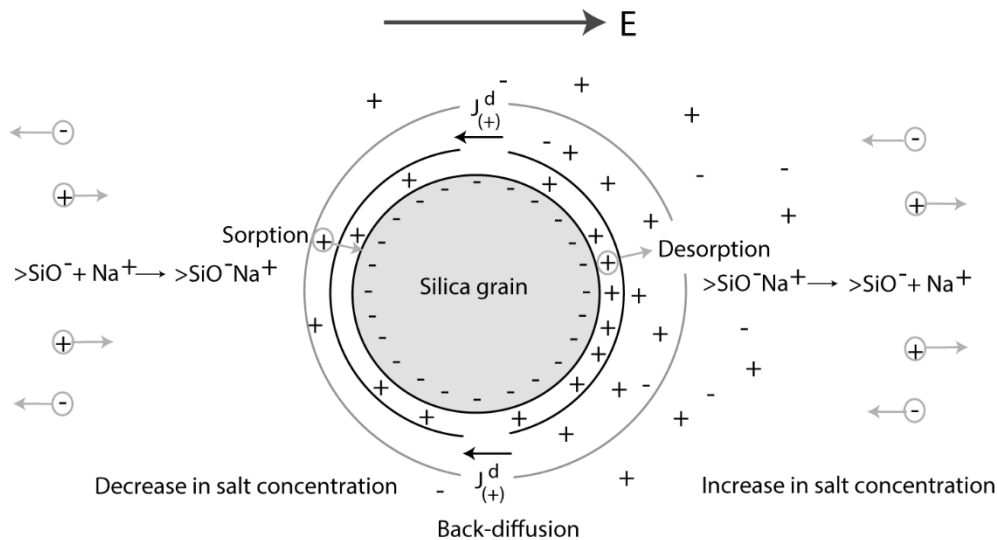


Figure 17. Polarisation de membrane, un processus lié à la présence de la double couche électrique (vue à l'échelle granulométrique).

Figure d'après Revil & Florsch (2010). Deux grains (de silice) sont en suspension dans un électrolyte. Sous l'effet, d'un champ électrique, les cations migrent dans la même direction que ce champ. Les contre-ions (anions) viennent de l'espace poral (partie gauche de la figure) puis sont captés dans la double couche électrique et transférés à l'extrémité du grain. Ils sont alors relâchés dans l'électrolyte libre pour continuer leur migration dans le réseau poral. Les co-ions (cations) se déplacent dans le sens opposé au champ électrique. Les co-ions du réseau poral rentrent dans la partie droite de la figure. Le chevauchement ou le rapprochement des couches diffuses est une zone d'exclusion pour ces ions (force répulsive). Ainsi, peu d'anions traversent cette zone sélective et continuent leur migration dans le reste de l'espace poral. Il en résulte des gradients de concentration et une polarisation. A l'arrêt du champ extérieur, un retour à l'équilibre (une rétrodiffusion) s'effectue en un temps caractéristique. Au niveau de la zone sélective, la mobilité des ions est réduite par rapport à la mobilité des ions dans l'eau libre.

Pour Vinegar & Waxman (1984) la polarisation de la double couche électrique et la polarisation de membrane sont deux processus fonctionnant en série. Pour plus de détails sur les modèles liés à cette polarisation voir Bücker & Hördt (2013b, 2013a); Marshall & Madden (1959); Titov et al. (2004).

Enfin, l'ensemble de ces polarisations se superposent, mais avec des amplitudes différentes. La méthode de la polarisation provoquée (voir partie 1.3) recouvre les gammes de fréquences liées aux polarisations de la double couche électrique, de membrane et le début de la polarisation Maxwell-Wagner. Cependant, pour des fréquences inférieures au kHz, la polarisation prédominante fait encore débat (voir l'introduction de Bücker & Hördt (2013)). Les modèles donnant une prédominance à la polarisation de la double couche électrique sont de plus en plus robustes, puisqu'ils sont capables d'expliquer de nombreuses dépendances (distribution de grain, influence du pH, salinité...). À l'inverse, les modèles mettant l'accent sur la polarisation de membrane ne sont pas aussi développés et ne sont pas capables d'expliquer la dépendance en salinité. Pour conclure, il reste à développer un modèle unifiant l'ensemble des processus de polarisation (Bücker and Hördt, 2013a; Kremer et al., 2016; Leroy and Revil, 2009).

1.3. Méthode de la Polarisation Provoquée

La Polarisation Provoquée PP (*Induced Polarization IP*) est une méthode électrique active caractérisant à la fois la conductivité électrique d'un milieu poreux et sa capacité à stocker réversiblement des charges électriques (liée aux processus de polarisation). Ainsi, elle peut être vue comme une extension de la mesure de conductivité électrique classique dite en courant continu DC (*Direct Current*). Il faut noter que l'ampleur des phénomènes liés à la PP diffèrent si le milieu contient ou non des particules semi-métalliques. Les particules métalliques génèrent une polarisation intrinsèque bien plus importante que la polarisation du milieu sans ces particules (Revil et al., 2018c). Dans ce manuscrit, nous nous intéressons exclusivement à des milieux ne contenant pas de particules métalliques. Un historique de l'essor de la méthode est présenté en Annexe B.

1.3.1. Polarisation Provoquée en domaine temporel (TIP)

Généralement, la Polarisation Provoquée en domaine temporel TIP (*Time Induced Polarization*) est plutôt appliquée sur le terrain alors que la Polarisation Provoquée en domaine spectral PP-S (*Spectral Induced Polarization*) est largement utilisée en laboratoire. Il existe cependant quelques instruments en TIP développés aussi bien pour des mesures en laboratoire que sur le terrain comme le SCIP (*Sample Core I.P tester*) construit par GDD.

La Polarisation Provoquée en domaine temporel consiste en une mesure de conductivité et de chargeabilité (apparentes dans le cas d'un milieu hétérogène). La chargeabilité, m_{seigel} définie par Seigel (1959) correspond au rapport du potentiel secondaire V_s juste après la coupure du champ primaire, sur le potentiel primaire établi V_p (Figure 18).

$$m_{seigel} = V_s/V_p \quad 1.16$$

Le potentiel secondaire est difficile à mesurer. La chargeabilité est donc définie comme étant l'intégrale du champ secondaire. La chargeabilité est généralement exprimée en mV/V (équation 1.17) ou en msec (équation 1.18), bien qu'elle soit sans dimension (Binley and Kemna, 2005).

$$M = \frac{1}{(t_1 - t_2)} \frac{1}{V_p} \int_{t_1}^{t_2} V(t) dt \quad 1.17$$

$$M = \frac{1}{V_p} \int_{t_1}^{t_2} V(t) dt \quad 1.18$$

La mesure en TIP peut se décomposer en trois phases :

1. *Etablissement du champ primaire* : un courant créneau avec temps mort, bipolaire (+I 0 –I 0) est émis dans le sol à l'aide de deux électrodes d'injection (notées A/B ou C₁/C₂). Durant cette période, le voltage au niveau des électrodes de mesures (notées M/N ou P₁/P₂) augmente rapidement jusqu'à une valeur seuil V_s puis tend progressivement vers une asymptote égale à V_p . Durant cette phase le milieu se polarise.

2. *Mesure de la conductivité* : une fois que le milieu est supposé chargé / polarisé, au niveau des électrodes de mesures, le voltage enregistré est moyenné afin de déterminer la conductivité en utilisant la loi d'Ohm et un facteur géométrique. Nous avons fait ici l'hypothèse que le régime quasi-statique est atteint.

La durée d'injection (phases 1+2) se nomme T_{On} et correspond donc à l'établissement du champ électrique primaire. La durée d'injection détermine la taille des particules totalement polarisées et est généralement comprise entre 0.5 et 2 secondes. Pour une durée d'injection faible (e.g. inférieure à la seconde) seuls les minéraux argileux seront polarisés alors que pour une durée longue aussi bien les minéraux argileux que les grains de sables seront polarisés. En théorie, la durée d'injection doit être suffisamment longue afin que toutes les particules composant le milieu poreux soient polarisées. Plus précisément, la durée d'injection est à mettre en relation avec le temps caractéristique dit aussi temps de relaxation. Ce temps caractéristique est lié soit à la distribution de la taille des grains (Grosse, 2009; Revil and Florsch, 2010) soit à la distribution de la taille des pores (Revil et al., 2012b; Titov et al., 2004, 2002).

3. *Relaxation du milieu / mesure de la chargeabilité* : une fois que la durée d'injection est finie, la coupure du champ primaire (i.e. du courant) doit s'effectuer le plus abruptement possible afin de commencer le plus rapidement possible l'enregistrement du champ électrique secondaire lié à la (dé)-polarisation du milieu. Cette étape commence par un temps d'attente (*delay time*) correspondant à la phase où l'instrument n'enregistre pas le champ secondaire afin d'éviter de prendre en compte dans les mesures les effets transitoires, générés par la coupure rapide du courant dans l'instrument (effet de rampe) et les effets de couplages électromagnétiques dans les câbles (Pelton et al., 1978). Ce dernier point est d'autant plus vrai que les câbles utilisés sont longs (Binley and Kemna, 2005).

Après cette phase d'attente, la chargeabilité totale M_{tot} est calculée en sommant les chargeabilités partielles m_i . La chargeabilité totale M_{tot} correspond à l'ensemble de l'intégrale sous la courbe, en théorie, depuis la coupure du champ primaire jusqu'à la relaxation totale du milieu. Dans les équations 1.17 et 1.18 pour le calcul de la chargeabilité totale, les temps t_1 et t_2 correspondent respectivement au début et la fin de la décroissance.

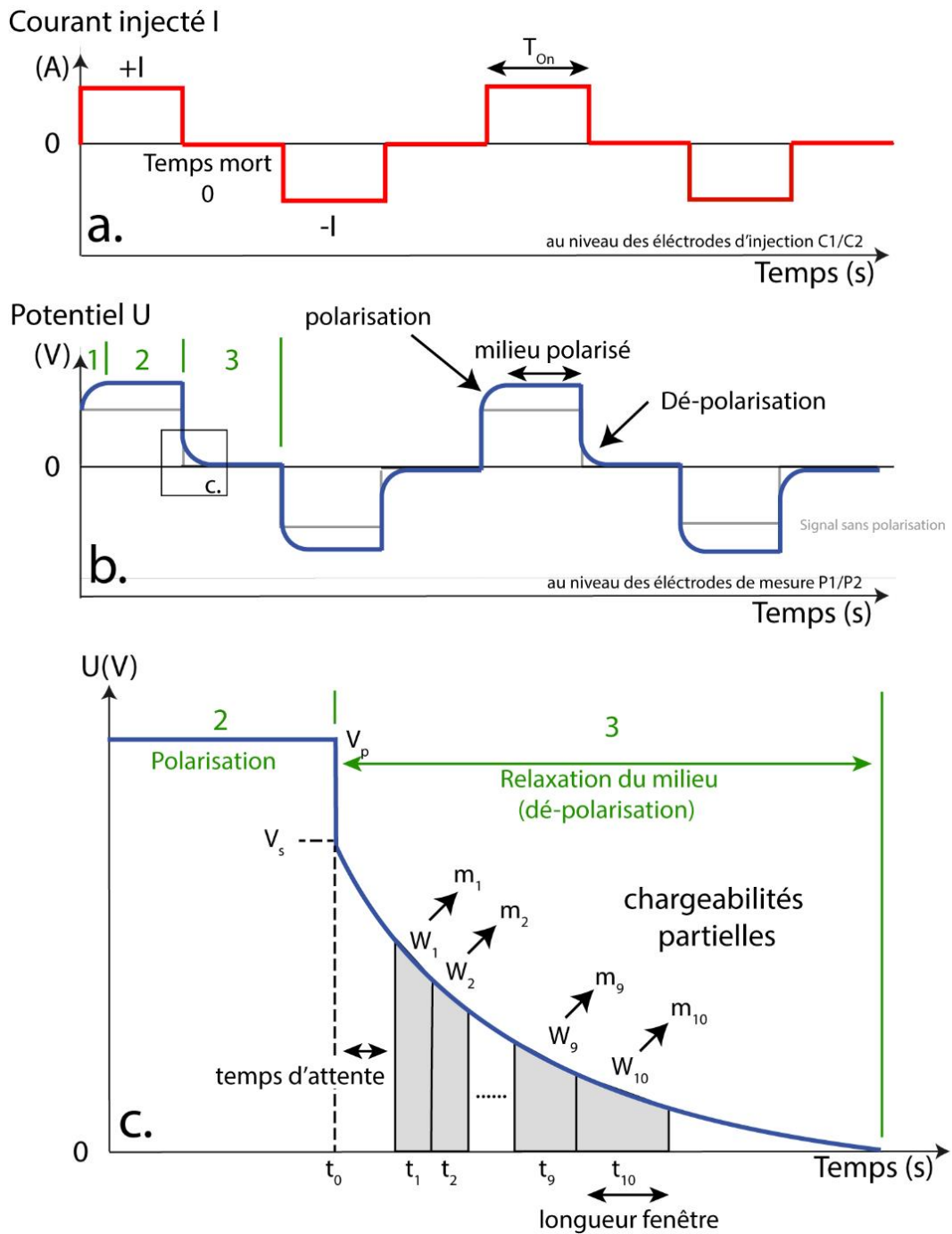


Figure 18. Principe de mesure en TIP.

a) Forme du courant injecté. Au niveau des électrodes d'injection, un courant en créneau de forme bipolaire est injecté dans le sol. Entre chaque créneau, un temps mort permet la relaxation du milieu. b) Evolution du voltage au niveau des électrodes de mesure. Au niveau des électrodes de mesure, la tension croît quasi-instantanément jusqu'à $V_p - V_s$. Ce potentiel « instantané » correspond au potentiel mesuré en l'absence de polarisation. Dans le cas d'un milieu non chargeable, l'évolution du potentiel suit alors une fonction créneau (courbe grise). Puis le potentiel tend vers une asymptote V_p . Juste avant la coupure du courant, la détermination de la conductivité apparente dite « DC » du milieu est effectuée. L'effet de la polarisation du milieu (i.e. de sa charge) est visible durant l'établissement du courant mais aussi durant la relaxation. Après la coupure abrupte du champ électrique primaire, le voltage secondaire décroît quasi-instantanément jusqu'à V_s puis progressivement jusqu'à son niveau initial, correspondant à la relaxation du milieu. c) Mesures des chargeabilités partielles. Cette décroissance exponentielle du voltage secondaire est enregistrée à l'aide de n fenêtres d'écoute (noté W). A chaque fenêtre correspond une valeur de chargeabilité partielle, noté M_i , avec i l'indice de la fenêtre. La somme des chargeabilités partielles est égale à la chargeabilité totale M_{tot} .

Généralement, les instruments échantillonnent la décroissance du potentiel secondaire et donc approximent la chargeabilité totale à l'aide de 10 à 20 fenêtres. Une chargeabilité partielle correspond au même calcul que la chargeabilité totale mais en intégrant sur une courte période. Sous certaines conditions, les chargeabilités partielles peuvent être reliées à la chargeabilité par l'équation suivante, tant que $t_1 < t_2 \ll \tau$. (Florsch et al., 2011)

$$M_{t_1, t_2} \approx M(t_2 - t_1) \quad 1.19$$

où t_1 et t_2 , sont, les temps du début et de la fin de la fenêtre et τ le temps caractéristique lié à la polarisation dominante.

La largeur des fenêtres est modifiable et peut être constante ou variable au cours de la décroissance. La disposition des fenêtres peut s'effectuer selon plusieurs lois (linéaire, semi-logarithmique, logarithmique) ou selon une disposition dite Cole-Cole. Cette dernière disposition est supposée être optimale pour permettre la détermination des paramètres Cole-Cole. Le paramétrage de l'échantillonnage est fonction du type de milieu, du temps d'injection et de la stratégie d'inversion. Par exemple, pour un milieu essentiellement argileux, le temps de relaxation sera court et la décroissance sera rapide. Il est donc préférable de choisir une largeur de fenêtre constante, courte (par exemple de l'ordre de 20 msec) et dont la disposition se concentre sur le début de la décroissance. A l'inverse un milieu hétérogène, présentant une distribution de temps de relaxation étalée nécessite un temps d'injection long pour que le milieu soit totalement polarisé. Ainsi, la décroissance du potentielle secondaire sera longue, il est donc préférable de disposer les fenêtres suivant une loi logarithmique ou Cole-Cole afin de s'assurer d'enregistrer la relaxation des particules grossières et d'avoir une largeur de fenêtre suffisamment importante vis-à-vis de la résolution (en tension) de l'instrument. Enfin la configuration d'écoute de l'instrument dépend aussi de la stratégie de l'inversion : i) inversion de la chargeabilité totale (Oldenburg and Li, 1994), ii) inversion de chargeabilité partielle avec la détermination des paramètres Cole-Cole (Ahmed and Revil, 2017; Yuval and Oldenburg, 1997), iii) inversion de l'ensemble du cycle dite en « full wave form » (Fiandaca et al., 2012).

Notes :

- Le processus de polarisation peut être décrit sommairement par un circuit RC. Dans un circuit RC, le temps caractéristique est $\tau = RC$, le régime permanent est atteint à 99.3% à l'instant 5τ . Le processus de polarisation suit aussi une loi exponentielle décroissante et nous pouvons considérer que la (dé)-polarisation du milieu est atteinte après 5τ (Figure 19).

- Les instruments de dernière génération sont capables d'enregistrer la décroissance du potentiel secondaire en quasi-continu puisque la fréquence d'échantillonnage est de l'ordre de la centaine de hertz.
- Il faut aussi noter l'existence de quelques études où les mesures TIP sont effectuées à différentes fréquences. Dans ce cas, le courant injecté correspond à un train d'onde avec des créneaux de différentes tailles (Tombs, 1981).

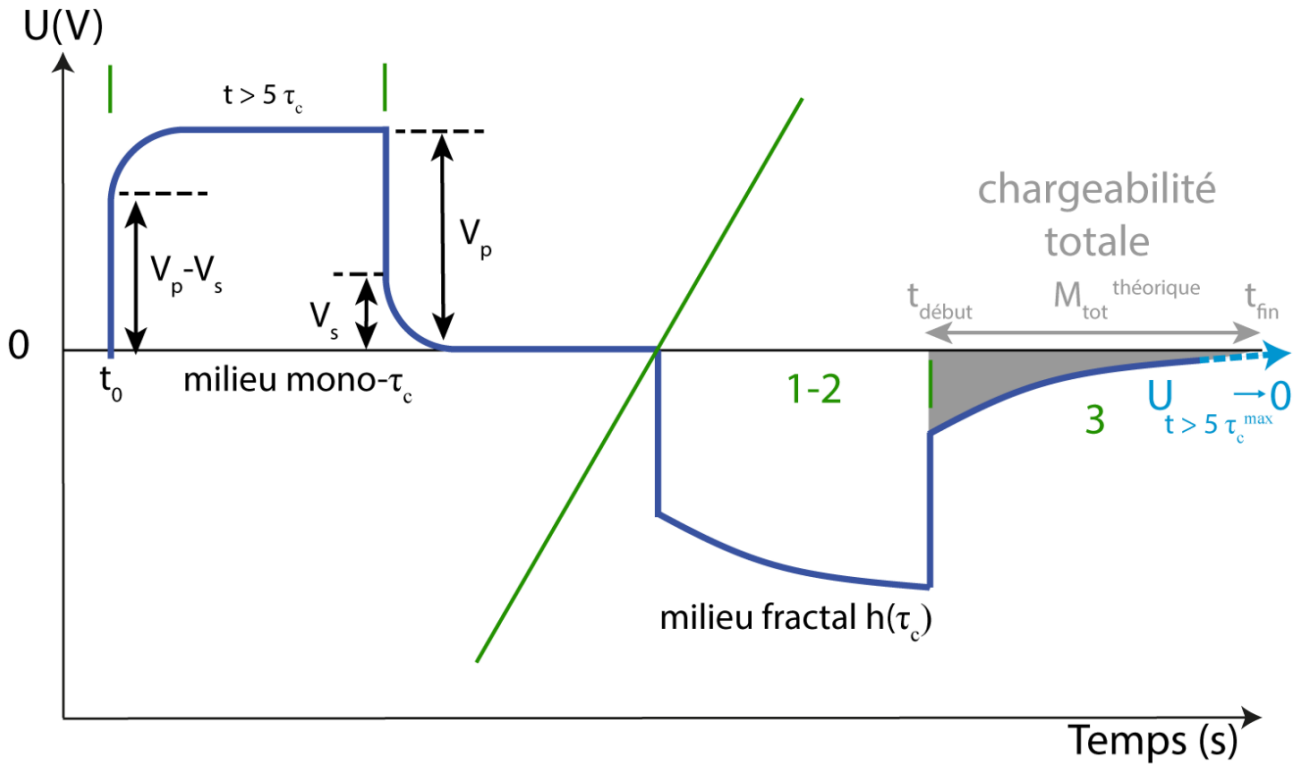


Figure 19. Différence entre un milieu avec un temps caractéristique et un milieu avec une distribution de temps caractéristiques.

Dans le cas d'un milieu comportant une seule taille de grain ou de pores, de temps caractéristique τ_c , le potentiel mesuré augmente quasi-instantanément jusqu'à $V_p - V_s$. Puis, après $5\tau_c$, le potentiel se stabilise à 99.3% de V_p . Cette même durée est nécessaire pour une dépolarisation totale. A l'opposé, à un milieu hétérogène dont la granulométrie est représentée par une distribution correspond une distribution de temps caractéristiques. Dans ce cas l'asymptote V_p est atteinte à 99.3 % après 5 fois le temps caractéristique le plus grand. Au cours du créneau d'injection, petit à petit, les charges deviennent totalement polarisées et s'opposent de plus en plus au passage du courant expliquant l'augmentation du voltage. Là encore, la dépolarisation est considérée comme totale à partir de 5 fois le temps caractéristique le plus grand.

1.3.2. Polarisation Provoquée Spectrale (SIP)

La Polarisation Provoquée Spectrale (SIP) caractérise l'évolution de la conductivité complexe à basse fréquence. En laboratoire la gamme de fréquence investiguée peut s'étendre du μHz à quelques MHz, par exemple :

- 1.0 mHz à 20 kHz pour le système SIP Fuchs (Revil et al., 2012),
- 1.0 mHz à 45 kHz Z-SIP (Zimmermann et al., 2008),
- 10 μHz à 32 MHz pour le Solartron 1260 et 10 μHz à 65 kHz pour le Solartron 1250.

En domaine fréquentiel, un courant sinusoïdal $\omega = 2\pi f$ est injecté au niveau de deux électrodes d'injection. Au niveau des électrodes de mesure, la tension mesurée est aussi sinusoïdale, amortie et déphasée par rapport au signal d'excitation (Figure 20). En SIP, l'amplitude $|\sigma|$ et le déphasage (*phase*) φ entre intensité et tension sont mesurés et permettent de calculer les parties réelle σ' et imaginaire σ'' de la conductivité complexe :

$$\sigma^* = |\sigma| \exp(i\varphi) = \sigma' + i\sigma'' \quad 1.20$$

L'amplitude de la conductivité est exprimée en S.m^{-1} alors que la phase est exprimée en radian. Dans les milieux poreux en l'absence de particules métalliques, le déphasage est généralement inférieur à la dizaine de milli-radians. Ainsi, la partie imaginaire est très inférieure à la partie réelle (Revil et al., 2012a). Dans le cas où des particules métalliques sont disséminées dans un milieu (P.SM), le déphasage est généralement de l'ordre de plusieurs dizaines de milli-radians et est directement proportionnel à la quantité volumique de ces particules (Hupfer et al., 2016; A. Revil et al., 2015b).

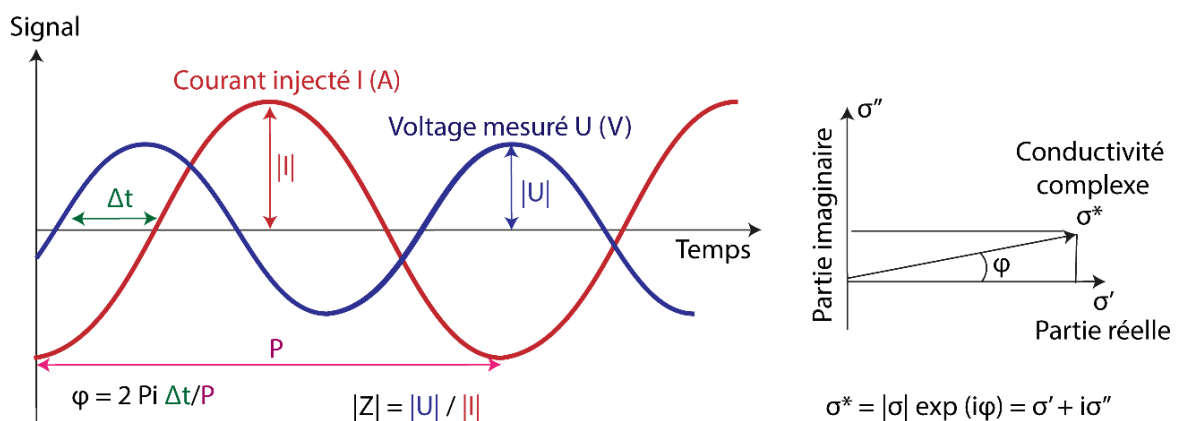


Figure 20. Principe de mesure en SIP.

En domaine fréquentiel, un courant sinusoïdal est injecté dans le milieu et à différentes fréquences. L'échantillonnage des différents signaux (courant injecté, tension mesurée sur les électrodes de potentiel) est suffisamment précis afin de déterminer l'amplitude de la conductivité et le déphasage entre le courant injecté et mesuré. Ce déphasage et cette amplitude permettent de calculer une conductivité complexe et de dissocier les parties réelle et imaginaire.

1.4. Modèles en conductivité complexe et en polarisation provoquée

Il existe une multitude de modèles pour décrire les phénomènes de conduction et de polarisation d'un sol. Certains de ces modèles sont empiriques et d'autres ont une base physique. Dans cette partie, la liste des modèles présentés n'est pas exhaustive. Nous nous intéresserons d'abord à deux modèles décrivant uniquement la conductivité électrique d'un sol puis aux modèles pétrophysiques. Les modèles empiriques (modèle Cole-Cole, Debye, Pelton) et les modèles à base physique liés à la polarisation de membrane et de semi-conducteur qui n'ont pas été directement utilisés dans le cadre de cette thèse sont présentés en Annexe C.

1.4.1. Modèles de conductivité empiriques

➤ Modèle d'Archie, 1942

Un modèle couramment utilisé en géophysique pour décrire la conductivité d'un sol est celui d'Archie (1942). Ce modèle simple lie la conductivité électrique d'un sol à la conductivité de l'électrolyte à l'aide d'un facteur de formation. L'excès de conductivité lié à la présence de la double couche électrique est négligé. Ce modèle est fréquemment utilisé sur le terrain sans une réelle vérification de cette approximation (par exemple à partir d'analyse sur des échantillons). En effet, ce modèle n'est correct que si la conduction dans l'espace poral est prédominante par rapport à la conduction à la surface des grains ($\frac{1}{F} S_w^n \sigma_w \gg \sigma_s$). Autrement dit, ce modèle est valable dans le cas de fluide poral salin ou de matrice solide à surface spécifique ou CEC faible.

$$\sigma = \frac{1}{F} S_w^n \sigma_w \quad 1.21$$

$$F = \phi^{-m} \quad 1.22$$

où, σ est la conductivité macroscopique du milieu ($S.m^{-1}$), σ_w la conductivité de l'électrolyte ($S.m^{-1}$), F le facteur de formation (-), ϕ la porosité (-), m le facteur de cimentation ou le premier exposant d'Archie (-), S la saturation du milieu compris entre 0 et 1 (-), n le facteur de saturation / second exposant (-).

Le facteur de cimentation m est relié à la notion de connectivité d'une roche. Un facteur de cimentation égal à 1 ne peut pas être observé pour des échantillons synthétiques, puisque cela implique que la porosité correspond à des tubes (des capillaires) traversant l'échantillon en ligne droite. Généralement pour des roches sédimentaires, ce facteur m est compris entre 1.5 et 2.5 (Archie, 1942; Glover, 2009, 2014). Revil (2013) a montré que l'approximation $m \approx n$ est raisonnable dans la plupart des cas.

➤ **Modèle de Waxman & Smits, 1968**

Ce modèle reprend le modèle d'Archie mais rajoute un terme lié à la conduction à la surface des grains. L'ajout de ce terme a été nécessaire pour analyser les diagraphies pétrolières dans la seconde moitié du XX^{ème} siècle. L'une des formulations retenues est celle de Waxman et Smits (1968) qui explicite le lien entre la conductivité de surface et la CEC. Dans leur article, la conductivité de surface est appelée « une conductance en $S.m^{-1}$ », liée à la présence des contre-ions des argiles. Cette conductance dépend des mobilités ioniques et des concentrations de l'électrolyte :

$$\sigma = \frac{1}{F} (\sigma_w + \sigma_s) \quad 1.23$$

Où σ_s est la conductivité de surface liée à la présence de la double couche électrique.

➤ **Modèle de Drake ou modèle à phase constante**

Les modèles liés à la dispersion diélectrique comme par exemple les modèles de Debye ou de Cole-Cole, permettent de modéliser les spectres comportant un pic de phase, lié à une distribution de temps de relaxation suivant plus ou moins une distribution normale. Ces modèles s'appliquent bien aux milieux contenant des particules métalliques disséminées.

Généralement, les spectres des sols et des roches sédimentaires (sables, sable argileux, argiles) ne présentent pas de pic de phase. Dans ces milieux, la phase est plutôt plate sur plusieurs décades. Ainsi, le modèle de Drake développé par Van Voorhis et al. (1973) et repris par Vinegar et Waxman (1984) modélise ce type de comportement. A noter que, Vinegar et Waxman (1984) introduisent aussi une polarisation de membrane dans leur modèle. Ce modèle permet de connecter certains paramètres de polarisation provoquée comme l'effet fréquence FE (*frequency effect*) et la phase (Van Voorhis et al., 1973). Selon la formulation de Weller et al. (1996), ce modèle peut s'écrire :

$$\sigma(\omega) = \left(i \frac{\omega}{\omega_0} \right)^b \sigma_n \quad 1.24$$

Avec, σ_n la conductivité (réelle) à la fréquence de référence ω_0 ($S.m^{-1}$) ; ω_0 fréquence angulaire de référence ($rad.s^{-1}$) ; b exposant de la dépendance en fréquence, compris entre 10^{-4} et $3 \cdot 10^{-2}$ (-).

1.4.1. Modèles de conductivité à base physique

➤ Modèle de la couche de Stern Dynamique

Ce modèle a été développé à l'origine dans les disciplines des suspensions colloïdales et de l'électrochimie par Zukoski and Saville (1986a, 1986b). Il a été appliqué par Leroy et al. (2008); et Revil and Florsch (2010) aux milieux poreux puis complété dans une série d'articles de Revil et collaborateurs. L'ensemble du modèle a été détaillé dans Revil (2013) en utilisant la méthode de moyenne volumique (*volume-averaging*). L'équation principale de ce modèle est :

$$\sigma^* = \frac{1}{F} [S_w^n \sigma_w + (F - 1) \sigma_s^*] \quad 1.25$$

Avec, σ_s^* la conductivité complexe de surface composée, $\sigma^* = \sigma_s' + i\sigma_s''$. La conductivité de surface est complexe à cause de la polarisation de la double couche électrique.

Les principales caractéristiques de ce modèle sont les suivantes :

- La polarisation basse fréquence est essentiellement contrôlée par la polarisation de la couche de Stern. La polarisation de la couche diffuse est négligée puisque la couche diffuse des différents grains est continue à l'échelle macroscopique et implique uniquement une contribution DC dans la conductivité.
- La couche de Stern n'a pas de contribution dans la conductivité électrique basse fréquence (i.e. DC). Autrement dit, les porteurs de charges se déplacent tangentiellement à la surface du grain et ne peuvent pas la quitter (Leroy et al., 2008).
- L'introduction d'un coefficient de partition f des contre-ions entre la couche de Stern et la couche diffuse. Ce paramètre rentre en jeu dans l'expression de la conductivité complexe de surface (voir partie 2.2). Pour les argiles f a de fortes valeurs indiquant que la plupart des contre-ions sont présents dans la couche de Stern. A noter que f croît avec la salinité.

Pour plus de détails, voir Leroy et al. (2008); Revil (2013); Revil and Florsch (2010).

1.5. Application des méthodes géo-électriques pour le suivi des transferts thermiques

1.5.1. Suivi des transferts thermiques liés à la géothermie

Comme énoncé succinctement dans la partie 1.2.2, la conductivité électrique a une dépendance en température qui a été identifiée par de nombreux travaux (Hayashi, 2004; Hayley et al., 2007; Scott and Kay, 1988; Sen and Goode, 1992). En effet la conductivité électrique augmente d'environ 2% par degré °C (Revil et al., 1998). L'effet de la température sur la conductivité électrique a été reconnu dans le cadre d'études pétrolières (Vinegar and Waxman, 1984), et des zones hydrothermales volcaniques (Revil et al., 2011).

Les premières expériences pour le suivi du transfert thermique à caractère géothermique ont été effectuées avec des expériences d'injection d'eau dans des aquifères. Les premiers travaux dans ce domaine sont ceux de Benderitter and Tabbagh (1982) où de l'eau à 40°C a été injectée. Ces auteurs ont réussi à suivre la progression de la zone thermiquement perturbée à l'aide de mesure de résistivité et en comparant les mesures à un état de référence. Puis pendant une trentaine d'année assez peu de travaux ont été réalisés dans ce domaine. Avec le développement récent de la géothermie superficielle, les recherches dans ce domaine ont repris. En effet, les systèmes géothermiques superficiels demandent le développement de nouveaux outils, préférentiellement des méthodes indirectes pour le suivi du transfert thermique. Les problématiques récemment développées sont : (e.g. Robert et al., 2013)

- Est-il possible de transformer la distribution de conductivité électrique en température ?
- La méthodologie est-elle fiable pour tous les environnements et pour toutes les gammes de températures ?

Ces problématiques ont été abordées par Hermans et collaborateurs, dans le cadre des expériences d'injection d'eau chaude dans des aquifères (Hermans et al., 2015, 2012; Lesparre et al., 2019; Robert et al., 2019). A noter que Firmbach et al. (2013) ont effectué des expériences en température et en laboratoire, sur une cuve de 1.0x0.4x0.4m. Ils n'ont pas réussi à calculer la distribution de température à partir des observables géophysiques.

Les principaux points clés des méthodes électriques appliquées à la géothermie ont été résumés dans les articles de Hermans et al., (2019, 2014). Dans cet article, une loi a été développée afin de calculer la distribution de température à partir des données de conductivité électrique (équation 1.26). Cette loi nécessite les paramètres d'entrée suivants :

- La température de référence, généralement fixée à $T_{ref} = 25^{\circ}\text{C}$;
- Le coefficient de sensibilité α_T pouvant être déterminé sur échantillon en laboratoire ou fixé raisonnablement à $0.02/^{\circ}\text{C}$ (Revil et al., 1998);

- Le couple de distribution conductivité électrique / température initiale (σ_{b1}, T_1) ;
- La distribution de conductivité électrique (σ_{b2}) au temps où nous voulons calculer la distribution de température (T_2).

$$T_2 = \frac{\sigma_{b2}}{\sigma_{b1}} (T_1 - T_{ref}) + \frac{\sigma_{b2} - 1}{\alpha_T} + T_{ref} \quad 1.26$$

Pour appliquer ce modèle aux suivis de variations temporelles de température, nous supposons que les variations de conductivité électrique sont uniquement liées aux variations de température (i.e. saturation, salinité du fluide poral, porosité, équilibres chimiques sont constants). Généralement, ces hypothèses sont valides pour des expériences de courte durée et des variations de températures faibles. L'autre hypothèse est que la dépendance en température des conductivité électrolytique et surfacique ont un même taux de variation (Hayashi, 2004). A noter qu'en présence de carbonates, ces hypothèses ne sont plus valides. En effet, la solubilité des carbonates dépend de la température et peut impliquer une variation de la salinité de l'eau porale (Hermans et al., 2012).

L'utilisation de la tomographie de résistivité électrique pour le suivi du transfert thermique nécessite d'effectuer des acquisitions répétées (*time lapse*), en supposant que l'évolution de la conductivité électrique est principalement liée au transfert thermique. Le traitement des données en time-lapse peut s'effectuer à l'aide d'inversions indépendantes, d'inversion en différence ou d'inversion en 4D. L'inversion indépendante consiste à inverser chaque acquisition, ce qui peut provoquer des artefacts liés aux processus d'inversion et conduire à de mauvaises interprétations. Une autre démarche consiste à inverser la différence des mesures (ici la différence des résistivités ou de conductivités apparentes). Cette méthode est supposée être moins sensible au bruit puisqu'elle permet de minimiser le bruit systématique (LaBrecque and Yang, 2001; Miller et al., 2008; Robert et al., 2012). Les développements actuels portent sur la quantification des erreurs à partir de mesures réciproques qui permettent de réduire les erreurs liées à l'inversion par différence (Lesparre et al., 2017; Thibaut et al., 2021). Une alternative de la méthode d'inversion par différence est l'inversion en 4D avec une régularisation temporelle. Dans cette démarche l'ensemble des acquisitions est inversé simultanément. Ce processus d'inversion a une double régularisation : spatiale et temporelle. L'avantage de ce procédé est de réduire les artefacts liés à l'inversion et au bruit.

Enfin, la résolution et le processus d'inversion, notamment la régularisation, doivent être en adéquation avec l'étendue spatiale et la dynamique temporelle de la perturbation thermique. Bien que cette constatation soit triviale, elle n'est pas facile à respecter in-situ (sur le terrain) pour des systèmes géothermiques associés à de faibles perturbations thermiques. Les dispositifs tomographiques combinant mesures en forages et en surface sont à privilégier.

Pour conclure, les principales études relatives au suivi de température par des méthodes de tomographie électrique ont été principalement réalisées pour des systèmes géothermiques profonds (de plusieurs dizaines de mètres à plusieurs centaines de mètres) et généralement en relation avec des aquifères (aquathermie) (Georgsson, 2009; Giordano et al., 2017; Hermans et al., 2012). Dans ces expériences, les variations thermiques sont importantes (plusieurs dizaines de degrés), étalées spatialement et d'assez courtes durées (quelques jours). Plus récemment, Nieto et al. (2019) ont développé une loi empirique reliant la conductivité thermique et électrique dans le but d'améliorer le dimensionnement de système géothermique base enthalpie sur une site en Espagne. L'étude géophysique consiste en une inversion 3D de données profils de tomographie électrique 2D afin d'estimer une distribution 3D de la conductivité thermique du sous-sol pour optimiser l'emplacement des forages géothermiques.

1.5.2. Cas du permafrost

Dans la précédente partie, l'utilisation des méthodes géo-électriques a été appliquée pour le suivi temporel des transferts thermiques pour la géothermie de surface, sans changement de phase. Le suivi des transferts thermiques avec changement de phase est plutôt abordé dans le cadre des études sur le permafrost. Dans ce domaine, les principales problématiques sont :

- caractériser la distribution du permafrost continu / discontinu ;
- déterminer la teneur en glace ;
- suivre les variations thermiques et l'évolution de la zone active (active layer).

Les développements instrumentaux réalisés dans les années 90 ont permis un renouveau dans l'utilisation des méthodes géo-électriques pour l'étude du permafrost avec la mise en œuvre de suivi temporel (*monitoring*) à long terme. Les principales études géophysiques de suivi temporel du permafrost ont été résumées dans le Tableau 1 de Supper et al. (2014). Par ailleurs, l'une des limites instrumentales en contexte de permafrost est la capacité à effectuer des mesures avec de fortes résistances de contact (Table 2, Supper et al. 2014). L'un des premiers sites instrumentés est celui de Schilthorn (Suisse) par Hauck et collaborateurs. Hauck (2002) détermine la teneur en glace à partir de tomographie de résistivité électrique (ERT) et de données de calages température/résistivité. Ce site instrumenté depuis 1999 a démontré les capacités de la méthode ERT pour le suivi du gel/dégel du permafrost. L'évolution de la résistivité sous la température de gel peut être décrite soit par une loi exponentielle (Hauck, 2002) soit par une relation linéaire (Krautblatter et al., 2010). Cependant, la détermination de la distribution des températures dans le sol à partir d'observables géophysiques est encore anecdotique à cause de l'influence d'autres grandeurs et processus (variation de saturation, infiltration d'eau).

En ce qui concerne la polarisation provoquée, des mesures spectrales ont été effectuées par Olhoeft (1977) sur des argiles en contexte permafrost. Les données ont été analysées en utilisant un modèle comprenant une contribution ionique pour la conductivité et quatre processus de relaxation liés à la réponse colloïdale, aux défauts de Bjerrum, aux polarisations des molécules d'eau non gelée et des molécules organiques. Wu et al. (2013) ont aussi fait des mesures SIP en laboratoire avec un cycle de température. Les données ont été analysées avec un modèle de Pelton (présenté en Annexe C) et ils ont relié la conductivité imaginaire à 1 Hz à la teneur en eau résiduelle.

Enfin, Doetsch et al. (2015) ont effectué un suivi temporel en tomographie de résistivité en polarisation provoquée afin de suivre la distribution de la couche active du permafrost. Les données ont d'abord été inversées séparément puis à l'aide d'une inversion 4D. Le modèle utilisé est de type Pelton.

1.5.3. Cas des corbeilles géothermiques

Dans le cadre de cette thèse, les anomalies thermiques susceptibles d'être observées sont au maximum d'une dizaine de degrés (en moyenne un sol a une température d'environ dix degrés au début de l'hiver) et concentrées spatialement autour de l'échangeur. De plus, l'apparition des anomalies géothermiques liées aux corbeilles est un processus lent. En effet, les corbeilles géothermiques fonctionnent de manière discontinue, nous pouvons raisonnablement dire que l'anomalie est maximale après 3-4 mois de fonctionnement. A l'opposé, dans le cadre de notre expérience analogique (Chapitre 6), les variations thermiques sont courtes puisqu'une année représente 3.6 jours et demandent un dispositif d'acquisition adapté. Actuellement, peu de travaux de recherche portent sur le suivi des corbeilles géothermiques.

Le suivi des transferts thermiques avec changement de phase a été fait uniquement dans le cadre d'étude du permafrost. La cinétique des processus de gel / dégel est alors différente du cas du chauffage géothermique. En effet, dans le cadre du permafrost, le front de gel vient uniquement de la surface alors que dans le cas des corbeilles, deux fronts de diffusion thermiques se superposent (l'un provenant de la surface et l'autre liée à la corbeille). Enfin, les modèles les plus utilisés dans la communauté du permafrost sont les modèles de Pelton et le modèle d'Archie, mais rarement des modèles pétrophysiques. Pour conclure, à notre connaissance, il n'existe pas de monitoring, liant le suivi de transfert (hydro-)thermique avec un changement de phase induit par des corbeilles géothermiques. Nos travaux visent ainsi à déterminer l'intérêt de suivre ces transferts thermiques à l'aide de méthodes géo-électriques et à étendre les modèles pétrophysiques au changement de phase.

1.6. Conclusion

Dans la première section de ce chapitre, nous avons présenté succinctement le fonctionnement d'un système géothermique à basse enthalpie. Ces systèmes à basse enthalpie ne nécessitent pas : i) de conditions environnementales particulières (e.g. un gradient géothermique fort, un réseau de fracturation pour la circulation d'un fluide caloporteur), ii) de systèmes de collecte sophistiqués (e.g. des forages associés à des pompes), iii) de réseaux de distribution de chaleur complexes.

Les systèmes à basse enthalpie ont une gamme de température de fonctionnement plutôt basse et restreinte (20 à -10°C pour le fluide caloporteur circulant dans l'échangeur géothermique et de 15 à 50°C pour le fluide caloporteur circulant dans les émetteurs). Ainsi, la quantité d'énergie extraite du sol par ces systèmes est faible (une corbeille extrait environ 1 kW sous forme de chaleur) ce qui ne permet pas une utilisation directe de cette énergie pour le chauffage d'un bâtiment. Pour pallier à ce problème, une pompe à chaleur est utilisée permettant d'augmenter la température du fluide circulant dans les émetteurs.

Ces systèmes à basse enthalpie sont préférentiellement utilisés pour le chauffage de petits bâtiments et les échangeurs géothermiques sont mis en place à faible profondeur (généralement entre 1 et 5 mètres de profondeur). La température de cette couche de sol est essentiellement contrôlée par les conditions physiques en surface (ensoleillement, pluie, vent, neige), par la circulation d'eau souterraine (présence d'une nappe ou d'écoulement) et par les caractéristiques du milieu poreux (e.g. conductivité thermique, diffusivité, masse volumique, teneur en eau). Lors d'une utilisation intensive des systèmes géothermiques ou d'un sous-dimensionnement du nombre d'échangeurs, l'énergie extraite est suffisamment importante après une durée d'utilisation longue pour que la température du sol aux alentours des échangeurs devienne inférieure à 0°C ce qui initie la transformation de l'eau liquide en glace. Comme indiqué dans le chapitre précédent, l'impact du changement de phase sur les transferts thermo-hydriques et les performances du système n'est pas encore bien compris. Afin de mieux comprendre les transferts thermo-hydriques durant le gel du sol, nous devons recourir à des méthodes :

- dites indirectes : ces méthodes ne caractérisent pas directement le champ de température, ni la distribution de teneur en eau ou en glace, ni le transfert hydrique ;
- dites non-intrusives : ces méthodes ne perturbent pas les transferts thermo-hydriques ;
- ayant une résolution spatiale suffisante pour permettre d'obtenir une distribution des paramètres pétrophysiques du milieu poreux (e.g. température, teneur en glace) ;
- présentant un recouvrement temporel adéquat pour permettre de suivre l'évolution du champ de température et la formation du noyau de glace.

Nous avons donc opté pour les méthodes de tomographie géo-électrique, présentées dans la deuxième section de ce chapitre. Les méthodes géo-électrique utilisées lors de ces travaux sont dites actives (tomographie de résistivité électrique et de polarisation provoquée) puisqu'un champ électrique extérieur est injecté dans le milieu. Ainsi, lorsqu'un champ électrique traverse un milieu poreux des processus électrochimiques complexes s'initient, correspondant soit à des déplacements de porteurs de charge (phénomène de conduction) soit à leur stockage (phénomènes de polarisation). L'ampleur de ces processus dépend :

- des propriétés pétrophysiques du milieu comme la porosité, la saturation, le type de fluide poral (salinité, espèces chimiques), de la minéralogie (en lien avec la CEC) ;
- de la fréquence du champ électrique. Chaque polarisation est caractéristique d'une gamme de fréquence. Ainsi, en fonction de la fréquence, nous pouvons déterminer diverses propriétés du milieu poreux : i) aux hautes fréquences la quantification de l'eau libre, ii) aux basses fréquences la caractérisation des propriétés surfaciques des minéraux et la caractérisation de la géométrie des pores en lien avec la polarisation de la double couche électrique.
- des propriétés physiques du milieu comme la pression et la température.

Enfin dans ce chapitre, nous avons vu que de nombreuses études géophysiques ont été appliquées pour le suivi de transfert thermique. Cependant, ces études étaient liées soit à la géothermie profonde soit à l'aquathermie et le suivi du changement de phase a été uniquement effectué pour l'étude du permafrost. Pour résumer les transferts (hydro)-thermiques liés à l'utilisation de corbeilles géothermiques ont les spécificités suivantes :

- combinaisons de deux front de diffusion thermiques : un front plan venant de la surface et un front cylindrique liée à l'échangeur ;
- variation de température faible (environ une dizaine de degrés) ;
- changement de phase (gel du sol) ;
- anomalie thermique concentrée autour des échangeurs géothermiques ;
- milieu hétérogène et partiellement saturé ;
- échelle de temps : une saison pour les expériences in-situ et courte (quelques jours) pour les expériences analogiques.

Il est donc nécessaire, de compléter les modèles pétrophysiques de dépendance thermique et de changement de phase en laboratoire pour la conductivité électrique et la chargeabilité avant d'appliquer ces modèles aux corbeilles géothermiques.

Chapitre 2. Conductivité complexe des sols

(C) 2010

2.1. Introduction

Les systèmes géothermiques à basse enthalpie ne nécessitent pas de conditions environnementales particulières, puisque la recharge énergétique est principalement assurée par la surface (radiation solaire, température de l'air, précipitation, éventuellement écoulement souterrain). Ainsi, les échangeurs thermiques sont généralement enterrés à proximité des fondations de l'habitation, soit dans des formations superficielles¹ au sens géologique, soit dans des roches peu indurées. Lors de leur installation, les terrains sont généralement remaniés puisque les échangeurs sont remblayés par des matériaux du site grossièrement criblés notamment par l'extraction de la fraction la plus grossière : les blocs à galets. Dans tous les cas, le milieu poreux consiste en un milieu naturel, plus ou moins hétérogène, où la fraction argileuse et la teneur en eau initiale sont variables. Ainsi, avant de s'intéresser à la dépendance en température et au changement de phase, il nous faut valider un modèle de conductivité complexe cohérent, prenant en compte la diversité des milieux en termes de granulométrie, porosité, argilosité et teneur en eau.

Jusqu'à maintenant de nombreux modèles pour la conductivité complexe et la polarisation à basse fréquence ont été développés chacun avec ses spécificités, par exemple en mettant l'accent sur l'un des processus de polarisation (double couche électrique, membrane, semi-conducteur). Ces dernières années, les modèles dont le mécanisme principal est la polarisation de membrane sont peu à peu délaissés au profit des modèles mettant l'accent sur la polarisation de la double couche électrique et notamment de la couche de Stern (Schwarz, 1962). Le modèle de la couche de Stern Dynamique a été étendu par Revil et collaborateurs à la distribution des tailles de grains et au pH, (Revil, 2012 ; Revil and Florsch, 2010). Ce modèle a été validé sur des milieux synthétiques et sur des milieux naturels, par exemple : billes de verre (Leroy et al., 2008), roches volcaniques (Ghorbani et al., 2018 ; Revil et al., 2017c), grès (Niu et al., 2016), sables siliceux (Revil et al., 2014). Nous avons choisi d'utiliser ce modèle car il a été éprouvé et intègre de nombreux paramètres pétrophysiques.

Ainsi, pour résumer, nous devons vérifier que le modèle de la couche de Stern Dynamique est valide pour des sols hétérogènes, avec des teneurs en argile variables et transposer les paramètres du modèle SIP dans le champ de paramètres de la TIP. En effet, comme indiqué dans le chapitre précédemment, la TIP est effectuée essentiellement sur site alors que la SIP est la méthode préférée en laboratoire.

¹ Formations superficielles : terme regroupant généralement les dépôts superficiels, continentaux du quaternaire, liés à des processus d'érosions, de dégradation. Ces formations superficielles regroupent notamment le limons, alluvions, moraines, éboulis.

Nous avons donc analysé la réponse en conductivité complexe de 71 sols et du sable provenant de notre expérience analogique. La détermination de la conductivité complexe a été déterminée à partir de mesure de SIP entre 10 mHz et 45 kHz en utilisant un porte-échantillon sous forme de coupe (Annexe D). Afin de compléter notre analyse, nous avons aussi mesuré la Capacité d'Echange Cationique (CEC). La détermination de la CEC par titrage à la solution de chlorure de cobaltihexamine est présentée en Annexe E et les développements méthodologiques en Annexe F. Nos résultats ont été publiés dans l'article suivant :

Revil, A., **A. Coperey**, Z. Shao, N. Florsch, I. L. Fabricius, Y. Deng, J. R. Delsman, et al. "Complex Conductivity of Soils." *Water Resources Research* 53, no. 8 (August 2017): 7121–47. <https://doi.org/10.1002/2017WR020655>.

2.2. Analyse de la conductivité complexe de 71 sols



RESEARCH ARTICLE Complex conductivity of soils

10.1002/2017WR020655

Key Points:

- A large data set of complex conductivity data on soils is presented
- Complex conductivity data are explained to the light of the dynamic Stern layer model
- Surface conductivity is related to the normalized chargeability or quadrature conductivity, which opens new perspectives in hydrogeophysics

Correspondence to:

A. Revil,
andre.revil@univ-smb.fr




Citation:

Revil, A., et al. (2017), Complex conductivity of soils, *Water Resour. Res.*, 53, doi:10.1002/2017WR020655.

Received 25 FEB 2017

Accepted 22 JUL 2017

Accepted article online 1 AUG 2017

A. Revil¹ , A. Coperey¹ , Z. Shao^{1,2}, N. Florsch³, I. L. Fabricius⁴, Y. Deng^{1,5}, J. R. Delsman⁶ , P. S. Pauw⁶, M. Karaoulis⁶, P. G. B. de Louw⁶, E. S. van Baaren⁶, W. Dabekaussen⁷, A. Menkovic⁷, and J. L. Gunnink⁷

¹Université Savoie Mont Blanc, CNRS, IRD, IFSTTAR, ISTerre, Chambéry, France, ²School of Safety Engineering, China University of Mining and Technology, Xuzhou, Jiangsu, China, ³Université Paris 06, Sorbonne Universités, IRD, UMI 209, UMMISCO and UMR 7619 METIS, Paris, France, ⁴Department of Civil Engineering, Technical University of Denmark, Lyngby, Denmark, ⁵Key Laboratory of Surficial Geochemistry of Ministry of Education, School of Earth Sciences and Engineering, Nanjing University, Nanjing, China, ⁶Deltares, Utrecht, Netherlands, ⁷TNO—Geological Survey of the Netherlands, Utrecht, Netherlands

Abstract The complex conductivity of soils remains poorly known despite the growing importance of this method in hydrogeophysics. In order to fill this gap of knowledge, we investigate the complex conductivity of 71 soils samples (including four peat samples) and one clean sand in the frequency range 0.1 Hz to 45 kHz. The soil samples are saturated with six different NaCl brines with conductivities (0.031, 0.53, 1.15, 5.7, 14.7, and 22 S m⁻¹, NaCl, 25°C) in order to determine their intrinsic formation factor and surface conductivity. This data set is used to test the predictions of the dynamic Stern polarization model of porous media in terms of relationship between the quadrature conductivity and the surface conductivity. We also investigate the relationship between the normalized chargeability (the difference of in-phase conductivity between two frequencies) and the quadrature conductivity at the geometric mean frequency. This data set confirms the relationships between the surface conductivity, the quadrature conductivity, and the normalized chargeability. The normalized chargeability depends linearly on the cation exchange capacity and specific surface area while the chargeability shows no dependence on these parameters. These new data and the dynamic Stern layer polarization model are observed to be mutually consistent. Traditionally, in hydrogeophysics, surface conductivity is neglected in the analysis of resistivity data. The relationships we have developed can be used in field conditions to avoid neglecting surface conductivity in the interpretation of DC resistivity tomograms. We also investigate the effects of temperature and saturation and, here again, the dynamic Stern layer predictions and the experimental observations are mutually consistent.

Plain Language Summary Geophysical methods are increasingly popular in agriculture. Usually, DC (Direct Current) resistivity is the preferred method but the interpretation of resistivity data suffers a major flaw: the inability to distinguish between bulk and surface conductivity. This has yielded to unrealistic interpretation schemes in hydrogeophysics and an abuse of Archie's law. We propose a way to cure this flaw by extending the DC resistivity method to what is called induced polarization. This paper is the first work entirely focused on the study of induced polarization of soils including a comparison with a mechanistic model and a study of the influence of both temperature and saturation.

1. Introduction

Induced polarization (or complex conductivity) tomography is a geophysical imaging technique based on the study of the low-frequency (<10 kHz) polarization processes occurring in porous media. It extends the classical Direct Current (DC) resistivity method, which has been broadly used in hydrogeophysics in the last two decades [e.g., Johnson *et al.*, 2010; Binley *et al.*, 2015]. In spectral induced polarization, the frequency dependence of both electrical resistivity and the phase shift between the electrical field and the current is independently measured and analyzed over a range of frequencies [e.g., Kemna *et al.*, 2012]. The amplitude of resistivity and the phase can be recasted into a complex conductivity. Under an applied (primary) electrical field, its in-phase (real) component characterizes the electromigration of the charge carriers while its quadrature (out-of-phase, imaginary) component is used to describe local accumulations of electrical charge

carriers resulting in the polarization of the porous materials [Vinegar and Waxman, 1984]. In siliciclastic materials, their ability to store reversibly electrical charges is related to the polarization of the electrical double layer surrounding the mineral grains and possibly some membrane polarization phenomena [Vinegar and Waxman, 1984].

Induced polarization has many applications in hydrogeophysics including inference of hydraulic properties [Binley et al., 2005; Weller et al., 2010; Joseph et al., 2015; Nordsiek et al., 2015], facies discrimination [Revil et al., 2013], the detection of contaminants in soils [e.g., Sogade et al., 2006; Flores Orozco et al., 2012; Schwartz and Furman, 2012; Schmutz et al., 2012; Chen et al., 2013], and the detection of cracks [e.g., Okay et al., 2013]. Induced polarization has shown also a unique capability to monitor nonintrusively sorption processes in the electrical double layer [Vaudelet et al., 2011a, 2011b; Hao et al., 2016] and precipitation of metallic particles during redox-controlled reactions [e.g., Mewafy et al., 2013; Abdulsamad, 2017]. Induced polarization has also become a tool that can be used to study the cryosphere in shallow formations [Grimm and Stillman, 2015].

In the growing literature dedicated to hydrogeophysics and for the study of the critical zone, the formation factor is often erroneously defined as the pore water conductivity divided by the conductivity of the porous material. With such a definition, the (apparent) formation factor is not a textural parameter of porous media but would depend on the salinity or total dissolved content (TDS) of the pore water. Surface conductivity in the electrical double layer surrounding the mineral grains needs to be accounted for [e.g., Waxman and Smits, 1968; Vinegar and Waxman, 1984; Okay et al., 2014]. Surface conductivity is often neglected in hydrogeophysics as being an important contributor to the overall electrical conductivity of siliciclastic materials while its role has been recognized for many decades in soil sciences [e.g., Shainberg et al., 1980; Friedman, 2005, references therein] and in well-logging analysis [e.g., Waxman and Smits, 1968]. This practice of neglecting surface conductivity is however erroneous especially in freshwater environments for which the surface conductivity can easily dominate the conductivity of the porous materials. For instance, Revil et al. [2014b] showed that the (apparent) formation factor can strongly underestimate the true (intrinsic) formation factor even for a perfectly clean (i.e., clay-free) sandstones like the Fontainebleau sandstone. This implies in turn that a growing number of publications in hydrogeophysics are not correct in their interpretation of resistivity tomograms. For various applications in hydrogeophysics, we need to obtain an intrinsic formation factor corrected for surface conductivity. In laboratory conditions, the (intrinsic) formation factor is traditionally obtained by measuring the electrical conductivity of a core samples at different brine conductivities [e.g., Waxman and Smits, 1968; Vinegar and Waxman, 1984]. Revil [2013b] and Weller et al. [2013] developed new relationships between the quadrature and surface conductivities and following Weller et al. [2013], this relationship can be used to determine the intrinsic formation factor at a single brine conductivity.

While much work has been done in describing the electrical conductivity of soils (see a review in Friedman [2005]), few publications have targeted the complex conductivity of these porous materials [see Schwartz and Furman, 2012; Nordsiek et al., 2015, for limited investigations with few core samples]. In the present paper, we test the dynamic Stern layer model developed by Revil and collaborators to describe the complex conductivity of brine-saturated clayey soils. Then, we develop the first extensive database of complex conductivity of soil samples with 71 samples analyzed plus one clean silica sand. Our goal is to test the relationships between the surface and quadrature conductivities as well with the normalized chargeability. We will also discuss the dependence of the normalized chargeability with the cation exchange capacity and specific surface area, two very important properties of soils in agriculture [e.g., Saidi, 2012].

2. Dynamic Stern Layer Polarization Model

2.1. Properties of the Complex Conductivity

In order to build an appropriate complex conductivity function, few elements need to be taken into account. Minerals in soils have an intrinsic charge on their surface and are coated by an electrical double layer comprising the Stern and diffuse layers (Figure 1). This double layer is responsible for both an excess conduction called surface conductivity (Figure 1) and the polarization of the pore space and the grains (Figure 2).

The frequency dependence of the real and imaginary parts of the complex conductivity corresponding to induced polarization phenomena, i.e., σ' and σ'' , should obey the Kramers-Kronig relationships [de Kronig,

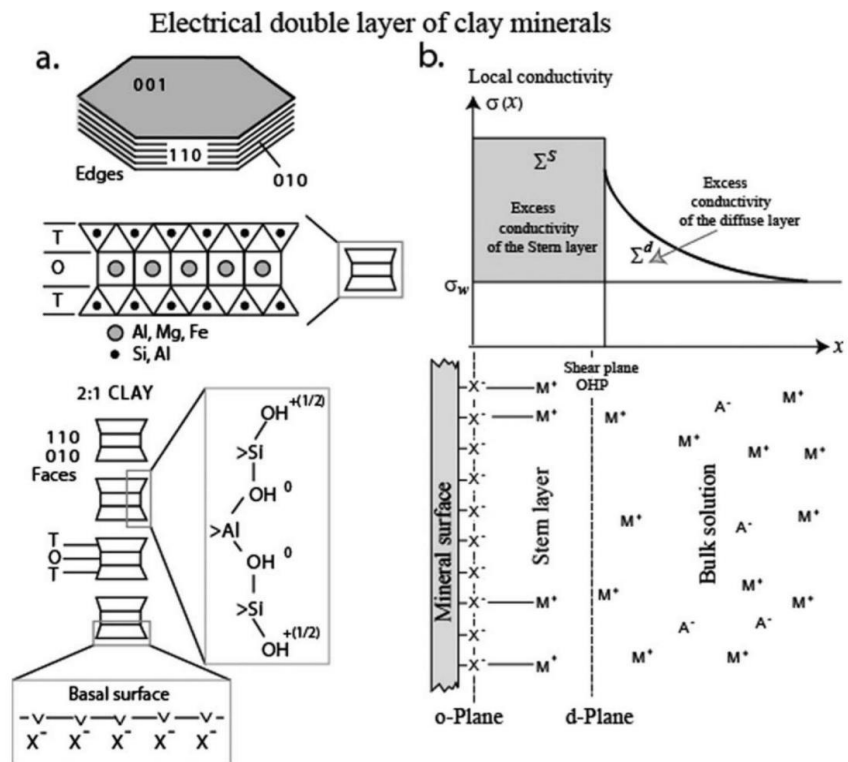


Figure 1. Nature of the electrical double layer in clay minerals. (a) Clay minerals are characterized by a pH-dependent charge on the edge of their particles and, for some of them like smectite, a permanent charge associated with isomorphic substitutions in their crystalline framework. (b) The effective charge density is counterbalanced by ions in the Stern and diffuse layers. This gives rise to two excess conductivities defined as the integral over the distance of the difference between the local conductivity $\sigma(x)$ and the conductivity of the pore water σ_w . The surface conductivities Σ^S and Σ^d correspond to the contributions associated with the Stern and diffuse layers, respectively.

1926; *Kramers*, 1927; *de Kronig*, 1942], which are based on the causality principle. An interesting account of the early history of these relationships can be found in *Bohren* [2010]. In addition, the value of the in-phase conductivity should be bounded by the value of the DC conductivity σ_0 (at zero frequency) and the value of a high-frequency conductivity σ_∞ . By high frequency, we mean a frequency close to the MHz (see discussion in *Vinegar and Waxman* [1984]).

The quadrature conductivity σ'' should go to zero both in DC conditions (zero frequency) and at very high frequencies (i.e., above the MHz). Experiments show however that at high frequencies, the magnitude of the quadrature conductivity keeps increasing because of the superposition with another polarization mechanism, namely the Maxwell Wagner polarization [*Revil*, 2013a] plus dielectric polarization phenomena. In this case, the effective quadrature conductivity should be written as $\sigma''_{eff}(\omega) = \sigma'' - \omega \epsilon_\infty$ where ϵ_∞ denotes actually the low-frequency permittivity of the Maxwell Wagner polarization or the dielectric permittivity in absence of Maxwell Wagner polarization.

Note that because the low and high-frequency limits of σ'' are equal to zero [e.g., *Vinegar and Waxman*, 1984], the bounds σ_0 and σ_∞ are also the bounds for the magnitude of the complex conductivity defined by $\sigma = (\sigma'^2 + \sigma''^2)^{1/2}$. The conductivity σ_∞ is the instantaneous conductivity of a material, i.e., the conductivity experienced in Ohm's law right after the application of an electrical field. At the opposite, the conductivity σ_0 is the DC conductivity obtained once all the polarization phenomena have fully established at all the polarizable length scales of the porous material. In these conditions, some of charge carriers (of the inner part of the electrical double layer) are blocked at the end of these polarization length scales (an example is shown in Figure 2 for a spherical grain). Another way to see this behavior is that at low frequencies, the polarization creates an electrical field (or a current density) that opposes the applied (primary) electrical

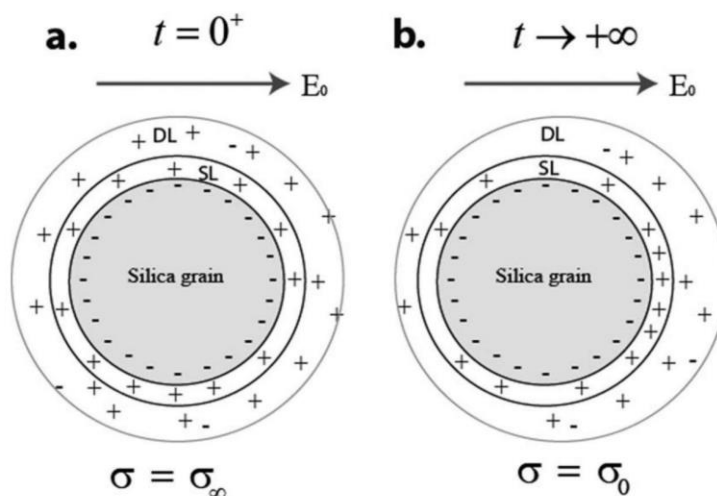


Figure 2. Polarization of a grain coated by an electrical double layer composed by a diffuse layer (DL) and a Stern layer (SL) of weakly sorbed counterions that are mobile along the grain surface but that cannot leave the Stern layer. (a) Just after the application of the primary electrical field E_0 , all the charge carriers are mobile. The instantaneous conductivity is σ_∞ . (b) If the primary electrical field is applied for a long time, the conductivity is $\sigma_0 = \sigma_\infty(1 - M)$ where M stands for the chargeability of the material (dimensionless). Some of the charge carriers (those of the Stern layer) are now blocked at the edge of the grain in the direction of the electrical field. As the result, the conductivity of the material is reduced. The time constant τ would be the relaxation time required for the charge carriers to come back to their equilibrium situation, i.e., to go from the situation described in the right side of the sketch to the situation described in the left side. During the polarization, the grain acquires a dipole moment similar to the phenomenon observed in dielectric polarization.

field (or primary current density). This polarization phenomenon is however not dielectric per se. The reduction of the total electrical field at low frequencies is responsible for the fact that $\sigma_0 \leq \sigma_\infty$ ($\sigma_0 = \sigma_\infty$ in absence of polarization mechanism). We can also write $\sigma_0 = \sigma_\infty(1 - M)$, i.e., the DC conductivity is the instantaneous conductivity minus the effect of polarization described by the chargeability M (dimensionless).

At this point, we have said nothing about the physical mechanism of low-frequency polarization. In Figure 2, we focus on the polarization of the Stern layer. Figure 2 illustrates that all the charge carriers are mobile just after the application of an electrical field (at $t = 0^+$) and that some of the charge carriers are blocked at the edge of the grains for a very long time ($t \rightarrow +\infty$). Note that physically, the real part (in-phase component) of the conductivity σ' refers to electromigration processes, i.e., the transport of the charge carriers driven by the electrical field, both in the pore water and along the electrical double layer coating the surface of the grains. The imaginary (quadrature) component σ'' refers to (reversible) charge accumulation like in a capacitor and is associated with the polarization of the Stern layer.

In Figure 2, the relaxation time of the problem τ corresponds to the relaxation time of the problem. Once the primary electrical field or current is removed, the process of polarization corresponds to the diffusion of the accumulated charge carriers to their equilibrium situation corresponding to Figure 2a. This process is a classical electrochemical membrane polarization/potential mechanism similar to the well-established self-potential problem or concentration polarization (see *Mao and Revil* [2016], for a discussion on this topic).

From Figure 2, it is obvious that the distribution of the polarization length scales would correspond to the grain size distribution, perhaps in some cases to a pore size distribution, both being interrelated in granular porous media. We denote this distribution $h(\tau)$. The complex conductivity would result from the superposition of spectra associated with the polarization of the individual length scales. In doing such a convolution, the right kernel needs to be known. Usually in geophysics, many researchers use a Debye function as kernel. For the reasons discussed in details in *Revil et al.* [2014a], we believe that the correct kernel for porous media is close to a Warburg function (i.e., a Cole Cole conductivity function, *Cole and Cole* [1941], with a Cole Cole exponent of $1/2$ while the Debye function would correspond to a Cole Cole function with an exponent of (1). Physically, this means that the polarization of the Stern layer is not equivalent to a perfect capacitance (which would correspond to a Debye transfer function for the impedance) but to a “leaking” capacitance due to sorption/desorption of the counterions during the polarization process.

2.2. Complex Conductivity Model

In the following, a harmonic external electrical field of the form $\mathbf{E}=\mathbf{E}_0\exp(+i\omega t)$ is applied to the porous material. In the realm of the dynamic Stern layer model, the complex conductivity of a porous granular material without metallic grains is given by *Revil* [2013a, 2013b] and *Revil et al.* [2014a]

$$\sigma^*(\omega)=\sigma_\infty\left(1-M\int_0^\infty\frac{h(\tau)}{1+(i\omega\tau)^{1/2}}d\tau\right)+i\omega\epsilon_\infty, \tag{1}$$

where ω denotes the angular frequency (rad s^{-1}), ϵ_∞ denotes the high-frequency permittivity (in $\text{F m}^{-1} = \text{A s V}^{-1} \text{ m}^{-1}$ actually the low-frequency part of the Maxwell Wagner polarization and the dielectric constant of the material), τ is a time constant (also called a relaxation time since corresponding to a diffusion process as discussed above), $M=(\sigma_\infty-\sigma_0)/\sigma_\infty$ is the dimensionless chargeability, σ_0 and σ_∞ denoting the DC ($\omega=0$) and high-frequency electrical conductivities (in $\text{S m}^{-1} = \text{A V}^{-1} \text{ m}^{-1}$), respectively, and $h(\tau)$ denotes a (normalized) probability density for distribution of the time constants of the material. Equation (1) satisfies all the criteria described in section 2.1. This equation can be sketched with the equivalent circuit shown in Figure 3 or the simplified circuit shown in Figure 4 (see also the constant phase model described in Appendix A).

We define a normalized chargeability as $M_n=M\sigma_\infty=\sigma_\infty-\sigma_0$, i.e., defined as the difference between the high-frequency conductivity and the low-frequency (DC) conductivity. The introduction of such a normalized chargeability, with units in S m^{-1} , may seem inappropriate to some geophysicists that are experienced with the use of the chargeability (which is dimensionless). In hydrogeophysics, chargeability is commonly normalized by resistivity to remove in order to remove the fingerprint of resistivity on the inverted chargeability tomograms (see discussions in *Slater and Glaser* [2003] and *Mansoor and Slater* [2007]). In addition, according to the dynamic Stern layer model, M_n is proportional to the cation exchange capacity of the material as discussed by *Mao et al.* [2016], and therefore to the clay content. This is not the case with the chargeability itself as discussed at the end of this paper. However, in the presence of metallic particles (e.g., pyrite, magnetite, slag), the unitless chargeability remains the key parameters to plot since it is directly related to the volume content of metallic particles.

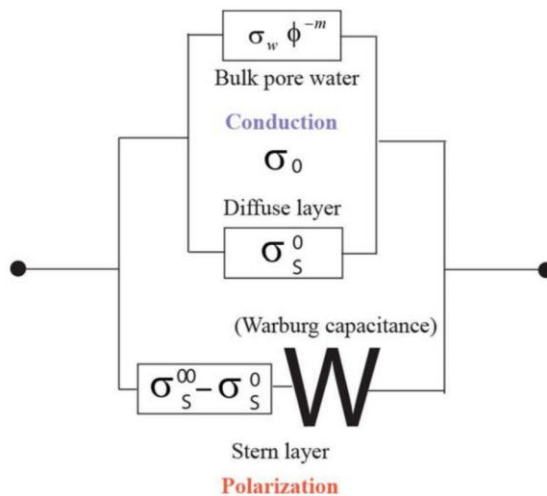


Figure 3. Equivalent circuit of a soil. The conduction corresponds in first approximation to two resistances in parallel, one corresponding to the conduction in the bulk pore water and one associated with conduction on the electrical double layer. This is true only as long as the conduction is essentially dominated by the bulk pore water and the electrical field controlled by the distribution of the bulk conductances of the pore network with surface conductivity as a first-order perturbation with respect to the bulk conductivity. The Stern layer provides another additional conductivity and is responsible for the polarization of the material. The Warburg capacitance is used to model the Stern layer as a leaking capacitance.

The high-frequency and low-frequency conductivities can be obtained through a volume averaging method as underlined by *Revil* [2013a]. In the present paper, the relationships for the low-frequency and high-frequency electrical conductivity are given by what we call below the linear conductivity model. For materials characterized by high porosities, the expressions obtained by *Revil* [2013a] are

$$\sigma_0 = \frac{1}{F} \sigma_w + \left(\frac{1}{F\phi}\right) \rho_g \beta_{(+)} (1-f) \text{CEC}, \tag{2}$$

$$\sigma_\infty = \frac{1}{F} \sigma_w + \left(\frac{1}{F\phi}\right) \rho_g [\beta_{(+)} (1-f) + \beta_{(+)}^S f] \text{CEC}, \tag{3}$$

where σ_w (in S m^{-1}) denotes the pore water conductivity, F (dimensionless) the intrinsic formation factor, f (dimensionless) denotes the partition coefficient (fraction of counterions in the Stern layer versus the entire double layer), ρ_g is the grain density (in kg m^{-3} , typically $\rho_g = 2650 \text{ kg m}^{-3}$ for sedimentary rocks),

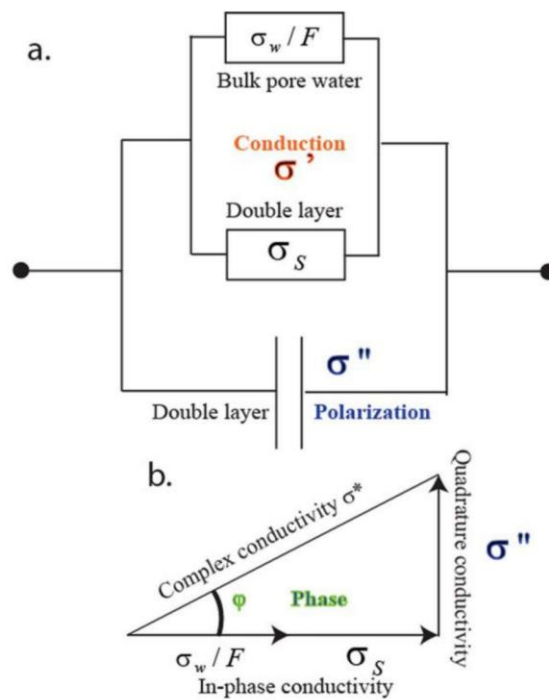


Figure 4. First-order approximation of the equivalent circuit of a soil at high frequencies. (a) Equivalent circuit. Conduction associated with the electromigration of the charge carriers comprises two contributions, one associated with the bulk pore water and the other with conduction in the electrical double layer (including the Stern and diffuse layers). The capacitance corresponds to the polarization of the Stern layer coating the surface of the grains (Figure 1). (b) Complex conductivity representation. The complex conductivity σ^* is characterized by an in-phase component and a quadrature component. The tangent of the phase angle ϕ represents the ratio between polarization (described by the quadrature conductivity σ'' or the normalized chargeability M_n) and conduction described by the in-phase conductivity σ' . This in-phase conductivity is itself the sum of two contributions, a bulk conductivity (given by the conductivity of the pore water σ_w divided by the formation factor F) and a surface conductivity σ_s .

and CEC is the cation exchange capacity (in $C\ kg^{-1}$). The values of the mobility of ions in diffuse layer of sedimentary rocks are the same as in the bulk pore water with $\beta_{(+)}^{S} (Na^+, 25^\circ C) = 5.2 \times 10^{-8}\ m^2\ s^{-1}\ V^{-1}$. Finally $\beta_{(+)}^S$ describes the mobility of the counterions in the Stern layer which is expected to be equal or small than the mobility of the same cations in the diffuse layer. Equations (2) and (3) connect the conductivity (e.g., measured in the field using galvanometric or induction-based electromagnetic techniques), the conductivity of the pore water σ_w , the (intrinsic) formation factor F , the porosity ϕ , and the surface conductivity due to electrical conductivity associated mostly with clay minerals (see Figures 1–3). From equations (2) and (3), it is easy to show that the chargeability is expected to be a strong function of the pore water conductivity. The effect of pore connectivity and grain shape is encapsulated into the definition of the formation factor [Sen et al., 1981; Bernabé et al., 2011]). They are likely to influence the relaxation times as well. Note that equations (2) and (3) are strictly valid only at high salinity for which the local electrical field is dominated by the distribution of the bulk conductances [e.g., Johnson et al., 1986; Bernabé and Revil, 1995]. The high salinity domain, in this context, is not a domain for which surface conductivity is negligible but a domain for which the surface conductivity is lower than the bulk conductivity.

For completeness, and in the context of the dynamic Stern layer model, each time constant τ of the distribution $h(\tau)$ is associated with a pore size or grain size r (see discussions in Revil and Florsch [2010] and Revil et al. [2012]) according to

$$\tau = \frac{r^2}{2D_{(+)}^S}, \tag{4}$$

where $D_{(+)}^S$ denotes the diffusion coefficient of the counterions in the Stern layer (expressed in $m^2\ s^{-1}$). Note that for soils, as opposed to consolidated rocks, referring to the grains is probably more realistic than referring to pores. The value of this diffusion coefficient $D_{(+)}^S$ should relate to the mobility of the counterions in the Stern layer, $\beta_{(+)}^S$, by the Nernst-Einstein relationship $D_{(+)}^S = k_b T \beta_{(+)}^S / |q_{(+)}|$, where T denotes the absolute temperature (in K), k_b denotes the Boltzmann constant ($1.3806 \times 10^{-23}\ m^2\ kg\ s^{-2}\ K^{-1}$), $|q_{(+)}|$ is the charge of the counterions in the Stern layer coating the surface of the grains ($|q_{(+)}| = e$ where e is the elementary charge for Na^+). Therefore, according to equation (4), the probability density $h(\tau)$ can be transformed into a grain size (or pore size) probability density or (normalized) distribution, which would control in turn the transition between low and high frequencies in equation (1). Note that if the soil has a fractal nature, for instance, in terms of grain size distribution [e.g., Hyslip and Vallejo, 1997; Ahmadi et al., 2011], we can expect the complex conductivity to be characterized a very broad distribution of relaxation times so

that the phase may appear rather flat at least over few decades in frequency [Vinegar and Waxman, 1984]. We will come back to this point below (in terms of what we call Drake's model) since it calls for simplification of the model.

As checked later in this paper, the in-phase conductivity of soils depends slightly on the frequency. In the context of the dynamic Stern layer model, this dependence is purely related to the contribution of the Stern layer and we can write,

$$\sigma'(\omega) = \frac{1}{F} \sigma_w + \sigma_S(\omega), \quad (5)$$

where $\sigma_S(\omega)$ (in $S\ m^{-1}$) denotes a frequency dependent surface conductivity. This surface conductivity takes place in the electrical double layer coating the surface of the grains and comprises two contributions: one from the diffuse layer (frequency independent) and one from the Stern layer (which is frequency dependent) (Figure 1). This surface conductivity has low-frequency and high-frequency asymptotic values given by

$$\sigma_S^0 = \left(\frac{1}{F\phi}\right) \rho_g \beta_{(+)} (1-f) CEC, \quad (6)$$

$$\sigma_S^\infty = \left(\frac{1}{F\phi}\right) \rho_g \left[\beta_{(+)} (1-f) + \beta_{(+)}^S f\right] CEC, \quad (7)$$

respectively.

In equation (6), the DC surface conductivity is purely controlled by the diffuse layer. The contribution of the Stern layer is zero because the counterions remain stuck at the boundaries of the grains. At the opposite, at high frequencies both the Stern and diffuse layers contribute to surface conductivity. In the context of the linear conductivity model described by equations (2) and (3), we have

$$M_n \equiv \sigma_\infty - \sigma_0, \quad (8)$$

$$M_n = \sigma_S^\infty - \sigma_S^0, \quad (9)$$

$$M_n = \left(\frac{1}{F\phi}\right) \rho_g \beta_{(+)}^S f CEC. \quad (10)$$

Therefore, the normalized chargeability is exactly the difference between the high-frequency surface conductivity and the low-frequency surface conductivity (note that this will not be true for a nonlinear conductivity model). Equation (10) shows that the normalized chargeability depends on the properties of the grains (ρ_g and CEC), the properties of the Stern layer ($\beta_{(+)}^S$ and f), and the texture of the porous material through the dependence of both the surface conductivity and the normalized chargeability on the formation factor F . Note that the salinity dependence of the normalized chargeability comes from the salinity dependence of the partition coefficient f and the salinity dependence of the tortuosity of the conduction paths at very low salinities for which the linear conductivity model is not valid [Niu et al., 2016]. We also note that the phase lag $\varphi = \tan(\sigma''/\sigma') \approx \sigma''/\sigma'$ and the chargeability $M = M_n/\sigma_\infty$ cannot be considered as true polarization parameters. They both represent the ratio between a true polarization parameter (respectively, σ'' and M_n) and the conductivity (respectively, σ' and σ_∞). As detailed by Revil et al. [2015a, 2015b], this concept is true only as long as the material does not contain metallic particles.

We conclude this section with the following remarks. The surface conductivity and the normalized chargeability can be difficult to assess. The surface conductivity is indeed difficult to determine because the linear conductivity model (with bulk and surface conductivity working in parallel) is only valid when the surface conductivity is small (but nonnegligible). When surface conductivity is high, this high salinity assumption is not valid anymore and the relationship between the conductivity of the porous material and the pore water conductivity is becoming nonlinear (example of this nonlinear behavior will be discussed for soils below). The normalized chargeability may be also difficult to accurately measure since it requires very broadband measurements. In time domain induced polarization, the normalized chargeability can be measured but requires that all the polarization length scales have been fully polarized, which can be only achieved through a long duration (100–200 s) of the primary current injection. The quadrature conductivity is easily

measurable but its value is frequency dependent. In addition at high frequencies, >1 kHz, the quadrature conductivity associated with the polarization of the double layer of the grains can be masked by the Maxwell Wagner and dielectric polarization.

2.3. Normalized Chargeability Versus Quadrature Conductivity

The frequency effect FE is defined from the variation with the frequency of in-phase conductivity according to (Appendix A):

$$FE = \frac{\sigma'(D\omega) - \sigma'(\omega)}{\sigma'(D\omega)}, \tag{11}$$

and therefore characterizes the change in in-phase conductivity between two angular frequencies ω and $D\omega$, and $\log(D)$ denotes the number of decades separating high and low frequencies. This frequency effect can be related to the phase angle φ measured at the geometric frequency $D^{1/2}\omega$ [Shuey and Johnson, 1973; Van Voorhis et al., 1973] (see details in Appendix A)

$$FE \approx -\frac{2}{\pi} \varphi \ln D, \text{ for } |\varphi| \ll 1. \tag{12}$$

Equations (11) and (12) can be used to determine the relationship between the quadrature conductivity and the normalized chargeability. We assume that the conductivity itself is not a strong function of the frequency, which is the case for porous rocks [see Vinegar and Waxman, 1984] and soils. Then, we consider that the quadrature conductivity is determined close to the peak frequency used as the geometric mean frequency between a low frequency for which the conductivity is close to σ_0 and a high frequency for which the conductivity is close to σ_∞ . In this case, equation (12) can be written as an equation for the normalized chargeability and the quadrature conductivity,

$$M_n \approx -\left(\frac{2}{\pi} \ln D\right) \sigma''. \tag{13}$$

Following our previous paper [Revil et al., 2015c], we can define a linear relationship between the quadrature conductivity and the normalized chargeability,

$$\sigma'' \approx -\frac{M_n}{\alpha}, \tag{14}$$

where α is a constant. Comparing equations (13) and (14), we have,

$$\alpha \approx -\left(\frac{2}{\pi} \ln D\right). \tag{15}$$

If we assume that high and low frequencies are separated by six decades ($D = 10^6$), we obtain $\alpha \approx 8.8$ while if we use seven decades, we obtain $\alpha \approx 10.3$. We will consider therefore that α is typically in the range 5–10.

2.4. Quadrature Conductivity Versus Surface Conductivity

Following Revil et al. [2015c], we use the following definition for the dimensionless number R :

$$R \equiv \frac{M_n}{\sigma_S^\infty} \approx -\alpha \left(\frac{\sigma''}{\sigma_S^\infty}\right), \tag{16}$$

and therefore $-\sigma''/\sigma_S^\infty = R/\alpha$. Using equations (7) and (10), this dimensionless number R can be related to the partition coefficient f [e.g., Revil et al., 2015c] by

$$R = \frac{\beta_{(+)}^S f}{\left[\beta_{(+)}(1-f) + \beta_{(+)}^S f\right]}. \tag{17}$$

In the context of field resistivity interpretation, equation (16) is of paramount importance since it can be used to assess surface conductivity from the measurement of the quadrature conductivity and the knowledge of the value of the dimensionless number R , which is roughly a constant as discussed below.

2.5. A modified Drake’s Model

Drake’s model corresponds to the constant phase model explored in Appendix A and sketched in Figure 4. This is also the type of model used by *Vinegar and Waxman* [1984] to model the complex conductivity of shaly sands. The rationale for this model is as follows. We assume that the distribution of polarization length scales is very broad, for example, fractal at least between two length scales. In this case, the phase is expected to be rather flat as discussed in details by *Vinegar and Waxman* [1984] in a frequency range. We will see later that if even for our soil samples, the phase is not completely flat with the frequency. Still, Drake’s model offers a very good way to connect the frequency effect FE and the phase or alternatively the normalized chargeability and the quadrature conductivity. In the context of Drake’s model, our approach leads to define a surface conductivity, a normalized chargeability, and a quadrature conductivity as

$$\sigma_s^\infty = \left(\frac{1}{F\phi}\right) B \rho_g \text{CEC}, \tag{18}$$

$$M_n = \left(\frac{1}{F\phi}\right) \lambda \rho_g \text{CEC}, \tag{19}$$

$$\sigma'' = -\left(\frac{1}{F\phi}\right) \frac{\lambda}{\alpha} \rho_g \text{CEC}, \tag{20}$$

respectively, where $B \equiv \beta_{(+)}(1-f) + \beta_{(+)}^S f$ denotes the apparent mobility of the counterions for surface conduction (this parameter is close to the mobility B introduced by *Waxman and Smits* [1968] for the in-phase conductivity) and $\lambda = \beta_{(+)}^S f$ denotes the apparent mobility of the counterions for the polarization associated with the quadrature conductivity (λ is close to the apparent mobility introduced by *Vinegar and Waxman* [1984] for the quadrature conductivity). Note that the dimensionless number R is also given by $R = \lambda/B$. We also neglect below the salinity dependence of the surface and quadrature conductivities [*Weller and Slater*, 2012; *Weller et al.*, 2013; *Niu et al.*, 2016] but this dependence could be easily added to our model using the approach developed in *Niu et al.* [2016]. The equivalent linear circuit of a soil can be sketched as in Figure 4 and can be seen as two resistances in parallel to a capacitance.

For field applications, it is important to expand the previous equations to include explicitly the effect of temperature. For soils, we are interested in the temperature range 0–50°C for which we can consider linear temperature variations [*Waxman and Smits*, 1968; *Vinegar and Waxman*, 1984; *Revil et al.*, 1998]. This yields

$$\sigma_w(T) = \sigma_w(T_0)[1 + \alpha_w(T - T_0) + \dots], \tag{21}$$

$$\lambda(T) = \lambda(T_0)[1 + \alpha_\lambda(T - T_0) + \dots], \tag{22}$$

$$B(T) = B(T_0)[1 + \alpha_B(T - T_0) + \dots], \tag{23}$$

which corresponds to the temperature variations of $\beta_{(+)}$ (for equation (21)) and $\beta_{(+)}^S$ (for equations (22) and (23)), respectively, $T_0 = 25^\circ\text{C}$, and α_w and α_λ denote the sensitivity coefficients to temperature for the viscosity of the free water and bound water, respectively (typically for water $\alpha_w \approx 0.020^\circ\text{C}^{-1}$). Equation (21) to (23) implies that the surface conductivity, the normalized chargeability, and the quadrature conductivity depends on the temperature as

$$\sigma_s^\infty(T) = \sigma_s^\infty(T_0)[1 + \alpha_s(T - T_0) + \dots], \tag{24}$$

$$M_n(T) = M_n(T_0)[1 + \alpha_M(T - T_0) + \dots], \tag{25}$$

$$\sigma''(T) = \sigma''(T_0)[1 + \alpha_{\sigma''}(T - T_0) + \dots]. \tag{26}$$

The chargeability is expected to be temperature independent, i.e., $\partial M/\partial T = 0$. Again this is true only for the constant phase model for which there is no expected effect of the influence of the temperature on the relaxation times in the spectra.

Finally, another parameter to take into account is the effect of water saturation s_w (with $0 \leq s_w \leq 1$). Using the analysis made by *Revil* [2013a, 2013b], we arrive quickly at the following explicit dependencies with the water saturation:

$$\sigma'(s_w) = \frac{1}{F} s_w^n \sigma_w + s_w^{n-1} \sigma_s, \tag{27}$$

$$M_n(s_w) = \left(\frac{1}{F\phi}\right) s_w^p \lambda \rho_g \text{CEC}, \quad (28)$$

$$\sigma''(s_w) = -\left(\frac{1}{F\phi}\right) s_w^p \frac{\lambda}{\alpha} \rho_g \text{CEC}, \quad (29)$$

with $p = n - 1$ [see *Vinegar and Waxman, 1984; Revil, 2013a, 2013b*] for some discussion on this subject. One of the predictions of equations (27) and (29) is that low salinity, the phase is expected to be independent of the saturation or equivalently the in-phase and quadrature conductivities are expected to have the same dependence with saturation. As explained for temperature, these dependencies are only correct for very flat spectra and the linear conductivity model.

3. Material and Methods

3.1. Samples

In May 2016, we collected 71 sediment samples at eight different locations on the Walcheren peninsula; a deltaic area in the southwestern part of Netherlands (Figure 5a). We used a hand auger to drill above the water table and a piston sampler and gouge auger for samples below the water table (Figure 5b). The depth of the water table ranged from 1 to 4 m below ground level. The drilling depth ranged from 3 to 8.5 m below ground level and the drilling diameter was about 7 cm. At each location we made a lithological description of the sediment in the field using the GEOTOP classification system [*Stafleu et al., 2011*]. Many drillings showed lithological heterogeneity (layering) on a very small scale (cm to dm). We selected homogeneous sections to sample about 300 cm³ of sediment. We classified the samples into peat (4), clay (16), sandy clay (28), fine sand (22), and medium coarse sand (1) and conserved them in glass containers for laboratory analyses. In order to contrast the soil samples with a low CEC material, we complemented the soil samples with one sample of pure silica sand with a grain diameter of 184 μm (sample #Sd184, see Table 1). Hence, we analyzed 72 samples in total.

3.2. Complex Conductivity Measurements

For the sample holders, we keep the samples in their buckets with a cap (Figure 6). Four equally spaced nonpolarizing Ag-AgCl₂ electrodes (diameter 4 mm × 1 mm) are placed in the top of the sample holder with the cap. The interval between two consecutive electrodes is 2 cm. For the first experiment (i.e., performed at the lowest salinity), the samples were first dried and then saturated under vacuum. To avoid the effect of the dissolved salts stemming from the natural soil salinity, the samples were kept for the month in equilibrium with a degassed NaCl solution. Its salinity and conductivity have been controlled through the addition of dry NaCl salt to a certain volume of demineralized water and electrical conductivity measurements were made with a calibrated conductimeter. The core samples are saturated with the following NaCl brine solutions of following conductivities 0.031, 0.526, 1.15, 5.7, 14.7, and 22 S m⁻¹ (at 25°C). The last conductivity corresponds to the conductivity of a solution at saturation in salt, so the highest conductivity reachable for a NaCl solution at 25°C. All the conductivity data reported in this paper are corrected for the effect of temperature using $\sigma(T) = \sigma(T_0)[1 + \alpha_b(T - T_0)]$ and reported at 25°C, T_0 denotes the reference temperature ($T_0 = 25^\circ\text{C}$), T is the temperature of the solution, and $\alpha_b \approx 0.02/^\circ\text{C}$ [*Vinegar and Waxman, 1984*]. For the other pore water conductivities, the change of brine is done by diffusion by letting the samples in a big tank in which the solution is at the desired salinity. This solution is changed very regularly (e.g., *Revil et al., 2013, 2014a*). Equilibrium was reached in several weeks. For a few selected core samples, the complex conductivity spectra were repeated over time and the batch was considered to have reached equilibrium when the conductivity spectra were not observed to change over time.

The resistance and phase shift are investigated at logarithmic intervals over the frequency range 0.1 Hz–45 kHz by the four-terminal method with a high-precision impedance analyzer developed by *Zimmermann et al. [2008]* (see Figure 6). The imposed injection voltage is set to 1 V. The measured phase is typically below 50 mrad, and most of the cases below 10 mrad imposing the use of very rigorous procedures including (1) the use of four electrodes configuration, (2) electrodes with small phase errors and input impedances, (3) the minimization of potential electromagnetic couplings at high frequencies (i.e., minimizing metallic parts in the sample holders), (4) very stable electrodes for the low-frequency measurements (i.e., no drifts), and (5) a correction procedure for equivalent circuit of the system without the core samples. The

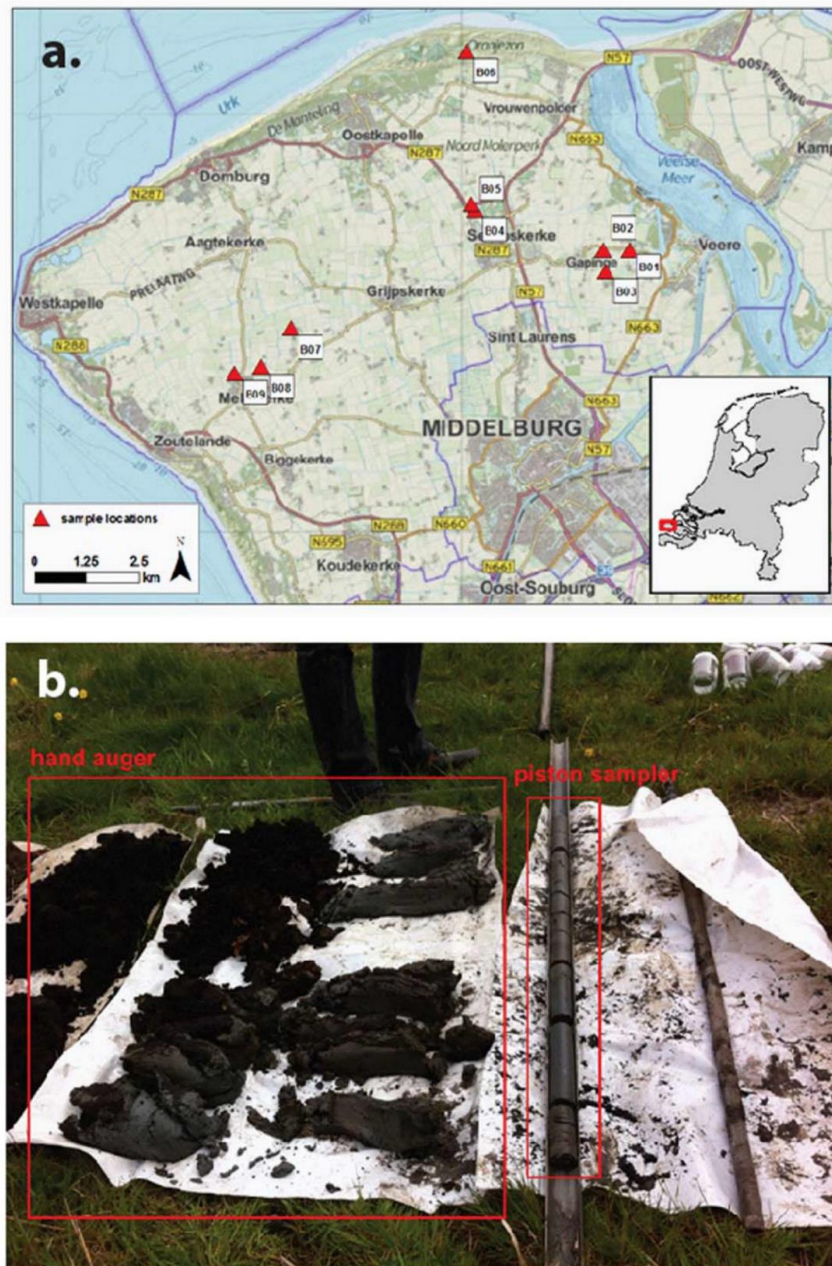


Figure 5. Origin of the core samples. (a) Overview of the sample locations on the Walcheren peninsula in Netherlands. (b) Collected sediment at location B08, retrieved using a hand auger (on the left, for sediment above the water table) and piston sampler (on the right, for below the water table).

phase accuracy is typically around 0.1–0.2 mrad below 1 kHz [Zimmermann *et al.*, 2008; Revil and Skold, 2011]. The total data acquisition time is around 10 min for each sample using five measurements per decade in frequency and six cycles per measurements (to obtain a standard deviation).

An important point in the evaluation of the electrical conductivity is the determination of the geometrical factor (or cell constant) of the sample holder [e.g., Jougnot *et al.*, 2010]. This factor is required to convert a

Table 1. The Formation Factor and the Surface Conductivity are Determined at the Following Pore Water Conductivities 0.031, 0.53, 1.15, 5.7, 14.7, and 22 S m^{-1a}

ID	Type	F (-)	σ_s (S/m)	ϕ (-)	σ'' (S m ⁻¹)	CEC (meq/100 g)	S_p (m ² g ⁻¹)	M_n (S m ⁻¹)
AA	K	5.3	0.40	0.730	0.003755	19.8	12.0	0.01378
AB	ZF	6.3	0.23	0.541	0.00087	7.10	6.52	0.001973
AC	V	4.0	0.37	0.941	0.00346	39.3	1.60	0.01420
AD	KZ	6.17	0.39	0.691	0.002774	90.3	6.84	0.01117
AE	KZ	7.83	0.33	0.522	0.00139	19.1	10.23	0.005385
AF	K	6.34	0.54	0.642	0.00295	17.6	19.35	0.009959
AG	KZ	11.0	0.34	0.487	0.000709	9.40	1.80	0.001708
AH	K	9.1	0.34	0.486	0.002323	16.9	10.76	0.007969
AI	ZF	11.4	0.29	0.498	0.000768	3.90	2.43	0.002055
AJ	ZF	10.8	0.30	0.442	0.000672	3.40	3.94	0.001564
AK	KZ	8.8	0.32	0.549	0.002659	4.70	3.85	0.007869
AM	K	5.32	0.49	0.722	0.004963	13.7	9.55	0.01952
AN	KZ	9.02	0.35	0.569	0.001473	4.10	3.62	0.00451
AO	KZ	10.23	0.31	0.453	0.001021	3.80	3.41	0.003025
AP	KZ	8.77	0.42	0.537	0.052054	9.50	7.99	
AR	KZ	7.03	0.54	0.596	0.002076	11.8	9.03	0.007931
AS	ZF	11.2	0.19	0.593	0.000368	0.900	0.35	0.0001673
AT	ZF	9.4	0.20	0.495	0.000746	3.30	3.71	0.0007966
AU	ZF	11.0	0.21	0.543	0.000585	3.00	1.80	0.0008577
AV	ZF	9.81	0.17	0.497	0.000419	1.70	0.187	0.0002919
AW	ZF	10.75	0.18	0.555	0.000349	1.40	0.51	0.0004455
AX	ZF	10.98	0.24	0.418	0.000967	7.50	4.91	0.002469
AY	ZF	10.18	0.19	0.513	0.000572	1.90	2.18	0.001180
AZ	KZ	6.33	0.39	0.611	0.003214	16.0	14.61	0.012294
BA	ZF	9.52	0.20	0.482	0.000555	2.00	1.92	0.001057
BB	ZF	10.15	0.21	0.422	0.001186	7.00	7.86	0.004496
BC	ZF	8.87	0.22	0.491	0.000655	1.90	1.67	0.001526
BD	ZF	8.69	0.23	0.542	0.001195	9.10	4.12	0.003382
BE	ZF	11.28	0.30	0.487	0.000603	1.70	1.97	0.001360
BF	KZ	6.3	0.34	0.589	0.004337	16.8	7.9	0.008766
BG	K	5.4	0.39	0.690	0.120592	14.2	14.6	
BH	KZ	9.4	0.37	0.443	0.003272	19.9	36.6	0.01030
BI	KZ	4.75	0.16	0.638	0.00365	12.5	9.54	0.01112
BJ	KZ	7.28	0.27	0.556	0.002161	3.60	9.5	0.008675
BK	KZ	6.69	0.37	0.579	0.270767	12.5	8.8	
BL	ZF	6.32	0.36	0.591	0.00173	3.60	7.0	0.005578
BM	KZ	5.84	0.71	0.687	0.005476	13.6	22.9	0.014649
BN	KZ	8.04	0.43	0.526	0.009165	25.1	39.5	0.034022
BO	ZF	5.68	0.39	0.619	0.003556	11.2	13.28	0.011060
BP	KZ	6.97	0.53	0.590	0.001096	14.0	11.5	
BQ	ZF	9.3	0.42	0.466	0.003719	6.00	5.97	0.008123
BR	V	3.9	0.38	0.927	0.003273	54.4	0.403	0.013473
BS	KZ	8.4	0.33	0.494	0.003729	6.80	5.86	0.010003
BT	KZ	5.9	0.40	0.666	0.001439	41.2	8.68	0.002899
BU	KZ	8.2	0.21	0.410	0.001496	12.2	16.0	0.004577
BV	KZ	8.8	0.50	0.442	0.001908	23.1	33.4	0.006894
BW	K	7.5	0.41	0.533	1.126956	14.7	15.6	
BX	K	8.6	0.41	0.528	-	12.7	12.9	
BY	KZ	8.3	0.37	0.508	-	12.5	16.05	
BZ	K	7.0	0.23	0.539	0.00296	12.9	10.5	0.01130
CA	K	6.5	0.60	0.58	0.348636	13.4	15.0	
CB	KZ	6.5	0.62	0.605	0.001569	12.0	17.16	0.00433
CC	KZ	8.1	0.24	0.537	0.007913	24.7	10.0	0.02069
CD	KZ	9.1	0.45	0.454	0.008023	6.50	8.7	0.02324
CE	K	6.7	0.27	0.568	0.002321	14.9	13.6	0.01856
CF	KZ	6.5	0.34	0.636	0.000898	21.2	15.87	0.008728
CG	K	4.8	0.62	0.784	0.003642	18.6	17.63	0.002066
CH	KZ	7.4	0.73	0.579	0.002245	16.0	3.30	0.01542
CI	V	8.5	0.35	0.454	0.001511	9.40	0.696	0.009177
CJ	ZF	11	0.30	0.357	-	2.10	0.503	0.005117
CK	ZM	12.6	0.26	0.424	0.000819	2.90	0.48	
CL	ZF	14.2	0.23	0.346	0.004246	1.90	2.05	0.001751
CM	KZ	7.9	0.71	0.577	-	18.0	12.1	0.010447
CN	K	6.1	0.38	0.578	0.003484	15.3	16.3	0.001333
CO	K	7.7	0.53	0.497	-	14.8	14.4	0.012537
CP	V	3.8	0.59	0.959	0.004004	26.6	0.39	
CR	K	7.3	0.54	0.606	0.003753	14.1	15.90	0.03283

Table 1. (continued)

ID	Type	F (-)	σ_s (S/m)	ϕ (-)	σ'' (S m ⁻¹)	CEC (meq/100 g)	S_p (m ² g ⁻¹)	M_n (S m ⁻¹)
CS	K	8.3	0.37	0.465	0.003127	6.50	4.49	0.01306
CT	V	3.97	0.45	0.968	0.002465	9.60	0.326	0.01037
CV	ZF	10.4	0.28	0.422	0.00111	3.50	2.89	0.003900
CW	K	8.37	0.30	0.463	0.001925	18.8	42.2	0.007671
CX	ZF	12	0.28	0.455	-	-	0.871	-
Sd184	SS	3.6	0.006	0.387	2×10^{-5}	0.096	-	0.00009

^aThe following parameters ϕ , σ_s , S_p , and CEC denote the porosity, the surface conductivity, the specific surface area, and the cation exchange capacity, respectively. The following codes are used for the type of soil: K = clay, KZ = sandy clay, V = peat, ZF = fine sand, and ZM is medium coarse sand, SS: pure silica sand. ID is the code name of the samples. The quadrature conductivity is given at 1 kHz. The CEC is reported in meq/100 g with $1 \text{ meq}/100 \text{ g} = 1 \text{ cMol kg}^{-1} = 963.2 \text{ C kg}^{-1}$ and the specific surface area S_p (measured with the BET method) is reported in m² g⁻¹. M_n is determined at a pore water conductivity of 0.031 S m^{-1} between 0.1 Hz and 10 kHz. For the clean sand (#Sd184), the normalized chargeability and the quadrature conductivity (at 20 Hz, peak frequency) was obtained at a pore water conductivity of 0.1 S m^{-1} NaCl, and the CEC is an average of five measurements.

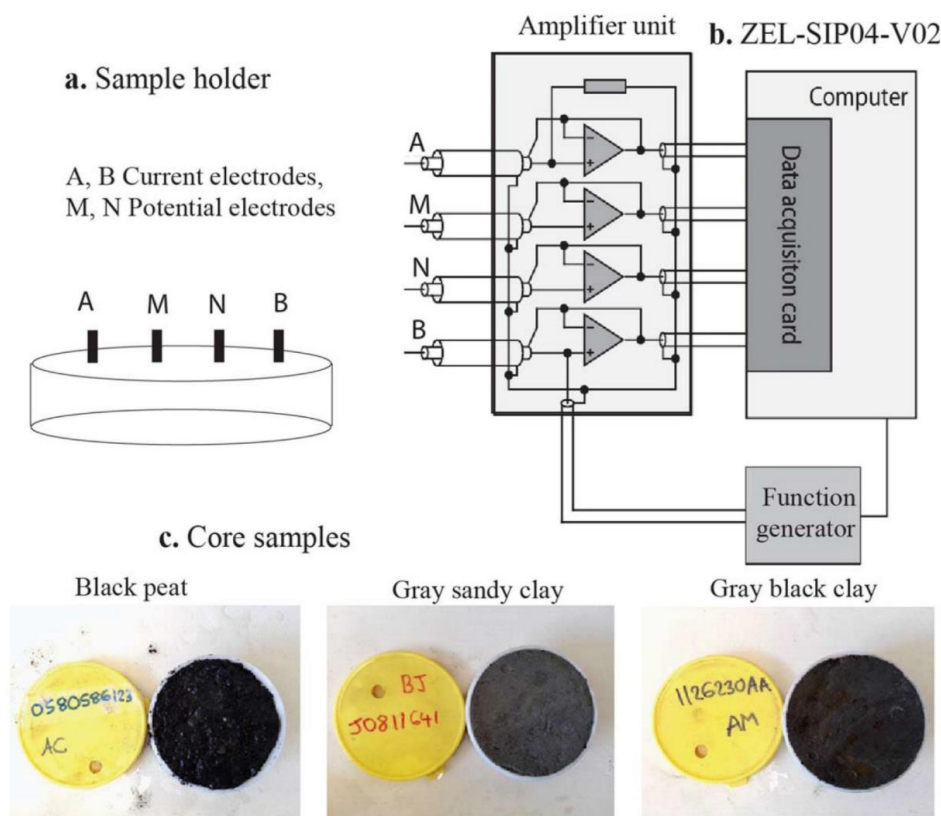


Figure 6. Impedance meter, position of the electrodes, and core samples. (a) Position of the A-B current electrodes and M-N voltage electrodes on the surface of the core samples. The distance between the electrodes is 2 cm, the height of the sample holder is 2.5 cm, and its diameter is 7.0 cm. The four Ag-AgCl₂ electrodes (diameter 4 mm × 1 mm) are glued on a cap used to prevent evaporation during the measurements. (b) ZEL-SIP04-V02 impedance meter [see Zimmermann *et al.*, 2008] used for the laboratory experiments. The current electrodes A and B are nonpolarizing Ag-AgCl electrodes. Two (point) potential electrodes M and N are nonpolarizing Ag-AgCl electrodes. The geometrical factor is computed from numerical modeling using Comsol Multiphysics as well as calibrated using five brines of independently determined electrical conductivity. (c) Three examples of core samples.

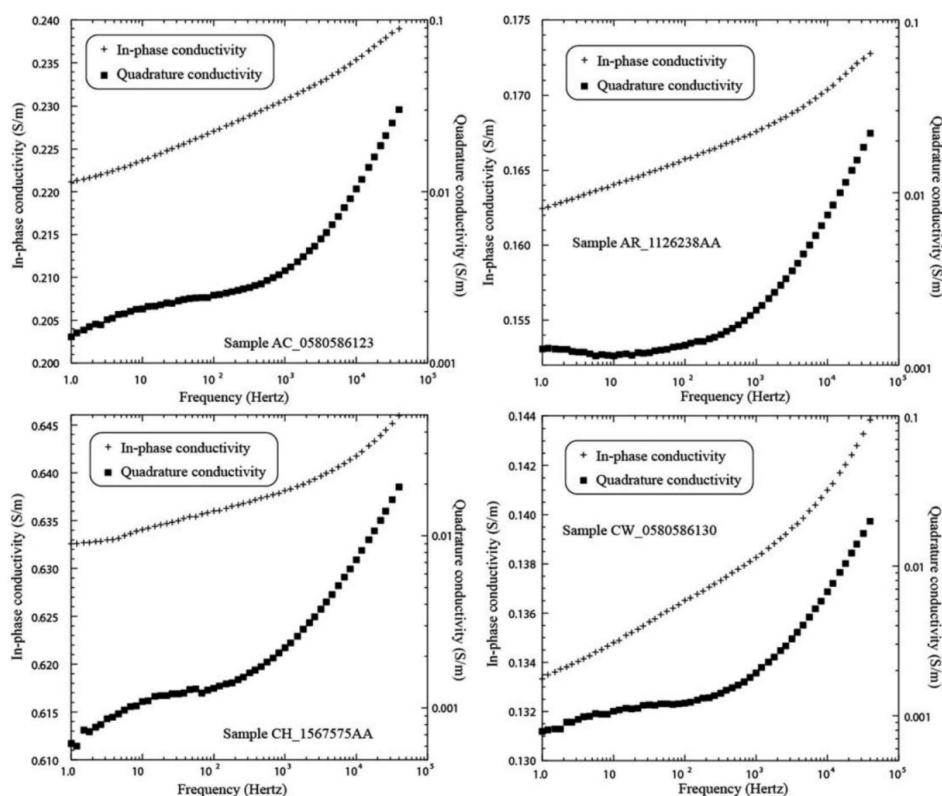


Figure 7. Complex conductivity spectrum (real/in-phase and absolute value of the imaginary/quadrature components). Sample AC_0580586123 (black peat), Sample AR_1126238AA (sandy clay), Sample CH_1567575AA (sandy clay), Sample CW_0580586130 (clay). The strong increase of the quadrature conductivity above 1 kHz corresponds to dielectric phenomena including the Maxwell Wagner polarization. Spectra are reported here at the lowest salinity.

resistance (or an impedance) to a resistivity (or complex resistivity). It accounts for the position of the electrodes, the boundary conditions, and possibly the conductivity of the material in the sample holder which affects the distribution of the current lines between the current electrodes A and B. In the present case, we use two distinct procedures to get this geometrical factor. The first procedure is based on using Comsol Multiphysics to solve numerically the Laplace equation for the electrical potential and considering the geometry of the sample holder and the position of the four electrodes AMNB (Figure 6). For materials with an electrical conductivity in the range 10^{-3} to 1 S m^{-1} , the geometrical constant was found to be $16.6 \pm 0.1 \text{ m}^{-1}$. The second procedure was to fill the sample holder with brines of known conductivity (measured independently with a calibrated conductimeter) and measuring the resistance with our impedance meter. We found a geometrical factor of $16.5 \pm 0.5 \text{ m}^{-1}$ independent of the conductivity (we used four brines in the range 0.01 to 1 S m^{-1}). In the following, we use a geometrical factor of 16.5 m^{-1} independent of the conductivity of the material in the sample holder to interpret the impedance measurements.

Typical spectra are shown in Figures 7 and 8. At high frequencies (typically above 200–1000 Hz), we can observe the Maxwell-Wagner polarization. Below these frequencies, the complex conductivity response is thought to be dominated by the polarization of the electrical double layer shown in Figure 2.

3.3. Porosity, Cation Exchange Capacity, and Specific Surface Area

Regarding the bulk density of the core sample ρ (in kg m^{-3}), we use the following equation $\rho = (1 - \phi)\rho_s + \phi\rho_w$, where ρ_w denotes the bulk density of the pore water (1000 kg m^{-3}). For silica and clay minerals, we use a bulk density of 2650 kg m^{-3} . The density of the organic matter is $\sim 100 \text{ kg m}^{-3}$ [Federer et al., 1993; Tremblay et al., 2002] but we do not explicitly account for the organic matter fraction in our bulk

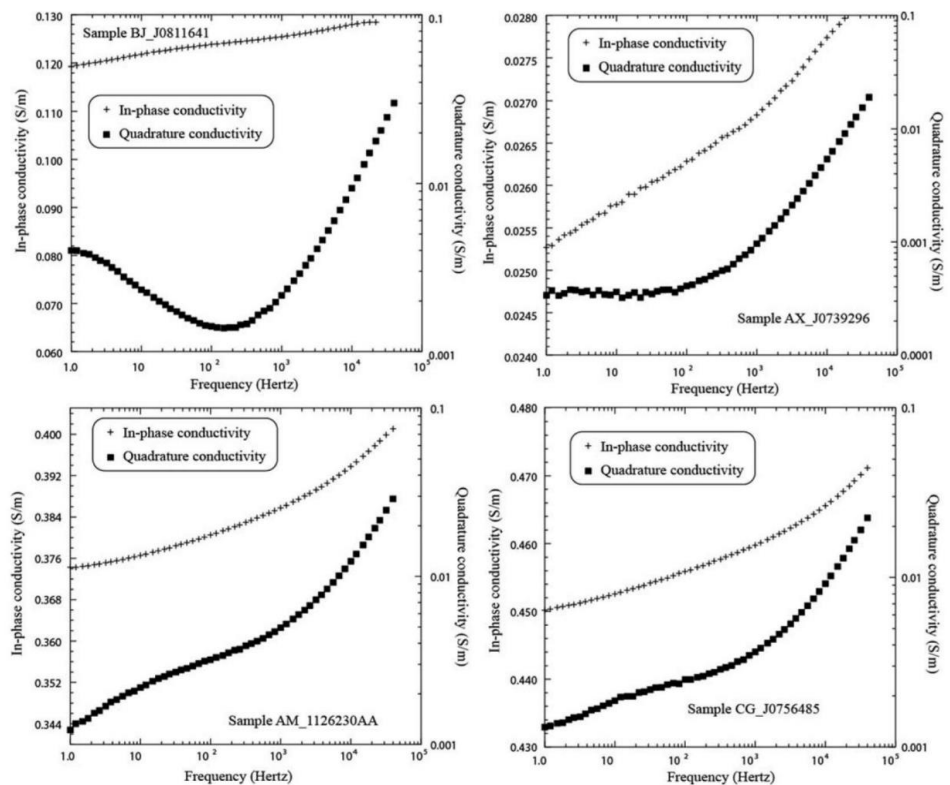


Figure 8. Complex conductivity spectrum (real/in-phase and absolute value of the imaginary/quadrature components). Sample BJ_J0811641 (Gray sandy clayey soil), sample AM-1126230AA (Gray/black clayey soil), sample AX_J0739296 (fine sand), and sample CG_J0756485 (clay). The strong increase of the quadrature conductivity above 1 kHz corresponds to dielectric phenomena including the Maxwell Wagner polarization. Spectra are reported here at the lowest salinity.

density estimates. As a result, this simplification contributes to uncertainty in our porosity estimates. In general, the density of the solid phase should be determined independently, particularly for other soils such as those rich in carbonates.

The cation exchange capacity data were obtained with the Hexamine cobalt (III) chloride method [Ciesielski et al., 1997]. In our case, the cation exchange capacity is determined as the capacity of removing amine from a 0.05 N Hexamine cobalt(III) Chloride solution. Hexamine cobalt(III) Chloride is characterized by a pronounced orange color. Because of sorption of the cobalt on clay minerals, the color of the solution gets weaker. By measuring the difference in strength of the color before and after contact with the sample, we can determine the CEC. The reduction in color is performed by absorbance measurements with a calibrated spectrophotometer (Bibby Scientific™ Jenway™ 6320D). The CEC provided in Table 1 are expressed in meq/100 g of dry material (which is the traditional unit for this parameter) and can be converted in the international system of units using $1 \text{ meq}/100 \text{ g} = 963.20 \text{ C kg}^{-1}$.

The CEC methodology was tested with a smectite from the Clay Mineralogical Society (smectite SWy-2, Na-Montmorillonite from Wyoming, USA). We measured a CEC of 73.6 meq/100 g while the reported CEC is 75 meq/100 g. The CEC methodology was revised to be applied to the clean sand (using a higher mass of grains and a reference solution with a lower concentration of Hexamine cobalt(III) Chloride). The result is reported in Table 1). The CEC is reported versus the clay content in Figure 9. We see a rough linear relationship between the two quantities. If we extrapolate this relationship to 100% clay content, we find that the CEC of the pure clay fraction is $\sim 100 \text{ meq}/100 \text{ g}$, i.e., close to the CEC of pure smectite. This indicates that the soil samples we used are very rich in smectite.

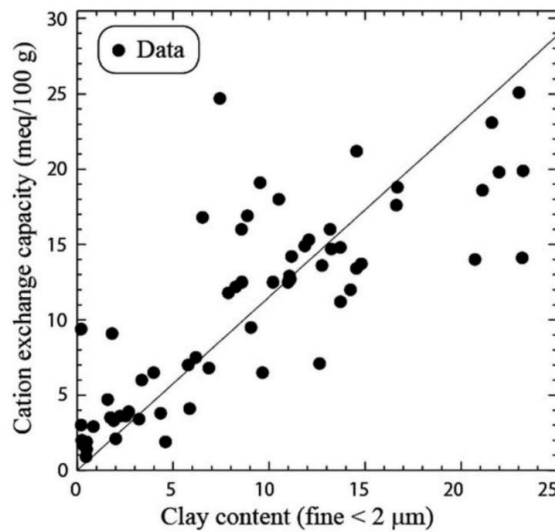


Figure 9. Relationship between the cation exchange capacity (CEC) and the clay content taken as the weight fraction of fine particles smaller than 2 μm . The data are scattered because of the effect of humus and variations between the core sample in the clay mineralogy.

Specific surface area measurements (relative to weight, i.e., in $\text{m}^2 \text{g}^{-1}$) were also performed using the Brunauer-Emmett-Teller (BET) method using the five points method [Brunauer *et al.*, 1938]. The BET measurements were performed using the Autosorb iQ gas sorption system from Quantachrome Instruments. The core samples were prepared in 1–5 g of powder. The samples were degassed at 20°C for a minimum of 12 h under a vacuum condition [Clausen and Fabricius, 2000]. After degassing, the tube with evacuated samples was analyzed using liquid Nitrogen at 77 K. As a given relative pressure is reached, some nitrogen sorbs on the sample. During adsorption, the relative pressure is systematically increased while recording the volume of N_2 adsorbed (cm^3/g) at each partial pressure. The underlying theory of the BET approach is used to fit the data and to determine the specific surface area of the core samples, which are reported in Table 1.

3.4. Effects of Temperature and Saturation

Few additional measurements were performed to check the effects of both temperature and saturation. For temperature, a sample was placed in a bag immersed in a temperature-controlled bath and the temperature was changed in the range 25–38°C. For saturation, several samples were prepared from the same core and mixed with a prescribed amount of water and oil to reach the following set of water saturations $s_w = 1.0, 0.80, 0.60, 0.40,$ and 0.20 .

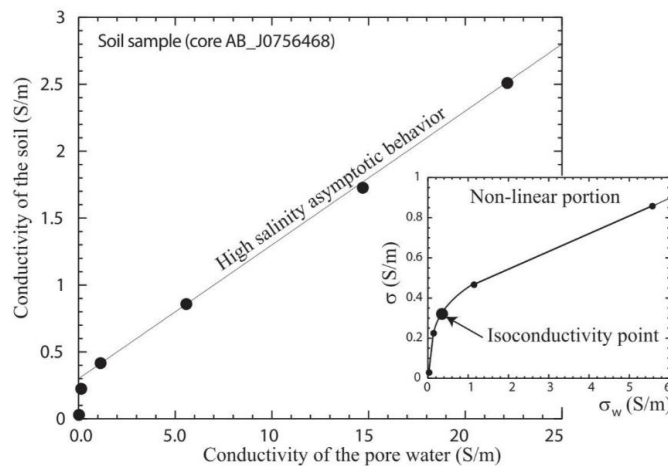


Figure 10. Conductivity versus pore water conductivity showing the linear (obeying to equation (5)) and nonlinear portions of the conductivity plot. The nonlinear portion at low salinities is due to a change in the tortuosity of the conduction paths. The quantities σ and σ_w define the conductivity of the soil and the conductivity of the pore water.

4. Results

4.1. Surface Conductivity and Formation Factor

The conductivity of a soil versus the pore water conductivity usually displays a linear portion at solution conductivities and nonlinear portion at low solution conductivities [e.g., Shainberg *et al.*, 1980]. An example of such a behavior is shown in Figure 10. The formation factor F and the surface conductivity σ_s (at a given frequency) are determined by plotting the in-phase conductivity versus the pore water conductivity (see Figures 11 and 12) and fitting the linear portion of the conductivity data using equation (5). The formation

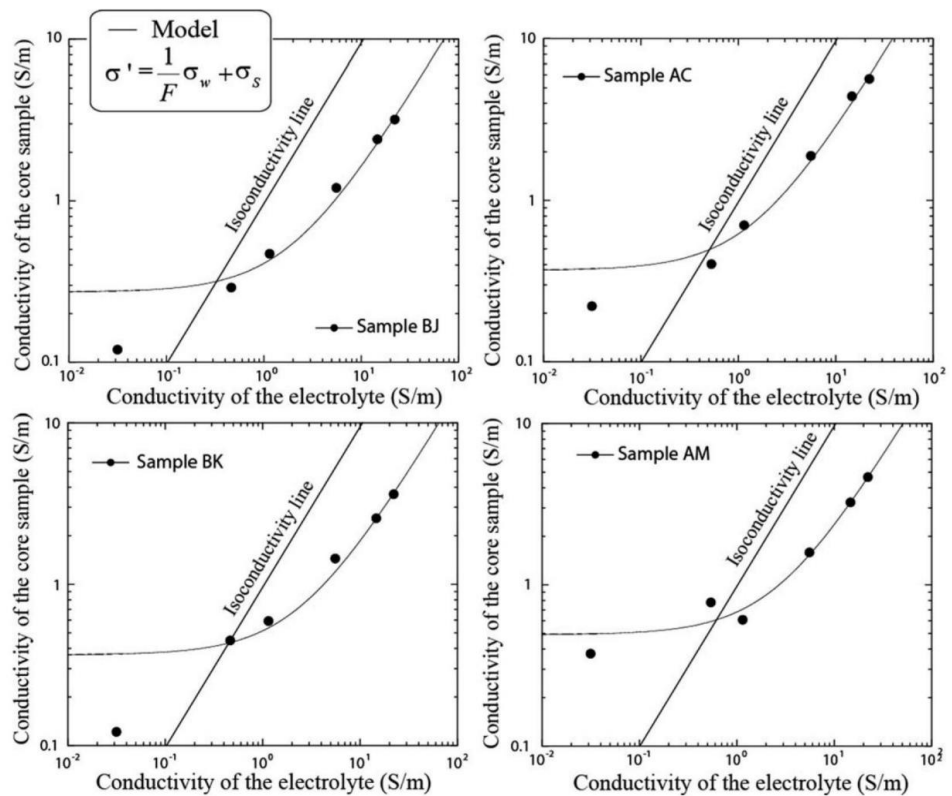


Figure 11. Conductivity of the material versus the pore water conductivity for four samples (BJ, AC, BK and AM). We see clearly that the data exhibit an isoconductivity point (at the intersection of the two curves, one being the isoconductivity line and the other the linear conductivity model, see equation (5)).

factors and surface conductivities are reported in Table 1. In Figure 13, we plot the formation factors versus the corresponding porosities. The data set is fitted with an Archie’s law for the full set of core samples. This Archie’s law $F = a\phi^{-m}$ (applied at once to all the core samples together, a and m are purely empirical parameters) should not be misled with the Archie’s law used individually for each core sample $F = \phi^{-m}$ where m denotes the Archie’s exponent for each core sample and no calibration factor a is applied.

4.2. Normalized Chargeability Versus Quadrature Conductivity

We first investigate the relationship between the PFE=100 FE and the phase over one decade (i.e., $D = 10$, see Appendix A) and more explicitly between 10 and 100 Hz avoiding the effect of the Maxwell-Wagner polarization at high frequencies and noise in the data below 1 Hz. In this case the percentage frequency effect (PFE) is given by $PFE \approx 0.1467 \phi$ [Vinegar and Waxman, 1984] where the phase is here expressed in mrad. In Figure 14, we use all of the sample data to study if this relationship is obeyed for in-phase conductivity measured between 10 and 100 Hz and the phase measured at the geometric mean (32 Hz). We see that there is a perfect agreement for most of the data with the relationship $PFE=100 FE \approx 0.1467 \phi$. The data that are too far from the trend are considered to be problematic (either because of experimental errors or because Drakes’s model does not apply) and are not considered further.

In order to test equation (12), we perform an additional test on our data using all the core samples. We compare in Figure 15, the normalized chargeability between 1 Hz and 1 kHz and the quadrature conductivity determined at the geometric mean frequency of 32 Hz. This normalized chargeability is defined as the difference in the in-phase conductivity between 1 kHz and 1 Hz. The data shown in Figure 15 exhibit linear trend with a slope $\alpha = 4.4$ consistent with the theoretical prediction.

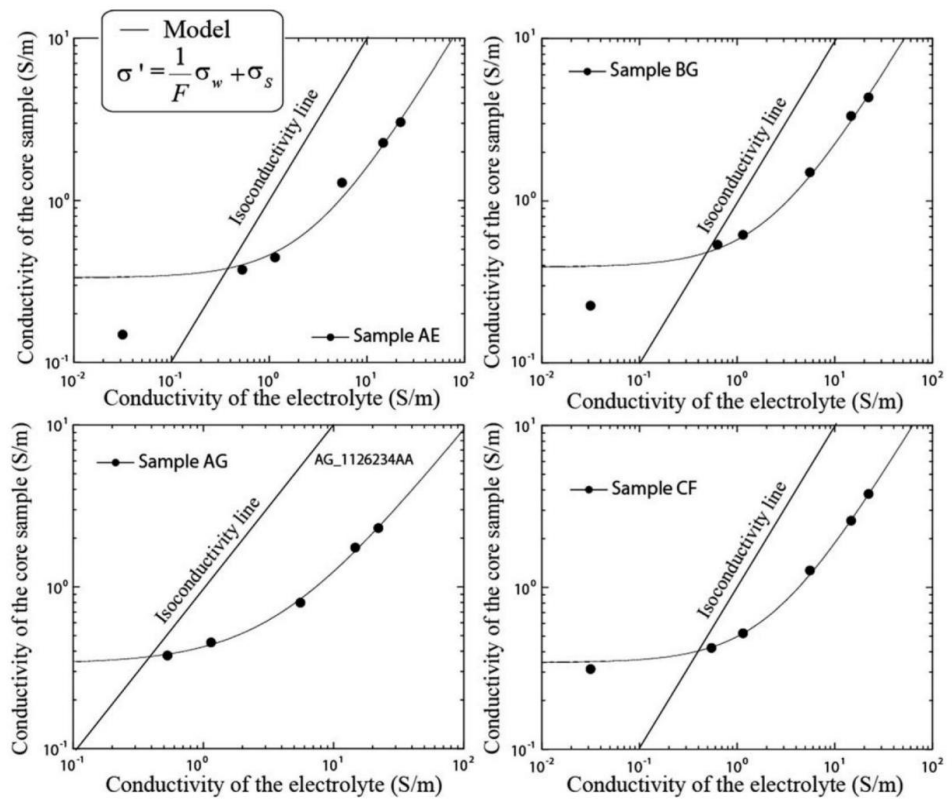


Figure 12. Conductivity of the material versus the pore water conductivity for four samples (AE: Dark sandy clay, AG: gray sand, CF: gray clay, BG: gray clay). We see clearly that the data exhibit an isoconductivity point (at the intersection of the two curves, one being the isoconductivity line and the other the linear conductivity model, see equations (5)).

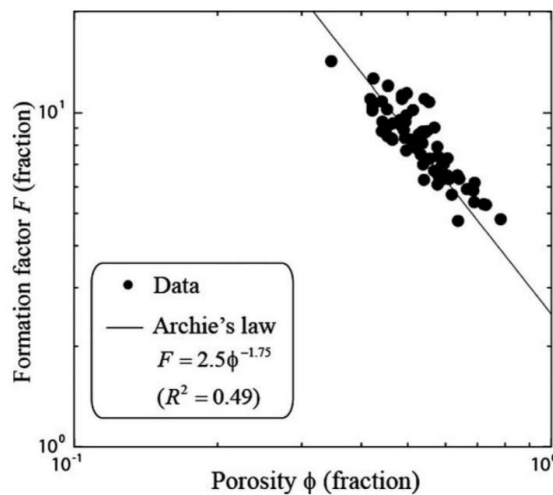


Figure 13. Relationship between the formation factor and the porosity and fit with the empirical Archie's law see Archie [1942] (peat samples excluded).

In Figure 16, we compare the normalized chargeability now determined over the frequency range 1 Hz to 10 kHz (so four decades, $D = 10^4$) with the quadrature conductivity at the geometric mean frequency of 100 Hz. The data shown in Figure 16 exhibit a linear trend with a slope $\alpha = 6.2$ consistent with the theoretical prediction for Drakes' model $\alpha = 5.9$. In both cases, other data that are too far from the predicted trend are discarded for further analysis.

4.3. Quadrature Versus Surface Conductivities

In Figure 17, we plot the quadrature conductivity versus the surface conductivity at the lowest salinity investigated in the present study ($\sim 0.03 \text{ S m}^{-1}$, NaCl, 25°C). Same observations can be made at other frequencies. At this salinity, the

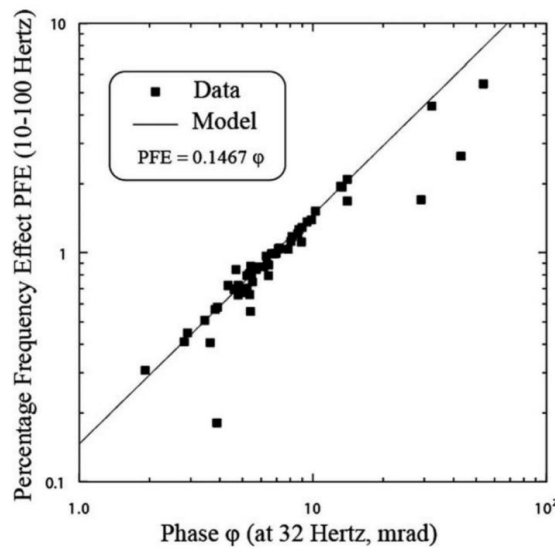


Figure 14. Relationship between the percentage frequency effect PFE and the phase (at the geometric frequency) for the low salinity data set. The theoretical prediction $PFE = 100FE \approx 0.1467 \phi$ is also shown for comparison. The three points outside the trends are considered to be problematic.

conductivity and the quadrature conductivity, respectively. Using these data and using equations (14) and (16), we have

$$-\left(\frac{\sigma''}{\sigma_S^\infty}\right) = \frac{R}{\alpha} \approx 7.1 \times 10^{-3}, \tag{30}$$

$$\alpha \approx -\frac{M_n}{\sigma''} = 8.1, \tag{31}$$

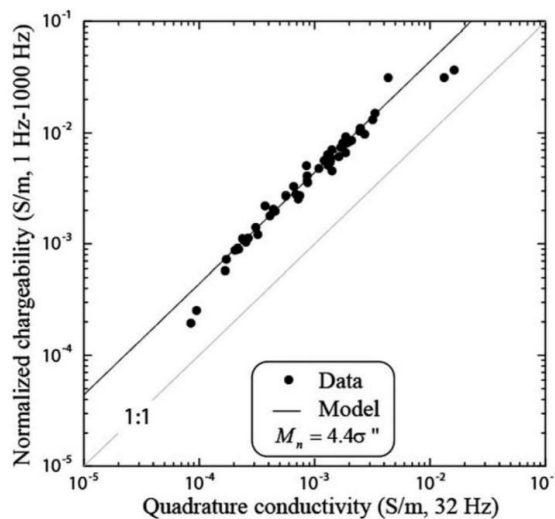


Figure 15. Relationship between the normalized chargeability (between 1 Hz and 1 kHz) and the quadrature conductivity (at the geometric frequency of 32 Hz) for the low salinity data set. The theoretical prediction is $M_n \approx -4.4 \sigma''$ is also shown for comparison. The points outside the trends are considered to be problematic.

conductivity of the soil samples is dominated by the surface conductivity as shown by Figures 10–12.

In Figure 18, we use the surface conductivity determined using the full conductivity data set. We see that the trend displayed by the soil is consistent with other data sets. The soil samples investigated in the present paper are characterized by higher surface and quadrature conductivities than the core samples investigated in previous studies [see, for instance, *Weller et al.*, 2013; *Woodruff et al.*, 2014; *Revil et al.*, 2014b, 2017a, 2017b]. Figure 18 validates equation (16) in providing a mean value of the dimensionless number R , this value being valid for several data sets.

4.4. Normalized Chargeability and Chargeability

In Figures 19 and 20, we plot the normalized chargeability obtained at the lowest salinity in this work versus the surface

and therefore $R \approx 0.057$. From Table 1, the mean value of the tortuosity of our core sample is $F\phi = 4.5$. From Figure 21, the mobility of the counterions in the Stern layer is given by $\beta_{(+)}^S f = 1.4 \times 10^{-9} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1} \text{ V}^{-1}$. Using $\beta_{(+)}^S = 1.9 \times 10^{-9} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1} \text{ V}^{-1}$, we obtain $f = 0.74$. In other words, 74% of the counterions are located or partitioned in the Stern layer. This is consistent with the values generally used in the dynamic Stern layer model at low salinities, especially for smectite-rich materials [*Revil*, 2013a].

4.5. Influence of Temperature

In Figure 22a, we plot the in-phase and quadrature components of the complex conductivity as a function of temperature for the temperature range 25–38°C (at 100 Hz, Sample BJ_J0811641, water conductivity at 25°C, $0.048 \text{ S m}^{-1} \text{ NaCl}$). We found that $\alpha_w \approx \alpha_S \approx 0.020^\circ\text{C}^{-1} \approx \alpha_b$. In Figure 22b, we see that at first

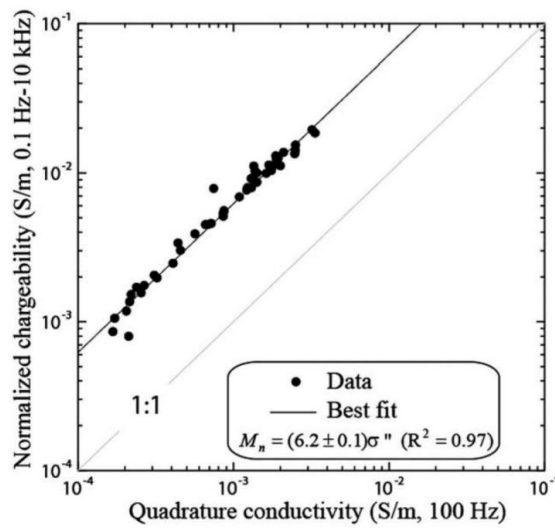


Figure 16. Relationship between the normalized chargeability and the quadrature conductivity for the low salinity data set and the frequency range 0.1 Hz to 10 kHz. The theoretical prediction is $\alpha \approx -(2/\pi)\ln D$. If we assume that high and low frequencies are separated by five decades ($D = 10^5$), we obtain $\alpha \approx 5.9$ consistent with the best fit of the data (6.2 ± 0.1).

determining directly the second Archie's exponent n and we find $n \approx 1.9$, a value consistent with the previous values.

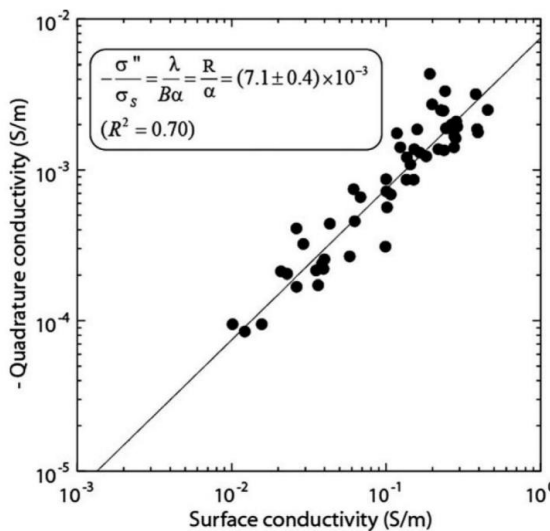


Figure 17. Direct linear relationship between quadrature conductivity and surface conductivity for the soil samples at the low pore water conductivity of 0.03 S m^{-1} (NaCl, 25°C). Here we are below the isoconductivity point and the surface conductivity is considered to be directly equal to the in-phase conductivity. Both the in-phase and quadrature conductivity are taken at 100 Hz. Taking $\alpha = 8$, this yields $R = 0.057$.

approximation, the chargeability M is independent of the temperature as predicted by the dynamic Stern layer model in the context of Drakes's model. Perhaps, the observed slight decrease with temperature rise may be due to the release of cations from the Stern to the pore water.

4.6. Influence of Saturation

The influence of saturation at low salinity is shown in Figure 23. At low salinity (here for a pore water conductivity of 0.006 S m^{-1} at 25°C), the in-phase conductivity is dominated by the surface conductivity and the saturation dependence of the conductivity of the soil is s_w^{n-1} . The quadrature conductivity depends on saturation according to s_w^p with $p = n - 1$ [Vinegar and Waxman, 1984; Revil, 2013a, 2013b]. The results shown in Figure 3 agree with this picture with $n \approx 2$ and $p \approx 0.9$. For instance in Figure 24, we plot the in-phase conductivity of sample BB (also a fine sand) with the water saturation. This allows

5. Discussion

Surface conductivity is an important ingredient in the interpretation of DC (Direct Current) resistivity data in hydrogeophysics. It is often neglected because it is difficult to independently measure surface conductivity under field conditions. The results of this study are in line with previous studies showing relationships between the surface conductivity, the quadrature conductivity, the normalized chargeability, the cation exchange capacity, and the specific surface area. The measured surface conductivities of our Holocene sediment samples were high compared to what has been reported from other studies. Therefore, in similar geological environments, it is recommended to take into account the effect of the surface conductivity in the interpretation of DC resistivity tomograms.

The formation factors that have been derived in our study are remarkably higher than the ones inferred in previous studies in the same study area [e.g., De Louw et al., 2011]. To some extent this can

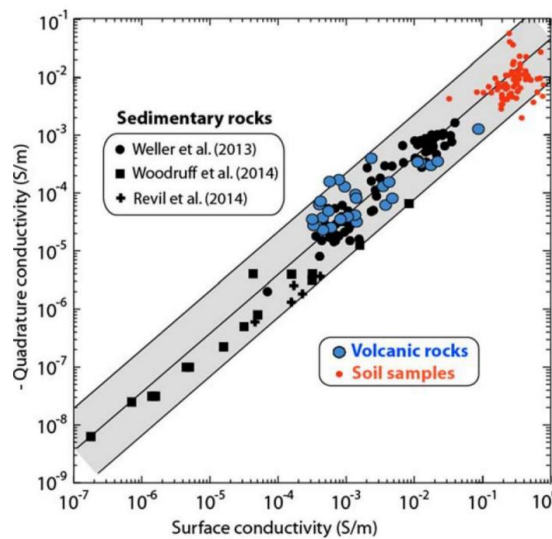


Figure 18. Direct linear relationship between quadrature conductivity and surface conductivity over seven orders in magnitude in the variations of the two parameters. Note that the soil samples (in red) are characterized by higher surface conductivity and quadrature conductivity than the other core samples investigated to date. The other data for sedimentary rocks are from Weller et al. [2013], Woodruff et al. [2014], and Revil et al. [2014b]. The data for the volcanic rocks are from Revil et al. [2017a, 2017b].

be explained by the effect of the surface conductivity, which has not been taken into account previously. However, application of equation (5) with the values obtained for the surface conductivity, formation factor, and DC resistivity data [De Louw et al., 2011] generally leads to a higher pore water conductivity than what has been observed in hydrochemical sampling data. Finding a relationship for these differences is beyond the scope of this study, and it is recommended to study this issue further in the future.

6. Conclusion

We have developed a large data set of complex conductivity measurements of soils in order to test further the relationship between the normalized chargeability, the quadrature conductivity, and the surface conductivity, the cation exchange capacity, and the specific surface area. The relationship between the normalized chargeability and the quadrature conductivity can be derived from Drakes's model, which predicts very accurately the data. The second relationship between the quadrature conductivity and the surface conductivity is directly an output of the dynamic Stern layer model of polarization. The normalized chargeability is linearly related to the cation exchange capacity of the materials while the chargeability is independent of the cation exchange capacity. Therefore, in hydrogeophysics, for facies discrimination it is preferable to image the normalized chargeability rather than the chargeability. In addition, the model can be used to predict the effect of temperature and water content on the complex conductivity of soils.

predicts very accurately the data. The second relationship between the quadrature conductivity and the surface conductivity is directly an output of the dynamic Stern layer model of polarization. The normalized chargeability is linearly related to the cation exchange capacity of the materials while the chargeability is independent of the cation exchange capacity. Therefore, in hydrogeophysics, for facies discrimination it is preferable to image the normalized chargeability rather than the chargeability. In addition, the model can be used to predict the effect of temperature and water content on the complex conductivity of soils.

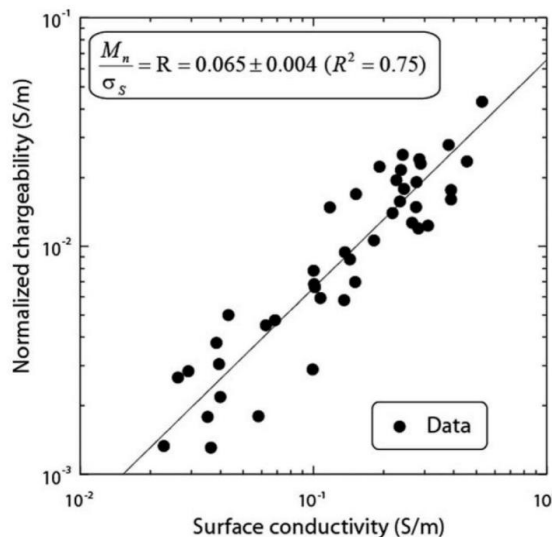


Figure 19. Linear relationship between normalized chargeability (between 0.1 Hz and 40 kHz) and surface conductivity for the soil samples at 0.03 S m^{-1} (NaCl, 25°C). The plain line corresponds to the best fit of the data using a linear model between the normalized chargeability and the surface conductivity.

Appendix A. Frequency Effect Versus Phase

The amplitude of the complex resistivity ρ^* is related to the amplitude of the complex conductivity σ^* by,

$$\rho = |\rho^*| = \frac{1}{|\sigma^*|} = \frac{1}{\sqrt{\sigma'^2 + \sigma''^2}} \quad (A1)$$

and $\sigma^* = \sigma' + i\sigma''$. The phase lag φ is related to the in-phase and quadrature components of the complex conductivity by,

$$\tan \varphi = \frac{\sigma''}{\sigma'} \quad (A2)$$

(the phase is negative when the quadrature conductivity is negative). The frequency effect is defined differently in

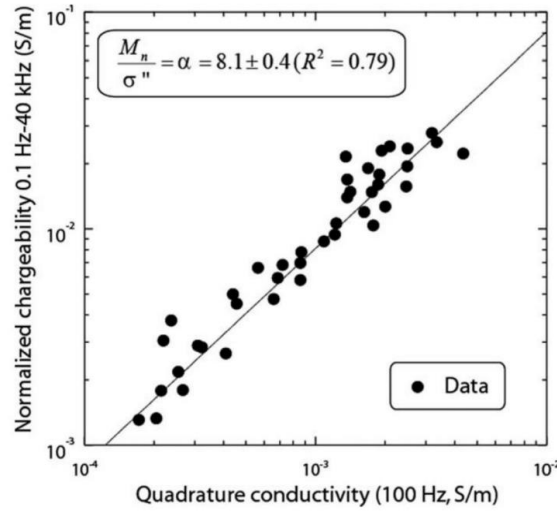


Figure 20. Linear relationship between normalized chargeability (between 0.1 Hz and 40 kHz) and the magnitude of the quadrature conductivity (at 100 Hz) for the soil samples at 0.03 S m^{-1} (NaCl, 25°C). The plain line corresponds to the best fit of the data using a linear model between the normalized chargeability and the quadrature conductivity.

different papers. For instance, we can find,

$$FE = \frac{\rho'(\omega) - \rho'(D\omega)}{\rho'(\omega)}, \quad (\text{A3})$$

or,

$$FE = \frac{\rho(\omega) - \rho(D\omega)}{\rho(D\omega)}, \quad (\text{A4})$$

in *Vinegar and Waxman* [1984] (their equation (8)) and *Börner* [1992] (his equation (5)), respectively. Since the phase is usually small and the conductivity is dominated by the in-phase conductivity, we can also derive the expression used in the main text

$$FE \approx \frac{\sigma'(D\omega) - \sigma'(\omega)}{\sigma'(D\omega)}, \quad (\text{A5})$$

i.e., we are just using the in-phase component of the complex conductivity at two frequencies. To obtain equation (A5), we have started with the expression by *Vinegar and Waxman* [1984], equation (A3), and we have neglected the imaginary component of the complex resistivity.

Following *Van Voorhis et al.* [1973], we can now relate the FE to the phase. *Van Voorhis et al.* [1973] started their analysis using Drake's complex resistivity model,

$$\rho^*(\omega) = K(\omega_\rho + i\omega)^{-b}. \quad (\text{A6})$$

where K is a constant, b positive exponent linearly related to the chargeability M [*Van Voorhis et al.*, 1973], and $\omega_\rho (>0)$ a characteristic frequency. This parametric model provides usually a fairly good fit to experimental data in the frequency range 0.1–100 Hz [e.g., *Börner*, 1992]. Experimental data shows that $b \ll 1$ [*Van Voorhis et al.*, 1973, *Börner*, 1992]. Note that this model is also similar to the model of *Jonscher* [1981] $\sigma^*(\omega) = \sigma_n(i\omega_n)^{1-p}$ where σ_n denotes the amplitude factor, p is a frequency exponent, and ω_n the angular frequency normalized to 1 s^{-1} [*Börner*, 1992]. In order to determine the amplitude and the phase, we start with equation (A6),

$$\rho^*(\omega) = K \exp[-b \ln(\omega_\rho + i\omega)]. \quad (\text{A7})$$

The log of a complex number $\ln(\alpha + i\beta)$ is given by:

$$\ln(\alpha + i\beta) = \ln\left(\sqrt{\alpha^2 + \beta^2}\right) + i\left(2 \tan^{-1}\left(\frac{\beta}{\alpha + \sqrt{\alpha^2 + \beta^2}}\right) + 2k\pi\right). \quad (\text{A8})$$

When $k \in \mathbb{Z}$ and only if $\alpha \geq 0$, and retaining the first determination (i.e., $k = 0$), we can write:

$$\ln(\alpha + i\beta) = \ln\left(\sqrt{\alpha^2 + \beta^2}\right) + i \tan^{-1}\left(\frac{\beta}{\alpha}\right). \quad (\text{A9})$$

Applying equation (A9) to (A7) yields

$$\rho^*(\omega) = K \exp\left[-b \ln \sqrt{\omega_\rho^2 + \omega^2} - ib \tan^{-1}\left(\frac{\omega}{\omega_\rho}\right)\right], \quad (\text{A10})$$

$$\rho^*(\omega) = K(\omega_\rho^2 + \omega^2)^{-\frac{b}{2}} \exp\left[-ib \tan^{-1}\left(\frac{\omega}{\omega_\rho}\right)\right]. \quad (\text{A11})$$

The complex resistivity can be expressed in terms of its amplitude and phase,

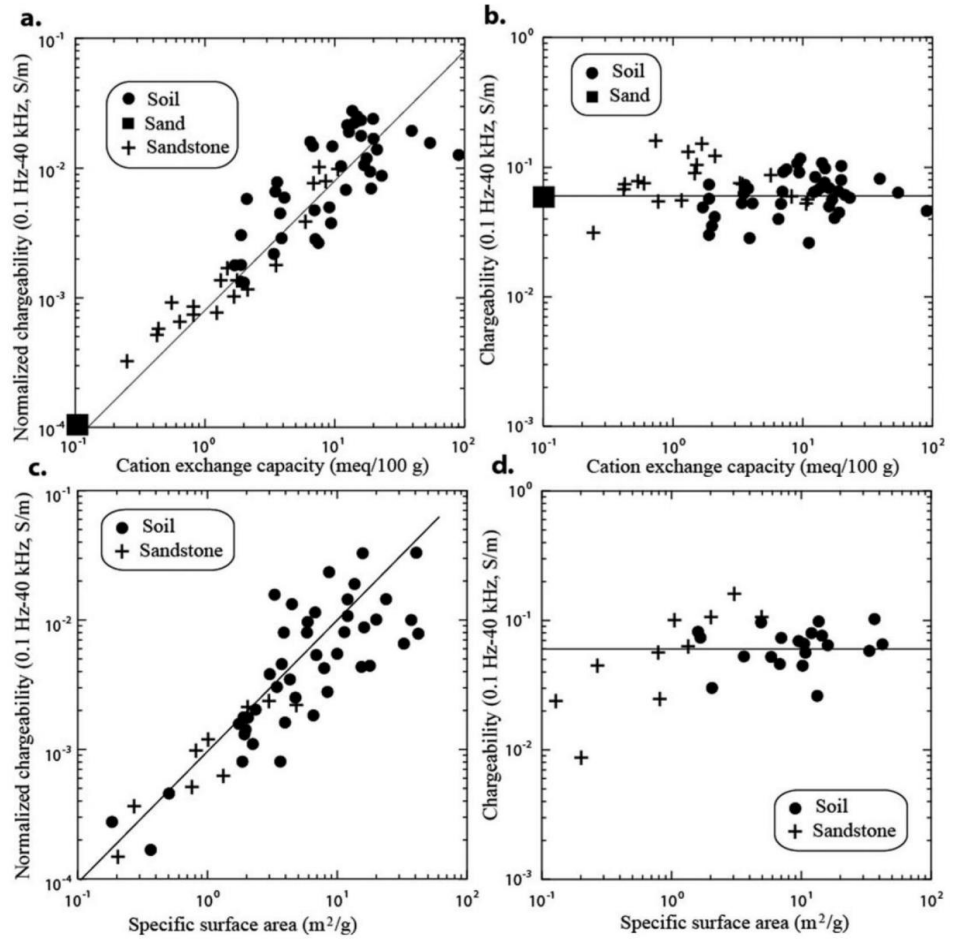


Figure 21. Linear relationship between the normalized chargeability (between 0.1 Hz and 40 kHz) and the chargeability for the soil samples at 0.03 S m⁻¹ (NaCl, 25°C) versus either the cation exchange capacity and the specific surface area. (a) Normalized chargeability versus CEC. (b) Chargeability versus CEC. For (a) and (b), the sandstone data are from *Vinegar and Waxman* [1984] (all samples at the lowest salinity, the normalized chargeability are obtained using his quadrature conductivity data at 0.1 S m⁻¹ using $\alpha = 8$). (c) Normalized chargeability versus specific surface area. (d) Chargeability versus specific surface area. For (b) and (c), the sandstone data are from *Börner* [1992] where the normalized chargeability are obtained using his quadrature conductivity data at 0.1 S m⁻¹ using $\alpha = 8$.

$$\rho^*(\omega) = |\rho^*(\omega)| \exp[i\varphi], \tag{A12}$$

$$\rho = |\rho^*(\omega)| = K(\omega_p^2 + \omega^2)^{-\frac{\alpha}{2}}, \tag{A13}$$

$$\varphi = -b \tan^{-1}\left(\frac{\omega}{\omega_p}\right). \tag{A14}$$

respectively. In the limit $\omega \gg \omega_p$ the phase is given by $b \approx -2\varphi/\pi$. This is why the Drake's model is also called the constant phase model. *Van Voorhis et al.* [1973] start with a slightly different definition of the FE than given above,

$$FE = \frac{\rho(\omega) - \rho(D\omega)}{\rho(\omega)}. \tag{A15}$$

Now the frequency effect between ω and $D\omega$ is given by $FE = 1 - D^b$. Using the expression $b \approx -2\varphi/\pi$ derived above, we obtain,

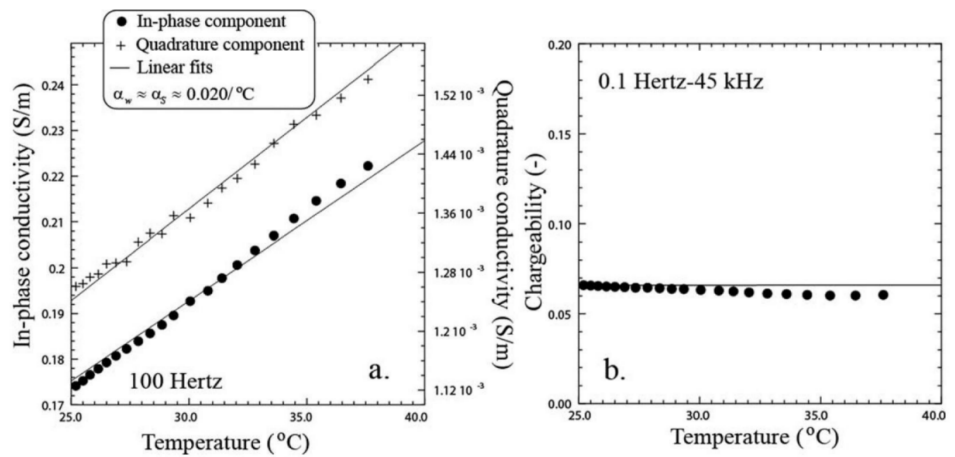


Figure 22. Influence of the temperature. (a) Influence of the temperature on the magnitude of the in-phase and quadrature components of the complex conductivity. (b) Influence of the temperature on the chargeability. As predicted by the dynamic Stern layer model, the chargeability is nearly temperature independent.

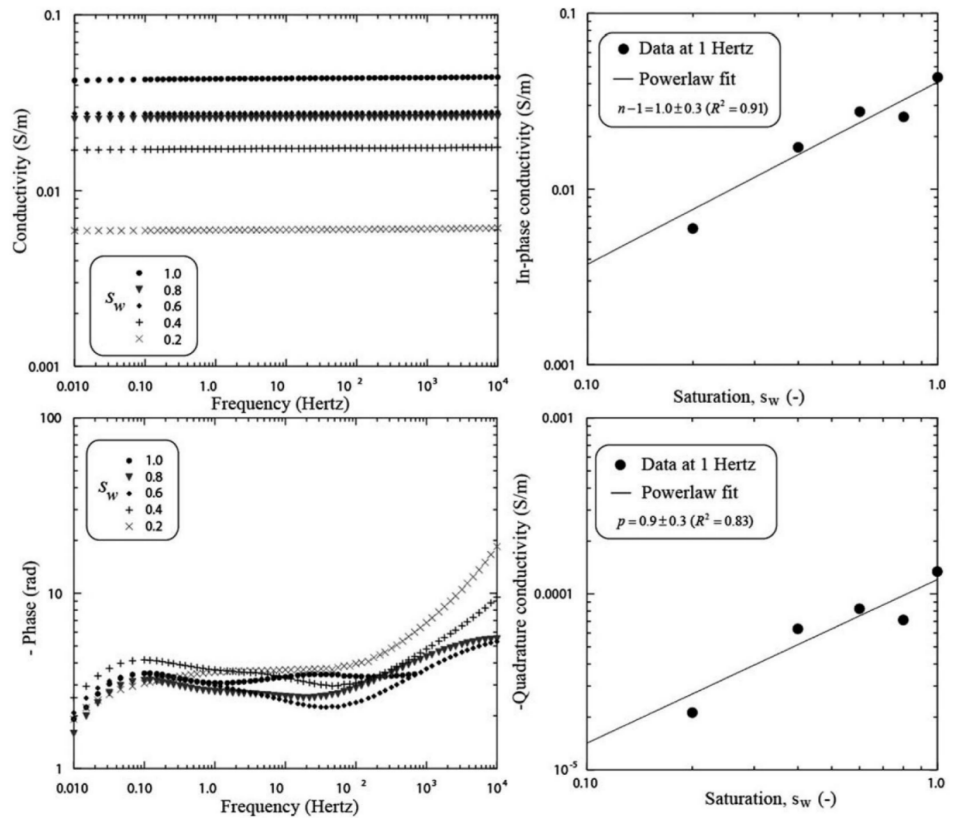


Figure 23. Saturation dependence of the complex conductivity at low salinity. (left side) Saturation dependence of the conductivity and phase spectra at low salinity (each curve corresponds to a distinct core sample). While the conductivity changes with the saturation, the phase is roughly constant as expected from the model. (left side) Saturation dependence of the in-phase and quadrature conductivities (1 Hz) at low salinity. Note that the saturation exponents ($n - 1$) and p are roughly the same (1.0 versus 0.9) in agreement with the model (Sample AY, fine sand, pore water conductivity 0.006 S m^{-1}).

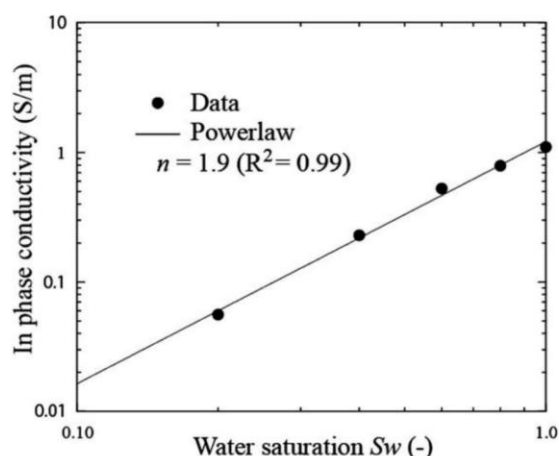


Figure 24. Saturation dependence of the in-phase conductivity (1 Hz) at high salinity (NaCl solution at 5 S m^{-1} , sample BB, fine sand). The dependence is used to determine the second Archie's exponent n .

$$FE = 1 - D^{-\frac{2}{\pi}\phi}, \quad (\text{A16})$$

$$1 - FE = D^{-\frac{2}{\pi}\phi}, \quad (\text{A17})$$

$$\ln(1 - FE) = \ln D^{-\frac{2}{\pi}\phi}. \quad (\text{A18})$$

Since FE is small (much smaller than unity, see Figure 14), we have

$$FE \approx \ln \left\{ D^{-\frac{2}{\pi}\phi} \right\} = \ln \left\{ \exp \left[\ln \left(D^{-\frac{2}{\pi}\phi} \right) \right] \right\}, \quad (\text{A19})$$

$$FE \approx -\frac{2}{\pi} \phi \ln D. \quad (\text{A20})$$

Equation (A20) corresponds to the equation used in the main text. *Shuey and Johnson* [1973] obtained exactly the same expression based on a very different complex resistivity model. This could mean that equation (A20) could be quite general but we end up not being able to derive a general proof for the validity of this equation.

Acknowledgments

The data set is available from the corresponding author (A. Revil, at andre.revil@univ-smb.fr). It will be posted on ResearchGate. We thank John C. Troelsen (at DTU, Denmark) for the BET measurements and Damien Jougnot for his help for the computation of the geometrical factor. We warmly thank Egon Zimmermann for the construction of the impedance meter. This research was part of the FRESHEM Zeeland research program, a project in which BGR is also involved. We thank the associate editor, S. Moysey, as well as the three referees (D. Ntarlagiannis, A. Weller, and an anonymous referee) for their very constructive reviews of this paper and their time.

References

- Abdulsamad, F. (2017), Polarisation provoquée: Expérimentation, modélisation, et applications géophysiques, PhD thesis, 159 pp., UPMC, Pittsburgh, Pa.
- Ahmadi, A., M.-R. Neyshabouri, H. Rouhipour, and H. Asadi (2011), Fractal dimension of soil aggregates as an index of soil erodibility, *J. Hydrol.*, *400*(3–4), 305–311.
- Archie, G. E. (1942), The electrical resistivity log as an aid in determining some reservoir characteristics, *Trans. AIME*, *146*, 54–62.
- Bernabé, Y., and A. Revil (1995), Pore-scale heterogeneity, energy dissipation and the transport properties of rocks, *Geophys. Res. Lett.*, *22*(12), 1529–1552.
- Bernabé, Y., M. Zamora, M. Li, A. Mainault, and Y. B. Tang (2011), Pore connectivity, permeability, and electrical formation factor: A new model and comparison to experimental data, *J. Geophys. Res.*, *116*, B11204, doi:10.1029/2011JB008543.
- Binley, A., L. D. Slater, M. Fukes, and G. Cassiani (2005), Relationship between spectral induced polarization and hydraulic properties of saturated and unsaturated sandstone, *Water Resour. Res.*, *41*, W12417, doi:10.1029/2005WR004202.
- Binley, A., S. S. Hubbard, J. A. Huisman, A. Revil, D. A. Robinson, K. Singha, and L. D. Slater (2015), The emergence of hydrogeophysics for improved understanding of subsurface processes over multiple scales, *Water Resour. Res.*, *51*, 3837–3866, doi:10.1002/2015WR017016.
- Bohren, C. F. (2010), What did Kramers and Kronig do and how did they do it?, *Eur. J. Phys.*, *31*, 573–577, doi:10.1088/0143-0807/31/3/014.
- Börner, F. D. (1992), Complex conductivity measurements of reservoir properties, in *Proceedings of the Third European Core Analysis Symposium, Paris*, edited by P. F. Worthington and C. Chardaire-Riviere, vol. 3, pp. 359–386, Harwood Academic, Neward, N. J.
- Brunauer, S., P. H. Emmett, and E. Teller (1938), Adsorption of gasses in multimolecular layers, *J. Am. Chem. Soc.*, *60*(2), 309–319, doi:10.1021/ja01269a023.
- Chen, J., S. S. Hubbard, and K. H. Williams (2013), Data-driven approach to identify field-scale biogeochemical transitions using geochemical and geophysical data and hidden Markov models: Development and application at a uranium-contaminated aquifer, *Water Resour. Res.*, *49*, 6412–6424, doi:10.1002/wrcr.20524.
- Ciesielski, H., T. Sterckeman, M. Santerne, and J. P. Willery (1997), Determination of cation exchange capacity and exchangeable cations in soils by means of cobalt hexamine trichloride. Effects of experimental conditions, *Agron. EDP Sci.*, *17*(1), 1–7.
- Clausen, L., and I. Fabricius (2000), BET Measurements: Outgassing of mineral, *J. Colloid Interface Sci.*, *227*, 7–15, doi:10.1006/jcis.2000.6880.
- Cole, K. S., and R. H. Cole (1941), Dispersion and absorption in dielectrics. I: Alternating current characteristics, *J. Chem. Phys.*, *9*, 341–351.
- Flores Orozco, A., A. Kemna, C. Oberdörster, L. Zschornack, C. Leven, P. Dietrich, and H. Weiss (2012), Delineation of subsurface hydrocarbon contamination at a former hydrogenation plant using spectral induced polarization imaging, *J. Contam. Hydrol.*, *136–137*, 131–144.
- de Kronig, R. L. (1926), On the theory of dispersion of X-rays, *J. Opt. Soc. Am. Rev. Sci. Instrum.*, *12*, 547–557.
- de Kronig, R. L. (1942), Algemeene theorie der dielectrische en magnetische verliezen (General theory of dielectric and magnetic losses), *Ned. Tijdschr. Natuurkd.*, *9*, 402–409.
- De Louw, P. G. B., S. Eeman, B. Siemon, B. R. Voortman, J. Gunnink, S. E. Van Baaren, and G. H. P. Oude Essink (2011), Shallow rainwater lenses in deltaic areas with saline seepage, *Hydrol. Earth Syst. Sci.*, *15*, 3659–3678.
- Federer, C. A., D. E. Turcotte, and C. T. Smith (1993), The organic fraction-bulk density relationship and the expression of nutrient content in forest soils, *Can. J. For. Res.*, *23*, 1026–1032.
- Friedman, S. P. (2005), Soil properties influencing apparent electrical conductivity: A review, *Comput. Electron. Agric.*, *46*, 45–70.
- Grimm, R. E., and D. E. Stillman (2015), Field test of detection and characterisation of subsurface ice using broadband spectral-induced polarization, *Permafrost Periglac. Processes*, *26*, 28–38.
- Hao, N., S. M. J. Moysey, B. A. Powell, and D. Ntarlagiannis (2016), Comparison of the surface ion density of silica gel evaluated via spectral induced polarization versus acid–base titration, *J. Appl. Geophys.*, *135*, 427–435, doi:10.1016/j.jappgeo.2016.01.014.

- Hyslip, J. P., and L. E. Vallejo (1997), Fractal analysis of the roughness and size distribution of granular materials, *Eng. Geol.*, *48*(3–4), 231–244.
- Johnson, D. L., T. J. Plona, and H. Kojima (1986), Probing porous media with 1st sound, 2nd sound, 4th sound and 3rd sound, in *Physics and Chemistry of Porous Media, II*, edited by R. Jayanthi, J. Banavar, and K. W. Winkler, pp. 243–277, AIP, New York.
- Johnson T. C., R. J. Versteeg, A. Ward, F. D. Day-Lewis, and A. Revil (2010), Improved hydrogeophysical characterization and monitoring through high performance electrical geophysical modeling and inversion, *Geophysics*, *75*(4), WA27–WA41, doi:10.1190/1.3475513.
- Jonscher, A. K. (1981), A new understanding of the dielectric relaxation of solids, *J. Mater. Sci.*, *16*, 2037–2060.
- Joseph, S., M. Ingham, and G. Gouws (2015), Spectral induced polarization measurements on New Zealand sands—Dependence on fluid conductivity, *Near Surface Geophys.*, *13*, 169–177.
- Jougnot, D., A. Ghorbani, A. Revil, P. Leroy, and P. Cosenza (2010), Spectral induced polarization of partially saturated clay-rocks: A mechanistic approach, *Geophys. J. Int.*, *180*(1), 210–224, doi:10.1111/j.1365-246X.2009.04426.x.
- Kemna, A., et al. (2012), An overview of the spectral induced polarization method for near-surface applications, *Near Surface Geophys.*, *10*, 453–468, doi:10.3997/1873-0604.2012027.
- Kramers, H. A. (1927), La diffusion de la lumière par les atomes, in *Atti del Congresso Internazionale dei Fisici*, vol. 2, Nicola Zanichelli, pp. 545–57, Como-Pavia-Roma, Bologna.
- Mansoor, N., and L. Slater (2007), On the relationship between iron concentration and induced polarization in marsh soils, *Geophysics*, *72*(1), A1–A5, doi:10.1190/1.2374853.
- Mao, D., and A. Revil (2016), Induced polarization response of porous media with metallic particles—Part 3: A new approach to time-domain induced polarization tomography, *Geophysics*, *81*(4), D345–D357, doi:10.1190/geo2015-0283.1.
- Mao, D., A. Revil, and J. Hinton (2016), Induced polarization response of porous media with metallic particles—Part 4. Detection of metallic and non-metallic targets in time domain induced polarization tomography, *Geophysics*, *81*(4), D359–D375, doi:10.1190/geo2015-0480.1.
- Mewafy, F. M., D. D. Werkema, E. A. Atekwana, L. D. Slater, G. Abdel Aal, A. Revil, and D. Ntarlagiannis (2013), Evidence that bio-metallic mineral precipitation enhances the complex conductivity response at a hydrocarbon contaminated site, *J. Appl. Geophys.*, *98*, 113–123, doi:10.1016/j.jappgeo.2013.08.011.
- Niu, Q., A. Revil, and M. Saidian (2016), Salinity dependence of the complex surface conductivity of the Portland sandstone, *Geophysics*, *81*(2), D125–D140, doi:10.1190/GEO2015-0426.1.
- Nordsiek, S., E. Diamantopoulos, A. Hördt, and W. Durner (2015), Relationships between soil hydraulic parameters and induced polarization spectra, *Near Surface Geophys.*, *14*, 23–37, doi:10.3997/1873-0604.2015048.
- Okay, G., P. Cosenza, A. Ghorbani, C. Camerlynck, J. Cabrera, N. Florsch, and A. Revil (2013), Characterization of macroscopic heterogeneities in clay-rocks using induced polarization: Field tests at the experimental underground research laboratory of Tournemire (Aveyron, France), *Geophys. Prospect.*, *61*, 134–152, doi:10.1111/j.1365-2478.2012.01054.x.
- Okay, G., P. Leroy, A. Ghorbani, P. Cosenza, C. Camerlynck, J. Cabrera, N. Florsch, and A. Revil (2014), Spectral induced polarization of clay-sand mixtures. Experiments and modeling, *Geophysics*, *79*(6), E353–E375, doi:10.1190/GEO2013-0347.1.
- Revil, A. (2013a), Effective conductivity and permittivity of unsaturated porous materials in the frequency range 1 mHz–1GHz, *Water Resour. Res.*, *49*, 306–327, doi:10.1029/2012WR012700.
- Revil, A. (2013b), On charge accumulations in heterogeneous porous materials under the influence of an electrical field, *Geophysics*, *78*(4), D271–D291, doi:10.1190/GEO2012-0503.1.
- Revil, A., and N. Florsch (2010), Determination of permeability from spectral induced polarization data in granular media, *Geophys. J. Int.*, *181*, 1480–1498, doi:10.1111/j.1365-246X.2010.04573.x.
- Revil, A., and M. Skold (2011), Salinity dependence of spectral induced polarization in sands and sandstones, *Geophys. J. Int.*, *187*, 813–824, doi:10.1111/j.1365-246X.2011.05181.x.
- Revil, A., L. M. Cathles, S. Losh, and J. A. Nunn (1998), Electrical conductivity in shaly sands with geophysical applications, *J. Geophys. Res.*, *103*(B10), 23,925–23,936.
- Revil, A., K. Koch, and K. Holliger (2012), Is it the grain size or the characteristic pore size that controls the induced polarization relaxation time of clean sands and sandstones?, *Water Resour. Res.*, *48*, W05602, doi:10.1029/2011WR011561.
- Revil, A., J. D. Eppheimer, M. Skold, M. Karaoulis, L. Godinez, and M. Prasad (2013), Low-frequency complex conductivity of sandy and clayey materials, *J. Colloid Interface Sci.*, *398*, 193–209.
- Revil, A., N. Florsch, and C. Camerlynck (2014a), Spectral induced polarization porosimetry, *Geophys. J. Int.*, *198*, 1016–1033, doi:10.1093/gji/ggu180.
- Revil, A., P. Kessouri, and C. Torres-Verdin (2014b), Electrical conductivity, induced polarization, and permeability of the Fontainebleau sandstone, *Geophysics*, *79*(5), D301–D318, doi:10.1190/GEO2014-0036.1.
- Revil, A., N. Florsch, and D. Mao (2015a), Induced polarization response of porous media with metallic particles—Part 1: A theory for disseminated semiconductors, *Geophysics*, *80*(5), D525–D538, doi:10.1190/GEO2014-0577.1.
- Revil, A., G. Z. Abdel Aal, E. A. Atekwana, D. Mao, and N. Florsch (2015b), Induced polarization response of porous media with metallic particles—Part 2. Comparison with a broad database of experimental data, *Geophysics*, *80*(5), D539–D552, doi:10.1190/GEO2014-0578.1.
- Revil, A., A. Binley, L. Mejus, and P. Kessouri (2015c), Predicting permeability from the characteristic relaxation time and intrinsic formation factor of complex conductivity spectra, *Water Resour. Res.*, *51*, 6672–6700, doi:10.1002/2015WR017074.
- Revil, A., M. Le Breton, Q. Niu, E. Wallin, E. Haskins, and D. M. Thomas (2017a), Induced polarization of volcanic rocks. 1: Surface versus quadrature conductivity, *Geophys. J. Int.*, *208*, 826–844, doi:10.1093/gji/ggw444.
- Revil, A., M. Le Breton, Q. Niu, E. Wallin, E. Haskins, and D. M. Thomas (2017b), Induced polarization of volcanic rocks. 2: Influence of pore size and permeability, *Geophys. J. Int.*, *208*, 814–825, doi:10.1093/gji/ggw382.
- Saidi, D. (2012), Importance and role of cation exchange capacity on the physical properties of the Cheliff Saline Soils (Algeria), *Proc. Eng.*, *33*, 435–449.
- Schmutz, M., A. Blondel, and A. Revil (2012), Saturation dependence of the quadrature conductivity of oil-bearing sands, *Geophys. Res. Lett.*, *39*, L03402, doi:10.1029/2011GL050474.
- Schwartz, N., and A. Furman (2012), Spectral induced polarization signature of soil contaminated by organic pollutant: Experiment and modeling, *J. Geophys. Res.*, *117*, B10203, doi:10.1029/2012JB009543.
- Sen, P. N., C. Scala, and M. H. Cohen (1981), Self-similar model for sedimentary rocks with application to the dielectric constant of fused glass beads, *Geophysics*, *46*, 781–795.
- Shainberg, I., J. D. Rhoades, and R. J. Prather (1980), Effect of ESP, cation exchange capacity, and soil solution concentration on soil electrical conductivity, *Soil Sci. Soc. Am. J.*, *44*, 469–473.
- Shuey, R. T., and M. Johnson (1973), On the phenomenology of electrical relaxation in rocks, *Geophysics*, *38*, 37–48, doi:10.1190/1.1440331.

- Slater, L. D., and D. R. Glaser (2003), Controls on induced polarization in sandy unconsolidated sediments and application to aquifer characterization, *Geophysics*, *68*(5), 1547–1558, doi:10.1190/1.1620628.
- Sogade, J. A., F. Scira-Scappuzzo, Y. Vichabian, W. Shi, W. Rodi, D. P. Lesmes, and F. D. Morgan (2006), Induced-polarization detection and mapping of contaminant plumes, *Geophysics*, *71*(3), B75–B84.
- Stafleu, J., D. M. Maljers, J. L. Gunnink, A. Menkovic, and F. S. Busschers (2011), 3D modelling of the shallow subsurface of Zeeland, the Netherlands, *Neth. J. Geosci.*, *90*(4), 293–310.
- Tremblay, S., R. Ouimet, and D. Houle (2002), Prediction of organic carbon content in upland forest soils of Quebec, Canada, *Can. J. For. Res.*, *32*, 1–12.
- Van Voorhis, G. D., P. H. Nelson, and T. L. Drake (1973), Complex resistivity spectra of porphyry copper mineralization, *Geophysics*, *38*(1), 49–60, doi:10.1190/1.1440333.
- Vaudelet, P., A. Revil, M. Schmutz, M. Franceschi, and P. Bégassat (2011a), Induced polarization signature of the presence of copper in saturated sands, *Water Resour. Res.*, *47*, W02526, doi:10.1029/2010WR009310.
- Vaudelet, P., A. Revil, M. Schmutz, M. Franceschi, and P. Bégassat (2011b), Changes in induced polarization associated with the sorption of sodium, lead, and zinc on silica sands, *J. Colloid Interface Sci.*, *360*, 739–752.
- Vinegar, H. J., and M. H. Waxman (1984), Induced polarization of shaly sands, *Geophysics*, *49*, 1267–1287.
- Waxman, M. H., and L. J. M. Smits (1968), Electrical conductivities in oil bearing shaly sands, *SPE J.*, *8*, 107–122.
- Weller, A., and L. Slater (2012), Salinity dependence of complex conductivity of unconsolidated and consolidated materials: Comparisons with electrical double layer models, *Geophysics*, *77*(5), D185–D198, doi:10.1190/geo2012-0030.1.
- Weller, A., S. Nordsiek, and W. Debschütz (2010), Estimating permeability of sandstone samples by nuclear magnetic resonance and spectral-induced polarization, *Geophysics*, *75*(6), E215–E226, doi:10.1190/1.3507304.
- Weller, A., L. Slater, and S. Nordsiek (2013), On the relationship between induced polarization and surface conductivity: Implications for petrophysical interpretation of electrical measurements, *Geophysics*, *78*(5), D315–D325, doi:10.1190/GEO2013-0076.1.
- Woodruff, W. F., A. Revil, and C. Torres-Verdín (2014), Laboratory determination of the complex conductivity tensor of unconventional anisotropic shales, *Geophysics*, *79*(5), E183–E200, doi:10.1190/GEO2013-0367.1.
- Zimmermann, E., A. Kemna, J. Berwix, W. Glaas, H. Munch, and J. Huisman (2008), A high-accuracy impedance spectrometer for measuring sediments with low polarizability, *Meas. Sci. Technol.*, *19*(10), 105603.

2.3. Conclusion

Cette étude portant sur la caractérisation et la modélisation de la conductivité complexe de sols devait répondre à trois problématiques :

- i) *Approuver un modèle pétrophysique* de conductivité complexe et de polarisation provoquée pour des matériaux hétérogènes à fraction argileuse variable. Nous avons testé le modèle de la couche de Stern dynamique sur 71 échantillons de sols et un sable siliceux. Les sols originaires des Pays-Bas sont des sables argileux fins à des argiles contenant pour certains de la matière organique. Ce modèle décrit bien la dépendance de la conductivité complexe vis-à-vis de la salinité et de la CEC (en première approximation de l'argilosité). Par ailleurs, ce modèle est cohérent avec les mesures de surface spécifique et de CEC. Nous avons déterminé la CEC de nos échantillons par titrage colorimétrique en utilisant comme solution titrante le chlorure de cobaltihexamine (protocole de détermination de CEC en Annexe E et développement méthodologique en Annexe F).
- ii) *Caractériser la conductivité complexe de sols*. Ce jeu d'échantillon a permis de mettre en évidence le rôle important de la conductivité de surface dans la réponse de la conductivité globale. Cette conductivité de surface en première approximation peut être liée à la présence d'argile. Ainsi, la simple utilisation du modèle d'Archie, où la conductivité de surface est négligée est valide uniquement pour des matériaux présentant une conductivité de surface faible ou ayant un fluide très salin. Ainsi, l'utilisation de la méthode PP doit être privilégiée lors de prospections in situ afin d'apporter le maximum d'information sur le milieu et ne pas biaiser les interprétations des tomogrammes de conductivité.
- iii) *Vérifier que la correspondance entre les paramètres TIP et SIP* est possible. Après une première étape de contrôle qualité des données (i.e. vérification de la relation FE/PFE versus déphasage), nous avons validé la proposition suivant laquelle la chargeabilité normalisée est reliée à la conductivité en quadrature à l'aide du paramètre α issu du modèle de Drake pour différentes gammes fréquentielles. Enfin, dans les environnements sans particules métalliques, il semble qu'il soit plus judicieux d'utiliser la chargeabilité normalisée plutôt que la chargeabilité. En effet, la chargeabilité normalisée et la CEC (ou la surface spécifique) sont liées par une relation linéaire (Figure 41).

Chapitre 3. Evolution de la conductivité complexe d'échantillons durant le gel

3.1. Introduction

A l'issue du chapitre précédent, nous avons caractérisé 71 échantillons de sol et un sable siliceux en conductivité complexe, en intégrant l'influence de la salinité du fluide poral, la surface spécifique ou la CEC (proxy de l'argilosité). A la fin de cette étude, nous avons aussi commencé à explorer l'impact de la saturation et de la température sur la réponse SIP, amorçant ainsi nos travaux suivants.

Pour rappel, comprendre la dépendance en saturation et en température de la conductivité complexe est nécessaire pour élaborer une méthodologie et suivre (voire quantifier) les transferts thermo-hydriques liés aux échangeurs hélicoïdaux. Dans l'étude précédente (Chapitre 2), l'exploration de la dépendance en température a été effectuée uniquement pour un échantillon, pour une gamme de température positive et limitée (25-40°C) tout en enregistrant uniquement la température du fluide caloporteur (eau). Dans cette expérience, la température évoluait continuellement puisqu'il n'y avait pas de système de régulation pour la stabiliser. Pour s'accommoder de ces conditions instrumentales, les mesures de SIP ont été effectuées avec une gamme de fréquences plus resserrée (0.1Hz – 45kHz) par rapport au chapitre précédent, afin de réduire la durée d'acquisition d'un spectre. Dans ce type d'expérience, la variation en température est relative et non absolue. Ainsi, pour améliorer nos mesures de conductivité complexe en fonction de la température (incluant un changement de phase) et étendre notre modèle, nous avons développé notre propre protocole en plusieurs étapes :

- 1) *Elaboration du protocole* : utilisation d'un bain réfrigéré, thermostaté (KISS K6, Huber) avec une régulation à 0.1°C, associé à un système de monitoring de température (centrale d'acquisition CR1000, Campbell Scientific + thermocouples de type K, vernis). Pour plus de détails à propos du dispositif de mesures SIP en fonction de la température, voir Annexe G.
- 2) *Validation du protocole de mesure*, sur une gamme de température positive (5 à 50°C) et dans le cas d'un milieu contenant des particules métalliques. Nous avons choisi de tester le protocole de mesure sur ce type de milieu pour les raisons suivantes : i) les semi-conducteurs ont une forte réponse en polarisation provoquée caractérisée notamment par un déphasage de plusieurs centaines de milli-radians et donc la dépendance en température est aisément identifiable et modélisable. Par exemple, la fréquence caractéristique liée à la polarisation de la particule se déplace vers les hautes fréquences lorsque la température augmente ; ii) la possibilité d'effectuer ou de répéter la préparation de l'échantillon facilement. La particule métallique est pré-saturée puis placée au dernier moment dans la cellule de mesure qui est alors complétée par du

sable saturé. De plus, certaines de ces mesures ont été réalisées en TIP, ce qui permet de déterminer l'impact de la température sur les courbes de décroissance donc de cerner l'intérêt et les limites de ce type de mesures. L'ensemble des mesures ont été analysées à l'aide du modèle développé dans la série d'articles intitulée *Induced Polarization response of porous media with metallic particles* publiée dans *Geophysics* (A. Revil et al., 2015b). Ce modèle a été étendu en température en utilisant une loi semi-empirique de type loi d'Arrhenius associée à une énergie d'activation. Ces travaux ont mené à une publication dans *Geophysics – Part 8*, résumée en Annexe H. Cette série d'expériences a permis d'affiner notre protocole de mesure (en termes de temps d'équilibrage thermique, de type de l'électrode, etc.).

- 3) *Mesures SIP en fonction de la température et du changement de phase.* La deuxième étape a permis de valider les mesures spectrales en fonction de la température mais sans changement de phase. Ensuite, nous avons étendu les mesures spectrales au changement de phase (gel des échantillons). Ces mesures ont d'abord été effectuées sur certains sols provenant de l'étude précédente puis sur des mélanges sable-argile afin d'avoir des valeurs extrêmes en termes de CEC, porosité et conductivité thermique. Des roches et sols provenant de régions froides (i.e. glacier rocheux, permafrost discontinu) ont aussi été analysés. L'ensemble de ces mesures a permis le développement d'un modèle de polarisation prenant en compte la dépendance en température et le changement de phase.

Au cours de la deuxième phase, le modèle utilisé était spécifique aux milieux contenant des particules métalliques et l'analyse des données a été effectuée à l'aide du modèle Cole-Cole (Annexe H). Dans le cas de nos mesures sur les sols (phase 3), les données ont été analysées avec le modèle de la couche de Stern dynamique.

La dépendance en température a été calculée à l'aide d'une loi linéaire. Nous avons préféré l'utilisation de ce type de loi à la loi d'Arrhenius puisque selon Murrmann (1973) à basse température (typiquement en dessous 0°C), l'énergie d'activation doit être augmentée. A l'opposé, le coefficient de sensibilité lié à la loi linéaire est supposé constant quelque soit la température, ce qui est plus facilement intégrable dans le modèle de la couche de Stern dynamique. Par ailleurs cette loi est éprouvée et a été utilisée dans notre précédent article.

En ce qui concerne le gel du sol, nous avons utilisé une courbe de gel des sols (*soil freezing curve*). Puisque la conductivité électrique de la glace est plutôt faible, de l'ordre de 10^{-6} à 10^{-8} S.m⁻¹ (Hauck and Kneisel, 2008), une première approche consiste à modéliser le changement de phase comme étant une désaturation du milieu. Du point de vue de la modélisation, nous devons exprimer

les équations de Polarisation Provoquée en fonction de la saturation puis exprimer la variation de la saturation en fonction de la température. Pour cette dernière variation, nous avons donc choisi d'utiliser les courbes de gel du sol. Ces dernières décrivent en fonction de la température, l'évolution de la teneur volumétrique en glace présente dans le sol. En effet, de l'eau liquide reste présente en dessous de la température de gel. Généralement, cette eau non gelée est présente sous forme de films d'eau plus ou moins adsorbés autour des particules et dans les pores de diamètre suffisamment petits (Spaans and Baker, 1996). Ces courbes ou modèles sont basés sur des mesures en spectroscopie de résonance magnétique nucléaire (*nuclear magnetic resonance*), effectuées à différentes températures. En effet, ce type de mesure dépend directement de la teneur en eau (Amiri et al., 2018; Watanabe and Mizoguchi, 2002). Ces fonctions ont la particularité de décrire l'évolution de la teneur en glace à l'aide de quelques paramètres, typiquement trois :

- un température caractéristique (T_c) : paramètre d'ajustement,
- une température de gel (T_f) : température où la transformation eau-glace est initiée,
- une teneur en eau liquide résiduelle (θ_r) : eau persistant à l'état liquide à l'issue de la transformation, i.e. pour des températures basses mais au-dessus du point eutectique.

Ainsi, nous devons vérifier que l'évolution de la conductivité complexe liée aux variations de température et à la formation du gel dans le sol peut être décrite à l'aide du modèle de la couche de Stern dynamique et en intégrant la courbe de gel des sols. De plus, il nous faut aussi vérifier que la correspondance entre les paramètres TIP et SIP sont toujours valables au cours du gel du sol. Les résultats obtenus ont été présentés dans l'article suivant :

Coperey, A., A. Revil, F. Abdulsamad, B. Stutz, P. A. Duvillard, and L. Ravanel. "Low-Frequency Induced Polarization of Porous Media Undergoing Freezing: Preliminary Observations and Modeling." *Journal of Geophysical Research: Solid Earth*, May 15, 2019. <https://doi.org/10.1029/2018JB017015>.

3.2. Dépendance de la conductivité complexe au changement de phase

JGR Solid Earth

RESEARCH ARTICLE

10.1029/2018JB017015

Key Points:

- Electrical conductivity and normalized chargeability of frozen rocks are described in a consistent way
- The model is tested against a new database made on nine core samples in the temperature range +20 degrees Celsius and -15 degrees Celsius
- A good agreement is obtained between the model and the experimental data

Correspondence to:

A. Revil,
andre.revil@univ-smb.fr

Citation:

Coperey, A., Revil, A., Abdulsamad, F., Stutz, B., Duvillard, P. A., & Ravel, L. (2019). Low-frequency induced polarization of porous media undergoing freezing: Preliminary observations and modeling. *Journal of Geophysical Research: Solid Earth*, 124. <https://doi.org/10.1029/2018JB017015>

Received 13 NOV 2018

Accepted 21 APR 2019

Accepted article online 29 APR 2019

Low-Frequency Induced Polarization of Porous Media Undergoing Freezing: Preliminary Observations and Modeling

A. Coperey¹, A. Revil¹, F. Abdulsamad¹, B. Stutz², P. A. Duvillard^{3,4}, and L. Ravel³

¹Université Grenoble Alpes, Université Savoie-Mont Blanc, CNRS, IRD, IFSTTAR, ISTERre, Grenoble, France, ²LOCIE, Université Savoie-Mont Blanc, CNRS, Chambéry, France, ³Université Grenoble Alpes, Université Savoie-Mont Blanc, CNRS, UMR CNRS, EDYTEM, Le Bourget du Lac, France, ⁴IMSRN, Parc Pré Millet, Montbonnot, France

Abstract We investigate the thermal dependence of the complex conductivity of nine porous materials in the temperature range +20 °C to -10 or -15 °C. The selected samples include three soils, two granites, three clay-sands mixes, and one graphitic tight sandstone. A total of 12 experiments is conducted with one sample tested at three different salinities. Our goal is to use this database to extend the dynamic Stern layer polarization model in freezing conditions. We observe two polarization mechanisms, one associated with the effect of the change in the liquid water content and its salinity upon the polarization of the porous material. A second mechanism, at higher frequencies (>10 Hz), is likely associated with the polarization of ice. At low frequencies and above the freezing point, the in-phase and quadrature conductivities depend on temperature in a predictable way. This dependence is due to the dependence of the mobility of the charge carriers with temperature. Below the freezing point, the in-phase and quadrature conductivity follow a brutal decay with temperature. This dependence is modeled through an exponential freezing curve function. We were also able to determine how the (apparent) formation factor and surface conductivity change with temperature and water content below the freezing point. Our model is able to replicate the data at low frequencies and predicts correctly the fact that the ratio between the normalized chargeability and the surface conductivity is independent of the water content and temperature and equals a well-defined dimensionless number R .

1. Introduction

Electrical geophysical methods are increasingly popular to characterize thermal anomalies or to monitor the thermal evolution of the subsurface of the Earth in a variety of extreme environments such as in geothermal systems (e.g., Ghorbani et al., 2018; Hersir & Bjornsson, 1991) and for permafrost (Doetsch et al., 2015; Kneisel et al., 2008; Krautblatter et al., 2010). These methods provide noninvasive tomographic techniques that can be used to image temperature changes (Hermans et al., 2014; Revil, Ghorbani, et al., 2018) and therefore complement in situ temperature point or line measurements using temperature probes such as thermocouples or optical fiber. Geophysical methods have also been used to monitor the evolution of rock glaciers and permafrost (e.g., Hauck et al., 2003, 2011; Hilbich et al., 2009; Kellerer-Pirklbauer & Kaufmann, 2017; Mewes et al., 2017; Mollaret et al., 2018; Springman et al., 2013).

One of these methods is electrical conductivity tomography. Electrical conductivity characterizes the ability of a material to transport charge carriers under the effect of an electrical field (Siemens, 1860). In absence of metallic grains, the electrical conductivity of a porous rock is composed of two contributions: a bulk conductivity occurring through the pore network and an interfacial contribution called surface conductivity and localized on the surface of the grains. In isothermal conditions, the bulk contribution depends in turn on the salinity of the pore water, the water content, and the formation factor (a power law function of porosity; see Archie, 1942). Surface conduction takes place in the electrical double layer coating the surface of the mineral grains (Waxman & Smits, 1968). This double layer is composed of a Stern layer (Stern, 1924) and a Gouy-Chapman diffuse layer (Chapman, 1913). The bulk and surface conductivities have distinct dependence on the water content (Waxman & Smits, 1968). However, electrical conductivity measurements alone cannot be used to separate the bulk and surface conductivity. Induced polarization appears as a complementary technique to electrical conductivity to separate these two conductivity contributions (e.g., Duvillard et al., 2018; Revil, 2013a, 2013b; Weller et al., 2013).

Induced polarization is a geophysical method dealing with the study of low-frequency (<10 kHz) polarization mechanisms in porous media, especially those related to charge accumulations in the electrical double layer around the grains. Instead of dealing with a single scalar quantity in isotropic media (the electrical conductivity), frequency domain induced polarization deals with a complex-valued conductivity. The in-phase (real) component of this complex conductivity characterizes the ability of the charge carriers to move through the porous material under the action of a primary (applied) electrical field (electromigration; see Waxman & Smits, 1968). The quadrature (imaginary) component is in a strict sense related to the electrical double layer polarization processes. Generally speaking, it characterizes the ability of a porous media to store reversibly electrical charges under the influence of the primary electrical field (Binley et al., 2005; Revil & Skold, 2011; Vinegar & Waxman, 1984). Polarization is responsible for a secondary electrical field/current. In time domain induced polarization, we follow the evolution (relaxation) of this secondary electrical field after the shutdown of the primary electrical field/current.

The dynamic Stern layer model has been developed to provide a consistent picture of electrical conductivity and polarization parameters (especially quadrature conductivity and normalized chargeability) in porous media (Ghorbani et al., 2018; Revil, 2013a, 2013b; Revil, Coperey, et al., 2017; Revil, Le Breton, et al., 2017). This model was tested recently on a variety of porous media including soils (Revil, Coperey, et al., 2017), sandstones (Niu et al., 2016; Revil et al., 2014, Revil, Coperey, Deng, et al., 2018), and volcanic rocks (Ghorbani et al., 2018). This model is able to explain the dependence of the complex conductivity with porosity, water content, cation exchange capacity (CEC) or specific surface area, and temperature.

The influence of temperature on the electrical conductivity itself was explored in the laboratory by Waxman and Thomas (1974), Sen and Goode (1992), Clavier et al. (1984), and Binley et al. (2010), among others. These investigations were done only for temperatures above freezing conditions. The effect of temperature on the complex conductivity of unfrozen materials was explored in various studies (e.g., Ghorbani et al., 2018). There are however very few research works performed to study the complex conductivity of frozen porous media (see Duvillard et al., 2018; Grimm & Stillman, 2015; Olhoeft, 1977).

In this paper, we investigate the temperature dependence of the complex conductivity during freeze and thaw of nine samples including three soils, one granite, one metamorphic granite, three clay-sands mixes, and one graphitic tight sandstone. A total of 12 experiments was conducted in the temperature range +20 °C to −15 °C, which is typically the lower temperature bound for most permafrost-affected sites (Brown, 1970). Some of these experiments were done with the same sample but at different salinities (pore water conductivity ranges from 0.01 to 1.0 S/m at 25 °C, NaCl). At each temperature, a complete complex conductivity spectrum was performed. So we can observe the effect of the temperature above and below the freezing point upon the complex conductivity spectra and the parameters that can be inferred from these spectra. Our end goal is to use this database to test and extend further the dynamic Stern layer polarization model in freezing conditions especially below 10 Hz. This model can be further applied to the monitoring of permafrost under the action of climate change.

2. Theory

Early works regarding electrical conductivity of frozen rocks (e.g., Hoekstra, 1965; Hoekstra & McNeill, 1973; Ogilvy, 1967; Parkhomenko, 1967; Vershinin et al., 1949) were mostly descriptive or erroneously based on Archie's law (see discussion in Duvillard et al., 2018). Nevertheless, they were showing a strong decrease of the electrical conductivity below the freezing point by comparison with the temperature dependence of this quantity above the freezing point. Induced polarization phenomena were first described by Schlumberger (1920). Very few works have been done regarding the induced polarization of soils and rocks in freezing conditions (e.g., Melnikov et al., 1971; Sidorova & Fridrikhsberg, 1973; Snegirev et al., 1973). The early explanation was based on the mechanism of membrane polarization, a mechanism based on the gradient of the transference number in porous media (e.g., Marshall & Madden, 1959), but unfortunately not able to explain the available experimental data, especially the dependence of the quadrature conductivity with salinity.

Our goal is to develop a complete theory of electrical conductivity and chargeability of frozen porous media with testable predictions. We want to push further the observations made in Duvillard et al. (2018) in which

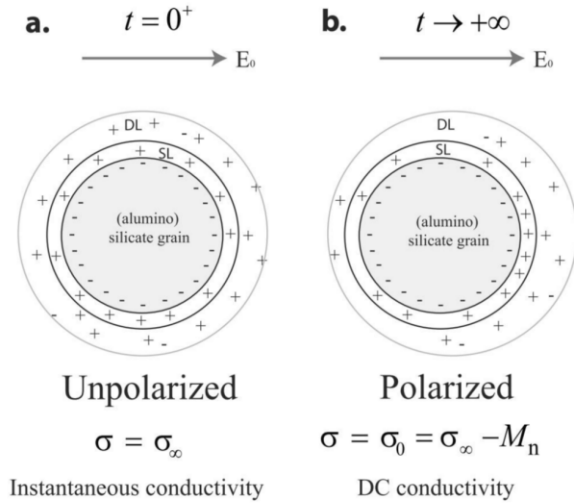


Figure 1. Polarization of the electrical double layer under the influence of an applied electrical field \mathbf{E}_0 . Grains are characterized by charges, depending on the pH and on the type of mineral (i.e., some isomorphous substitutions in crystalline framework induce some permanent charge, e.g., smectite). This excess of charges is balanced by weakly absorbed counterions in diffuse layer and Stern layer. (a) Just after the application of the primary electrical field \mathbf{E}_0 , all the charge carriers are mobile. The instantaneous conductivity is σ_∞ . (b) If the primary electrical field is applied for a long time, the DC (direct current) conductivity $\sigma_0 = \sigma_\infty - M_n$ where M_n denotes for the normalized chargeability of the material. Charge carriers of the Stern layer are now blocked at the edge of the grain in the electrical field direction. Now, the conductivity of the material is reduced. The time constant τ would be the relaxation time required for the charge carriers to come back to their equilibrium situation, that is, to go from the situation described in the right side of the sketch to the situation described in the left side. DL = Diffuse Layer; SL = Stern layer.

a preliminary model was recently proposed. In frequency domain induced polarization, a harmonic current is imposed to a porous material and the amplitude of the electrical field and phase shift are measured and used to determine an impedance. In turn, this impedance can be transformed into a complex conductivity $\sigma^* = \sigma' + i\sigma''$ (i denotes the pure imaginary number) with an in-phase component σ' characterizing conduction and a quadrature component σ'' characterizing polarization (Bleil, 1953). Low-frequency (<10 kHz) polarization is fundamentally related to the polarization of the electrical double layer coating the mineral grains of porous media (Revil, 2013b; Weller et al., 2013) even in the case of membrane polarization (Marshall & Madden, 1959).

In a linear framework, causality implies that polarization is also responsible for the frequency dependence of the in-phase conductivity component. Such (frequency) dispersion of the in-phase conductivity curve can be characterized by a quantity called the normalized chargeability M_n equals to $M_n = \sigma_\infty - \sigma_0$ (S/m) where σ_∞ denotes the instantaneous (high frequency) conductivity and σ_0 (< σ_∞) denotes the direct current electrical conductivity. This definition is consistent with the literature where the normalized chargeability is defined as the chargeability divided by the resistivity. As shown in Figure 1, the instantaneous (or high frequency) conductivity is also the measured conductivity just after the application of an external (primary) electrical field. In this situation, all the charge carriers are still mobile. The direct current conductivity is necessarily smaller than the instantaneous conductivity since the charges responsible for the polarization are not available anymore for the conduction process (Figure 1). In other words, at low frequency all the polarization phenomena are fully established for all polarizable length scales and some of charge carriers are blocked, reducing the total electrical field (see Revil, Coperey, et al., 2017). In the next two subsections, we first summarize the dynamic Stern layer model above the freezing temperature and then we discuss how freezing conditions are expected to affect the quadrature conductivity and normalized chargeability of a porous material.

2.1. The Dynamic Stern Layer Model

We consider an external harmonic electric field $\mathbf{E} = \mathbf{E}_0 \exp(+i\omega t)$ applied to a porous material without metallic particles. The complex conductivity can be modelled by Revil, Coperey, et al. (2017)

$$\sigma^*(\omega) = \sigma_\infty - M_n \int_0^\infty \frac{h(\tau)}{1 + (i\omega\tau)^{1/2}} d\tau + i\omega\epsilon_\infty, \quad (1)$$

where ω denotes the angular frequency (rad/s), ϵ_∞ is the permittivity associated at low frequencies with Maxwell-Wagner polarization (F/m), τ is a relaxation time (s), and $h(\tau)$ denotes a (normalized) probability density (kernel) for distribution of the time constants of the porous media. Using a volume averaging method, Revil (2013a) obtained the following expressions of the high- and low-frequency conductivities at saturation ($s_w = 1$)

$$\sigma_\infty = \frac{1}{F} \sigma_w + \left(\frac{1}{F\phi} \right) \rho_g B CEC, \quad (2)$$

$$\sigma_0 = \frac{1}{F} \sigma_w + \left(\frac{1}{F\phi} \right) \rho_g (B - \lambda) CEC, \quad (3)$$

and the resulting expression of the normalized chargeability is

$$M_n = \left(\frac{1}{F\phi} \right) \rho_g \lambda CEC. \quad (4)$$

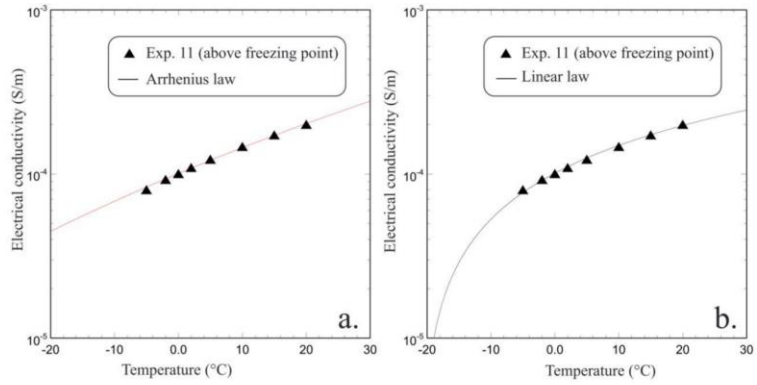


Figure 2. Fit of the conductivity versus temperature data above the freezing point for the data of Experiment 11 (for which the freezing point is at -5°C). (a) Fit using Arrhenius law ($E_a = 23 \pm 0.4$ kJ/Mol constant over the temperature range investigated, $\sigma(T_0 = 25^{\circ}\text{C}) = (2.37 \pm 0.05) \times 10^{-4}$ S/m, $r^2 = 0.998$). (b) Fit with the linear model ($\alpha_T = 0.0217 \pm 0.0002/^{\circ}\text{C}$, $\sigma(T_0 = 25^{\circ}\text{C}) = (2.24 \pm 0.02) \times 10^{-4}$ S/m, $r^2 = 0.997$). The two functions (linear and Arrhenius) fit the data equally well but clearly diverge from each other at low temperatures. Both function can be reconciled if we increase the activation energy in Arrhenius law when temperature decreases (see Murrmann, 1973).

In these equations, σ_w (S/m) is the pore water conductivity (which depends on salinity and temperature), F (dimensionless) the intrinsic formation factor related to the porosity by the first Archie's law $F = \phi^{-m}$ where m is called the first Archie exponent or porosity exponent (Archie, 1942), ϕ denotes the connected porosity (dimensionless), ρ_g is the grain density (kg/m^3 , usually $\rho_g \approx 2,650$ kg/m^3), and CEC is the cation exchange capacity (C/kg and often expressed in meq/100 g with 1 meq/100 g = 963.20 C/kg). The product $F\phi$ corresponds to the bulk tortuosity of the pore space. The CEC is mainly sensitive of clay minerals. In equations (2) to (4), B ($\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{V}^{-1}$) denotes the apparent mobility of the counterions for surface conduction and λ ($\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{V}^{-1}$) denotes the apparent mobility of the counterions for the polarization associated with the quadrature conductivity (Revil, Coperey, et al., 2017 and references therein). These apparent mobilities B and λ are close to the mobilities introduced by Waxman and Smits (1968) and Vinegar and Waxman

(1984), respectively. In the context of the dynamic Stern layer model, the apparent mobility B is related to the intrinsic mobility of the counterions in the diffuse layer $\beta_{(+)}$ and the mobility of the counterions in the Stern layer $\beta_{(+)}^S$ by $B \equiv \beta_{(+)}(1-f) + \beta_{(+)}^S f$ where f (partition coefficient) denotes the fraction of the counterions of the electrical double layer contained in the Stern layer. The apparent mobility $\lambda = \beta_{(+)}^S f$ is related to the polarization process occurring only in the Stern layer.

A dimensionless number R is also introduced by $R = \lambda/B$ (see Revil, Coperey, et al., 2017, for further explanations). From our previous studies (e.g., Ghorbani et al., 2018), we have $B(\text{Na}^+, 25^{\circ}\text{C}) = 3.1 \pm 0.3 \times 10^{-9}$ $\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{V}^{-1}$ and $\lambda(\text{Na}^+, 25^{\circ}\text{C}) = 3.0 \pm 0.7 \times 10^{-10}$ $\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{V}^{-1}$, and R is typically around 0.09 ± 0.01 (independent of both temperature and saturation). The dimensionless number R appears to be the fundamental parameter to characterize polarization.

The two last terms of equations (2) and (3) correspond to the high-frequency and low-frequency surface conductivities given therefore by

$$\sigma_S^{\infty} = \left(\frac{1}{F\phi}\right) \rho_g B \text{CEC}, \quad (5)$$

$$\sigma_S^0 = \left(\frac{1}{F\phi}\right) \rho_g (B - \lambda) \text{CEC}. \quad (6)$$

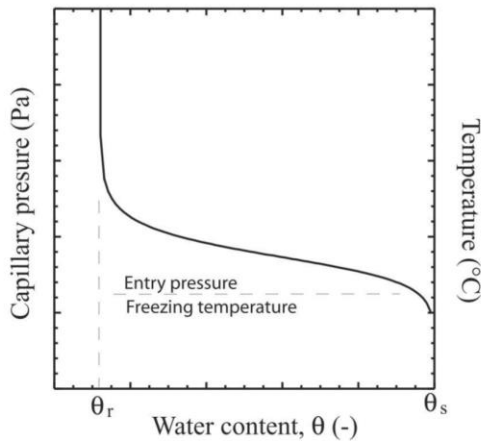


Figure 3. Sketch showing the analogy between the capillary pressure curve and the freezing curve neglecting hysteretic effects. The freezing temperature plays the same role as the capillary entry pressure in multiphase flow, both being related to the pore size. In both cases, the water content is comprised between the water content at saturation (given by the porosity $\theta_s = \phi$) and the residual water content at low saturations $\sigma(T_0 = 25^{\circ}\text{C})$. The residual water content may be related to the specific surface area of the material or its cation exchange capacity.

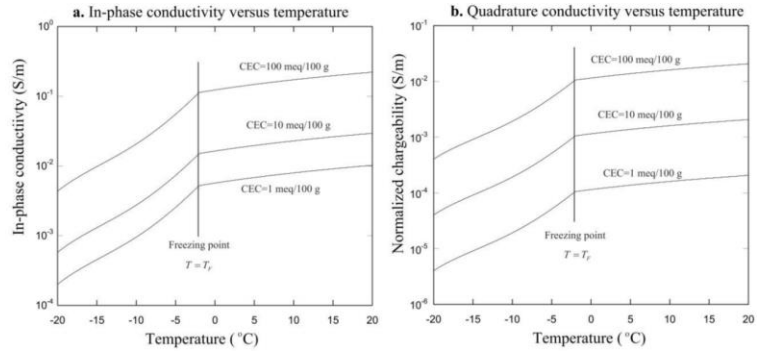


Figure 4. Sensitivity study of the in-phase conductivity and quadrature conductivity versus temperature for three different values of the cation exchange capacity using the freezing curve model corresponding to equation (16). (a) In-phase conductivity. (b) Quadrature conductivity. Values of the parameters used for the simulations: $B(\text{Na}^+, 25^\circ\text{C}) = 3.1 \pm 0.3 \times 10^{-9} \text{ m}^{-2} \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{V}^{-1}$, $\lambda(\text{Na}^+, 25^\circ\text{C}) = 3.0 \pm 0.7 \times 10^{-10} \text{ m}^{-2} \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{V}^{-1}$, $\phi = 0.30$, $\sigma_w(\text{NaCl}, 25^\circ\text{C}) = 0.1 \text{ S/m}$, $\varphi_m = 0.25$ ($\theta_r = \phi - \varphi_m = 0.05$), $T_F = -2^\circ\text{C}$, and $T_C = -4^\circ\text{C}$. In this exercise, a linear temperature dependence for the mobilities is used with $\alpha_T = 0.02/^\circ\text{C}$. The drop in electrical conductivity below the freezing point is due to the formation of ice.

From these relationships and definitions, it is also clear that the dimensionless number R is also the ratio between the normalized chargeability and the high-frequency surface conductivity. Note that when surface conductivity dominates the conductivity response, we have

$$\lim_{\sigma_s \gg \sigma_w / F} \frac{M_n}{\sigma_\infty} = \frac{\lambda}{B} = R \approx 0.09. \quad (7)$$

In order to complete the unification of the induced polarization theory in terms of relationships between its fundamental parameters, Revil, Coperey, et al. (2017) developed a quantitative relationship between the normalized chargeability and the quadrature conductivity (see also Börner, 1992; Van Voorhis et al., 1973). This relationship is not based on the dynamic Stern layer model but on the causality principle that can be used to consistently model the in-phase and quadrature conductivities. Assuming that the distribution of the relaxation times $h(\tau)$ is broad enough, the following linear relationship can be derived between the quadrature conductivity (measured at the geometric mean of two frequencies f_1 and f_2) and the normalized chargeability defined as the difference between the in-phase conductivity at frequency $f_2 > f_1$ and the in-phase conductivity at the frequency f_1 (see Appendix A in Revil, Coperey, et al., 2017)

$$\sigma''(\sqrt{f_1 f_2}) \approx -\frac{M_n(f_1, f_2)}{\alpha} = -\frac{\sigma'(f_2) - \sigma'(f_1)}{\alpha}. \quad (8)$$

Table 1
Relevant Petrophysical of Parameters of the Sample

Sample	Type	Porosity, ϕ (-)	CEC (meq/100 g)	Q_V (C/m ³)	θ_r (-)	Formation factor F (-)	σ_s (S/m)
AX	Clayey sand	0.418	7.5	2.67E+07	0.017	10.98	0.24
CW	Clayey soil	0.463	18.8	5.57E+07	0.034	8.37	0.30
ValT	Soil	0.38	5.3	2.21E+07	0.014	6.7	0.01
ValT2	Sandstone	0.02	1.15	1.44E+08	0.02	1434	$3.56 \cdot 10^{-4}$
Sd184	Fine sand	0.387	0.096	3.88E+05	0.0002	3.6	0.0096
S90M10	Clayey sand	0.47	4.2	1.21E+07	0.008	4.0	0.091
M100	montmorillonite	0.90	41.9	1.19E+07	0.007	4.3	0.166
COS	Granite	0.028	0.80	7.09E+07	0.028	499	$3.2 \cdot 10^{-5}$
MON	Granite	0.052	0.78	3.63E+07	0.023	3.282	$2.3 \cdot 10^{-4}$

Note. The formation factor and surface conductivity are determined with the pore water conductivities: 0.01, 0.1, 5.2, and 10.2 S/m for #Val.T sample and 0.026, 0.08, 0.9, and 5.2 S/m for #COS and #MON samples. ϕ denotes connected porosity (dimensionless), CEC is the cation exchange capacity in meq/100 g (= 963.20 C/kg), and F and σ_s denote the formation factor and the surface conductivity, respectively. For M100, the reported CEC is an average of two measurements. For Sd184, the CEC is an average of six measurements. The quantity Q_V denotes the charge per unit pore volume (see Appendix A) and is computed from the connected porosity and the CEC. The residual water content θ_r is determined from equations (A4) and (A5) of Appendix A and the value of the CEC and porosity.

Table 2
List of the Experiments Performed in the Present Study

Experiment	Material	Temperature range (°C)	σ_w (S/m)
#1	AX	+20/−10	0.8
#2	AX	+20/−15	0.05
#3	CW	+20/−10	0.8
#4	ValT	+20/−10	0.01
#5	ValT	+20/−15	0.1
#6	ValT	+20/−15	1.0
#7	Sd184	+20/−10	0.01
#8	S90M10	+20/−10	0.01
#9	M100	+20/−10	0.01
#10	COS	+20/−15	0.026
#11	MON	+20/−15	0.026
#12	ValT2	+20/−15	0.019

Note. The σ_w denotes pore water salinity at 25 °C. For the Experiments 1 to 4 and 5 to 9, we used NaCl solutions, whereas for the Experiments 4, 10, and 11, the samples were saturated with fresh water from the same sites of the samples.

The value of α is determined using Drake's model also called the constant phase model (see Börner, 1992; Van Voorhis et al., 1973, for some in-depth analysis of this model) and is given by

$$\alpha \approx \frac{2}{\pi} \ln(10^A), \quad (9)$$

where A is the number of decades separating high and low frequencies, for example, for two decades $f_2 = 100f_1$, $A = 2$ (see Revil, Coperey, et al., 2017, for details). Typically, α is on the order of 8–9 if we consider very low and very high frequencies used to define $M_n = \sigma_\infty - \sigma_0$ (e.g., 10 mHz and 10 kHz; e.g., Revil, Coperey, Deng, et al., 2018, $A = 6$ and $\alpha \approx 8.8$). If α is determined over two decades only (as done below between 10^{-2} and 1 Hz, i.e., $\alpha = 2.9$), it is therefore enough to use a correction factor of ~ 3 to determine in this situation the normalized chargeability that would be obtained by $M_n = \sigma_\infty - \sigma_0$.

We discuss now the temperature dependence of the complex conductivity above the freezing temperature (typically but not necessarily around 0 °C). Following Vinegar and Waxman (1984) and Revil, Coperey, et al.

(2017), the pore water conductivity and mobilities B and λ have all the following linear temperature dependence

$$\Theta(T) = \Theta(T_0)[1 + \alpha_T(T - T_0)], \quad (10)$$

where T_0 and T are the reference temperature ($T_0 = 25$ °C) and the temperature (°C); respectively, $\Theta(T)$ corresponds to $\sigma_w(T)$, $B(T)$, or $\lambda(T)$ and $\Theta(T_0)$ corresponds to the same property at T_0 ; and the sensitivity α_T is in the range 0.019–0.022/°C (e.g., Revil, Coperey, et al., 2017). According to equation A10 of Appendix A, the conductivity goes to zero at a temperature of -25 °C, remarkably close to the so-called eutectic temperature

T_E close to -21 °C for NaCl. Actually, the eutectic temperature is exactly predicted for $\alpha_T = 1/(T_E + T_0) = 0.0217/^\circ\text{C}$. Reaching the eutectic temperature leads to the simultaneous crystallization of ice and salt. In equation (10), the temperature dependence of the pore water conductivity is controlled by the temperature dependence of the ionic mobilities of the cations and anions. Taking equations (8) to (10) into equations (1) to (4), the temperature dependence of the complex conductivity (i.e., in-phase and quadrature conductivities) is therefore imposed by the thermal dependence of charge carrier mobilities.

An alternative expression in equation (10) is to use Arrhenius law (Ghorbani et al., 2018; Revil, Coperey, Mao, et al., 2018)

$$\Theta(T) = \Theta(T_0) \exp \left[-\frac{E_a}{k_b N} \left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_0} \right) \right], \quad (11)$$

where T and T_0 are expressed here in degree Kelvin (K; $T_0 = 298$ K, i.e., 25 °C), $k_b N = 8.314 \text{ J}\cdot\text{mol}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ (gas constant), $\Theta(T)$ and $\Theta(T_0)$ denotes the corresponding property at temperatures T and T_0 , respectively, and E_a is typically on the order of 16 kJ/Mol above 20 °C (e.g., Ghorbani et al., 2018). Murrmann (1973) found an activation energy of 18 kJ/Mol for the temperature range 15–20 °C, 22 kJ/Mol for the temperature range 0 to -4 °C and up to 40 kJ/Mol for the temperature range -10 to -15 °C.

The first point we address in this paper is to choose between equations (10) and (11). A comparison between the two expressions is shown in Figure 2. Usually in the temperature range comprised between the freezing temperature (-5 °C in the case shown in Figure 2) and 25 °C, both equation

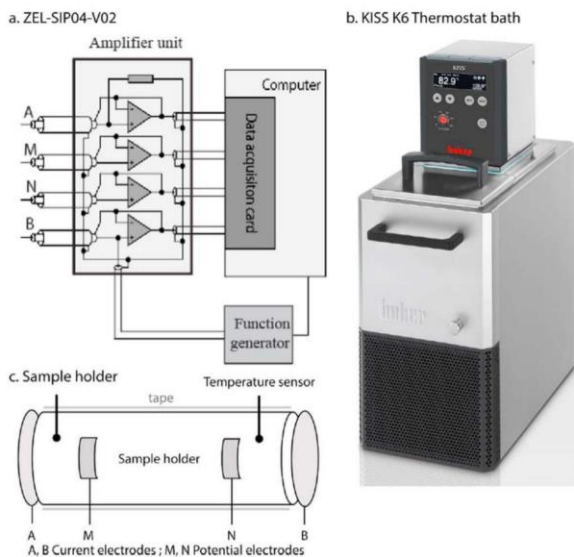


Figure 5. Equipment and sample holder. (a) Impedance meter ZEL-SIP04-V02 used for complex conductivity meter (see Zimmermann et al., 2008). (b) Thermostat bath KISS K6. Dimensions 210 × 400 × 546 mm, bath volume 4.5 L. (c) Sample holder for unconsolidated sample. Sample placed in centrifuged tub (diameter of ~ 2.5 cm, height of 9.0 cm). Film carbon electrodes are used for the ABMN electrodes.

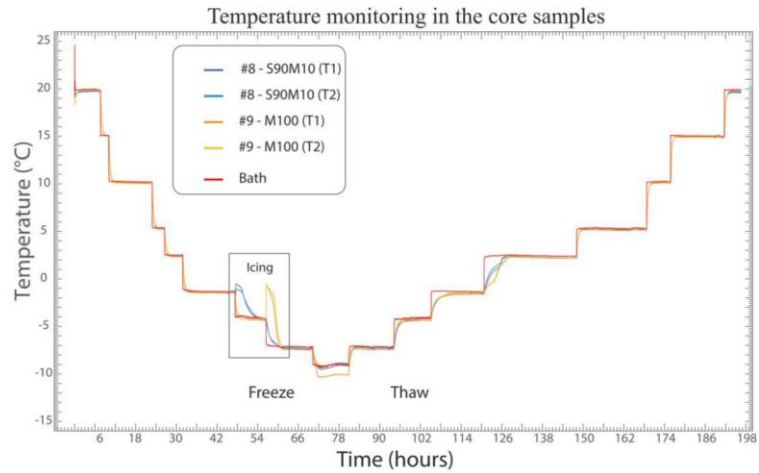


Figure 6. Temperature monitoring for Experiments #8 and #9 with samples S90M10 and M100 ($\sigma_w = 0.01$ S/m). We show temperatures from the two temperature sensors (called T1 and T2) for each sample. Temperature levels are 20, 15, 10, 5, 2, -2, -5, -8, and -10 °C. The peaks in the box named icing can be explained by the latent heat during freezing, which corresponds to an exothermic reaction. The 90% of sand sample start to freeze at a higher temperature by comparison with clay-rich materials, which freeze between -5 and -8 °C. The complex conductivity measurements are done once the sample has reached thermal equilibrium to minimize the effect of supercooling.

fit the data equally well. However, equation (10) does not require adapting the sensitivity coefficient α_T with the temperature to predict the eutectic temperature (at which conductivity would reach zero) while equation (11) would require an adjustment of the activation energy with the temperature.

2.2. Extension of the Dynamic Stern Layer Model in Freezing Conditions

In freezing conditions, we need also to model the effect of the phase change corresponding to the transformation between liquid water and ice in the connected pore space. Another complication is related to the segregation of the salt between the liquid pore water and the ice. We will

assume that the salt remains preferentially in the liquid water phase, and therefore, the conductivity of the pore water should be replaced by $\sigma_w \phi / \theta$, where θ denotes the water content (dimensionless) and σ_w is the pore water conductivity at saturation (and therefore at the initial salinity) with the brine used for saturating the porous material. Indeed, the solubility of salts in ice is extremely low if not negligible (Hobbs, 2010). Only for temperatures lower than the eutectic temperature (approximately -21 °C for NaCl), the ions can be trapped in the ice and complete freezing for the system NaCl/water is achieved.

Equations (2) to (4) need to show explicitly the dependence of the different properties with the water content. Assuming that the first and second Archie exponents are equal to each other, that is, $n = m$ (see Revil, 2013a) and assuming the segregation of the salt in the liquid water phase, these equations can be written as

$$\sigma_\infty = \theta^{m-1} (\phi \sigma_w + \rho_g B C E C), \quad (12)$$

$$\sigma_0 = \theta^{m-1} [\phi \sigma_w + \rho_g (B - \lambda) C E C], \quad (13)$$

$$M_n = \theta^{m-1} \rho_g \lambda C E C \quad (14)$$

Note that these equations are also valid above the freezing temperature for sample at partial or full saturation. In this last case (full saturated

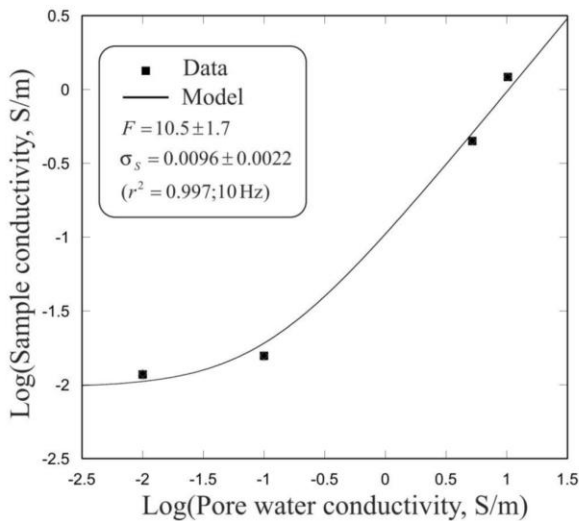


Figure 7. Determination of the formation factor and surface conductivity at room temperature (20 °C) using the conductivity of the sample plotted as a function of the conductivity of the pore water (NaCl, different salinities; see Table 2). The plain line corresponds to equation (21). Sample ValT at room temperature (~20 °C).

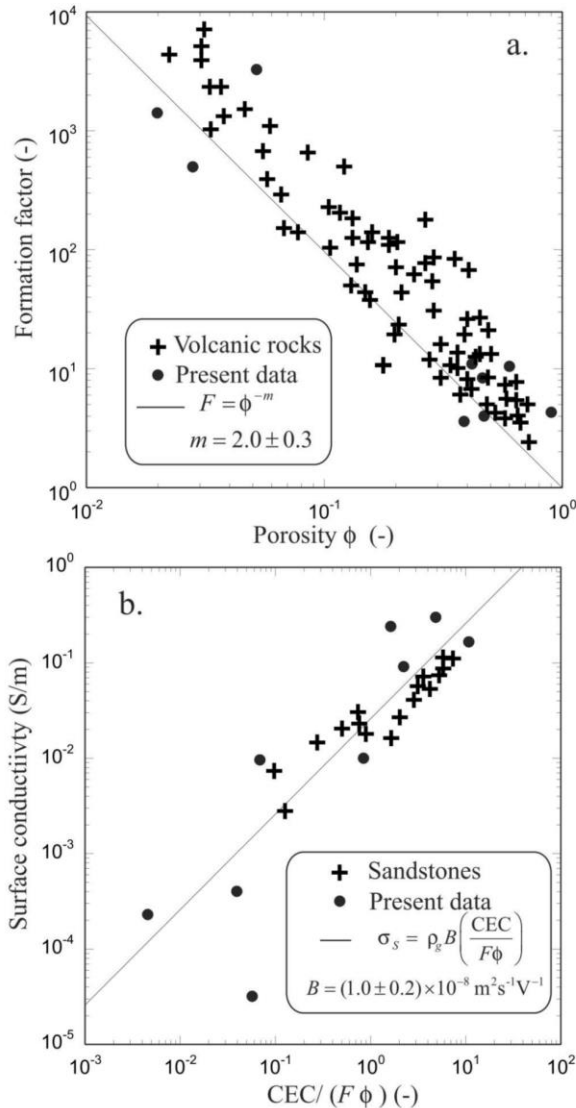


Figure 8. Analysis of the formation factor and surface conductivity. (a) Formation factor versus porosity used to check Archie's law, which is used to determine the porosity exponent m . The data are contrasted with the data from Ghorbani et al. (2018) using volcanic rocks showing that the data obey a power law relationship called Archie's law (Archie, 1942). (b) Surface conductivity versus the normalized CEC (i.e., corresponding to the ratio $CEC/F\phi$). The linear trend is used to determine the value of the mobility of the counterions in surface conductivity B . The fits (plain lines) are performed only on our data. For comparison, we also added tight sandstone data from the study performed by Revil, Coperey, Deng, et al. (2018). CEC = cation exchange capacity.

medium), porosity ϕ can be replaced by water content θ in these equations, while being consistent with equations (2)–(4). Below freezing conditions, the water content of the liquid water changes with the temperature according to a freezing curve (e.g., Amiri et al., 2018) also called in the literature the phase composition curve (unfrozen water content as a function of temperature). These freezing curves are typically assessed through nuclear magnetic (Nuclear Magnetic Resonance, NMR) measurements in freezing conditions (e.g., Watanabe & Mizoguchi, 2002). One freezing curve corresponds to the Gaussian soil freezing curve developed by McKenzie et al. (2007) and Amiri et al. (2018, their equation (14))

$$\theta(T) = \begin{cases} (\phi - \theta_r) \exp\left[-\left(\frac{T - T_F}{T_C}\right)^2\right] + \theta_r, & T \leq T_F \\ \phi, & T > T_F \end{cases}, \quad (15)$$

which has the advantage to require only three parameters, T_F (the liquidus or freezing point), T_C (a fitting parameter called a characteristic temperature similar to a characteristic time in relaxation phenomena), and θ_r the residual water content. In this equation, $\phi_m = \phi - \theta_r$ denotes the maximum volumetric ice content at low temperatures but still above the eutectic point. The effect of salt concentration upon the freezing temperature T_F can be determined from the empirical equation proposed by Potter et al. (1978).

The residual water content is dependent on the physicochemical properties of the soil such as specific surface area and surface charge density (e.g., Anderson & Tice, 1972). This relationship supports the hypothesis that the residual water content is formed essentially by a sorbed water film (bound water) at the interface between the ice and the surface of the mineral grains (Dash et al., 1995). Since the surface charge density of soils and porous media is rather constant and since the specific surface area is proportional to the CEC, we postulate that there should be a relationship between the residual water content and the CEC. The physics of this relationship is explored in details in Appendix A.

Equation (15) is chosen in such a way it provides a fully liquid water-saturated material at $T = T_F$ (for a low salinity pore water) and a residual pore water at low temperatures (typically below -10°C). The residual pore water disappears at the eutectic temperature. According to McKenzie et al. (2007), the freezing curve could be seen as an analogy to the capillary pressure curve (see Figure 3). In this case, we could use popular models developed to model the capillary pressure curve such as the Brooks and Corey model or the van Genuchten model (Brooks & Corey, 1964; Van Genuchten, 1980). As a matter of fact such power law has indeed been used in the literature as a freezing curve.

In Duvillard et al. (2018), we used an exponential function that provides a smoother transition (by comparison with the Gaussian or the Brooks and Corey models) between the unfrozen and frozen states and gives a better fit of the data. This function, quite similar to Equation (15), is given by

$$\theta(T) = \begin{cases} (\phi - \theta_r) \exp\left(-\frac{T - T_F}{T_C}\right) + \theta_r, & T \leq T_F \\ \phi, & T > T_F \end{cases}. \quad (16)$$

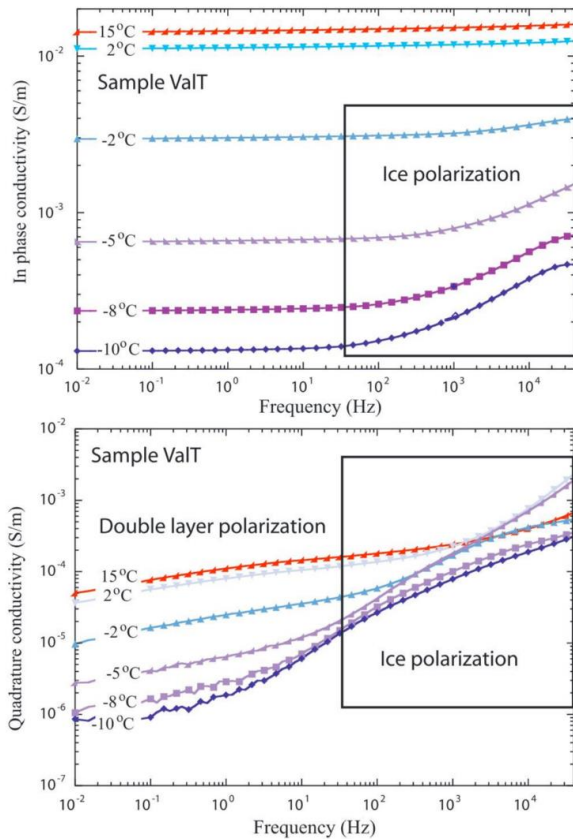


Figure 9. Complex conductivity spectra (in-phase and quadrature conductivity) at different equilibrium temperatures during freezing. Sample ValT, frequency range 10^{-2} Hz to 40 kHz. The data correspond to Experiment #4 (pore water conductivity at 25 °C, snowmelt, 0.01 S/m). The plain lines are just guides for the eyes.

wet Malvern laser scattering). Sample M100 corresponds to a green montmorillonite. Sample S90M10 is a mix of 90%(wt.) of pure silica sand (#Sd184) and 10%(wt.) of green montmorillonite (#M100). Sample ValT corresponds to a soil from Thorens rock glacier (Vanoise massif) in the French Alps. Sample ValT2 is a metamorphized sandstone containing graphite from the same site. Samples COS (granite) and MON (metamorphic granite) are relatively fresh hard rock samples collected at Refuge des Cosmiques and Aiguille des Grands Montets, respectively, in the Mont Blanc massif in the French Alps. The main petrophysical characteristics of these samples are summarized in Table 1.

A total of 12 experiments was performed using different pore water conductivities: $\sigma_w(25\text{ °C}) = 0.01, 0.026, 0.05, 0.1, 0.8, 1.0$ S/m (see details in Table 2). Experiments 4, 10, and 11 were done with water from snow melt collected on the massif of the core sample in the French Alps. For Experiments 1 to 3 and 5 to 9, we prepared NaCl brine solutions (adding dry NaCl salt to demineralized water). Experiments 1, 2, and 4 to 6 were done at different water conductivities in order to identify its impact of salinity upon induced polarization measurements and on phase change.

3.2. Complex Conductivity Measurements Versus Temperature

The samples were first dried during 24 hr at about 50 °C and then saturated under vacuum with the solutions (see Woodruff et al., 2014, for a detail of this procedure). The samples were left at least 1 month in the solution in order to reach complete equilibrium. The water conductivity was measured regularly until stabilized

We call this function the exponential freezing curve function below. With the previous assumptions and assuming furthermore that m is close to 2 (as checked below), the electrical conductivities and normalized chargeability are given from equations (12) to (14) by

$$\sigma_{\infty} = \theta(T) [\phi\sigma_w(T) + \rho_g B(T)CEC], \quad (17)$$

$$\sigma_0 = \theta(T) \{ \phi\sigma_w(T) + \rho_g [B(T) - \lambda(T)]CEC \}, \quad (18)$$

$$M_n = \theta(T)\rho_g\lambda(T)CEC, \quad (19)$$

and a similar equation can be obtained for the quadrature conductivity,

$$\sigma'' = -\theta(T)\frac{\rho_g\lambda(T)}{\alpha}CEC, \quad (20)$$

where α is on the order of 8–9 (see section 2.1. above). In this model, we do not account for another polarization mechanism associated with the polarization of the ice itself. We will show later that the polarization of ice may actually happen but at higher frequencies (above 10–100 Hz, for more details about the polarization or dielectric characteristics of ice; Buchanan et al., 2011; Ingham et al., 2012; O'Sadnick et al., 2016).

Figure 4 shows the type of curve expected for different values of the CEC of the material. Note the break in the slope of the trends through the freezing temperature. We will see later that experimental data exhibit such behaviors.

3. Material and Methods

3.1. Samples and Experiments

We selected nine samples of different lithologies including soils and hard rocks in order to characterize the dependence of their complex conductivity with respect to temperature. Samples AX and CW are two soils from the Walcheren peninsula (Netherlands). Sample AX is a fine sand, while CW is very clayey soil (both described in Revil, Coperey, et al., 2017, at room temperature). Sd184 denotes a pure silica sand with a unimodal grain size distribution (mean grain diameter of 184 μm , measured by

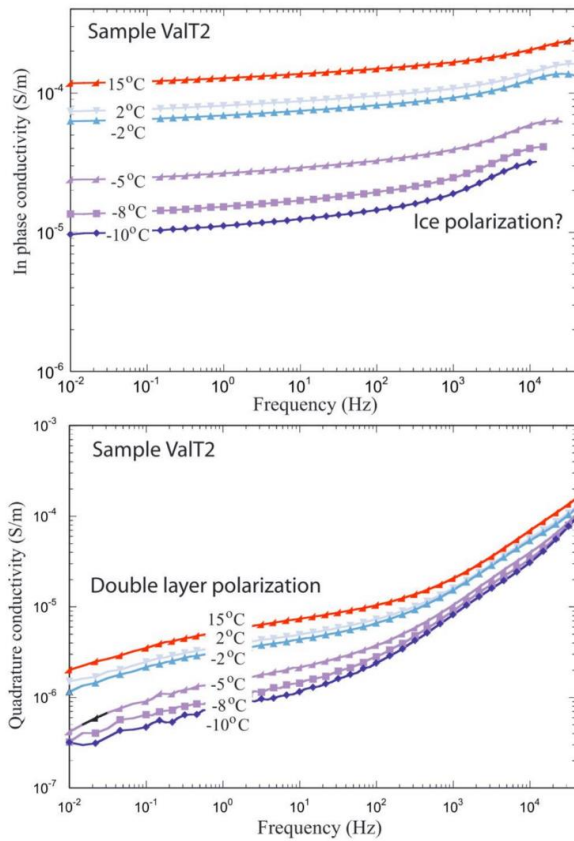


Figure 10. Complex conductivity spectra (in-phase and quadrature conductivity) at different equilibrium temperatures during freezing. Sample ValT2, frequency range 10^{-2} Hz to 40 kHz. The plain lines are just guides for the eyes. This data set corresponds to Experiment #12 (pore water conductivity at 25 °C, NaCl, 0.019 S/m).

values were reached. For Experiments 1, 2, and 4 to 6 (performed with different pore water salinities; see Table 2), the change of salinity used was realized by diffusion over several weeks.

Complex conductivity measurements were performed with the four electrodes method, that is, separating the current electrodes (A and B) and the potential electrodes (M and N; see Figure 5). For the experiments with soil or sand clay mixes, we put each sample in a tube whose diameter is 2.5 cm and height is 9 cm (see Figure 5). The two potential electrodes M and N are localized on the surface of the tube and are separated by a distance of ~5 cm. At the end faces of the tube, we place the two current electrodes A and B. The electrodes and samples are sealed to avoid pore water leaks during the course of the experiment. In our experiment, we impose the difference of voltage between electrodes A and B and the instrument can drive very small current to cross the core sample. Regarding the voltage electrodes M and N, it is important to consider that the input impedance of the voltmeter used to measure the difference of voltage between these two electrodes should be always 10 times higher than the impedance of the core sample between the two electrodes. We checked that this is always the case here.

For the three rocks COS, MON, and ValT2, the potential electrodes are attached on the external sides of the cubic samples. This side is covered with insulating tape except at the position of the electrodes M and N where two small windows allow the electrodes to physically contact the rock. The current electrodes A and B are fixed at the end faces of the core sample (see Ghorbani et al., 2018, for details). We use medical film carbon electrodes because (i) their contact resistance is low, that is, less than 10 k Ω , (ii) we checked that they are electrically and chemically stable over the duration of the experiments (several weeks), and (iii) the film does not deteriorate when the freezing point is reached and at lower temperatures. We tested some Ag/AgCl₂ electrodes, but after few days, their contact resistance goes up and the film physically and chemically deteriorates during the course of the experiments.

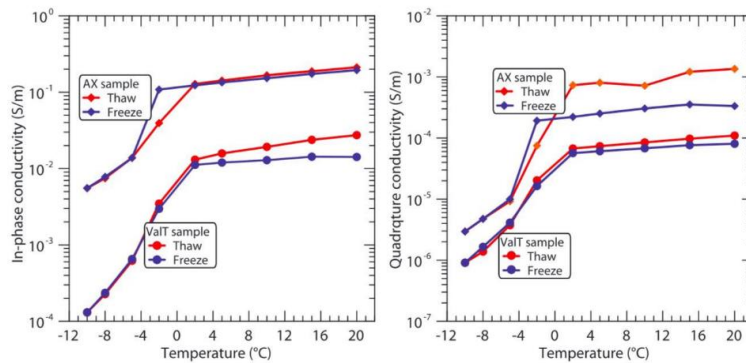


Figure 11. Hysteresis phenomena for Experiments #1 (sample AX) and #4 (sample ValT) during freeze and thaw. We start the measurements at 20 °C and then we decrease the temperature down to the lowest temperature. Then we go up to the started temperature again. The in-phase and the quadrature conductivity are here reported at 1 Hz for samples AX ($\sigma_w = 0.8$ S/m) and ValT ($\sigma_w = 0.01$ S/m) during freeze and thaw. Experiment #4 exhibits weak hysteresis, while Experiment #1 exhibits a stronger hysteric behavior. This phenomenon can be explained by a change in the micro-structure of the core sample.

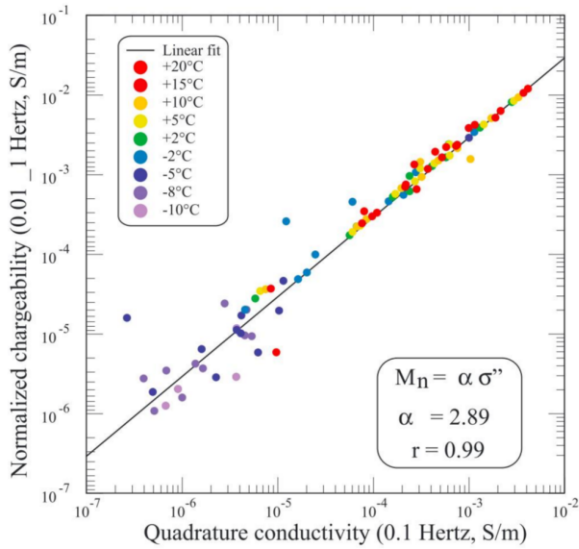


Figure 12. Comparison between the normalized chargeability (here defined as the difference of the in-phase conductivity between two frequencies 10⁻² and 1.0 Hz) and the quadrature conductivity at the geometric mean frequency (0.1 Hz). The scatter observed in the data at low temperature is due to the increased difficulty in measuring a smaller polarization when temperature decreases.

Complex conductivity measurements are carried out with a high precision impedance analyzer ZEL-SIP04-V02, built by Zimmermann et al. (2008; see Figure 5). Resistance and phase shift are measured in the frequency range of 0.01 to 45 kHz. Precision on phase shift is ~0.1–0.2 mrad below 1 kHz (see Woodruff et al., 2014, for some benchmarks). The acquisition of a complete spectrum (at one temperature) takes approximately 20 min using two periods for each frequency. Besides, the measurements at 1 Hz are regularly repeated during the acquisition in order to check the (thermal) stability of the sample and the repeatability of the measurements. The impedance is converted to the complex conductivity components using a geometrical factor K (m⁻¹). Geometrical factor depends of the geometry of the electrodes and boundary conditions for the cylindrical and cubic core samples and expressed by $K = L/A$ where A (m²) denotes the surface area of the current electrodes and L (m) the distance between the potential electrodes M and N .

The samples were put in a bag and immersed in a thermally controlled bath (Kiss K6 from Huber; see Figure 5). The temperature of the bath is regulated with a precision of 0.1 °C and the heat carrying fluid in the tank is monoethylene glycol. We performed complex conductivity measurements before and after putting the sample in the thermal bath in order to be sure that there was no electrical short circuit or leak in the bag and that the thermal bath did not affect the measurements. Most of the measurements were done at an imposed voltage of 1.0 volt between electrodes A and B for unconsolidated samples and 0.5 volts for the hard rocks.

We investigate the complex conductivity spectra over the temperature range of +20 °C to –10 °C to –15 °C (see Table 2 and Figure 6). In order to characterize hysteresis, measurements were made from positive to negative temperatures and then from negative to positive temperatures (see Figure 6). A complete

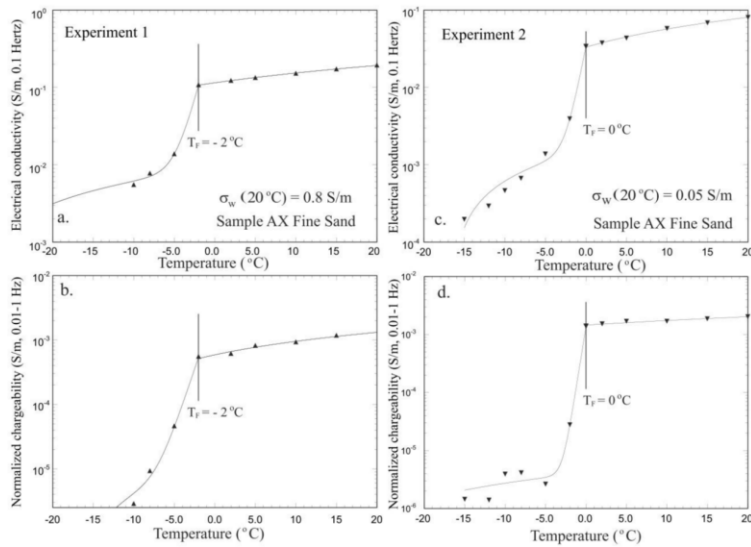


Figure 13. Evolution of the conductivity and normalized chargeability as a function of the temperature. (a) Experiment 1. Electrical conductivity (soil freezing curve, equation (16)). (b) Experiment 1. Normalized chargeability (soil freezing curve, equation (16)). Evolution of the conductivity and normalized chargeability as a function of the temperature. (c) Experiment 2. Electrical conductivity (soil freezing curve, equation (16)). (d) Normalized chargeability (soil freezing curve, equation 16).

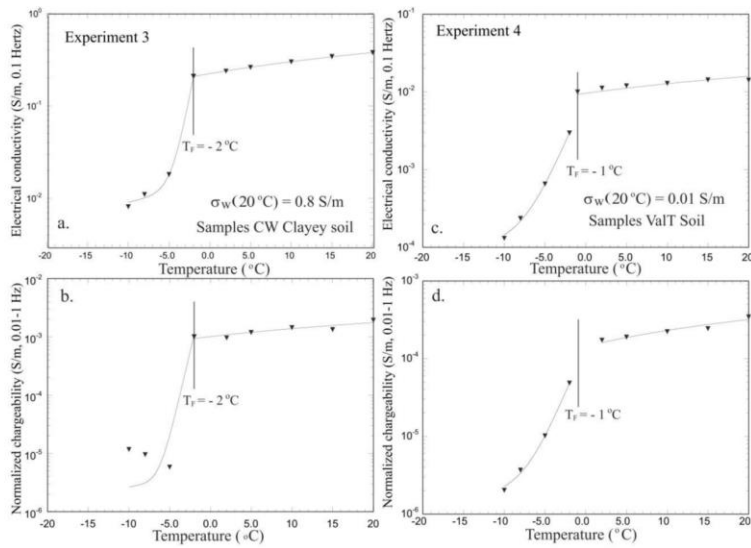


Figure 14. Evolution of the conductivity and normalized chargeability as a function of the temperature. (a) Experiment 3. Electrical conductivity (soil freezing curve, equation (16)). (b) Experiment 3. Normalized chargeability (soil freezing curve, equation (16)). (c) Experiment 4. Electrical conductivity (soil freezing curve, equation (16)). (d) Experiment 4. Normalized chargeability (soil freezing curve, equation (16)).

experiment takes about 200 hr. At each level of temperature, we let enough time (several hours) for the temperature of the sample to stabilize. We check thermal state of sample thanks to temperature sensors (see Figure 6). For each experiment, sample and bath temperatures were recorded every minute with varnish thermocouples in contact with the core sample and one sensor in the bath. We use K thermocouples and a data logger CR1000 from Campbell scientific. The accuracy of the absolute temperature measurement

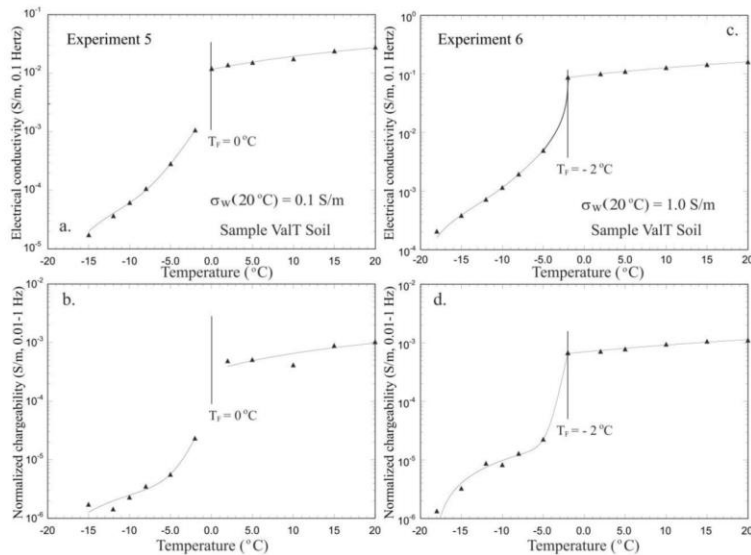


Figure 15. Evolution of the conductivity and normalized chargeability as a function of the temperature. (a) Experiment 5. Electrical conductivity (soil freezing curve, equation (16)). (b) Experiment 5. Normalized chargeability (soil freezing curve, equation (16)). (c) Experiment 6. Electrical conductivity (soil freezing curve, equation (16)). (d) Experiment 6. Normalized chargeability (soil freezing curve, equation (16)).

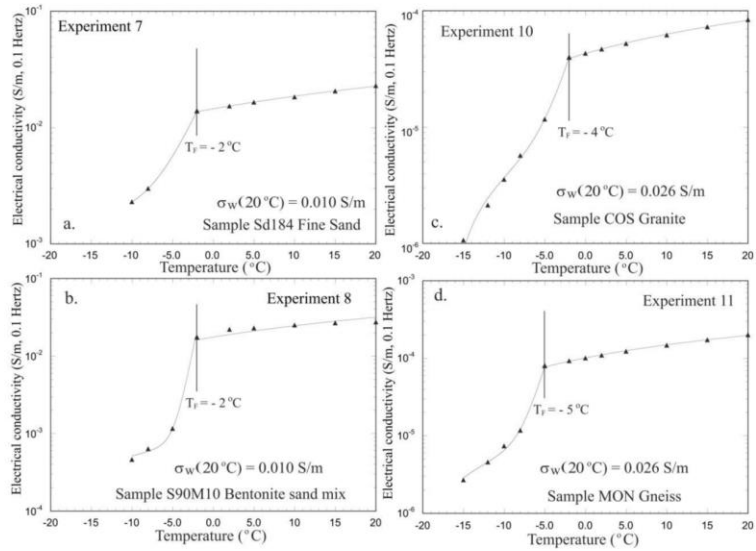


Figure 16. Evolution of the conductivity as a function of the temperature. (a) Electrical conductivity (Experiment 7, soil freezing curve, equation (16)). (b) Electrical conductivity (Experiment 8, soil freezing curve, equation (16)). The variation in electrical conductivity by 1.5 decade between the freezing temperature and -16°C is consistent with Figure 1 in Hoekstra and McNeill (1973). (c) Electrical conductivity (Experiment 10, soil freezing curve, equation (16)). (d) Electrical conductivity (Experiment 11, soil freezing curve, equation 16).

can be estimated at 0.5°C . In order to avoid noise during the measurements, we stop and disconnect the system of temperature monitoring during the acquisition.

3.3. Formation Factor and Surface Conductivity Above the Freezing Point

The electrical conductivity of the rock samples was first measured at different pore water conductivities σ_w at room temperature (20°C). The solutions were prepared with pure dehydrated NaCl crystals and demineralized pore water. The conductivity versus the pore water conductivity plots (e.g., see an example in Figure 7) is used to determine the intrinsic formation factor F and surface conductivity σ_s by fitting the data to the equation

$$\sigma = \frac{1}{F} \sigma_w + \sigma_s. \quad (21)$$

The values of the formation factor F and surface conductivities σ_s are reported in Table 1.

We also determined the connected porosity ϕ (dimensionless) and the mass density ρ (kg/m^3) using the mass of the saturated material and its volume. The grain density ρ_s is assumed to be equal to $2,650 \text{ kg}/\text{m}^3$. The measurement of the CEC was determined by the Hexamine cobalt (III) chloride method (Aran et al., 2008; Ciesielski et al., 1997). This technique measures the absorbance of solution (at 472 nm) with a calibrated spectrophotometer. The orange color of the Hexamine cobalt (III) chloride solution becomes weaker when cobalt gets sorbed on the surface of mineral (mainly the clay minerals due to their much higher specific surface area). Traditionally, the CEC unit is given in $\text{meq}/100 \text{ g}$ (see Table 1) and the conversion to the international system of units is $1 \text{ meq}/100 \text{ g} = 963.20 \text{ C}/\text{kg}$.

In Figure 8a, we plot the (intrinsic) formation factor of the core samples versus their (connected) porosity. We see that the data can be fitted by Archie's law (Archie, 1942) with a cementation exponent $m = 2$. In Figure 8b, we plot the surface conductivity of the material (determined at high frequency of 10 Hz) as a function of the CEC normalized by the tortuosity given by the product $F\phi$. The data agree with the prediction of the dynamic Stern layer model (see equation (5)). The slope of the trend can be used to determine the value of the mobility B at room temperature ($\sim 20^{\circ}\text{C}$). This value agrees with those derived in our previous studies (e.g., Ghorbani et al., 2018, and references therein).

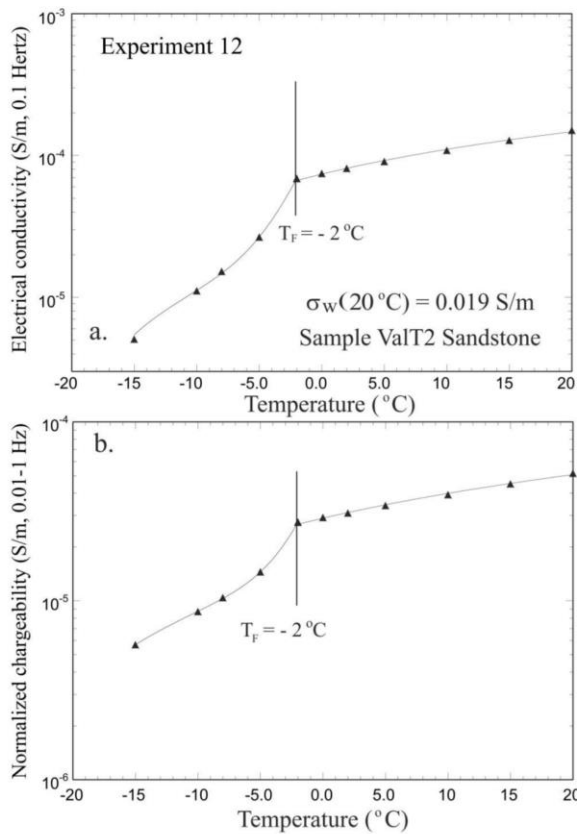


Figure 17. Evolution of the conductivity as a function of the temperature. Experiment 12. (a) Electrical conductivity (soil freezing curve, equation (16)). (b) Normalized chargeability (soil freezing curve, equation (16)).

4. Results

4.1. Complex Conductivity Spectra

Figures 9 and 10 show complex conductivity spectra between 10^{-2} Hz and 40 kHz at different selected equilibrium temperatures (not all the collected data are shown on these plots). We observe that both the in-phase conductivity and the magnitude of the quadrature conductivity decrease with the decrease of the temperature. In agreement with what is shown in Figure 4, there is a sharp decrease of the magnitude of the two component of the complex conductivity below the freezing temperature, which is not necessarily equal to 0°C . Figure 9 exhibits another potential polarization mechanism at high frequencies and that could be associated with the polarization of ice (Bjerrum, 1952). In this paper, we will not discuss further this mechanism, which would require the development of a specific polarization model. We will focus instead on the frequency band 10^{-2} –10 Hz, which is also classically the frequency band used in the field in time domain (galvanometric) induced polarization. An example of variation of the in-phase and quadrature conductivities at a given frequency (1 Hz) is shown in Figure 11. Hysteresis is likely due the different distribution of the liquid pore water during icing and thaw. The curves look like those predicted in Figure 4. The data show some small hysteretic behavior around the freezing temperature. Since our model does not capture yet such hysteresis, we will focus on the freezing curves below.

4.2. Normalized Chargeability and Quadrature Conductivity

Before going to a comparison between our model and the data, we first focus on the relationship between the quadrature conductivity and the normalized chargeability. The normalized chargeability measures the dispersion of the in-phase conductivity curve. In Figure 12, we plot the normalized chargeability (here defined as the difference of the in-phase conductivity between two frequencies 10^{-2} and 1.0 Hz) and the quadrature conductivity at the geometric mean frequency of 0.1 Hz. We see a high degree of correlation between the two parameters whatever the temperature including for temperatures below the freezing point. Therefore, the normalized chargeability can be taken as a proxy of the quadrature conductivity (or vice versa). By applying equation (8), the model predicts a slope given by $\alpha \approx (2/\pi) \ln 10^2 = 2.93$, which is very close to the observed value of the slope (2.89).

Table 3
List of the Optimized Parameters for the In-Phase Conductivity

Experiment	$\sigma'(T_0)$	α_T	E_a	$\sigma_r(-10^\circ\text{C})$	θ_r	T_c
#1	0.212	0.018	17,130	0.0061	0.03	-1.13 ± 0.09
#2	0.093	0.026	28,187	0.0014	0.02	-0.83 ± 0.03
#3	0.417	0.019	17,503	0.0089	0.03	-0.93 ± 0.03
#4	0.016	0.019	10,595	0.0001	0.01	-1.89 ± 0.08
#5	0.031	0.025	27,819	0.0002	0.008	-2.14 ± 0.16
#6	0.178	0.019	17,972	0.0010	0.009	-2.96 ± 0.13
#7	0.025	0.017	14,983	0.0006	0.025	-2.69 ± 0.08
#8	0.035	0.020	6,914	0.0006	0.023	-0.82 ± 0.04
#9	0.296	0.019	19,078	0.0007	0.006	-1.04 ± 0.24
#10	9.28×10^{-5}	0.022	22,097	7.84×10^{-6}	0.006	-2.02 ± 0.11
#11	2.20×10^{-4}	0.021	23,272	8.77×10^{-6}	0.006	-1.31 ± 0.20
#12	1.17×10^{-4}	0.022	23,194	1.67×10^{-5}	0.004	-2.28 ± 0.11

Note. The conductivity $\sigma(T_0)$ and the residual conductivity $\sigma_r(-10^\circ\text{C})$ are reported in Siemens per meter. The sensitivity coefficient α_T is expressed in per degree Celsius, the activation energy E_a in kilojoule per mole, and the residual water content θ_r is dimensionless. Both α_T and E_a are determined above the freezing condition using the linear and Arrhenius models, respectively.

Table 4
List the Optimized Parameters for the Normalized Chargeability

Experiment	$M_n(T_0)$	α_T	E_a	T_c
#1	1.5×10^{-3}	0.024	26213	-1.25 ± 0.05
#2	7.4×10^{-6}	0.025	10916	-0.50 ± 0.01
#3	1.9×10^{-3}	0.019	19178	-0.74 ± 0.46
#4	3.6×10^{-4}	0.024	25885	-1.82 ± 0.08
#5	1.1×10^{-3}	0.028	35052	-1.47 ± 0.23
#6	1.2×10^{-3}	0.018	16120	-0.69 ± 0.04
#7	-	-	-	-
#8	-	-	-	-
#9	-	-	18327	-
#10	-	-	-	-
#11	-	-	-	-
#12	5.6×10^{-5}	0.019	18933	-2.19 ± 0.05

Note. The normalized chargeability $M_n(T_0)$ is reported in Siemens per meter. The sensitivity coefficient α_T is expressed in degrees Celsius.

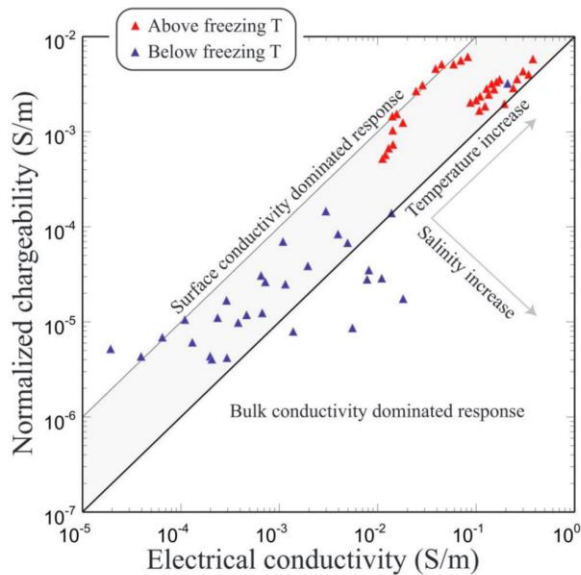


Figure 18. Comparison between the normalized chargeability versus the conductivity for the samples used in this study with the exception of sample ValT2, which is rich in graphite. We consider the full temperature range. The normalized chargeability is here the normalized chargeability determined over two decades times a correction factor of 3 (as explained in the main text) in order to have the total normalized chargeability from DC to high frequency conditions. The upper line corresponds to the limiting case for which surface conductivity dominates the conductivity response and therefore $M_n/\sigma_\infty = R \approx 0.10$. The lower line would correspond to the limit for which the bulk conductivity starts to dominate the conductivity response (the gray band corresponds to the area where surface conductivity dominates the conductivity response). All the points above the upper line can only be explained by the presence of metallic particles (such as graphite) in the porous material (in the present case the sandstone from Val Thorens). The domain corresponding to the bulk conductivity-dominated response contains data with materials of low cation exchange capacity and/or high salinity. Blue: data below the freezing temperature. Red: Data above the freezing temperature.

4.3. Conductivity and Normalized Chargeability Versus Temperature Above Freezing Point

The conductivity (at 0.1 Hz) and normalized chargeability (between 0.01 and 1.0 Hz) are reported as a function of the temperature in Figures 13–17 for the 12 experiments performed in this study. Above the freezing temperature (typically between 0 and -5°C), the conductivity and normalized chargeability increases slightly with the temperature in agreement with

$$\sigma'(T) = \sigma'(T_0)[1 + \alpha(T - T_0)], \quad (22)$$

$$M_n(T) = M_n(T_0)[1 + \alpha(T - T_0)]. \quad (23)$$

We obtain $\alpha_T = 0.019 \pm 0.01$ for the in-phase conductivity data and $\alpha_T = 0.021 \pm 0.01$ for the normalized chargeability data. These values are in agreement with the values discussed in section 2 above, especially the value predicting correctly the eutectic temperature ($\alpha_T = 0.0217$). Similarly, the same data are equally well fitted with Arrhenius's law. The corresponding activation energies are reported in Tables 3 and 4. The average value of the activation energy E_a is $18,500 \pm 2,000$ kJ/Mol for the electrical conductivity and $19,100 \pm 2,600$ kJ/Mol for the normalized chargeability. The extrapolation of Arrhenius's law at very low temperature would not predict the eutectic temperature unless the activation energy is adjusted. Therefore, we will prefer below the linear temperature correction discussed in section 2 above.

4.4. Conductivity and Normalized Chargeability Versus Temperature Below Freezing Point

Figures 13–17 show the fit of the data for the conductivity and the normalized chargeability as a function of the temperature by combining the Gaussian freezing curve for the water content with the linear model for the temperature dependence of the mobilities. We see that the model fit the data well. The fitting parameters are reported in Tables 3 and 4. We have tried to plot the residual porosity obtained by fitting the conductivity and normalized chargeability curves to the values determined from the CEC (Appendix A and Table 1). Despite the fact that the ranges of values are the same, we could not find a linear correlation between the two quantities.

In Figure 18, we plot the normalized chargeability as a function of the conductivity. From equations (17) and (19), the slope of the trend is independent of temperature (since $\Theta(T)$ cancel each over) and is given by

$$\frac{M_n}{\sigma_\infty} = \frac{\rho_g \lambda(T_0) \text{CEC}}{\phi \sigma_w(T_0) + \rho_g B(T_0) \text{CEC}}. \quad (24)$$

Indeed $\lambda(T)$, $B(T)$, and $\sigma_w(T)$ have all the same temperature dependences. Two things emerge from equation (24). The first is that at a given salinity, this slope is constant and independent of temperature. This explains the linear trends in the data observed in Figure 18. If salinity increases, the

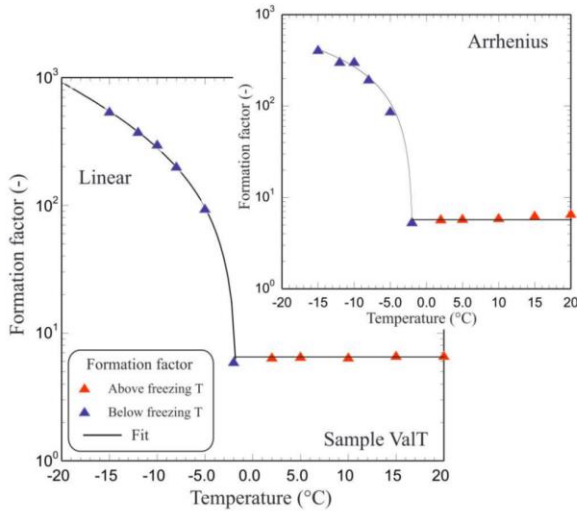


Figure 19. Evolution of the formation factor as a function of the equilibrium temperature (from Experiments 4, 5, and 6, sample ValT). The change below the freezing temperature reflects the change in the water content of the material (fit with an exponential decay function). Insert: Same work using an Arrhenius law with an activation energy of 23 kJ/Mol to determine the conductivity of the pore water between +20 °C and -12 °C. Using equation (B6) of Appendix A, we obtain $T_F = -2$ °C, $\beta = 63$ °C, and $F_r = 2202$.

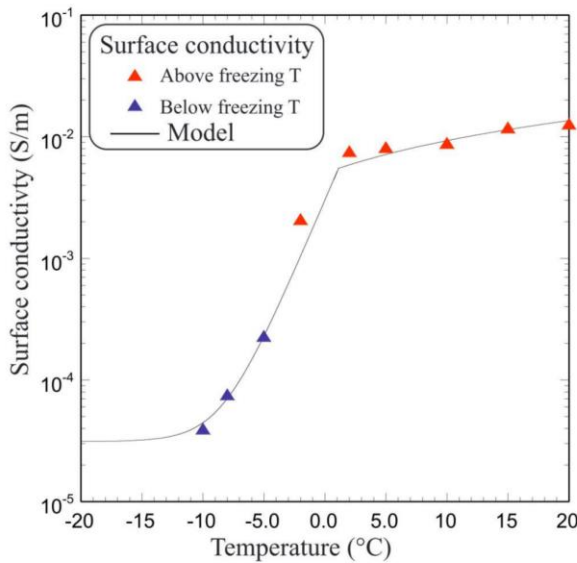


Figure 20. Evolution of the surface conductivity as a function of the equilibrium temperature (determined from Experiments 4, 5, and 6, sample ValT). The result is independent of the choice of the conductivity function (linear or Arrhenius) for the conductivity of the pore water. The change below the freezing temperature reflects the change in the water content of the material. The fit below the freezing temperature is obtained with an exponential growth curve. If the data above the freezing temperature are fitted with a linear model, the sensitivity coefficient is $\alpha_T = 0.027 \pm 0.003/^\circ\text{C}$ ($r^2 = 0.87$). If we use an Arrhenius equation instead, we obtain an activation energy of $E_a = 29 \pm 8$ kJ/Mol ($r^2 = 0.81$).

slope decreases. At low salinities, there is a unique trend corresponding to the surface conductivity case given by

$$\lim_{\sigma_w(T_0) \rightarrow 0} \left(\frac{M_n}{\sigma_\infty} \right) = \frac{\lambda(T_0)}{B(T_0)} = R = 0.09. \quad (25)$$

This trend is clearly identified in Figure 18 (upper line labelled “surface conductivity dominated response”). The only data that are above this line correspond to the graphitic sandstone ValT2 (not shown on the plot).

We can go one step further and determine the formation factor and surface conductivity as a function of the temperature taking advantage of Experiments 4, 5, and 6, which are performed with the same core sample (ValT) at three different salinities. The conductivities of the pore water have been measured at 20 °C and then extrapolated at nine other temperatures using either equation (10) (linear model) or equation (11). Then at each temperature, we plot the conductivity of the rock sample as a function of the conductivity of the pore water. We fit equation (B1) to the data to determine at each temperature $F(\theta)$ and $\sigma_s(\theta)$. The results are shown in Figures 19 and 20, respectively. We observe that the surface conductivity does not depend on the model used to compute the conductivity of the pore water. There is however a small difference for the formation factors.

The formation factor is constant above the freezing temperature and sharply decreases below this temperature. For the data obtained with the Arrhenius equation for the pore water conductivities, the formation factors can be fitted by equation (B6) of Appendix B, which can be used to determine the residual formation factor associated with the residual pore water content. In the case where the salt remains in the residual pore water, this residual formation factor is connected to the residual water content by

$$F_r = \frac{1}{\phi \theta_r}. \quad (26)$$

For the soil sample, its porosity is $\phi = 0.39$, the residual formation factor is $F_r = 2,202$ and therefore, the residual water content is determined to be $\theta_r = 1 \times 10^{-3}$.

For the surface conductivity, the data above the freezing temperature can be fitted with a linear model (equation (10)) with $\alpha_T = 0.027 \pm 0.003$ ($r^2 = 0.87$) or Arrhenius equation (equation (11)) and we obtain an activation energy of $E_a = 29 \pm 8$ kJ/Mol ($r^2 = 0.81$). We can also check that the data and the model are consistent by plotting the normalized chargeability data as a function of the surface conductivity values. The results, shown in Figure 21, indicate indeed that the experimental data and the model are completely consistent since the expected slope of the linear trend is equal to $R = 0.10$.

In Figure 22, we plot the product of the apparent formation factor by the surface conductivity. According to Appendix B this product is given by

$$F(\theta)\sigma_s(\theta) = \frac{\rho_g B C E C}{\phi}. \quad (27)$$

It follows that this product is independent of the water content and depends only on the temperature through the dependence of $B(T)$ with

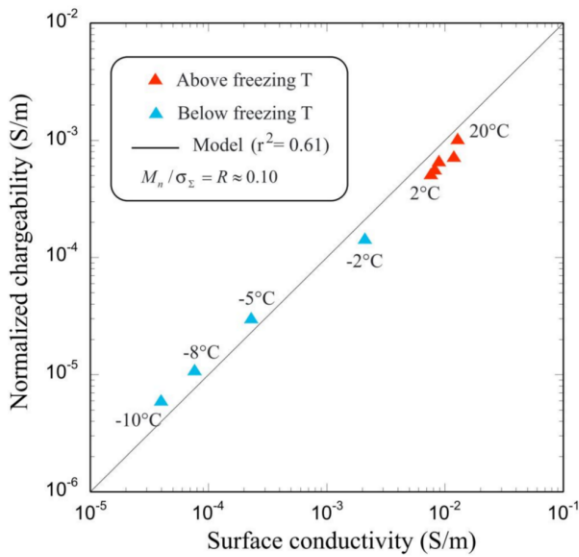


Figure 21. Comparison between the normalized chargeability versus the surface conductivity for sample ValT. We consider the full temperature range. The normalized chargeability is here the normalized chargeability determined over two decades times a correction factor of 3 (as explained in the main text) in order to have the total normalized chargeability from DC to high-frequency conditions. The dynamic Stern layer model predicts that the ration between these two quantities is given by $M_n/\sigma_s = R \approx 0.10$, which is in perfect agreement with the data.

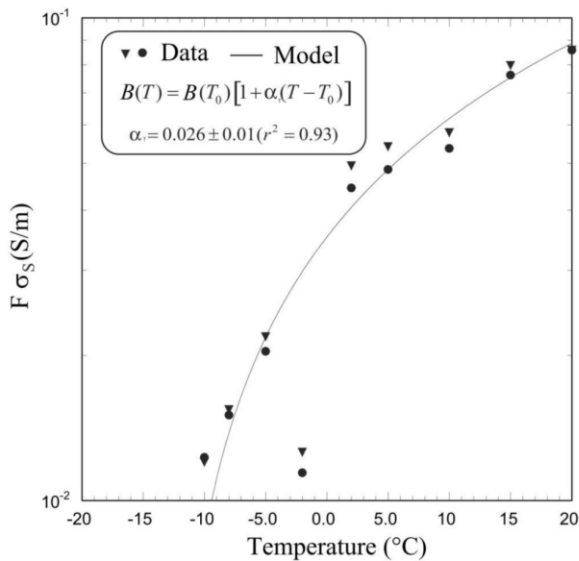


Figure 22. Product of the formation factor by the surface conductivity (determined from Experiments 4, 5 and 6, sample ValT, filled circle: determined from the linear law for the pore water conductivity, filled triangles: determined from the Arrhenius law). This product should depend only on the dependence of the ionic mobility with the temperature. It is fitted here with equation (10) (linear temperature dependence). If we use equation (11) instead (Arrhenius law), the fit is not as good ($r^2 = 0.89$ instead of 0.92).

T . We see in Figure 22 that the data are well fitted by the linear model (equation (9)) with $\alpha_T = 0.026 \pm 0.001/^\circ\text{C}$ with a fitting coefficient $r^2 = 0.92$ (Arrhenius law leads to $E_a = 35$ kJ/Mol with a smaller regression coefficient $r^2 = 0.89$). We conclude that the linear equation (10) appears perhaps as a better tool to assess the temperature of the mobilities with temperature than the Arrhenius equation. Finally, in Figure 23, we use equation (26) to compute the water content as a function of the temperature. We check that above the freezing point, the water content equals the porosity. Below the freezing point, the water content can be fitted with equation (16).

5. Discussion

The model developed in this paper should only be considered as a preliminary step in modeling induced polarization processes in frozen porous media. First, we have assumed a very simple complex conductivity model in which bulk and surface conductivities act in parallel. We know that when conductivity is restricted to the interface between the mineral surface and the pore space, the tortuosity for conduction current is larger than the tortuosity of the bulk pore space (see recently Revil, Soueid Ahmed, et al., 2018). This change in tortuosity is not accounted for in the electrical conductivity model we used.

It would be interesting as well to consider the microscopic process of ice formation in porous media and the role of the pore size distribution, specific surface area, and salt concentration and to upscale the process to an elementary volume of porous material. This would allow a better understanding of the freezing curve. In turn, experiments that would be done measuring jointly the NMR and complex conductivity could be used to discriminate between different models and to get a better understanding of the freezing process and its impact on the electrical properties of freezing porous materials. Similarly, this could offer a better way to characterize hysteresis during freeze and thaw and to understand how complex conductivity could be better used to monitor hysteresis.

In this paper, we have not tried to model the permeability evolution of the material undergoing freezing. In principle, a unified transport model would propose a relative permeability model combined with the freezing curve for the water content. Since induced polarization is sensitive to permeability (Revil et al., 2015), it would be interesting to see if this method could be used to determine the relative permeability in freezing conditions. In addition, another electrical method called the streaming potential method can be used to assess rock flow properties of frozen media and snow (e.g., Kulesa et al., 2012).

Another topic worth discussing is the use of the present results for field conditions. The model we have developed can be used in concert with numerical modeling of the temperature/water content evolutions during freeze and thaw (e.g., Amiri et al., 2018; McKenzie et al., 2007). These approaches can be used to predict the complex conductivity response in field conditions and to use geophysical time lapse tomography to infer the temperature as a function of space and time. Since in frozen rocks, temperature can be important to understand the hydromechanical properties of the rock/ice mixture (see Krautblatter et al., 2012, 2013; Magnin et al., 2015), time lapse induced polarization tomography could be very important in the near future to monitor frozen rock slope at

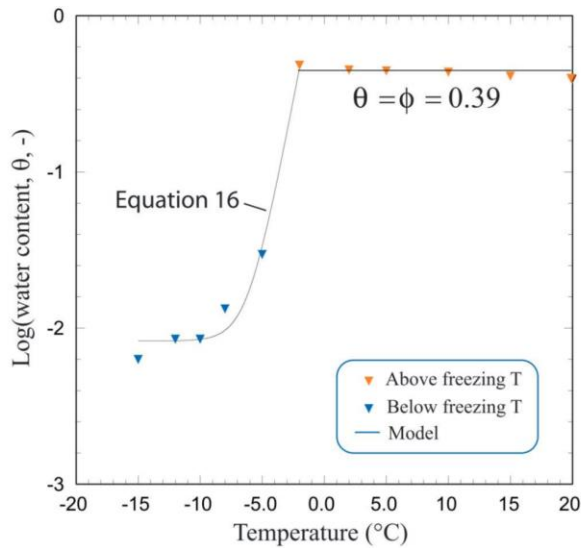


Figure 23. Water content versus temperature determined from the formation factor curve (determined from Experiments 4, 5, and 6, sample ValT). The data show that the water content is constant above the freezing temperature and is fairly well represented by equation (16) below the freezing temperature ($\theta_r = 0.008 \pm 0.001$, $T_C = -1.0 \pm 0.1$ °C, $r^2 = 0.986$).

high altitude since their temperature may evolve over time due to climate change.

6. Conclusion

We have developed a database looking at the effect of freeze and thaw on the electrical conductivity and normalized chargeability of various types of porous media including soils, sands, sand montmorillonite mixes, a graphitic sandstone, and two crystalline rocks. The spectral induced polarization data were acquired in the frequency range 0.01 Hz to 40 kHz, and porosity and CEC were independently obtained showing a broad range in these properties. The following conclusions have been reached.

1. We focus on the low-frequency band (0.01–10 Hz) to avoid the effect of ice polarization that occurs at higher frequencies. In this frequency band, above the freezing temperature, the conductivity and normalized chargeability depends linearly on the temperature with an increase of roughly 2% per degree Celsius. The freezing temperature is typically in the range 0 to -5 °C depending on both the salinity and the clay content.
2. According to the constant phase model (also called Drakes's model), the normalized chargeability and the quadrature conductivity (determined at the geometric mean frequency of the frequencies used to determine the normalized chargeability) are proportional to each other. The value of the proportionality constant can be determined from the values of the two frequencies. This relationship is tested for our data set taking data above and below the freezing temperature. We found that this relationship is very precise and the proportionality constant can be accurately predicted from the theory. This means that the normalized chargeability can be used as a proxy of the quadrature conductivity and vice versa even in freezing conditions.
3. We consider that the soil freezing curve takes the form of an exponential growth curve for the water content. Combined with the dynamic Stern layer model predictions for conductivity and normalized chargeability, this soil freezing curve can be used to predict the trend between the conductivity and the normalized chargeability versus temperature below the freezing temperature. The new equations provide a simple and reliable model to predict the effect of temperature upon the conductivity and normalized chargeability in the low-frequency band (0.01–10 Hz). The parameters describing the soil freezing curve are reported for the different types of materials investigated in our study.
4. Performing measurements on the same rock/soil sample at different salinities allows reconstructing the formation factor and surface conductivity above and below the freezing point. From these data, we can determine the water content versus temperature as well as the temperature dependence of the mobility entering the expression of the surface conductivity.

In the future, it will be important to model the polarization of the ice in order to develop a unified model of polarization in a broad frequency range. Furthermore, it will be important to develop a better understanding of the ice formation at the pore level during freeze and thaw. Finally, we think it would be great to measure simultaneously the NMR and induced polarization spectra during freeze and thaw to test further the present model.

Appendix A: Residual Water Content

Our goal in this section is to develop a relationship between the residual water content and the CEC of the material. The residual water content depends on the grain scale, the water composition, and the surface properties (for more detail, see, e.g., Leão & Tuller, 2014; Tokunaga, 2009). We assume that the residual water corresponds to the bound or hydration water covering the surface of the grains which has typically a thickness of two or three layers of water molecules (Israelachvili, 2011; Or & Tuller, 1999; Tuller & Or, 2005). In the case of two layers the residual water content is given by

$$\theta_r = 2d \frac{S}{V_p}, \quad (\text{A1})$$

where d (m) corresponds to the diameter of a water molecule (0.28 nm), S (m²) is the surface area of the grains, and V_p the pore volume (m³). The ratio S/V_p is related to the excess of charge per unit pore volume by

$$Q_V = Q_S \frac{S}{V_p}, \quad (\text{A2})$$

where Q_V denotes the excess of electrical charge per unit of pore volume (C/m³) and Q_S denotes the surface charge density (typically 0.90 C/m²; Ghorbani et al., 2018). In addition, the volumetric charge density is related to the CEC of the material by

$$Q_V = \rho_g \left(\frac{1-\phi}{\phi} \right) \text{CEC}, \quad (\text{A3})$$

Using equation (A3), we have determined the values of the excess of charge in Table 1 for our core samples using a grain density of 2,650 kg/m³. Combining these relationships, we have

$$\theta_r = \begin{cases} \frac{2d}{Q_S} Q_V & \text{if } \frac{2d}{Q_S} Q_V < \phi \\ \phi & \text{if } \frac{2d}{Q_S} Q_V \geq \phi \end{cases}. \quad (\text{A4})$$

Therefore, under the assumption that the residual water content corresponds to a film of bound water covering the surface of the mineral grains, we have obtained a relationship between the residual water content and both the porosity and the CEC.

Appendix B: Formation Factor and Surface Conductivity

The instantaneous conductivity can be expressed as

$$\sigma_\infty = \frac{1}{F(\theta)} \sigma_w + \sigma_S(\theta), \quad (\text{B1})$$

where from the model developed in section 2.1, the apparent formation factor and surface conductivity can be written as

$$F(\theta) = \phi^{-1} \theta^{-m+1}, \quad (\text{B2})$$

$$\sigma_S(\theta) = \theta^{m-1} \rho_g B \text{CEC}. \quad (\text{B3})$$

Equation (B1) can be used to interpret the measurements performed at different pore water salinities with the same core sample (Experiments 4, 5, 6 in our database). When available, these measurements can be used to determine at each temperature the functions $F(\theta)$ and $\sigma_S(\theta)$. To go a bit further and to simplify the presentation, we consider that $m = 2$. In this case, we have

$$\frac{1}{F(\theta, T)} = \phi \theta(T), \quad (\text{B4})$$

$$\sigma_S(\theta, T) = \theta(T) \rho_g B(T) \text{CEC}. \quad (\text{B5})$$

From equation (B4), knowing the porosity, we can estimate the water content $\theta(T)$. An interesting feature of these equation is that the product $F(\theta)\sigma_S(\theta)$ is independent of the water content θ but would have a temperature dependence dictated by $B(T)$. For the formation factor, we found that a good fitting function is given by

$$F(T) = \begin{cases} (F - F_r) \exp\left(-\frac{T - T_F}{\beta}\right) + F_r, & T \leq T_F \\ F, & T > T_F \end{cases}, \quad (B6)$$

where F_r is the formation factor associated with the residual water content θ_r , and β is an empirical fitting constant.

Acknowledgments

We thank Ahmad Ghorbani for useful discussions and Jacques Grangeon for his help with the temperature monitoring system. A. Coperey is funded by a Ph.D. grant from AGIR-POLE-PAGE 2016. This study is part of the transversal project "Ice and Fire". ISTerre is part of Labex OSUG@2020, and OSUG is thanked for funding the project RESOLVE. The numerical data and all the data used to generate the figures can be obtained by sending an email to the corresponding author (A. Revil, andre.revil@univ-smb.fr). They will be provided on ResearchGate upon the publication of the manuscript. We thank the Associate Editor and the two anonymous referees for their time and useful comments.

References

- Amiri, E. A., Craig, J. R., & Kurylyk, B. L. (2018). A theoretical extension of the soil freezing curve paradigm. *Advances in Water Resources*, *111*, 319–328. <https://doi.org/10.1016/j.advwatres.2017.11.021>
- Anderson, D. M., & Tice, A. R. (1972). Predicting unfrozen water contents in frozen soils from surface area measurements. *Highway Research Record*, *393*, 12–18.
- Aran, D., Maul, A., & Masfaraud, J.-F. (2008). A spectrophotometric measurement of soil cation exchange capacity based on cobalt hexamine chloride absorbance. *Comptes Rendus Geoscience*, *340*(12), 865–871. <https://doi.org/10.1016/j.crte.2008.07.015>
- Archie, G. E. (1942). The electrical resistivity log as an aid in determining some reservoir characteristics. *SPE-942054-G*. <https://doi.org/10.2118/942054-G>
- Binley, A., Kruschwitz, S., Lesmes, D., & Kettridge, N. (2010). Exploiting the temperature effects on low frequency electrical spectra of sandstone: A comparison of effective diffusion path lengths. *Geophysics*, *75*(6), A43–A46. <https://doi.org/10.1190/1.3483815>
- Binley, A., Slater, L. D., Fukes, M., & Cassiani, G. (2005). Relationship between spectral induced polarization and hydraulic properties of saturated and unsaturated sandstone. *Water Resources Research*, *41*, W12417. <https://doi.org/10.1029/2005WR004202>
- Bjerrum, N. (1952). Structure and properties of ice. *Science*, *115*(2989), 385–390. <https://doi.org/10.1126/science.115.2989.385>
- Bleil, D. F. (1953). Induced polarization: A method of geophysical prospecting. *Geophysics*, *18*(3), 636–661. <https://doi.org/10.1190/1.1437917>
- Börner, F. D. (1992). Complex conductivity measurements of reservoir properties. In P. F. Worthington, & C. Chardaire-Riviere (Eds.), *Proceedings of the Third European Core Analysis Symposium, Paris*, (Vol. 3, pp. 359–386). Neward, N. J.: Harwood Academic.
- Brooks, R.H., & Corey A.T. (1964). Hydraulic properties of porous media, Hydrology Papers, No. 3, Colorado State University, Ft. Collins, Colorado.
- Brown, R. J. E. (1970). *Permafrost in Canada—Its influence on northern development*, (Vol. 234). Toronto: University of Toronto Press.
- Buchanan, S., Ingham, M., & Gouws, G. (2011). The low frequency electrical properties of sea ice. *Journal of Applied Physics*, *110*(7), 074908. <https://doi.org/10.1063/1.3647778>
- Chapman, D. L. (1913). A contribution to the theory of electrocapillarity. *Philosophical Magazine*, *25*(148), 475–481. <https://doi.org/10.1080/14786440408634187>
- Ciesielski, H., Sterckeman, T., Santerne, M., & Willery, J. P. (1997). Determination of cation exchange capacity and exchangeable cations in soils by means of cobalt hexamine trichloride. Effects of experimental conditions. *Agronomie-Sciences Des Productions Végétales et de l'Environnement*, *17*(1), 1–8.
- Clavier, C., Coates, G., & Dumanoir, J. (1984). Theoretical and experimental bases for the dual-water model for interpretation of shaly sands. *Society of Petroleum Engineers Journal*, *24*(02), 153–168. <https://doi.org/10.2118/6859-PA>
- Dash, J. G., Fu, H.-Y., & Wettlaufer, J. S. (1995). The premelting of ice and its environmental consequences. *Reports on Progress in Physics*, *58*(1), 115–167. <https://doi.org/10.1088/0034-4885/58/1/003>
- Doetsch, J., Ingeman-Nielsen, T., Christiansen, A. V., Fiandaca, G., Auken, E., & Elberling, B. (2015). Direct current (DC) resistivity and induced polarization (IP) monitoring of active layer dynamics at high temporal resolution. *Cold Regions Science and Technology*, *119*, 16–28. <https://doi.org/10.1016/j.coldregions.2015.07.002>
- Duvillard, P. A., Revil, A., Soueid Ahmed, A., Qi, Y., Coperey, A., & Ravanel, L. (2018). Three dimensional electrical conductivity and induced polarization tomography of a rock glacier. *Journal of Geophysical Research: Solid Earth*, *123*, 9528–9554. <https://doi.org/10.1029/2018JB015965>
- Ghorbani, A., Revil, A., Coperey, A., Soueid Ahmed, A., Roque, S., Heap, M. J., et al. (2018). Complex conductivity of volcanic rocks and the geophysical mapping of alteration in volcanoes. *Journal of Volcanology and Geothermal Research*, *357*, 106–127. <https://doi.org/10.1016/j.jvolgeores.2018.04.014>
- Grimm, R. E., & Stillman, D. E. (2015). Field test of detection and characterisation of subsurface ice using broadband spectral-induced polarisation: Subsurface ice characterisation using spectral-induced polarisation. *Permafrost and Periglacial Processes*, *26*(1), 28–38. <https://doi.org/10.1002/ppp.1833>
- Hauck, C., Böttcher, M., & Maurer, H. (2011). A new model for estimating subsurface ice content based on combined electrical and seismic data sets. *The Cryosphere*, *5*(2), 453–468. <https://doi.org/10.5194/tc-5-453-2011>
- Hauck, C., Vonder Mühl, D., & Maurer, H. (2003). Using DC resistivity tomography to detect and characterize mountain permafrost. *Geophysical Prospecting*, *51*(4), 273–284. <https://doi.org/10.1046/j.1365-2478.2003.00375.x>
- Hermans, T., Nguyen, F., Robert, T., & Revil, A. (2014). Geophysical methods for monitoring temperature changes in shallow low enthalpy geothermal systems. *Energies*, *7*(8), 5083–5118. <https://doi.org/10.3390/en7085083>
- Hersir, G. P., & Björnsson, A. (1991). *Geophysical Exploration for Geothermal Resources: Principles and Application*. Iceland: United Nations University.
- Hilbich, C., Marescot, L., Hauck, C., Loke, M. H., & Mäusbacher, R. (2009). Applicability of electrical resistivity tomography monitoring to coarse blocky and ice-rich permafrost landforms. *Permafrost and Periglacial Processes*, *20*(3), 269–284. <https://doi.org/10.1002/ppp.652>
- Hobbs, P. V. (2010). *Ice physics, Oxford classic texts in the physical sciences*. Oxford: Oxford University Press.
- Hoekstra, P. (1965). Conductance of frozen bentonite suspensions. *Soil Science Society of America Proceedings*, *29*(5), 519–522. <https://doi.org/10.2136/sssaj1965.03615995002900050015x>
- Hoekstra, P., & McNeill, D. (1973). Electromagnetic probing of permafrost. In *Permafrost, North American Contribution, Second Int. Conf., Yakutsk* (p. 517–526). Washington DC: USSR, National Academy of Science.
- Ingham, M., Gouws, G., Buchanan, S., Brown, R., & Haskell, T. (2012). In-situ measurements of the low frequency dielectric permittivity of first-year Antarctic sea ice. *Cold Regions Science and Technology*, *83-84*, 139–146. <https://doi.org/10.1016/j.coldregions.2012.07.008>
- Israelachvili, J. N. (2011). *Intermolecular and surface forces*. London: Academic press.

- Kellerer-Pirklbauer, A., & Kaufmann, V. (2017). Deglaciation and its impact on permafrost and rock glacier evolution: New insight from two adjacent cirques in Austria. *Science of the Total Environment*, 621, 1397–1414. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2017.10.087>
- Kneisel, C., Hauck, C., Fortier, R., & Moorman, B. (2008). Advances in geophysical methods for permafrost investigations. *Permafrost and Periglacial Processes*, 19(2), 157–178. <https://doi.org/10.1002/ppp.616>
- Krautblatter, M., Funk, D., & Günzel, F. K. (2013). Why permafrost rocks become unstable: A rock-ice-mechanical model in time and space. *Earth Surface Processes and Landforms*, 38(8), 876–887. <https://doi.org/10.1002/esp.3374>
- Krautblatter, M., Huggel, C., Deline, P., & Hasler, A. (2012). Research perspectives on unstable high-alpine bedrock permafrost: Measurement, modelling and process understanding. *Permafrost and Periglacial*, 23(1), 80–88. <https://doi.org/10.1002/ppp.740>
- Krautblatter, M., Verleysdonk, S., Flores-Orozco, A., & Kemna, A. (2010). Temperature-calibrated imaging of seasonal changes in permafrost rock walls by quantitative electrical resistivity tomography (Zugspitze, German/Austrian Alps): Quantitative ERT of permafrost rocks. *Journal of Geophysical Research*, 115, F02003. <https://doi.org/10.1029/2008JF001209>
- Kulesha, B., Chandler, D. M., Revil, A., & Essery, R. (2012). Theory and numerical modelling of electrical self-potential (SP) signatures of unsaturated flow in melting snow. *Water Resources Research*, 48, W09511. <https://doi.org/10.1029/2012WR012048>
- Leão, T. P., & Tuller, M. (2014). Relating soil specific surface area, water film thickness, and water vapor adsorption. *Water Resources Research*, 50, 7873–7885. <https://doi.org/10.1002/2013WR014941>
- Magnin, F., Krautblatter, M., Deline, P., Ravanel, L., Malet, E., & Bevington, A. (2015). Determination of warm, sensitive permafrost areas in near-vertical rockwalls and evaluation of distributed models by electrical resistivity tomography. *Journal of Geophysical Research: Earth Surface*, 120, 745–762. <https://doi.org/10.1002/2014JF003351>
- Marshall, D. J., & Madden, T. R. (1959). Induced polarization, a study of its causes. *Geophysics*, 24(4), 790–816. <https://doi.org/10.1190/1.1438659>
- McKenzie, J. M., Voss, C. I., & Siegel, D. I. (2007). Groundwater flow with energy transport and water-ice phase change: Numerical simulations, benchmarks, and application to freezing in peat bogs. *Advances in Water Resources*, 30(4), 966–983. <https://doi.org/10.1016/j.advwatres.2006.08.008>
- Melnikov, V. P., Sneirev, A. M., & Lyakhov, L. L. (1971). Polyarizuemosti verkhikh gorizontov toleshchi mnogoletnernerzlykh gornykh porod (Polarizability of the upper horizons of permafrost layers). (*Geol. Goof*) *Geology and Geophysics*, 7.
- Mewes, B., Hilbich, C., Delaloye, R., & Hauck, C. (2017). Resolution capacity of geophysical monitoring regarding permafrost degradation induced by hydrological processes. *The Cryosphere*, 11(6), 2957–2974. <https://doi.org/10.5194/tc-11-2957-2017>
- Mollaret, C., Hilbich, C., Pellet, C., Flores-Orozco, A., Delaloye, R., & Hauck, C. (2018). Mountain permafrost degradation documented through a network of permanent electrical resistivity tomography sites. *The Cryosphere Discussions*, 1–34. <https://doi.org/10.5194/tc-2018-272>
- Murrmann, R. P. (1973). *Ionic mobility in permafrost*. In *Permafrost, North American Contribution, Second Int. Conf., 13-28 July 1973, Yakutsk* (p. 352–359). Washington DC: USSR, National Academy of Science.
- Niu, Q., Revil, A., & Saidian, M. (2016). Salinity dependence of the complex surface conductivity of the Portland sandstone. *Geophysics*, 81(2), D125–D140. <https://doi.org/10.1190/geo2015-0426.1>
- Ogilvy, A. A. (1967). Geophysical studies in permafrost regions in USSR. *Mining Groundwater Geophysics (Geol. Survey Canada, Econ. Geol)*, 26, 641–650.
- Olhoeft, G. R. (1977). Electrical properties of natural clay permafrost. *Canadian Journal of Earth Sciences*, 14(1), 16–24. <https://doi.org/10.1139/e77-002>
- Or, D., & Tuller, M. (1999). Liquid retention and interfacial area in variably saturated porous media: Upscaling from single-pore to sample-scale model. *Water Resources Research*, 35(12), 3591–3605. <https://doi.org/10.1029/1999WR900262>
- O'Sadnick, M., Ingham, M., Eicken, H., & Pettit, E. (2016). In situ field measurements of the temporal evolution of low-frequency sea-ice dielectric properties in relation to temperature, salinity, and microstructure. *The Cryosphere*, 10(6), 2923–2940. <https://doi.org/10.5194/tc-10-2923-2016>
- Parkhomenko, E. I. (1967). *Electrical properties of rock. [English Translation]*. New York: Pergamon Press.
- Potter, R. W., Clynnne, M. A., & Brown, D. L. (1978). Freezing-point depression of aqueous sodium-chloride solutions. *Economic Geology*, 73(2), 284–285. <https://doi.org/10.2113/gsecongeo.73.2.284>
- Revil, A. (2013a). Effective conductivity and permittivity of unsaturated porous materials in the frequency range 1 mHz–1GHz. *Water Resources Research*, 49, 306–327. <https://doi.org/10.1029/2012WR012700>
- Revil, A. (2013b). On charge accumulation in heterogeneous porous rocks under the influence of an external electric field. *Geophysics*, 78(4), D271–D291. <https://doi.org/10.1190/geo2012-0503.1>
- Revil, A., Binley, A., Mejus, L., & Kessouri, P. (2015). Predicting permeability from the characteristic relaxation time and intrinsic formation factor of complex conductivity spectra. *Water Resources Research*, 51, 6672–6700. <https://doi.org/10.1002/2015WR017074>
- Revil, A., Coperey, A., Deng, Y., Cerepi, A., & Seleznev, N. (2018). Complex conductivity of tight sandstones. *Geophysics*, 83(2), E55–E74. <https://doi.org/10.1190/geo2017-0096.1>
- Revil, A., Coperey, A., Mao, D., Abdulsamad, F., Ghorbani, A., Rossi, M., & Gasquet, D. (2018). Induced polarization response of porous media with metallic particles—Part 8. Influence of temperature and salinity. *Geophysics*, 83(6), E435–E456. <https://doi.org/10.1190/geo2018-0089.1>
- Revil, A., Coperey, A., Shao, Z., Florsch, N., Fabricius, I. L., Deng, Y., et al. (2017). Complex conductivity of soils. *Water Resources Research*, 53, 7121–7147. <https://doi.org/10.1002/2017WR020655>
- Revil, A., Ghorbani, A., Gailler, L. S., Gresse, M., Panwar, N., & Sharma, R. (2018). Electrical conductivity and induced polarization investigations at Kilauea volcano, Hawai'i. *Journal of Volcanology and Geothermal Research*, 368, 31–50. <https://doi.org/10.1016/j.jvolgeores.2018.10.014>
- Revil, A., Kessouri, P., & Torres-Verdin, C. (2014). Electrical conductivity, induced polarization, and permeability of the Fontainebleau sandstone. *Geophysics*, 79(5), D301–D318. <https://doi.org/10.1190/geo2014-0036.1>
- Revil, A., Le Breton, M., Niu, Q., Wallin, E., Haskins, E., & Thomas, D. M. (2017). Induced polarization of volcanic rocks—1. Surface versus quadrature conductivity. *Geophysical Journal International*, 208(2), 826–844. <https://doi.org/10.1093/gji/ggw444>
- Revil, A., & Skold, M. (2011). Salinity dependence of spectral induced polarization in sands and sandstones: Salinity dependence of induced polarization. *Geophysical Journal International*, 187(2), 813–824. <https://doi.org/10.1111/j.1365-246X.2011.05181.x>
- Revil, A., Soueid Ahmed, A., & Matthai, S. (2018). Transport of water and ions in partially water-saturated porous media. Part 3. Electrical conductivity. *Advances in Water Resources*, 121, 97–111. <https://doi.org/10.1016/j.advwatres.2018.08.007>
- Schlumberger, C. (1920). *Study of underground electrical prospecting*. Paris: Inc. Gauthier-Villars et Cie.

- Sen, P. N., & Goode, P. A. (1992). Influence of temperature on electrical conductivity on shaly sands. *Geophysics*, 57(1), 89–96. <https://doi.org/10.1190/1.1443191>
- Sidorova, M. P., & Fridrikhsberg, D. A. (1973). Study of the induced polarization of systems simulating soils during freezing. In *Permafrost, USSR Contribution, Second Int. Conf., 13-28 July 1973, Yakutsk* (p. 347–349). Washington D.C: USSR, National Academy of Science.
- Siemens, W. (1860). Vorschlag eines reproducirbaren Widerstandsmaaßes. *Annalen der Physik und Chemie (in German)*, 186(5), 1–20. <https://doi.org/10.1002/andp.18601860502>
- Snegirev, A. M., Lyakhov, L. L., & Melnikov, V. P. (1973). Application of the method of induced polarization for studying fine-grained frozen soils. In *Permafrost, USSR Contribution, Second Int. Conf., 13-28 July 1973, Yakutsk* (p. 352–354). Washington DC: USSR, National Academy of Science.
- Springman, S. M., Yamamoto, Y., Buchli, T., Hertrich, M., Maurer, H., Merz, K., et al. (2013). Rock glacier degradation and instabilities in the European Alps: A characterisation and monitoring experiment in the Turtmannal, CH. In C. Margottini, P. Canuti, & K. Sassa (Eds.), *Landslide Science and Practice* (pp. 5–13). Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg: Springer. https://doi.org/10.1007/978-3-642-31337-0_1
- Stern, O. (1924). Zur theorie der electrolytischen Doppelschicht (The theory of the electrolytic double layer). *Zeitschrift für Elektrochemie*, 30, 508–516.
- Tokunaga, T. K. (2009). Hydraulic properties of adsorbed water films in unsaturated porous media: Hydraulic properties of adsorbed water films. *Water Resources Research*, 45, W06415. <https://doi.org/10.1029/2009WR007734>
- Tuller, M., & Or, D. (2005). Water films and scaling of soil characteristic curves at low water contents: Scaling of characteristic curves. *Water Resources Research*, 41, W09403. <https://doi.org/10.1029/2005WR004142>
- Van Genuchten, M. T. (1980). A closed-form equaton for predicting the hydraulic conductivity of unsaturated soils. *Soil Science Society of America Journal*, 44(5), 892–898. <https://doi.org/10.2136/sssaj1980.03615995004400050002x>
- Van Voorhis, G. D., Nelson, P. H., & Drake, T. L. (1973). Complex resistivity spectra of porphyry copper mineralization. *Geophysics*, 38(1), 49–60. <https://doi.org/10.1190/1.1440333>
- Vershinin, P. V., Dcraigin, V. V., & Kirilenko, N. V. (1949). *The nonfreezing water in soil*, Acad. Sci. USSR Geogr. Geophys. Ser. 13, (Vol. 108). U.S. Army Arctic Construction and Frost Laboratory (USA ACFEI). Translation No. 301.
- Vinegar, H. J., & Waxman, M. H. (1984). Induced polarization of shaly sands. *Geophysics*, 49(8), 1267–1287. <https://doi.org/10.1190/1.1441755>
- Watanabe, K., & Mizoguchi, M. (2002). Amount of unfrozen water in frozen porous media saturated with solution. *Cold Regions Science and Technology*, 34(2), 103–110. [https://doi.org/10.1016/S0165-232X\(01\)00063-5](https://doi.org/10.1016/S0165-232X(01)00063-5)
- Waxman, M. H., & Smits, L. J. M. (1968). Electrical conductivities in oil-bearing shaly sands. *Society of Petroleum Engineers Journal*, 8(02), 107–122. <https://doi.org/10.2118/1863-A>
- Waxman, M. H., & Thomas, E. C. (1974). Electrical conductivities in shaly sands—I. The relation between hydrocarbon saturation and resistivity index. II. The temperature coefficient of electrical conductivity. *Journal of Petroleum Technology*, 26(02), 213–225. <https://doi.org/10.2118/4094-PA>
- Weller, A., Slater, L., & Nordsiek, S. (2013). On the relationship between induced polarization and surface conductivity: Implications for petrophysical interpretation of electrical measurements. *Geophysics*, 78(5), D315–D325. <https://doi.org/10.1190/geo2013-0076.1>
- Woodruff, W. F., Revil, A., & Torres-Verdin, C. (2014). Laboratory determination of the complex conductivity tensor of unconventional anisotropic shales. *Geophysics*, 79(5), E183–E200. <https://doi.org/10.1190/geo2013-0367.1>
- Zimmermann, E., Kemna, A., Berwix, J., Glaas, W., Münch, H. M., & Huisman, J. A. (2008). A high-accuracy impedance spectrometer for measuring sediments with low polarizability. *Measurement Science and Technology*, 19(10), 105603. <https://doi.org/10.1088/0957-0233/19/10/105603>

3.3. Conclusion

Au cours de ces travaux portant sur la dépendance des paramètres de PP et de la conductivité complexe vis-à-vis de la température et du changement de phase, nous avons développé nos propres techniques de mesures en associant un bain thermostaté, une centrale d'acquisition pour le suivi en température et un analyseur d'impédance.

Pour rappel, 9 échantillons ont été analysés provenant d'environnements différents : sols sableux à argileux de zones littorales (notés AX et CW), des roches provenant des Alpes en zone de permafrost (notées ValT, ValT2, COS, MON) et des mélanges synthétiques d'argile-sable (notés Sd184, S90M10, M100). Au total, 12 expériences ont été réalisées, pour des températures comprises entre 20 et -15°C . A chaque palier de température, un spectre de conductivité complexe est acquis pour une gamme de fréquence de 0.01Hz à 45kHz. En moyenne, chaque expérience dure environ deux cents heures. Une expérience consiste à appliquer le cycle de température suivant $20^{\circ}\text{C} \rightarrow -15^{\circ}\text{C} \rightarrow 20^{\circ}\text{C}$, permettant ainsi d'enregistrer les phénomènes d'hystérésis (Figure 55).

La dépendance des paramètres de PP et de la conductivité complexe vis-à-vis de la température et du gel ont été intégrés au modèle de la couche de Stern dynamique. Ces travaux ont permis de conclure que :

- *la dépendance thermique linéaire est valable même sous la température de gel.* Nous avons privilégié la loi linéaire (par rapport à la loi d'Arrhenius) pour modéliser la dépendance en température. Le coefficient de sensibilité α_T est constant pour la gamme de température considérée et les valeurs trouvées à partir des mesures (0.017 à 0.026/ $^{\circ}\text{C}$) sont cohérentes avec les valeurs issues de la littérature (0.02/ $^{\circ}\text{C}$). La dépendance des paramètres de PP (e.g. σ , M_n) en fonction de la température est liée à la dépendance en température de la viscosité de l'eau influençant les mobilités ioniques.
- *le gel de l'échantillon peut être modélisé à l'aide d'une courbe de gel des sols.* En première approche, le changement de phase peut être vu comme une désaturation du milieu, puisque la glace est résistante électriquement. Nous avons donc indexé la saturation à la température en utilisant une courbe de gel du sol. Cette approche requiert peu de paramètres (T_c , T_f , θ_r) et prédit bien l'évolution de la conductivité et de la chargeabilité normalisée.
- *la correspondance entre les données de polarisation provoquée temporelle et spectrale reste valable même pour des échantillons gelés.* Autrement dit, la chargeabilité normalisée M_n peut être prise comme un proxy de la conductivité en quadrature σ'' (Figure 56). La correspondance s'effectue à l'aide du paramètre α_D issu du modèle de Drake.

- *La teneur en eau peut être calculée à partir de la variation du facteur de formation.* Un échantillon (ValT) a été analysé en faisant varier aussi la salinité de l'eau porale. Ainsi, pour chaque température un facteur de formation F (Figure 63) et une conductivité de surface σ_s (Figure 64) ont été calculés. Le facteur de formation est constant au-dessus du point de gelée puis augmente au cours du gel. A partir de l'équation du facteur de formation, il est possible d'approximer la teneur volumique d'eau liquide. Cette évolution est cohérente avec la courbe de gel des sols (Figure 67).

Cette étude a permis de mieux comprendre et de valider l'utilisation de la courbe de gel des sols. Cette modélisation de la dépendance de la conductivité et la chargeabilité normalisée va être appliquée sur notre premier suivi temporel des transferts thermo-hydriques liés aux corbeilles géothermiques (expérience in-situ réalisée début 2017, voir Chapitre 5) et à nos expériences analogiques (Chapitre 6). Les expériences en laboratoire sont effectuées avec des échantillons totalement saturés, ce qui est rarement le cas en milieu naturel. Un moyen simple de prendre en compte cet aspect consiste à remplacer la porosité par la saturation initiale θ_i .

Chapitre 4. Signature de la glace en spectroscopie large bande

4.1. Problématiques

4.1.1. Polarisation liée à la glace

Dans la partie précédente (Chapitre 3), nous avons identifié une polarisation de haute fréquence pour certains échantillons (Figure 53, Figure 54). Cette polarisation peut être liée à la présence de cristaux de glace. Jusqu'à présent, nous nous sommes focalisés uniquement sur la polarisation basse fréquence. En effet, cette polarisation est liée à la présence de la double couche électrique. Ainsi, les modèles déjà éprouvés et comportant de nombreuses dépendances (e.g. modèle de la couche de Stern dynamique) peuvent être facilement utilisés pour intégrer un changement de phase. De plus, comme déjà énoncé précédemment (partie 1.3), les données acquises en terrain sont en domaine temporel (TIP). Les temps d'injection utilisés correspondent généralement aux fréquences de l'ordre du hertz et donc à la polarisation basse fréquence. Nous pouvons aussi noter que la gamme de fréquence liée à la polarisation des cristaux de glace est confondue, en partie, avec la gamme de fréquence liée à la polarisation de Maxwell-Wagner. Ainsi, afin de mieux dissocier ces deux types de polarisations, il est nécessaire d'effectuer des mesures à plus haute fréquence afin d'obtenir la totalité du signal lié à ces polarisations. Enfin cette polarisation n'est visible que pour certains échantillons. Cependant, d'autres mesures spectrales issues de la littérature montrent un comportement similaire (Kemna, 2019). Ainsi, il nous faut plus d'informations afin d'identifier dans quelles conditions, la polarisation de la glace est absente ou si elle est masquée par d'autres polarisations.

La polarisation de la glace se situerait entre 1 et 10 kHz (Hoekstra and Doyle, 1971; Petrenko and Whitworth, 2006). Nous avons effectué des mesures spectrales sur des échantillons de glace pure à différentes salinités, sur de la neige partiellement fondue et sur de la glace pilée afin d'identifier le signal propre à ces matériaux, qui n'ont pas permis de conclure (Annexe I).

4.1.2. Phénomène d'hystérèse

Les expériences en température du Chapitre 3 ont été effectuées selon un cycle fermé ($20^{\circ}\text{C} \rightarrow -15^{\circ}\text{C} \rightarrow 20^{\circ}\text{C}$) afin d'identifier le phénomène d'hystérèse. Tous les échantillons montrent une évolution hystérétique plus ou moins marquée, sur les parties réelle et imaginaire de la conductivité et sur la chargeabilité normalisée (Figure 68). Ce phénomène d'hystérèse lié au changement de phase est connu depuis longtemps et identifié dans différents contextes, on peut citer par exemples : le cas des hydrates piégés dans les sédiments (Anderson et al., 2009), de l'eau contenue dans les ciments (Fabbri et al., 2006) ou encore dans des milieux poreux synthétiques siliceux (Jähnert et al., 2008). De nombreux auteurs font l'analogie entre les phénomènes d'hystérèse liés aux cycles gel/dégel et ceux liés aux cycles déshydratation/hydratation en relation avec la pression capillaire (Bittelli et al.,

2003; Naasz et al., 2005; Spaans and Baker, 1996). Le phénomène d’hystérèse est assez bien expliqué pour les cycles déshydratation/hydratation, mais en ce qui concerne les cycles gel/dégel, les paramètres influençant ce processus restent assez mal connus.

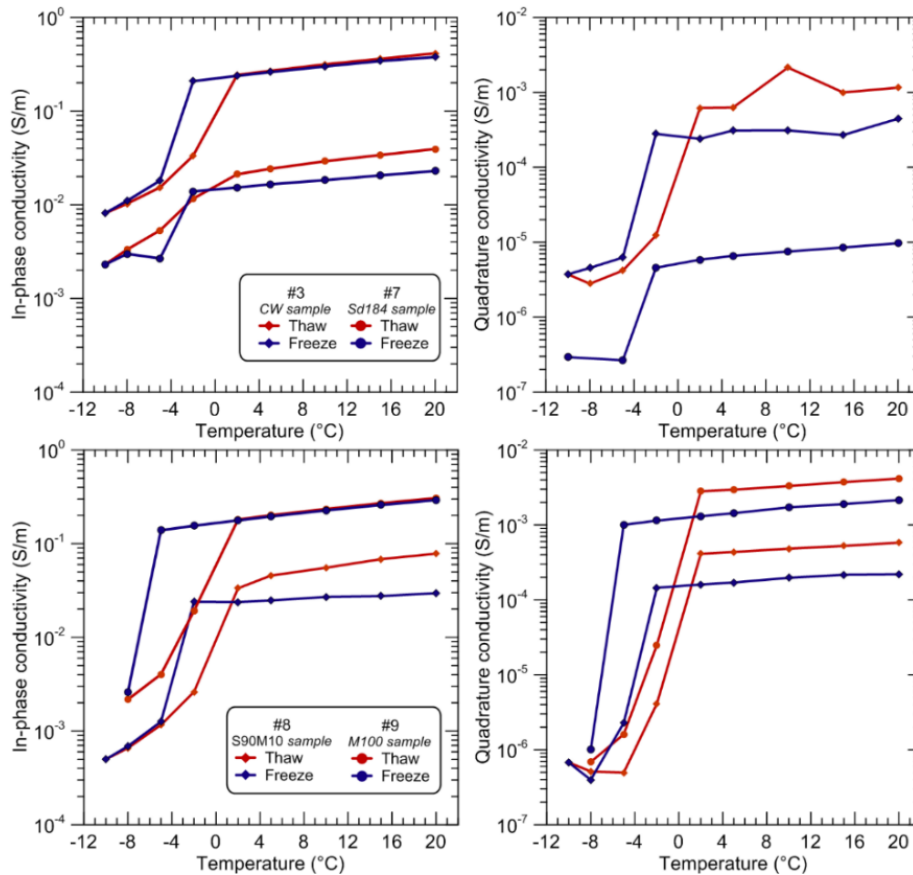


Figure 68. Conductivité en phase et en quadrature et phénomène d’hystérèse.

Phénomène d’hystérèse identifié sur les parties réelle et imaginaire de la conductivité électrique au cours du gel et du dégel de quatre échantillons. Ces données sont issues des expériences effectuées dans la partie 3.2, voir Table 5 . #3 – CW – sol argileux, #7 – Sd184 – sable siliceux fin, #8 – S90M10 – mélange 90% sable siliceux + 10 Montmorillonite, #9 – M100 – Montmorillonite. La partie imaginaire lors du dégel pour l’expérience #7 – Sd184 n’étant pas correcte, elle n’a pas été représentée. La partie imaginaire est plus sujette à un comportement hystérétique.

Le phénomène d’hystérèse peut avoir plusieurs explications :

- La température de gel et la température de fusion ne sont pas obligatoirement confondues. Un phénomène de *surfusion* est possible, i.e. l’eau liquide est alors dans un état métastable. Ce phénomène lié à la nucléation des cristaux de glace, est un processus stochastique (Jaafar et al., 2017). Ainsi, pour une température donnée, la teneur volumétrique en glace n’est pas unique et dépend de l’historique des conditions physiques de l’échantillon (i.e. température, pression).
- La température T_f du point de gel décroît quand la salinité de la solution porale augmente. Or lors du changement de phase, les ions présents dans la solution porale restent préférentiellement dans la phase liquide, sur-concentrant cette dernière ce qui abaisse encore le point de gel. Cet effet non-linéaire amplifie le processus d’hystérèse (Watanabe and Mizoguchi, 2002).

- Le gel et la fonte de l'eau porale s'initient dans des pores de différentes géométries. La glace commence à se former au centre des pores les plus larges du milieu poreux (Figure 69). A l'opposé, lors de la fonte, l'eau commence à fondre dans les pores les plus petits et d'abord au niveau de leurs bordures (Tian et al., 2014).
- La formation de la glace (expansion thermique) perturbe la texture de l'échantillon, modifiant ainsi la distribution de la taille des pores, le facteur de formation et la tortuosité. Lors du dégel, le milieu ne revient pas forcément à son état initial, surtout pour des milieux avec une faible pression de confinement (échantillon en laboratoire, sol superficiel où la pression lithostatique est faible).

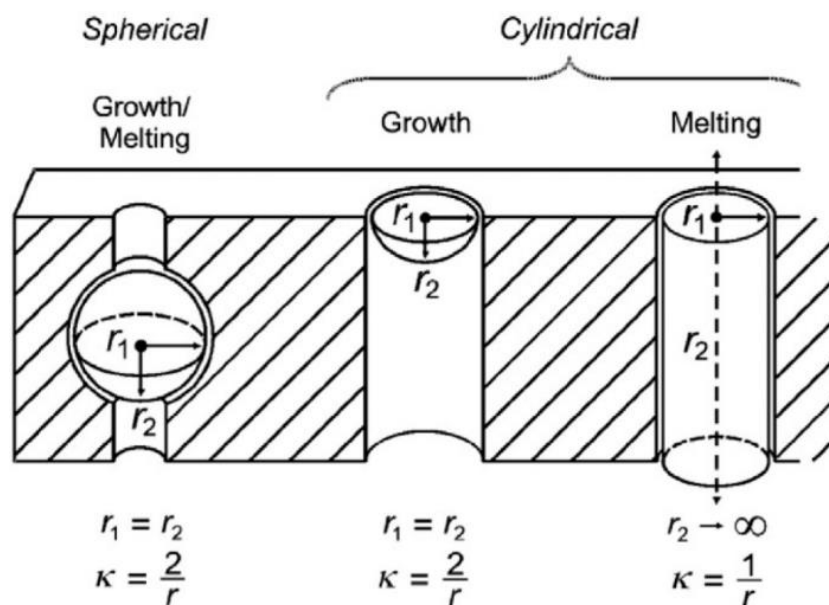


Figure 69. Gel/dégel dans différents types de pores.

Figure d'après [Anderson et al. \(2009\)](#). Initialement, cette figure a été développée pour montrer à la croissance et la dissociation des hydrates en fonction du type de pore. Cette figure peut s'appliquer aussi la croissance des cristaux de glace à partir d'un noyau de nucléation et à leur fusion. Dans cette figure le paramètre K correspond à courbure de l'interface.

- Enfin, un effet de blocage lié aux pores de tailles différentes peut intervenir. Cet effet de blocage est appelé effet bouteille d'encre ou *pore blocking effects* ou *ink-bottle* en anglais (en référence à des pores larges reliés par des rétrécissements, voir Figure 70).

Ainsi, un milieu poreux présentant une distribution de taille de pores peut être simplifié en une succession de pores sphériques et de pores cylindriques (Anderson et al., 2009; Mason, 1988), ou encore plus simplement, en une succession de pores cylindriques de rayons différents. Cet effet de blocage a été proposé au départ dans le cadre d'un changement de phase liquide-vapeur (Mason, 1988; Ravikovitch and Neimark, 2002). En effet, la vidange des pores larges n'intervient que lorsque la pression capillaire atteint la pression nécessaire pour que la phase vapeur rentre dans le pore étroit. Une autre analogie possible est celle liée à la détermination de la porosité par porosimétrie mercure.

Dans cette technique, du mercure liquide est injecté dans le milieu poreux. L'entrée puis la propagation du mercure dans un pore de rayon r demande une pression minimale, exprimée par la loi de Laplace (Malvault, 2013). Lors d'une série de pores de tailles différentes, le mercure ayant atteint la pression correspondant au premier pore (de rayon r_1) pénètre et se propage dans tout le pore jusqu'à l'entrée du deuxième pore de rayon r_2 (Figure 70). Si le deuxième pore a un rayon r_2 supérieur à r_1 , alors le mercure continue sa progression. Au contraire, si le deuxième pore a un rayon r_2 inférieur au rayon r_1 du premier pore, alors la propagation du mercure est arrêtée (effet de blocage). Afin que le mercure pénètre dans le deuxième pore, il faut alors que la pression augmente. Tian et al. (2014) indique que cet effet de blocage est possible pour la transition solide-liquide de l'eau avec une modification de la température de fusion.

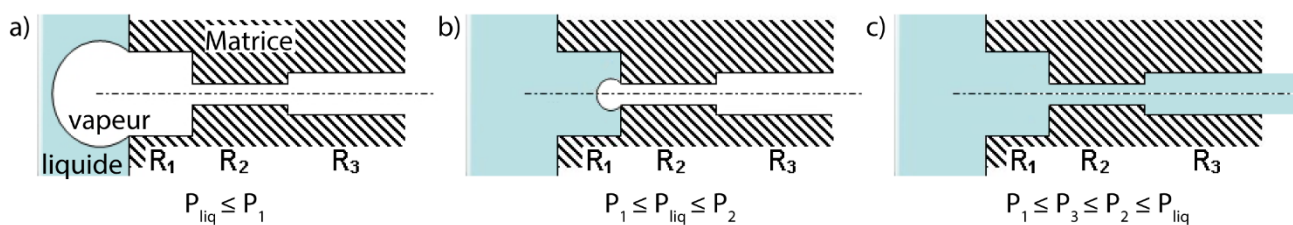


Figure 70. Effet du blocage lié aux pores de tailles différentes.

Modifiée, d'après Malvault (2013). Soit un milieu poreux composé d'une série de trois pores de rayons différents ($r_2 < r_3 < r_1$) en contact avec un fluide (e.g. eau, mercure). Pour chaque pore, une pression d'entrée ($P_1 < P_3 < P_2$) peut être calculée à l'aide de l'équation de Laplace. **a)** Le liquide n'a pas une pression suffisante pour pénétrer le premier pore. **b)** le fluide remplit le premier pore lorsque sa pression dépasse la pression d'entrée P_1 . Il ne peut pas pénétrer dans le pore 2 puisque sa pression n'est pas suffisamment élevée. **c)** la pression du fluide (P_{liq}) a dépassé la pression d'entrée P_2 . Le fluide a donc pénétré l'espace poral du pore 2 puis du pore 3 (puisque que $P_3 < P_{liq}$).

Pour plus de détails sur le processus de changement de phase, l'hystérèse en fonction du type de fluide et de milieu, voir la synthèse de Christenson (2001) et l'article de Tian et al. (2014).

➤ Objectifs

Pour résumer, il nous faut mieux comprendre la polarisation haute fréquence liée à la glace et les cycles d'hystérèse gel/dégel ce qui nécessite des mesures en spectroscopie large bande. Actuellement, il existe peu d'étude en spectroscopie large bande sur les sols et a fortiori sur la glace.

4.2. Introduction à la spectroscopie large bande

Une des techniques envisagées pour répondre à ces problématiques est la spectroscopie large bande (*broadband dielectric spectroscopy*). En effet, jusqu'à maintenant, la technique utilisée correspond à une mesure d'impédance² (en domaine fréquentiel ou temporel). Les instruments en domaine spectral ont une fréquence maximale de mesure de quelques dizaines de kHz (avec le Z-SIP, de Zimmerman) ou de quelques dizaines de MHz (avec le 1250 de Solartron). Les mesures aux plus hautes fréquences demandent d'autres techniques de mesures. En effet, la mesure par impédance au-delà de 10MHz pose un premier problème lié aux dimensions géométriques de l'échantillon et un deuxième problème lié aux parasites induits par les câbles et les connecteurs. La mesure devient sensible à ce dernier problème au-delà d'une centaine de kHz (Kremer and Schönhals, 2012). La spectroscopie large bande couple la mesure d'impédance (mesure d'une résistance et d'une capacité), viable entre 10^{-3} et 10^7 Hz (milli au méga Hz) et les mesures de réflectométrie, viables entre $10^7 - 10^{11}$ Hz (méga aux centaines de giga Hz). Dans le premier cas, la mesure d'impédance permet de déterminer la conductivité complexe et dans le deuxième cas, la permittivité complexe. Ces propriétés peuvent être reliées par l'équation 4.1. Généralement, pour les processus de conduction, la conductivité (complexe) est déterminée et utilisée alors que pour les processus de polarisation / de relaxation de haute fréquence, la permittivité complexe est préférée. Il existe différentes techniques basées sur la mesure de réflectométrie ou de propagation : cavité résonante, méthode de guide d'onde rectangulaire ou en ligne de transmission coaxiale (Figure 71).

$$\sigma_{eff}^* = i\omega\varepsilon_0\varepsilon^* \quad 4.1$$

² La mesure d'impédance considère que l'échantillon peut être modélisé par un circuit électrique en série et en parallèle composé de résistances et de condensateurs.

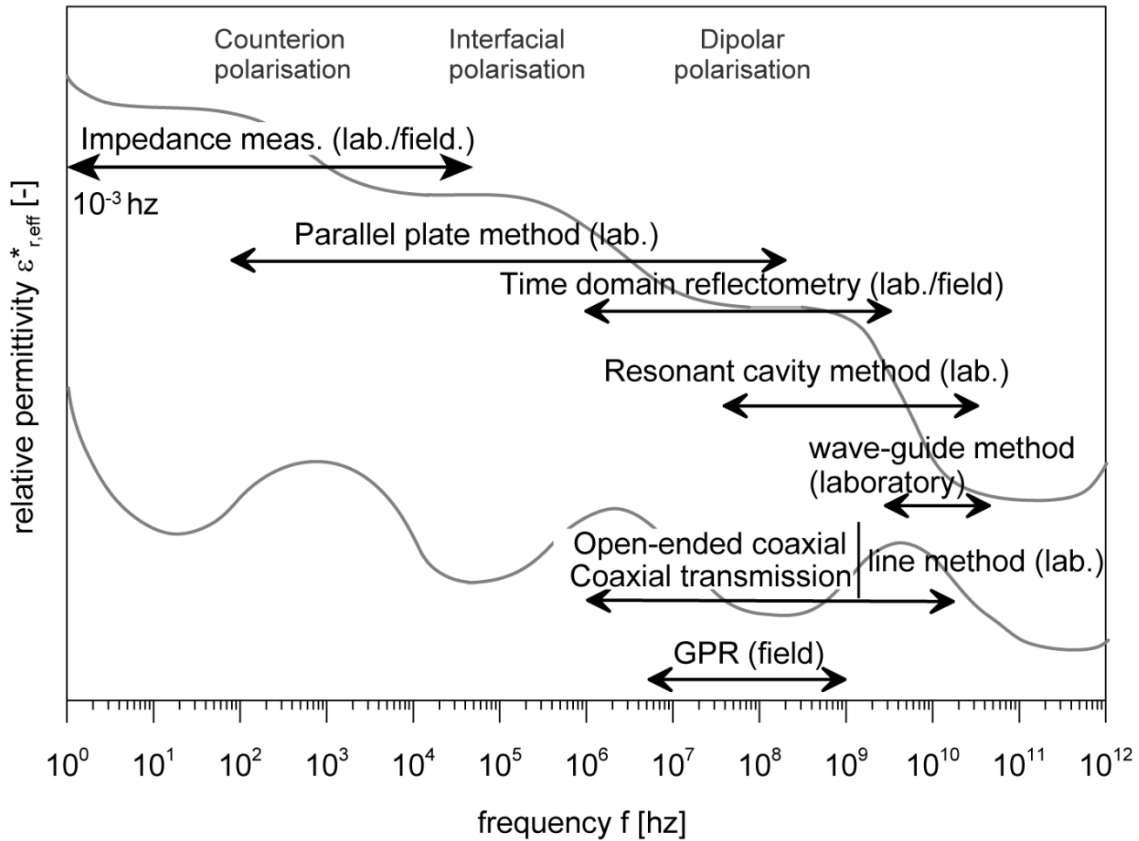


Figure 71. Les différentes méthodes pour la spectroscopie large bande.

Modifiée d'après Schwing (2015). Chaque méthode requiert des portes échantillons et des sondes spécifiques. Pour plus de détails voir la partie 2.7 dans Bore (2011).

4.2.1. Notations

Dans les sections précédentes, la gamme de fréquence, que nous utilisons était assez basse pour considérer que le régime dominant est le régime « conducteur ». Maintenant, avec la spectroscopie large bande, nous effectuons des mesures dans les régimes conducteur et diélectrique et dans la zone de transition (Figure 72). Pour cette section de spectroscopie large bande, nous ajoutons un indice $_{eff}$ pour effectif, aux parties réelles et imaginaires de la conductivité et de la permittivité diélectrique.

Wagner et al. (2011) formulent la densité de courant comme $\vec{J}_{eff} = \vec{J}_C + \vec{J}_D = \sigma \vec{E} + \epsilon_0 \epsilon_r \frac{\partial \vec{E}}{\partial t}$,

avec $\vec{J}_C = \sigma \vec{E}$ et $\vec{J}_D = \epsilon_0 \epsilon_r \frac{\partial \vec{E}}{\partial t}$

et ils introduisent un angle de perte comme étant :

$$\tan \delta = \frac{|\vec{J}_C(\omega)|}{|\vec{J}_D(\omega)|} = \frac{\sigma}{\omega \epsilon_0 \epsilon_r} \quad 4.2$$

Lorsque cet angle de perte ($\tan \delta$) est largement supérieur à 1, la contribution du courant de déplacement \vec{J}_D devient négligeable, le régime est donc conducteur. A l'inverse, quand l'angle de perte est très inférieur à 1, le courant de conduction \vec{J}_C est négligeable, le régime diélectrique prédomine.

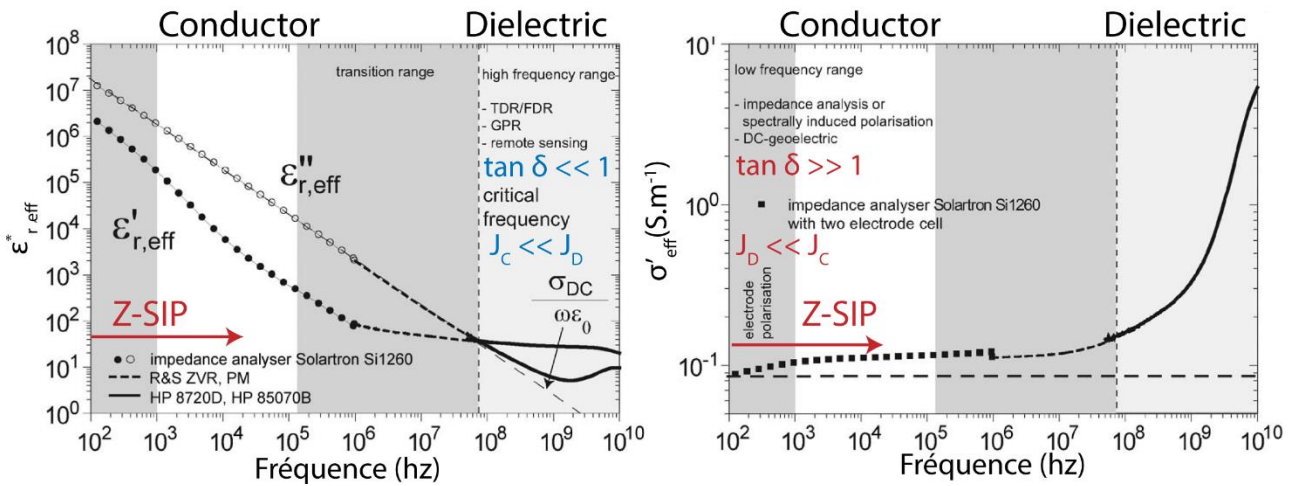


Figure 72. Type de régimes en spectroscopie large bande.

Figure modifiée d'après Wagner et al. (2011). Pour la gamme de fréquence entre $\approx 10^5$ et 10^8 Hz, la permittivité relative complexe et la conductivité complexe mesurées intègrent les effets des deux régimes.

4.2.2. Permittivité de l'eau libre, de l'eau liée et de la glace

La molécule d'eau est composée d'un atome d'oxygène lié à deux atomes d'hydrogène avec un angle de $104,45^\circ$. Cette disposition donne un moment dipolaire à la molécule d'eau. Dans un milieu poreux, les molécules d'eau libre (i.e. présentes dans l'espace poral, sans interaction avec la surface du minéral) sont orientées aléatoirement. Sous l'effet d'un champ électrique extérieur, les molécules d'eau s'orientent afin que leurs dipôles s'alignent avec ce champ. Les mesures en spectroscopie large bande permettent de caractériser les polarisations dues à l'eau libre et à l'eau liée. Sous l'effet d'un champ électrique, la molécule d'eau libre se polarise entre 10^9 et 10^{10} Hz (Chen and Or, 2006a; Revil, 2013b) (Figure 12, label c), vraisemblablement autour de 9 GHz (Kaatze, 2005). Cette polarisation est de type dipolaire (γ -polarization). La permittivité relative liée à l'eau libre dépend de la fréquence et de la température. Pour une température de 20°C et à 1 GHz, la permittivité relative est de $\epsilon'_{r,eff} = 80.21 \pm 0.2$ à 20°C , d'après Kaatze (2005).

Les propriétés diélectriques de l'eau liée restent encore aujourd'hui peu connues. Les molécules d'eau à proximité des surfaces chargées ont des propriétés diélectriques particulières (Teschke et al., 2001). Il en résulte ainsi une région à proximité des surfaces chargées où les molécules d'eau sont plus alignées. Ce réajustement implique un changement local des propriétés diélectriques des molécules d'eau : la permittivité est plus faible. Bien que cette diminution des propriétés diélectriques soit intuitive, il n'existe pas actuellement de modèle faisant consensus. Différents modèles ont été proposés ces dernières décennies (Boyarskii et al., 2002; Friedman, 1998; Or and Wraith, 1999; Regalado, 2006), mais aucun n'a pu être validé expérimentalement. Une étude bibliographique sur les différentes approches a été réalisée par Wagner and Scheuermann (2009). Il

n'existe pas de valeur de permittivité de l'eau liée, nous savons juste que celle-ci est comprise entre la permittivité de la glace et celle de l'eau libre³ (Or and Wraith, 1999).

D'un point de vue expérimental, il est établi que les propriétés diélectriques de l'eau liée dépendent de la surface spécifique, de la composition chimique de la solution porale, de la minéralogie des grains et de la topologie.

En ce qui concerne la glace, la permittivité relative est constante entre 10 MHz et 1.5 GHz et égale à $\epsilon'_{r\text{ eff}} \sim 3.18$ pour une température à -20°C (Bohleber et al., 2012a, 2012b).

4.2.3. Effet de la température et du changement de phase

En fonction de la fréquence et de la température, chaque phase du milieu poreux contribue plus ou moins à la réponse globale électrique et diélectrique (Figure 73). Ainsi, Or and Wraith (1999) ont développé un modèle pétrophysique afin de corriger les variations diurnes de températures des mesures in-situ de réflectométrie (TDR). Puis, les effets de la température ont été étudiés, notamment par Wagner and Scheuermann (2014). Pour ces auteurs, l'augmentation de la température a quatre effets : (i) Elle entraîne une diminution de la permittivité de l'eau libre et un déplacement vers les hautes fréquences de la fréquence caractéristique. (ii) Elle réduit l'épaisseur de la couche d'eau liée (la longueur de Debye dans la Figure 73) mais ne modifie pas sa permittivité ni sa fréquence caractéristique. (iii) Elle permet le relargage de l'eau contenue dans les feuillets des argiles. Enfin, (iv) elle provoque une augmentation de la conductivité basse fréquence de l'eau libre et de l'eau liée. Cet effet a été décrit dans les parties précédentes.

Le changement de phase provoque une baisse de la permittivité globale du milieu pour les fréquences proches de la fréquence caractéristique de l'eau libre, puisque cette eau est remplacée progressivement par de la glace. A partir de mesures en plaques parallèles (mesures de capacité) et d'un modèle diélectrique de type Cole-Cole associés à une loi de mélange, Bittelli et al. (2003) ont réussi à estimer la teneur en glace dans un milieu poreux. Cette estimation a été effectuée à partir de mesures d'impédance entre 0.1 et 200 kHz. Cependant, selon le type d'échantillon, ces estimations ont été plus ou moins biaisées par la polarisation de la double couche électrique et de Maxwell Wagner.

³ "Experimental evidence shows that the dielectric permittivity of rotationally hindered water near solid surfaces is somewhere between that of ice and of free water" d'après Or and Wraith (1999).

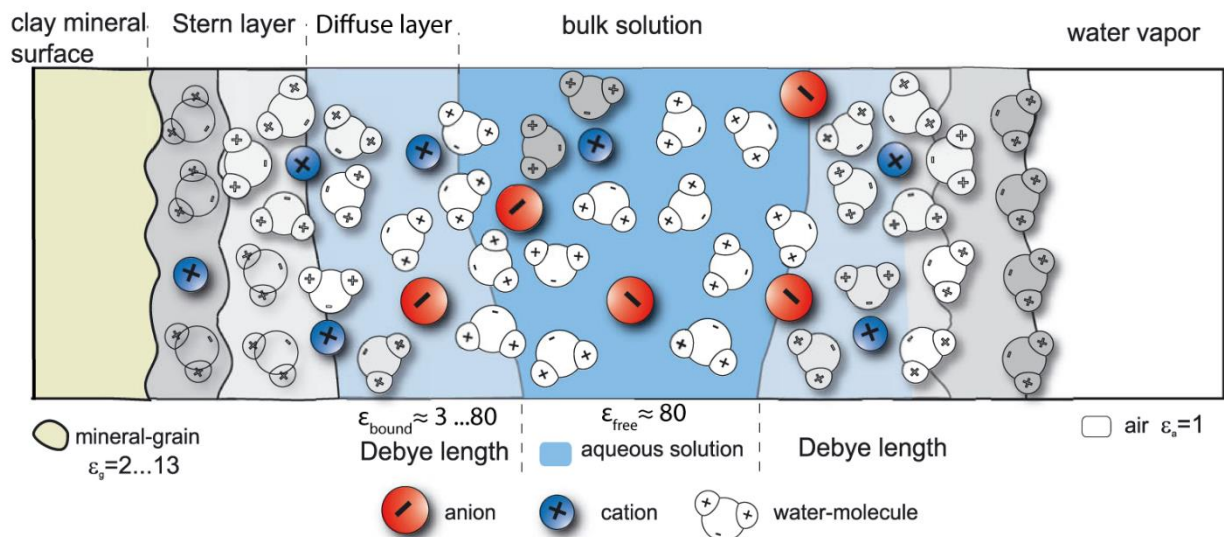


Figure 73. Illustration de la répartition de l'eau libre et de l'eau liée dans un milieu poreux. Figure modifiée d'après Wagner et al. (2013).

4.3. Méthode

Les expériences en spectroscopie large bande ont été réalisées en collaboration avec Dr. Thierry Bore de l'Université du Queensland.

Le deuxième analyseur d'impédance E4990C et l'analyseur de réseau vectoriel (VNA) E5770C ont été prêtés par Keysight pour une dizaine de jours réduisant nos capacités à améliorer nos procédures expérimentales. Quoiqu'il en soit ces premiers résultats sont dignes d'intérêt d'un point de vue métrologique et pour cerner l'intérêt des mesures en spectroscopie large bande.

La spectroscopie large bande a été réalisée en combinant deux instruments de mesure d'impédance et un analyseur de réseau vectoriel (VNA). La gamme de fréquence couverte s'étend de 10 mHz à 9 GHz (Figure 74, Figure 75).

4.3.1. Instrumentation

- Analyseur d'impédance Z-SIP (Zimmerman) : 10 mHz – 45 kHz

L'analyseur d'impédance spectrale utilisé à basse fréquence est identique à ceux décrit précédemment (Chapitre 2, Chapitre 3). Il a été utilisé avec un porte-échantillon cylindrique (\varnothing 2.5 cm, L 9.5 cm) associé à quatre électrodes de type film carbone (technique similaire à la partie 3.2, voir Figure 49). Pour des questions de temps d'acquisition, la gamme de fréquence mesurée est de 10 mHz à 45 kHz et la tension imposée est d'un volt. L'acquisition d'un spectre dure une vingtaine de minutes et s'effectue des hautes vers les basses fréquences.

- Analyseur d'impédance E4990A (Keysight) : 20 Hz – 120 MHz

Le deuxième analyseur d'impédance couvre les hautes fréquences (20Hz à 120 MHz). Le spectre est acquis en deux minutes et s'effectue des hautes vers les basses fréquences. Le courant injecté est de 0.5V. L'échantillon et le porte-échantillon sont identiques à celui du Z-SIP.

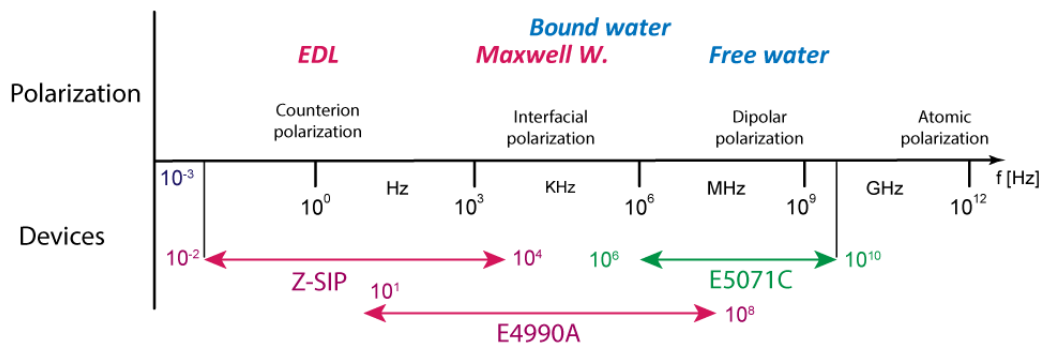


Figure 74. Gamme de fréquence des différents instruments utilisés pour nos expériences en spectroscopie.

En rose, analyseur d'impédance ; en vert, analyseur de réseau vectoriel, en noir les types de polarisation et en bleu, les polarisations liées à l'eau. Abréviations. EDL : polarisation de la double couche électrique, Maxwell W. : polarisation de Maxwell-Wagner.

➤ Analyseur de réseau vectoriel E5071C (Keysight) : 1 MHz – 9 GHz

Les analyseurs de réseau (VNA) sont apparus dans les années 70 et ont permis le développement des techniques de mesure dite de réflectométrie ou en propagation. Un échantillon est irradié avec une onde électromagnétique d'énergie connue. L'énergie transmise et l'énergie réfléchie sont mesurées afin de déduire les paramètres de la matrice S *scattering matrix*⁴ (S_{11} , S_{12} , S_{21} , S_{22}). Les VNA mesurent l'amplitude et la phase pour chaque coefficient. Ces paramètres sont liés aux propriétés (di-)électriques de l'échantillon et dépendent de la technique et de la configuration géométrique. Pour nos expériences, nous avons utilisé un VNA couplé à deux types de sonde « ouvertes » (Figure 75). Ainsi, la méthode utilisée est la technique de ligne coaxiale ouverte (*open-ended coaxial line technique*). Cette méthode permet de calibrer le dispositif expérimental à partir de liquides dont la permittivité en fonction de la température est connue (air, eau dé-ionisée and méthanol). La qualité de la calibration est validé grâce à des mesures sur des liquides dont la permittivité est aussi connue (éthanol, isopropanol, éthylène glycol), pour plus de détails voir Wagner et al. (2014). Après calibration, les spectres diélectriques sont calculés à partir d'une relation entre la permittivité et les paramètres de réflexion (S_{11} ou S_{22}). Le VNA utilise ici dispose de quatre ports dont deux ports sont utilisés pour la mesure successif deux échantillons.

⁴ appelée encore matrice des coefficients de diffraction.

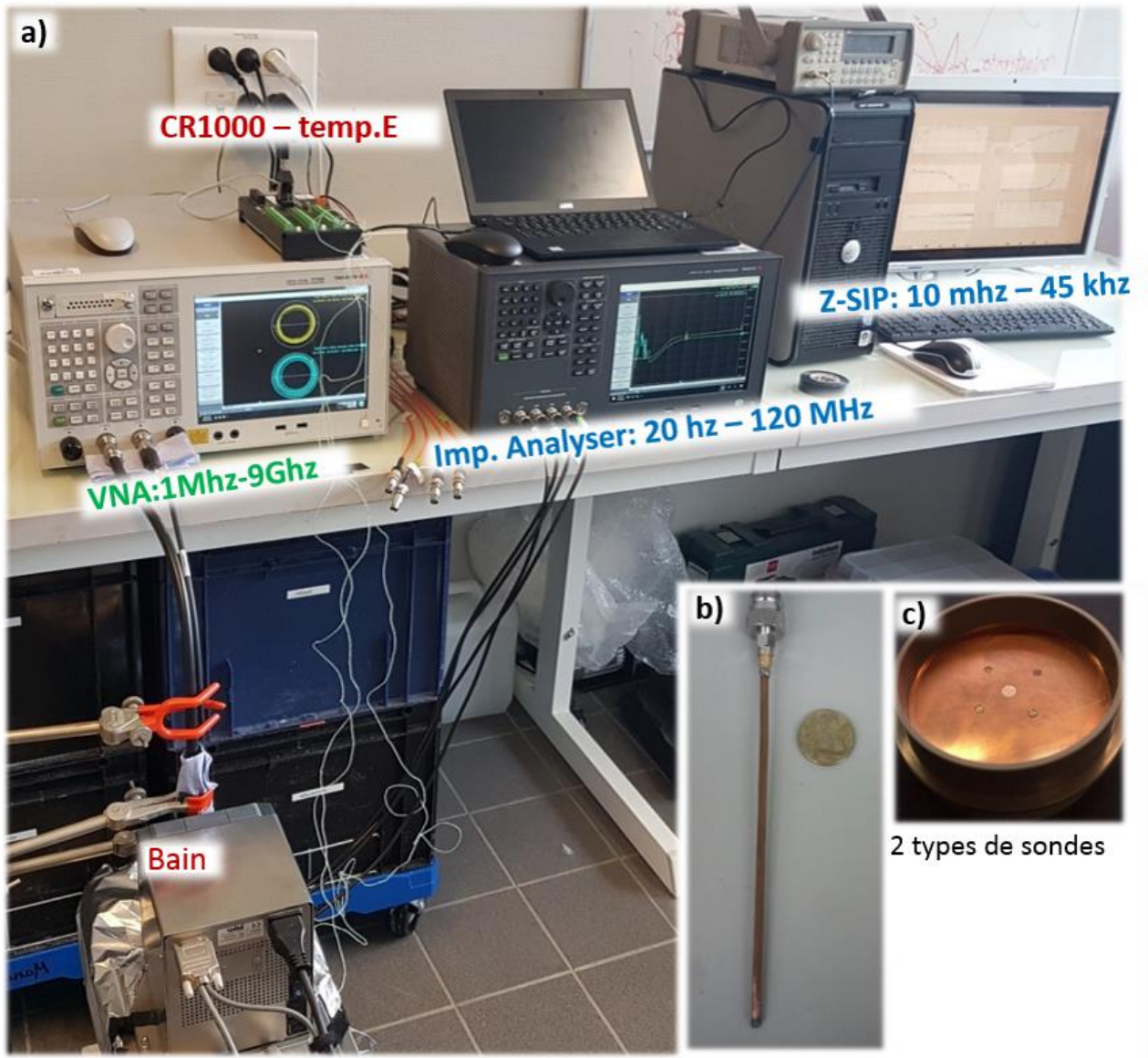


Figure 75. Instruments pour la spectroscopie large bande.

a) Instruments pour la spectroscopie large bande et système de température, b) sonde ouverte semi-rigide coaxiale, c) sonde coaxiale ouverte en coupe (dite ON-probe). Pour les expériences en température, les sondes en lignes sont utilisées. Ces sondes sont placées dans l'échantillon de sol et connectées au VNA. L'analyseur d'impédance partage le même échantillon placé dans un porte-échantillon cylindrique associé à des électrodes film carbone. L'ensemble des échantillons est placé dans la cuve de bain thermostaté (KISS K6). Le suivi de température est effectué à l'aide d'une centrale d'acquisition CR1000 (Campbell Scientific). Le volume d'investigation pour la sonde semi-rigide (b) correspond à un cylindre de diamètre 7 mm et de hauteur 3 mm alors que pour la sonde en coupe (c) ce volume correspond à un pavé droit de 14 x 14 x 7 mm) (Wagner et al., 2014).

4.3.2. Expériences et échantillons

Nous avons effectué deux séries d'expériences (notées A et B) en fonction de la température (Table 8). Pour chaque expérience deux échantillons sont analysés simultanément (Figure 76).

➤ Expérience A : échantillons de montmorillonite et d'eau distillée

La première expérience a été effectuée avec un échantillon de montmorillonite préalablement saturé à 0.1 S.m^{-1} . Les mesures d'impédance ont été réalisées sur le même échantillon. Pour les mesures à haute fréquence avec le VNA, le premier port est dédié à l'échantillon de montmorillonite. Ce dernier est placé dans un tube à centrifuger (de 50 ml) et la sonde coaxiale semi-rigide ouverte est introduite à l'intérieur. Le tube à centrifuger dépasse légèrement du fluide caloporteur. Le deuxième port du VNA est relié à un tube à centrifuger rempli d'eau distillée et sert de témoin.

➤ Expérience B : échantillons de montmorillonite et d'illite-chlorite

La deuxième expérience est basée sur le même principe, c'est-à-dire un échantillon commun pour les mesures d'impédance (montmorillonite et illite-chlorite) et un échantillon relié à chaque port du VNA.

Dans chaque échantillon dédié aux mesures haute fréquence, un thermocouple de type K est placé pour le suivi des températures (courbe de suivi de température Annexe J). Lors de chaque expérience, un spectre est acquis environ toutes les 12 minutes pour le VNA et pour l'analyseur d'impédance E4990A. Les spectres relatifs au dispositif Z-SIP ont été effectués en acquisition manuelle, c'est-à-dire, une fois que nous considérons que l'échantillon est stable thermiquement. Les durées d'acquisition sont d'une vingtaine de minutes pour les mesures d'impédance entre 0.01 Hz et 45 kHz et moins de cinq minutes pour les spectres entre 20 Hz-120Mhz et 1MHz – 9 GHz.

A noter que les échantillons de Mmontmorillonite et d'illite ont aussi été analysés à différentes salinités avec la sonde en coupe (ON-Probe). Seul, les spectres réalisés à la même salinité que nos expériences #A et #B sont présentés en Annexe J.

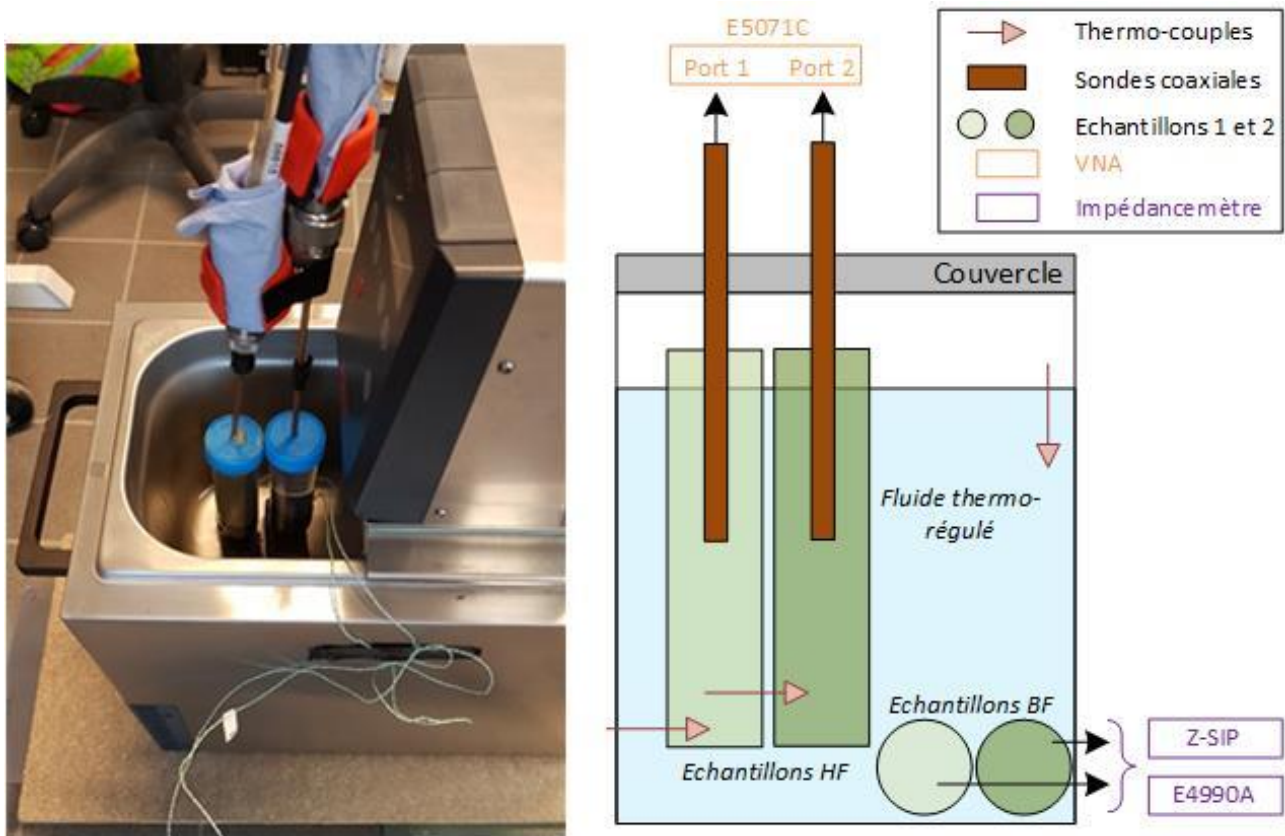


Figure 76. Schéma du dispositif de mesure de spectroscopie large bande.

A gauche, cuve du bain avec les deux échantillons pour les mesures HF, à droite, schéma des échantillons et des capteurs dans la cuve. Chaque échantillon HF est connecté à un port du VNA permettant d'effectuer les mesures sans déconnecter les sondes de l'instrument. Chaque échantillon BF est connecté successivement aux deux analyseurs d'impédance (Z-SIP et E4990A). Les thermocouples sont disposés uniquement dans les échantillons HF. (Schéma non à l'échelle).

Table 8. Liste des expériences en spectroscopie large bande.

Pour chaque expérience, deux échantillons sont analysés en même temps. Chaque expérience consiste à geler puis à dégeler les échantillons. A noter que pour la première expérience au cours de la phase de dégel, seules les mesures hautes fréquences ont été effectuées. Ces mesures correspondent aux températures marquées avec un *. Un monitoring en continu (toutes les 12 minutes avec le VNA et E4990C) a été effectué pour les expériences avec la montmorillonite (#A1 et #B1) alors que pour les expériences A2 et B2, les spectres ont été acquis après la stabilisation de la température au sein des échantillons. La CEC a été déterminée par la méthode au chlorure de cobaltihexamine et la courbe granulométrique a été déterminée par granulométrie laser.

Exp.	Echantillons	σ_w (S.m ⁻¹)	Température (°C)		
#A1	Montmorillonite	0.1	20 ; 15 ; 10 ; 8 ; 5 ; 2 ; 0 ; -2 ; -4 ; -6 ; -8 ; -10 ; -12 ; -14 ; -16 ; -18 ; -20 ; -24 ; -8* ; -2* ; 5* ; 10* ; 20*		
#A2	Eau distillée	0.0001			
#B1	Montmorillonite	0.1	25 ; 20 ; 15 ; 10 ; 5 ; 2 ; 0 ; -2 ; -4 ; -6 ; -8 ; -10 ; -14 ; -18 ; -8 ; -4 ; 4 ; 20		
#B2	Illite-Chlorite	0.1			
Echantillons		CEC (meq/100gr)	d0.1 (µm)	d0.5 (µm)	d0.9 (µm)
Montmorillonite		44.42	3.5	17.2	54.1
Illite-Chlorite		8.62			

4.4. Evolution de la conductivité et de la permittivité complexe en fonction de la température

Dans un premier temps, nous avons vérifié que les spectres effectués à partir des deux analyseurs d'impédances sont cohérents. Puis nous avons traité les mesures hautes fréquences effectuées avec la sonde coaxiale pour la première expérience (#A). Les mesures à haute fréquence pour l'échantillon d'eau distillée (mesure témoin) sont devenues incorrecte après une heure. En effet, la permittivité a chuté de 80 à 1 (proche de l'air), ce qui indique une perte de contact entre la sonde et l'échantillon. Nous nous sommes uniquement intéressés aux spectres haute fréquence pour l'échantillon de montmorillonite. En ce qui concerne la deuxième expérience (#B), nous analyserons d'abord les spectres de conductivité complexe puis l'évolution de la permittivité relative. Ces résultats sont préliminaires et demandent des traitements supplémentaires pour la construction de l'ensemble des spectres (mHz au GHz).

4.4.1. Continuité des spectres d'impédance mesurés avec Z-SIP et E44990C

Le premier résultat est la concordance et la continuité des spectres. Pour la plupart des températures, les spectres acquis sur le même échantillon mais avec deux instruments différents s'alignent. Aucune calibration ni correction à posteriori n'est nécessaire (Figure 77). Dans le détail, on peut cependant noter une légère discordance des spectres pour la partie réelle de la conductivité et pour des températures comprises entre 0 et -6°C. Cette discordance peut être expliquée par des mesures effectuées soit sans équilibrage thermique soit pendant la progression du front de gel (Annexe J).

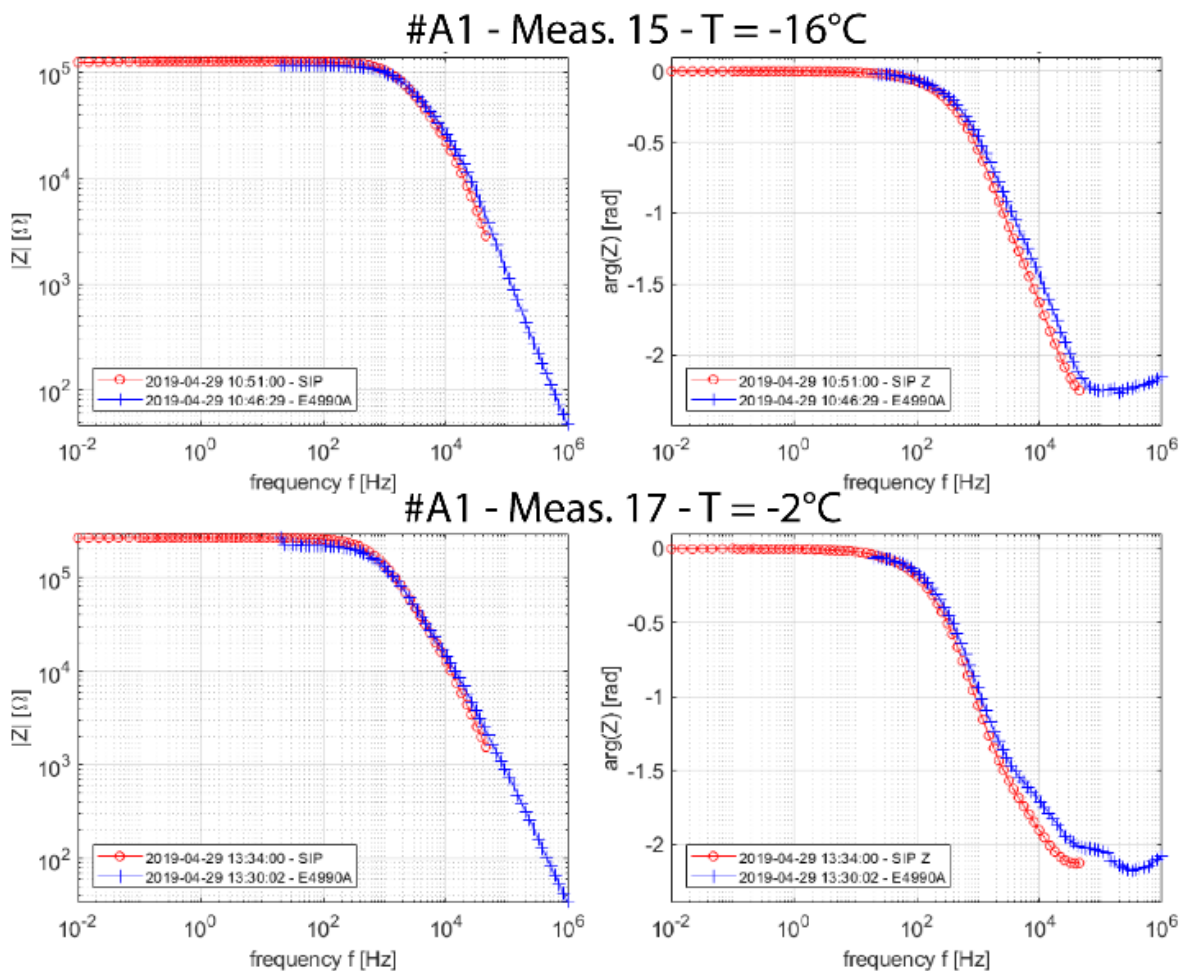


Figure 77. Spectroscopie Exp#A1 - continuité des spectres entre le Z-SIP et le E4990C pour l'échantillon de Montmorillonite.

Les figures de gauche et de droite correspondent respectivement aux spectres d'impédance et de déphasage mesurés par le Z-SIP (en rouge) et par E4990C (en bleu) à la température -16°C . Les spectres d'impédance et de déphasage ne présentent pas de discordance majeure pour toute la gamme de température, y compris pour les échantillons gelés qui présentent de fortes résistances électriques.

4.4.2. Expérience #A1 : Evolution de la permittivité relative

Tout d'abord, les parties réelle et imaginaire de la permittivité sont cohérentes avec les tendances attendues (Figure 78 a, b). En effet, la partie réelle décroît lentement en fonction de la fréquence et est comprise dans la gamme de valeur attendue (entre l'eau pure et la glace). La partie imaginaire décroît abruptement entre $5 \cdot 10^7$ et 10^9 Hz, ce qui correspond à la fin de la polarisation du Maxwell Wagner (jusqu'à 10^9 Hz). A partir de 10^9 Hz, la partie imaginaire commence à croître en lien avec le début de polarisation de l'eau libre. L'effet du changement de phase implique une baisse de la polarisation de l'eau libre et une diminution de sa fréquence caractéristique de relaxation ce qui est montré par les courbes en pointillé dans la Figure 78b.

L'évolution de la partie réelle de la permittivité en fonction du temps ne peut pas être corrélée aux variations de températures sur l'ensemble de l'expérience. En effet, en début d'expérience, l'évolution de la partie réelle de la permittivité n'est pas corrélée à la température (e.g. spectres à 0.0 et 24h dans la Figure 79). Deux explications sont possibles : i) une migration d'eau au sein de

l'échantillon, ii) une sédimentation / densification initiale. En effet, la montmorillonite utilisée était dans un état plutôt liquide que plastique. Le phénomène de densification est l'hypothèse privilégiée en raison de l'évolution de la permittivité au cours du temps et de sa gamme de valeur de ≈ 55 à 30 à 1.0 GHz (Bore et al., 2018). Nous préférons nous concentrer sur la deuxième expérience pour analyser plus en détail l'évolution de la partie réelle de la permittivité.

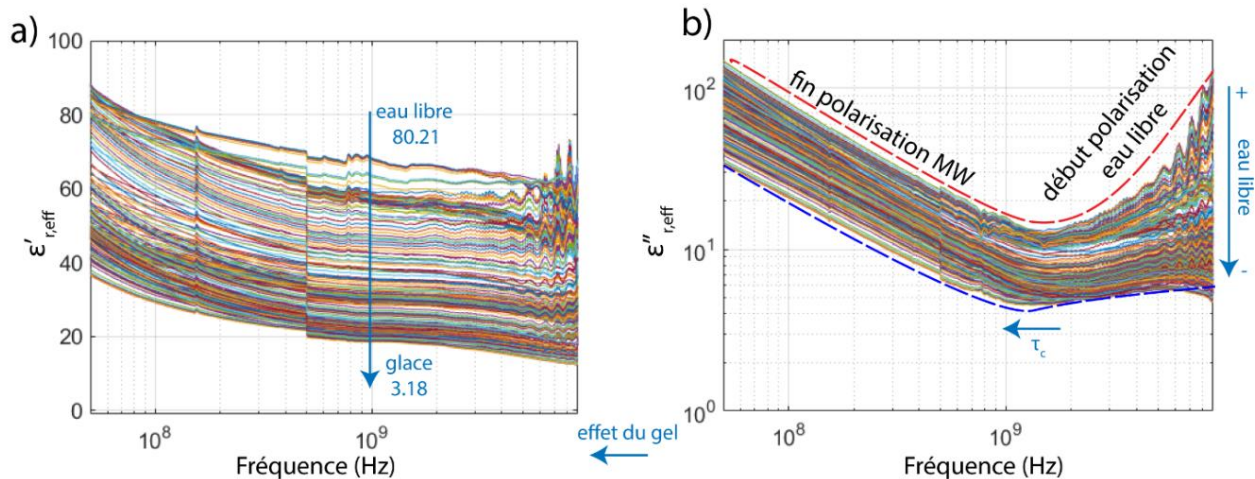


Figure 78. Spectroscopie Exp#A1 - Permittivité relative complexe issue des mesures hautes fréquences (VNA).

a) Partie réelle et b) partie imaginaire de la permittivité relative entre 50 MHz et 10GHz. Les courbes rouge et bleu en pointillés représentent l'évolution générale de la partie imaginaire de la permittivité en fonction de la fréquence, respectivement aux plus hautes et aux plus basses températures. Les couleurs représentent la température. L'important dans cette figure est de voir l'évolution de la conductivité complexe entre un état gelé et non gelé. La procédure de traitement a été effectuée en combinant deux types de calibrations en fonction de la gamme de fréquence : OWS-Open Water Short (<500MHz) et OWL-Open Water Liquid (> 500MHz). Le passage d'une calibration à l'autre explique le saut à 500 MHz. Pour plus de détail voir Wagner et al. (2014). Traitement effectué par T. Bore.

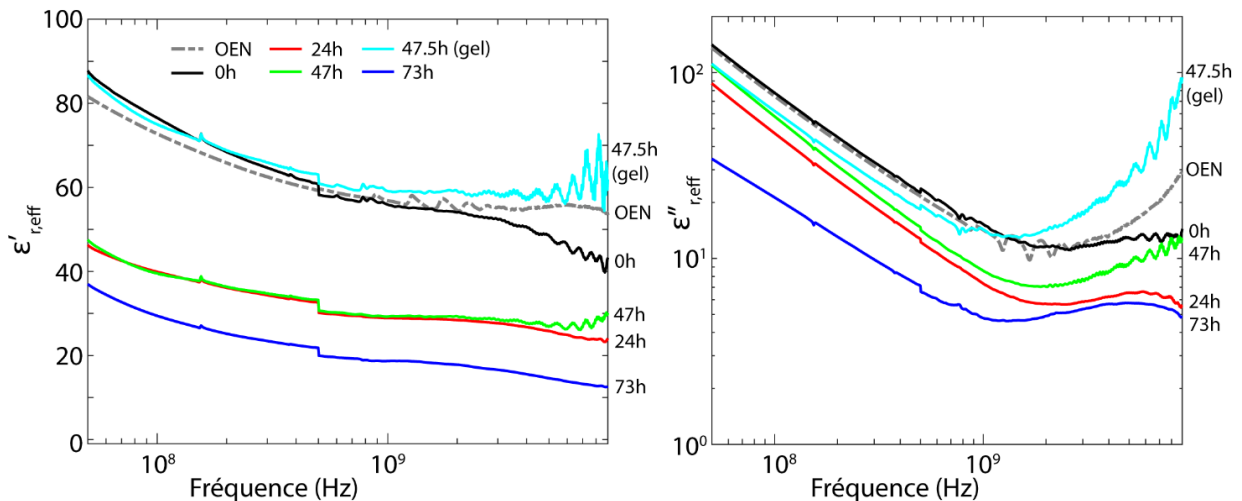


Figure 79. Spectroscopie Exp#A1 - Extraction de quelques spectres de permittivité durant l'expérience.

Le spectre effectué en statique avec la sonde en forme de coupe sert de référence. Ce spectre est noté OEN (courbe grise en pointillée). La forte chute de permittivité aurait pu être expliquée par une densification de l'échantillon. Après les vingt-quatre premières heures, l'échantillon semble être stable jusqu'à la rupture de surfusion (47.5h) où le spectre dépasse le spectre initial (0h). Enfin, le spectre à 73h correspondant au spectre à la température la plus basse (-24°C) montre une polarisation de l'eau libre affaiblie et une légère migration du temps de relaxation vers les plus basses fréquences, liée à l'effet de la température. A noter que le passage d'une calibration à l'autre explique le saut à 500 MHz et que les variations de courte longueur d'onde aux hautes fréquences sont liées à une dégradation de la correction de la calibration.

4.4.3. Expérience #B : Spectres de conductivité

Au total, 18 spectres de conductivité complexe ont été acquis entre 0.01Hz et 1MHz à l'aide des deux analyseurs d'impédance. Là encore, la continuité des spectres est bonne pour toutes les températures (Annexe J). Les spectres acquis par mesure d'impédance sont présentés en Figure 80. Pour les deux échantillons, la partie imaginaire montre une polarisation haute fréquence à partir de 10^5 Hz lorsque l'échantillon gèle. Cependant, la fréquence caractéristique liée à cette polarisation n'est pas atteinte. La conductivité électrique montre un comportement d'hystérèse (Figure 190 en Annexe J), similaire à ceux observés précédemment (Figure 55 en partie 3.2).

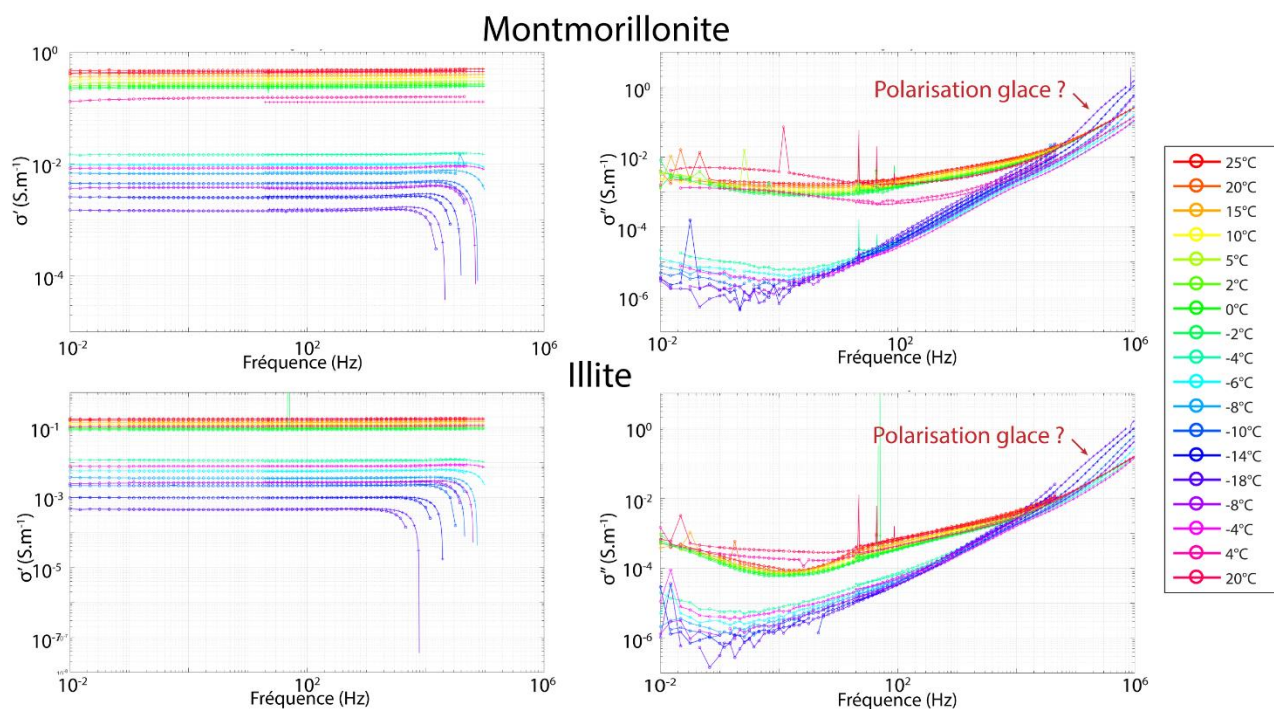


Figure 80. Spectroscopie Exp. #B - Conductivité complexe entre 0.01Hz et 1MHz pour les échantillons de Montmorillonite et d'Illite au cours de l'expérience #B.

Les figures de gauche et de droite représentent respectivement la partie réelle et imaginaire de la conductivité complexe. Les couleurs correspondent à la température des mesures.

4.4.4. Expérience #B : Evolution de la permittivité relative (partie réelle) en fonction de la température

Les mesures effectuées avec les sondes coaxiales ne sont plus correctes à partir de 3GHz pour l'expérience #B1 et de 5 GHz pour l'expérience #B2 à cause de la dérive instrumentale. Dans la Figure 81, nous analyserons uniquement la partie réelle de la permittivité (à 1.004 GHz) en fonction de la température. Pour chacune des expériences, nous pouvons distinguer plusieurs phases :

Expérience #B1 – Echantillon de Montmorillonite

- Phase I : la permittivité augmente lorsque la température diminue. Ce comportement est en accord avec la théorie, c'est-à-dire que la permittivité de l'eau libre augmente lorsque la température diminue. Cette phase s'étend jusqu'à la première rupture de surfusion à ≈ 55 h.
- Phase II : la rupture de surfusion a provoqué un brusque saut de la permittivité dépassant la valeur de l'eau libre (environ 80.21) ce qui indique une perturbation ou un problème expérimental. Bien que le début de cette deuxième phase (58 à 78h) indique une corrélation entre la température et la partie réelle de la permittivité, nous préférons par précaution ne pas exploiter la suite de cet essai, d'autant plus que la permittivité durant le dégel dépasse la valeur en début de l'essai et celle de l'eau libre.

Expérience #B2 – Echantillon d'Illite

- Phase I : durant cette phase, la permittivité augmente avec la diminution de la température jusqu'à ≈ 55 h. A partir de cet instant, la permittivité de l'illite (#B2) augmente brusquement jusqu'à un plateau (≈ 65) puis diminue après la rupture de surfusion. Nous ne savons pas expliquer ce saut brutal, mais il est possible qu'il soit lié à la rupture de surfusion de l'échantillon voisin #B1 (suspicion d'influence thermique des échantillons entre eux ?). Durant ce plateau, la permittivité de l'expérience #B2 n'est plus corrélée à la température.
- Phases II et III : ces phases sont similaires aux phases II et III de l'expérience #A1, L'évolution de la permittivité est corrélée avec la température et le changement de phase. Lors de la phase II, c'est à dire après la rupture de surfusion, la permittivité diminue avec la température puisque l'eau liquide est remplacée par de la glace. Inversement lors de la phase III, la permittivité augmente avec l'augmentation de la température, jusqu'à 0°C puis la permittivité décroît à nouveau lorsque la température redevient positive.

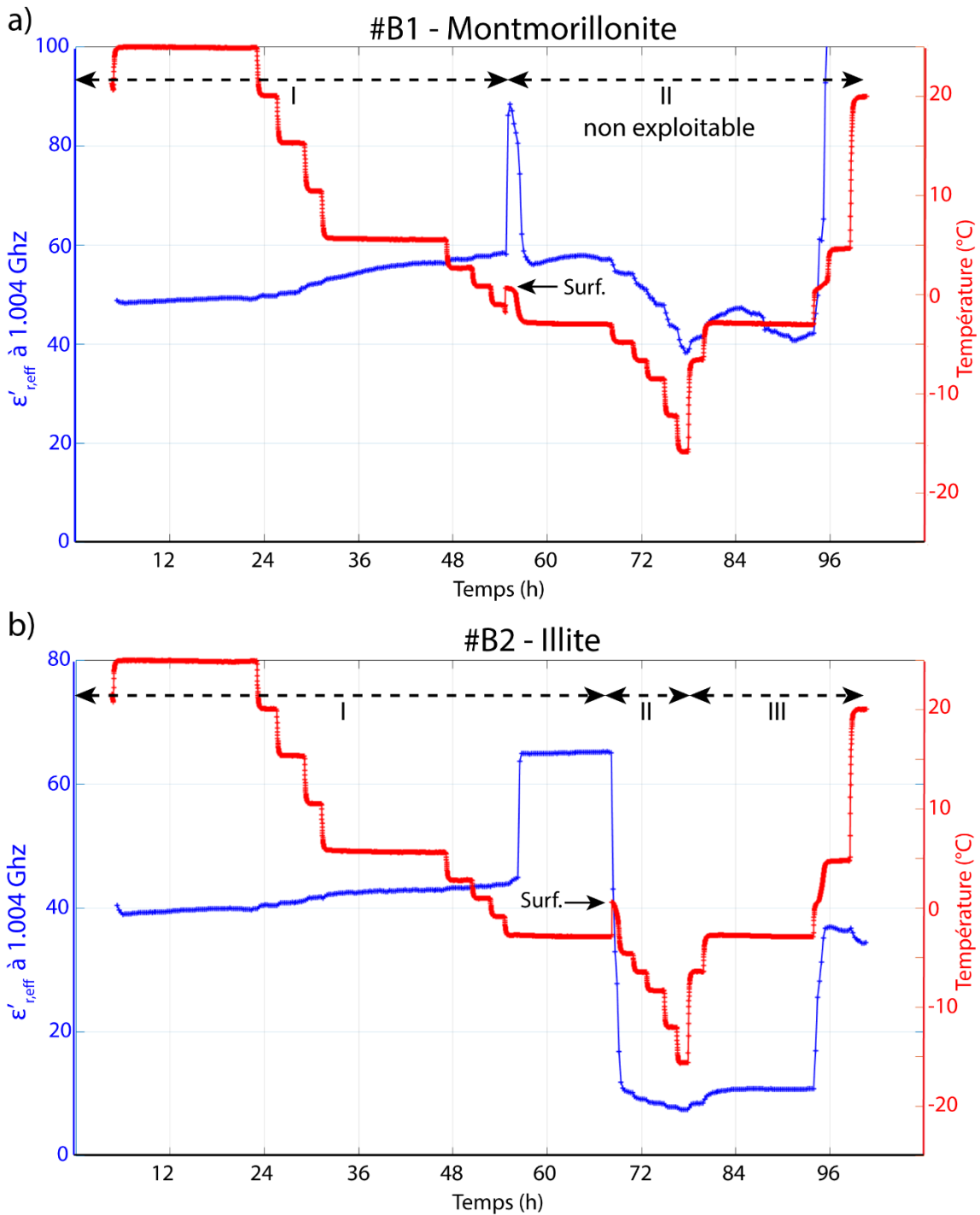


Figure 81. Spectroscopie Exp. #B - Evolution de la partie réelle de de la permittivité relative en fonction de la température.

Partie réelle de la permittivité relative à 1.004 GHz, en fonction de la température pour les échantillons de Montmorillonite (a) et d'Illite (b). La rupture de surfusion s'effectue à ≈ 55 h pour #B1 et 64h pour #B2 (libellé Surf.).

4.5. Modélisation de l'effet de la température sans changement de phase, sur la permittivité

Nous avons voulu tester un modèle de dépendance en température (sans changement de phase) sur les parties où la permittivité semble être corrélée à la température de nos expériences (phase I – Exp. #B1-2) et malgré nos problèmes expérimentaux. Ces problèmes expérimentaux sont les suivants :

- Les températures issues du monitoring sont relatives. Cependant, le monitoring en température semble être relativement correct, puisque la rupture de surfusion est un témoin naturel du zéro degré et que les températures enregistrées sont proches de cette valeur.
- Une stabilisation thermique ou mécanique de nos échantillons insuffisante. En effet, les températures enregistrées montrent une organisation en échelons qui n'est pas toujours observée pour les permittivités (voir l'expérience #B1 entre $\approx 32 - 42$ h, Figure 82). Par exemple, une densification de l'échantillon au cours de l'expérience pourrait expliquer la variation progressive de la permittivité.

Pour effectuer cette modélisation, nous utilisons un modèle de relaxation associé à une loi de mélange (Linde et al., 2006).

$$\varepsilon'_{r,eff} = \frac{1}{F} [S_w^n \varepsilon_w + (1 - S_w^n) \varepsilon_A + (F - 1) \varepsilon_s] \quad 4.3$$

Avec, F le facteur de formation (-) ; S_w^n la saturation et son exposant (-) ; ε_w la permittivité relative du fluide poral (-) ; ε_A la permittivité relative de l'air (-) ; ε_s la permittivité relative de la matrice solide (-).

Ce modèle a été complété et étendu en intégrant la dépendance en température par Bore et al. (2018).

$$\varepsilon'_{r,eff} = \phi^m [S_w^n \varepsilon_w(\omega, T, \sigma_w^0) + (1 - S_w^n) \varepsilon_A + (\phi^{-m} - 1) \varepsilon_s(\rho_g)] \quad 4.4$$

Avec, ϕ la porosité, m l'exposant d'Archie (-) ; σ_w^0 la conductivité ($S.m^{-1}$) et ρ_g la masse volumique de la matrice ($g.cm^{-3}$).

La permittivité relative de la phase solide est calculée à partir d'une loi empirique, basée sur la masse volumique de la matrice solide, voir équation (4.5) (Dobson et al., 1985). Cette permittivité est indépendante de la température :

$$\varepsilon_s(\rho_g) = (1.01 + 0.44 \rho)^2 - 0.0062 \quad 4.5$$

La permittivité de la phase liquide (ϵ_w) a été déterminée à partir d'un modèle de Debye modifié, voir équation 4 dans Bore et al. (2018). Ce modèle utilise plusieurs paramètres d'entrée dont la fréquence angulaire et la température. Comme les échantillons sont saturés, le modèle peut se simplifier en :

$$\epsilon'_{r,eff} = \frac{1}{F} [\epsilon_w(\omega, T, \sigma_w^0) + (F - 1)\epsilon_s(\rho_g)] \quad 4.6$$

La fréquence a été choisie à 1.004GHz. La conductivité basse fréquence correspond à la conductivité de la solution saline (mesure au conductivimètre de laboratoire dans le surnageant de l'échantillon). La température utilisée dans le modèle de Debye provient du monitoring en température. Le facteur de formation a été déterminé à partir des mesures d'impédance à basse fréquence effectuées pour plusieurs salinités. Nous avons trouvé un facteur de formation de 1.6 pour la montmorillonite et de 2.1 pour l'illite. D'après, "Illite Mineral Data," (2019); "Montmorillonite Mineral Data," (2019), les masses volumiques en moyenne sont respectivement de 2.75 g.cm⁻³ pour l'illite et de 2.35 g.cm⁻³ pour la montmorillonite.

Le résultat de la modélisation est présenté en Figure 82. Les valeurs de permittivité calculées à partir du modèle évoluent sous forme d'échelons, lié au monitoring de température. Les capteurs de température et les sondes coaxiales ne sont pas placés exactement aux mêmes endroits, ce qui peut expliquer des écarts entre le modèle et les mesures (e.g. entre 32 et 36 h dans l'expérience #B2, Figure 82). Pour l'échantillon de montmorillonite, la modélisation est plutôt en accord avec les mesures, excepté entre \approx 33 et 42h, où la permittivité mesurée continue à augmenter malgré une stabilisation de la température. Ceci implique qu'un autre processus est en cours pendant ce laps de temps (e.g. mouvement d'eau, densification ?). En ce qui concerne, l'expérience avec l'illite, la paramétrisation du modèle est correcte et le modèle reproduit convenablement les données. La zone entre \approx 33 et 48h montre que la stabilisation thermique est longue dans le cadre de notre montage expérimental ce que notre modèle n'intègre pas.

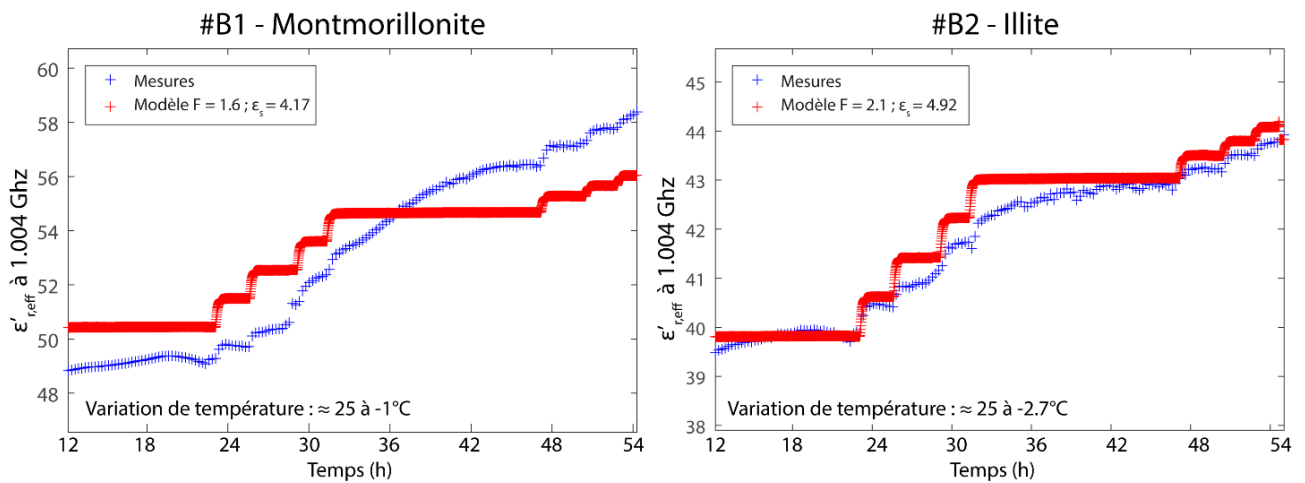


Figure 82. Spectroscopie Exp. #B – Application d’un modèle de dépendance en température.

En bleu les mesures de la partie réelle de la permittivité pour les échantillons de Montmorillonite (à gauche) et d’Illite (à droite) et en rouge la modélisation effectuée à partir de l’équation 4.6. Le modèle utilisé est un modèle de relaxation associant une loi de mélange (Bore et al., 2018). La permittivité de la phase solide est indépendante de la température et a été déterminée à partir d’une loi empirique et des masses volumiques. Un modèle de Debye modifié permet de calculer la permittivité de l’eau en fonction de la température. Le facteur de formation a été calculé à partir des mesures d’impédance à 1Hz.

4.6. Discussion et conclusions

Dans ce chapitre, nous avons voulu explorer l'intérêt et les possibilités d'effectuer une spectroscopie large bande au cours du gel d'un échantillon dans le but d'apporter de l'information sur la polarisation de la glace et sur la répartition de l'eau. Bien que les résultats de nos deux expériences soient préliminaires et doivent être complétés par l'application d'une modélisation large bande, ils nous ont permis de tirer une série de premières conclusions et de modifications à apporter au dispositif expérimental.

Modifications expérimentales

Tout d'abord, sur la Figure 80, la partie réelle de la conductivité à partir de 10^5 Hz devient négative. Ceci est vraisemblablement lié à la mesure à quatre électrodes. En effet, au haute fréquence, il est préférable d'utiliser la technique à deux électrodes (Kirichek et al., 2019; Volkmann and Klitzsch, 2015). Deux solutions peuvent être testées pour éviter ce problème : effectuer une mixture compensation (calibration du dispositif de mesure à quatre électrodes) ou faire une mesure avec deux électrodes (communication personnelle avec T. Bore).

Nous avons aussi rencontré des problèmes liés la préparation des échantillons. En effet, dans nos deux expériences, l'argile utilisée a été préparée dans un état trop liquide et parfois placée dans le porte-échantillon de la sonde coaxiale trop peu de temps avant le début de l'expérience (exp. #A1). Dans ces expériences, durant la première phase pendant laquelle la permittivité du milieu n'est pas reliée à la température, nous suspectons des mouvements d'eau et de la densification. La prochaine étape consiste à tester des argiles préparées dans un état plastique (en dessous de la limite de liquidité) et de s'assurer de la stabilité des mesures avant de commencer l'expérience en température. De plus, nous avons d'abord choisi de tester la spectroscopie large bande sur des argiles car elles contiennent une forte proportion d'eau libre et liée, impliquant de forts signaux de polarisation. Des tests avec d'autres matériaux permettront de mieux comprendre cette phase initiale.

Nous avons aussi rencontré des difficultés pour maintenir un bon contact entre l'échantillon et la sonde coaxiale, celle-ci ayant une faible surface de contact avec l'échantillon (\varnothing 3.6 mm). Au cours de l'expérience, des tassements ou un remaniement de l'échantillon ont pu provoquer un découplage entre le sol et la sonde. En effet, lors de la rupture de surfusion la permittivité réelle mesurée augmente fortement et devient corrélée à la température. Une explication possible est que durant la phase initiale, la sonde n'est plus en contact avec l'échantillon de sol mais uniquement avec du surnageant, ce qui pourrait expliquer certaines valeurs incohérentes ou la chute brutale de la permittivité à 12h dans l'expérience #A1 (Figure 78). Le gel quasi-instantané de l'échantillon est associé à une expansion volumique permettant ainsi la remise en contact sol-sonde ou une remobilisation.

La sonde d'investigation de la sonde coaxiale semi-rigide est petite, avec un diamètre de 7 mm et une hauteur de 3 mm. Pour des échantillons naturels (i.e. de sols), ce volume peut être contraignant pour être homogène et représentatif de l'échantillon macroscopique. Il est intéressant de tester d'autres types de sonde ou de techniques de mesure (e.g. cellule en ligne de transmission coaxiale) permettant de prendre en compte un échantillon hétérogène.

La température de la sonde coaxiale semi-rigide n'a pas d'impact sur la mesure. La plage de température de fonctionnement est -55 à 125°C (Pasternack Enterprises, 2013). Cependant, l'introduction de la sonde dans le sol modifie localement la température du sol. Cet effet est amplifié puisque la sonde a une enveloppe en cuivre et un faible volume d'investigation. Une partie de la sonde est placée dans le sol et l'autre partie est en communication directe avec l'air. Un gradient thermique depuis l'extérieur de la sonde jusqu'à la sonde d'investigation est donc possible (Figure 83).

Notre système de régulation en température (bain thermostaté avec fluide glycolé) a l'avantage d'avoir un coefficient d'échange entre le tube de l'échantillon et le fluide glycolé plutôt bon (agitation dans le bain). De plus, le fluide glycolé a une capacité calorifique suffisante pour atténuer les légères variations de température liées à la régulation ou à des agents extérieurs. Cependant, les mesures avec les sondes coaxiales sont plus contraignantes que pour les mesures d'impédances : après la calibration du système aucun câble ou sonde ne peut être réajusté. Il est alors plus avantageux de faire les mesures dans une chambre thermo-régulée. Par exemple, un système de caisse isolée thermiquement, avec un échangeur air/eau relié au bain et associé à une ventilation pour améliorer le rendement d'échange. L'avantage de ce système est la possibilité de travailler plus facilement avec des sols insaturés. Placer plusieurs thermocouples dans l'échantillon permettrait de vérifier la stabilité thermique des échantillons ou d'estimer un gradient thermique.

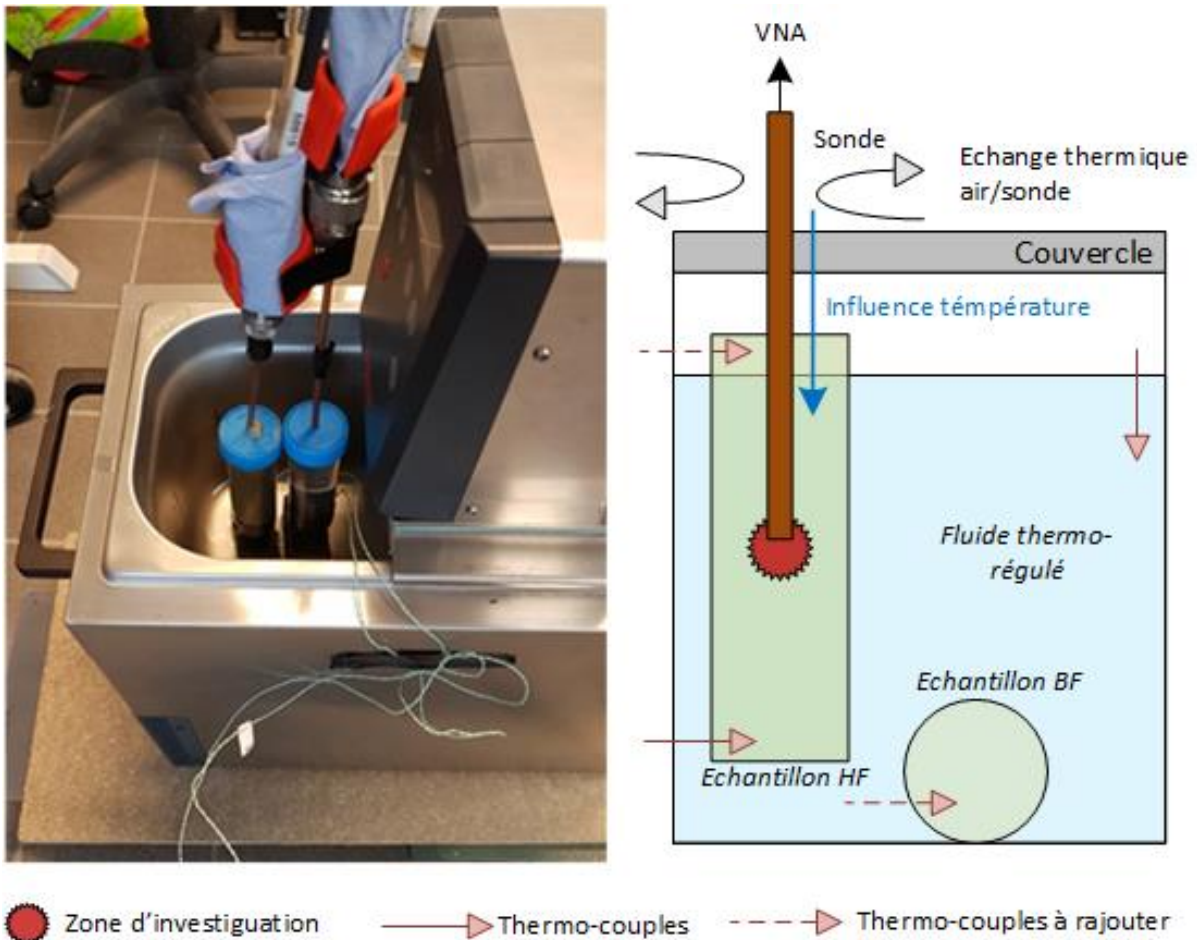


Figure 83. Effet ailette dû à la sonde et schéma du dispositif expérimental.

Une partie de la sonde est en contact direct avec l'air impliquant une perturbation locale de la température de l'échantillon le long de l'enveloppe en cuivre et au niveau de la zone d'investigation. Afin de quantifier le gradient thermique et de vérifier la stabilité dans l'échantillon des thermocouples sont à rajouter.

Conclusions et perspectives

Tout d'abord, les mesures d'impédance effectuées avec deux instruments sur le même échantillon sont cohérentes et continues. Aucune procédure de calibration jointe n'est donc nécessaire ce qui montre la cohérence des spectres et facilite l'acquisition.

Ensuite, un modèle de relaxation associé à une loi de mélange a permis d'ajuster les mesures de permittivité relative réelle à 1.0 GHz. La dépendance de la température observée provient principalement de la dépendance en température de la permittivité de l'eau libre qui peut être modélisée à l'aide d'un modèle de Debye modifié (Bore et al., 2018). Le facteur de formation déterminé à l'aide de mesures d'impédance à basse fréquence peut être utilisé pour les modèles de permittivité de haute fréquence. Ce résultat montre l'intérêt de la spectroscopie large bande puisque certains paramètres des modèles sont communs.

Les mesures d'impédance large bande ont aussi identifié une polarisation haute fréquence vraisemblablement liée à la glace. Cependant, l'extension des mesures d'impédance à des plus hautes fréquences n'a pas suffi pour déterminer la fréquence caractéristique, paramètre essentiel pour mieux comprendre ce processus. Comme énoncé en introduction, les propriétés électriques de la glace sont assez similaires aux propriétés diélectriques des semi-conducteurs. Il est ainsi possible d'adapter les modèles liés aux semi-conducteurs pour simuler les propriétés de la glace.

Il faut alors développer un modèle unifié prenant en compte les différents processus de polarisations (partie 1.2.3). Dans un premier temps, le modèle large bande pourrait correspondre à une somme de modèles Cole-Cole, chaque modèle Cole-Cole serait lié à un processus en particulier. Par exemple, Olhoeft (1977) a développé pour un modèle avec une contribution ionique associés à trois processus de relaxation dont celui lié aux effets Bjerrum. Ce modèle unifié permettrait de mieux comprendre les phénomènes d'hystérèse et la formation de la glace au cours du temps. Par exemple, à partir des mesures en spectroscopie à hautes fréquences, un volume de glace pourrait être calculé et être injecté dans le modèle développé dans les chapitres précédant au lieu d'utiliser une courbe de gel. Enfin, ce modèle pourrait aider à estimer la topologie de la glace et ainsi mieux estimer les paramètres thermiques d'un sol englacé. En effet, les caractéristiques thermiques effectives d'un sol englacé dépendent des propriétés propres à chaque phase mais aussi des surfaces de contact, par exemple entre les grains et la glace.

Chapitre 5. Monitoring en tomographie électrique de résistivité d'une corbeille géothermique (expérience in-situ)

5.1. Introduction

Pour rappel, les corbeilles géothermiques ne demandent pas de conditions environnementales particulières pour être installées. Elles sont donc installées dans tous type de sols. Afin de suivre, les transferts thermo-hydriques à l'aide des méthodes géo-électriques, nous avons dû préalablement comprendre et modéliser la dépendance des signaux géophysiques vis-à-vis de la lithologie, de la saturation, de la température et du changement de phase.

Ainsi, dans le Chapitre 2, nous nous sommes intéressés à caractériser la conductivité complexe d'échantillons de sol saturés (des sables argileux aux argiles sableuses pouvant contenir de la matière organique). Ensuite, dans une deuxième phase (Chapitre 3), nous avons modélisé l'impact de la température et du changement de phase sur la conductivité complexe de sols, de roches et de mélanges sable/argiles. La conductivité complexe de ces matériaux a été obtenue par la méthode de la polarisation provoquée spectrale et a été analysée à l'aide du modèle de la couche de Stern dynamique. Au cours de ces deux phases, la relation entre les paramètres de la polarisation provoquée en domaine spectral (σ^* , σ' , σ'') et en domaine temporel (σ , Mn) a été validée. Cette relation s'effectue grâce au paramètre α_D du modèle de Drake.

A l'issue de ces travaux, nous devons valider notre modèle sur des cas concrets. La première application de ce modèle a été effectuée dans le cas d'une étude géophysique du glacier rocheux de Val-Thorens (Duvillard et al., 2018). Dans cette étude, le modèle donne des résultats corrects mais le modèle n'est pas totalement validé puisque nous ne connaissons pas la distribution de température.

Le modèle que nous présentons dans ce manuscrit peut aussi être utilisé dans le cas classique de tomographie électrique de résistivité. Ce modèle est alors reformulé en se concentrant uniquement sur les équations décrivant la conductivité électrique du milieu. Ce modèle ainsi formulé n'est encore que trop rarement appliqué dans le cadre d'études géophysiques. En effet, le modèle d'Archie (1942) est encore majoritairement utilisé sans vérifications préliminaires (e.g. vérifier que la conductivité de surface est négligeable). Cette observation est aussi valide pour les études géophysiques effectuées dans les régions froides.

Nous avons souhaité valider notre modélisation sur un cas *in-situ*, i.e., dans un milieu hétérogène (en terme de lithologie, de teneur en eau, de porosité) avec une temporalité et un forçage thermique différents. Pour répondre à cette question, nous avons utilisé l'installation géothermique mise en place sur le site du Technolac (Savoie, France), au cours de la thèse de Xavier Moch (Moch, 2013). Dans cette expérience, deux échangeurs géothermiques ont fonctionné en continu à jusqu'à l'apparition du

noyau de glace (total : 584 heures). Les monitorings en température et en géophysique se sont concentrés uniquement sur l'un des échangeurs et durant la phase d'extraction de chaleur. En parallèle, deux échantillons provenant de forages ont été analysés par méthode de polarisation provoquée spectrale. Les résultats de l'analyse de ces échantillons ont été confrontés aux résultats de l'expérience in-situ.

5.2. Evolution de la conductivité électrique lors de l'utilisation d'une corbeille géothermique



RESEARCH LETTER

10.1029/2019GL084962

Key Points:

- Electrical conductivity is related to temperature via a soil freezing curve
- Frozen ground is generated in the field using a geothermal heat exchanger
- Both field and laboratory experiments are consistent with the theory

Correspondence to:

A. Revil,
andre.revil@univ-smb.fr

Citation:

Coperey, A., Revil, A., & Stutz, B. (2019). Electrical conductivity versus temperature in freezing conditions: A field experiment using a basket geothermal heat exchanger. *Geophysical Research Letters*, 46, 14,531–14,538. <https://doi.org/10.1029/2019GL084962>

Received 12 AUG 2019
Accepted 11 NOV 2019
Accepted article online 4 DEC 2019
Published online 17 DEC 2019
Corrected 10 FEB 2020

This article was corrected on 10 FEB 2020. See the end of the full text for details.

Electrical Conductivity Versus Temperature in Freezing Conditions: A Field Experiment Using a Basket Geothermal Heat Exchanger

A. Coperey^{1,2}, A. Revil³, and B. Stutz²

¹Université Grenoble Alpes, Université Savoie Mont Blanc, CNRS, IRD, IFSTTAR, ISTerre, Grenoble, France, ²LOCIE, Université Savoie Mont-Blanc, CNRS, UMR5271, Chambéry, France, ³Université Grenoble Alpes, USMB, CNRS, EDYTEM, Chambéry, France

Abstract We use a basket geothermal heat exchanger during 518 hr to freeze a portion of soil. This field experiment is monitored using time lapse electrical conductivity tomography and a set of 47 in situ temperature sensors. A frozen soil core characterized by negative temperatures and low conductivity values ($<10^{-3}$ S/m) develops over time. A petrophysical model describing the temperature dependence of the electrical conductivity in freezing conditions is applied to the field data and compared to two laboratory experiments performed with two core samples from the test site. The results show that this petrophysical model can be used to interpret field measurements bridging electrical conductivity to temperature and liquid water content.

Plain Language Summary In order to better understand the evolution of permafrost (spatial extent, temperature, and liquid water content distributions), we can use time lapse electrical conductivity tomography. The electrical conductivity of a soil is influenced by water and ice contents, temperature, salinity of the pore water, and the cation exchange capacity of the material. We test a physics-based relationship connecting temperature, ice content, and electrical conductivity. This relationship is tested on two core samples and compared with field observations during a in-situ test experiment. In this experiment, we generated a frozen soil core using a geothermal heat exchanger, and at the same time, we recorded the temperature and electrical conductivity distributions. We found a good consistency between the field data and the model, which means that from the distribution of the electrical conductivity of the frozen soil, we are able to recover its temperature.

1. Introduction

There are several reasons to develop techniques able to monitor permafrost in the subsurface of the Earth. First, due to climatic changes, the progressive degradation of permafrost poses a risk to infrastructures (Gruber et al., 2004; Raveland et al., 2017; Beniston et al., 2018). Monitoring changes in temperatures and ice and liquid water contents in the ground is necessary to understand the adaptation of ecosystems of cold regions and to try to mitigate the release of CO₂ into the atmosphere (Schaefer et al., 2014). In addition, anticipating the evolution of permafrost will make it possible to optimize the use of newly available natural resources (Gautier et al., 2009; Instanes et al., 2016). Finally, harvesting thermal energy from the ground to heat buildings and various types of facilities can locally generate frozen areas in the ground that need to be monitored as well (Moch et al., 2015; Self et al., 2013).

Electrical conductivity tomography is a simple geophysical technique that can be used to image and monitor changes in the electrical conductivity distribution of the subsurface. Electrical conductivity tomography has been recently used to image permafrost in the shallow subsurface (e.g., Scott et al., 1990; Kneisel, 2006; Magnin et al., 2015). This has prompted the recent development of an improved physics-based petrophysical model, beyond the classical Archie's law, to connect electrical conductivity to temperature (e.g., Coperey et al., 2019; Duvillard et al., 2018). Such model needs to be further tested. This is the goal of this paper: to precisely test a model connecting electrical conductivity to temperature through an exponential soil freezing curve.

In the present paper, we use a basket heat exchanger to freeze a portion of the ground, which is monitored using time lapse electrical conductivity tomography. This allows reconstructing an in situ electrical

conductivity/temperature relationship, which can be compared to laboratory experiment performed on two core samples from the test site. In turn, these data can be used to test the petrophysical model recently developed by Duvillard et al. (2018) and Coperey et al. (2019).

2. Electrical Conductivity Versus Temperature

In the absence of ice in the pore space, the dependence of the electrical conductivity of a soil $\sigma(T)$ (in S/m) with the temperature T is given by (Vinegar & Waxman, 1984)

$$\sigma(T) = \sigma(T_0)[1 + \alpha_T(T - T_0)], \quad (1)$$

where $\alpha_T \approx 0.021 \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$, $T_0 = 25 \text{ } ^\circ\text{C}$. Fundamentally, equation (1) reflects the effect of temperature on the ionic mobility of the charge carriers. Below the freezing temperature, we need to consider the change in the liquid water content θ (dimensionless) with temperature T and the segregation of the salt in the liquid pore water. The following freezing curve can be used to describe the dependence between θ and T (in $^\circ\text{C}$) (see Duvillard et al., 2018):

$$\theta(T) = \begin{cases} (\phi - \theta_r) \exp\left(-\frac{T - T_F}{T_C}\right) + \theta_r, & T \leq T_F, \\ \phi, & T > T_F \end{cases}, \quad (2)$$

where T_F (in $^\circ\text{C}$) denotes the freezing temperature, T_C (in $^\circ\text{C}$) denotes a characteristic temperature associated to the pore size distribution, θ_r denotes the residual liquid water content at low temperatures, and ϕ (dimensionless) denotes the (connected) porosity. The soil freezing curve can be related to the characteristics of the pore size distribution like the capillary pressure curve (Spans & Baker, 1996). In freezing conditions and accounting for the salt segregation effect, the electrical conductivity of the porous material is (Coperey et al., 2019)

$$\sigma(T) = \sigma(T_0)[1 + \alpha_T T - T_0], \quad (3)$$

where m (dimensionless) corresponds to the porosity exponent of Archie's law and $\sigma(T_0)$ denotes the conductivity (in S/m) at the reference temperature T_0 ($=25 \text{ } ^\circ\text{C}$). While not apparent in equation (3), this model comprises both a conductivity contribution in the pore space and a surface conductivity contribution associated with electrical double layer (and therefore related to the cation exchange capacity [CEC] of the material). Assuming $m \approx 2.0$ (Vinegar & Waxman, 1984) and using equations (2) and (3), the conductivity of a soil depends on the temperature according to

$$\sigma(T) \approx \left[(\phi - \theta_r) \exp\left(-\frac{T - T_F}{T_C}\right) + \theta_r \right] \frac{\sigma(T_0)}{\phi} [1 + \alpha_T(T - T_0)]. \quad (4)$$

Equation (4) has been developed for fully liquid water-saturated conditions above the freezing temperature. It can be easily generalized to conditions for which the initial water content is θ_i (rather than the water content at saturation $\theta_s = \phi$) by replacing ϕ by $\theta_i \leq \phi$ in equation (4). In the present study, we want to test these equations to model the change in conductivity associated with freezing of a soil.

3. Field Experiment

Five helical geothermal heat exchangers were set up in 2011 (labelled HE1 to HE5) at a test site located in Technolac in Savoie, France. HE1 is made of 100 m of polyethylene tube (internal/external radii 25 and 22.7 mm, respectively), enrolled with a pitch of 0.08 m (Figure 1). They were buried at a depth of 3.4 m and backfilled by the local soils and sediments with a mix of clay, silt, and gravels. They are located in the vadose zone of the soil above the water table, located roughly at a depth of 5 m. The circulating fluid is a monopropylene glycol aqueous solution (40% glycol in weight) for the heat exchangers, and water is used for the convector heaters. For our experiment, we used two heat exchangers. The activity of HE1 is monitored using electrical conductivity tomography (Figure 1). HE5 (located 20 m away from HE1) is used to adjust mass flow for a correct functioning of the heat pump.

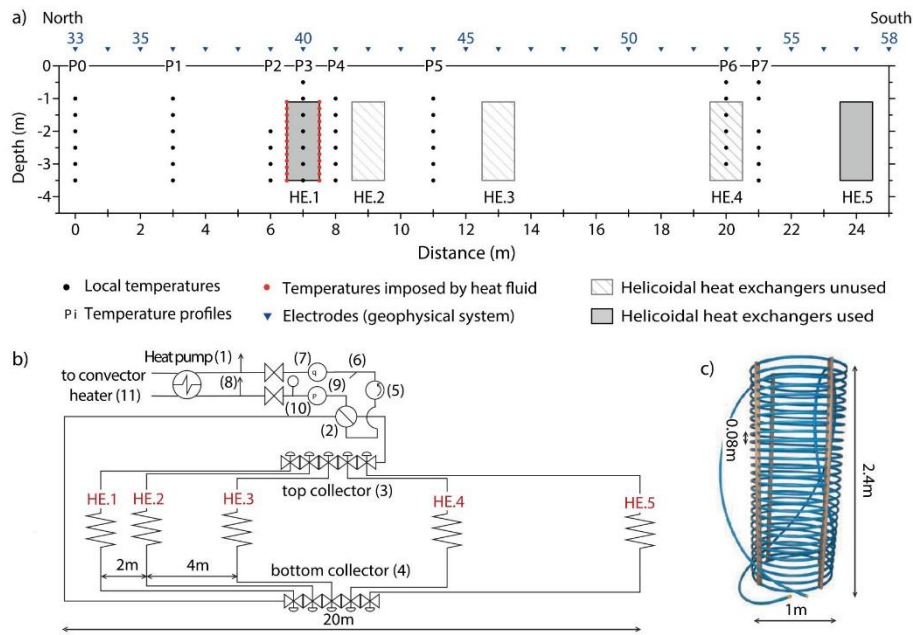


Figure 1. Sketch of the geometrical setup used for the field experiment. (a) Geometrical setup of heat exchangers and temperature probes. The test site comprises five basket heat exchangers (labelled HE1 to HE5, Terra Spiral exchangers) buried between 1.1 and 3.5 m. During the experiment, only two heat exchangers are used, and we focus our experiment on HE1. The temperature distribution around HE1 is monitored with 47 thermocouples, distributed along seven vertical profiles (labelled P0 to P7). In addition, the temperatures of the soil in contact with the spires of HE.1 are determined from the inlet/outlet temperature on the heat-carrying fluid (see the red dots on HE1). Along the ground surface, we use 64 stainless steel electrodes (only electrodes 33 to 58 are shown, blue arrows) with a spacing of 1.0 m to perform a 2.5-D electrical conductivity tomography. (b) Description of the main components of the geothermal heat pump. (HE) Terra Spiral exchangers (from Ryb); (1) heat pump (AUREA 20Z from Ciat); (2) four-way valves; (3, 4) heat exchanger selecting valves; (5) circulatory pumps; (6) filter; (7) flow meter; (8) steam traps; (9) manometers; (10) expansion tank; (11) convector heater (MAJOR 2 from Ciat). (c) Helical heat exchanger. The coil corresponds to 100 m of a polyethylene.

Before starting the heat pump, we recorded the background temperature of the soil during 96 hr. At $t = 0$ hr, we started the heat pump and the circulator pumps, which worked for 518 hr (≈ 21.6 days). Data measurements (soil and fluid temperatures, mass flows, and extracted heat) was performed every 15 min (Figure 2). We recorded ground temperatures along seven vertical profiles thanks to four wire Pt100 probes with an accuracy of 0.2°C (Figures 1a and 3). We also used the temperature along the heat exchanger tube to improve our estimate of the ground temperature distribution. Snapshots of the temperature distributions are shown in Figure 3.

In addition of temperature measurements, we performed electrical conductivity tomography. We took nine snapshots of electrical conductivity measurements along a single profile before and after the heat pump was turned on. The measurement times are $t_1 = -22$ hr, $t_2 = 0$ hr, $t_3 = 22$ hr, $t_4 = 48$ hr, $t_5 = 74$ hr, $t_6 = 146$ hr, $t_7 = 194$ hr, $t_8 = 242$ hr, and $t_9 = 518$ hr. The measurements were performed with an ABEM-SAS Terrameter and 64 steel electrodes (spacing 1.0 m, see position in Figure 1a). We used a Wenner protocol, and the number of stacks was between 3 and 6 to target a standard deviation of less than 1%. The nine pseudosections data were inverted with the software IP4DI using the time lapse inversion approach developed by Karaoulis et al. (2013). In order to improve inversion, we used a nonuniform time regularization called the Active Time Constrained method (Karaoulis et al., 2014). The inversion converged at Iteration 8 for which the root-mean-square error reaches a constant level. To highlight the resistivity anomaly resulting from temperature variations, we computed the change in model resistivity for each snapshot with respect to the background section (Figure 3).

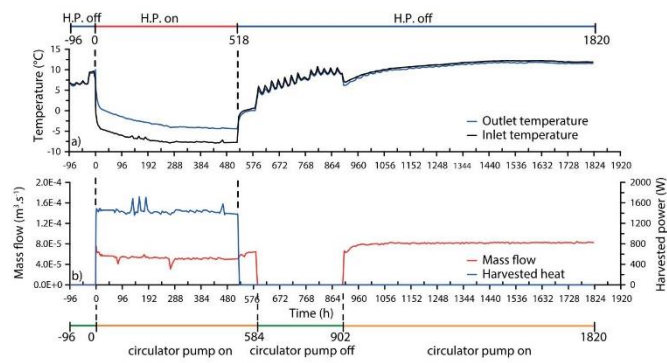


Figure 2. Experimental setup. (a) Entrance and exit temperatures. The heat pump (HP) and circulator pumps were started at $t = 0$ hr, during 518 hr (≈ 21.6 days). After only 1 hr of running, the temperature of the heat-carrying fluid entering by the bottom of the heat exchanger was below 0°C . After ~ 35 hr, the exit fluid temperature was also below 0°C . Just before the heat pump stops ($t = 518$ hr), entrance and exit fluid temperatures were -7.2 and -3.0°C , respectively. (b) Heat extracting and mass flow for the heat exchanger HE1. During this stage, the heat extracting and mass flow oscillated around 722 W and $5.45 \cdot 10^{-5} \text{ m}^3/\text{s}$, respectively. At $t = 518$ hr, the heat pump was switched off, and the exit fluid reached 0°C after 24 hr. The circulator pumps were stopped at 584 hr.

4. Results and Interpretations

4.1. Field Experiment

In Figure 3, we see that the temperature distribution around the heat exchanger decreases to negative values indicating that the area, in the presence of liquid water, is susceptible to freeze. Simultaneously, the resistivity increases drastically in the upper part of the heat exchanger where liquid water is likely to be present. In

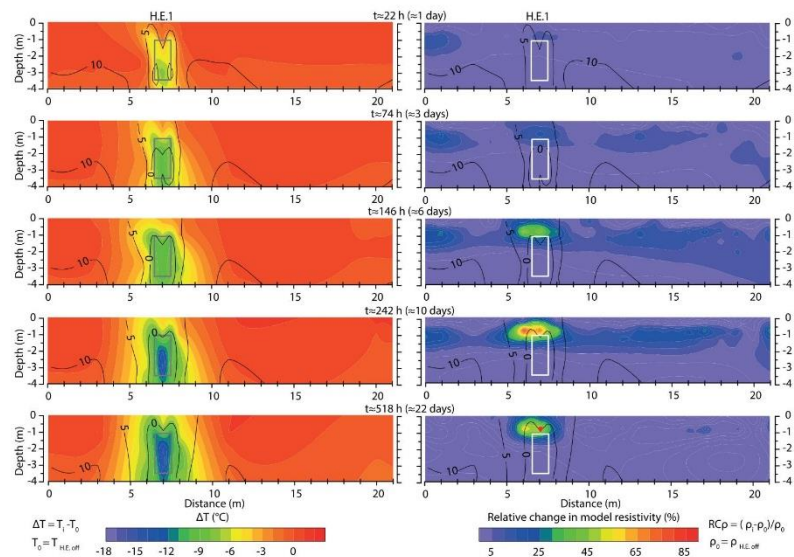


Figure 3. Snapshots of the temperature change and relative change in resistivity distributions for five selected times. The contour lines denote the temperature in $^\circ\text{C}$. The position of the heat exchanger HE1 is also shown on the sections. The reference time (t_0) corresponds to the acquisition performed when the heat pump started. The red dot on the last section denotes the position at which electrical conductivity is reported as a function of temperature in Figure 4.

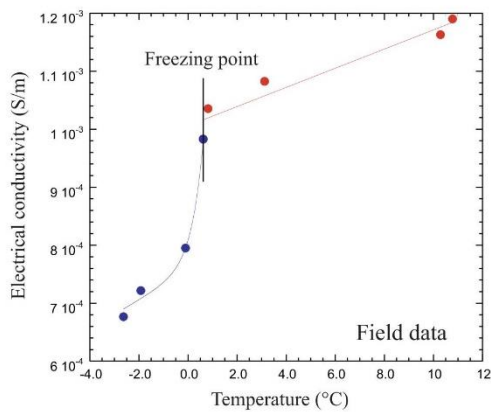


Figure 4. Electrical conductivity versus temperature from the in situ measurement. The symbols denote the field data (red above the freezing temperature and blue below the freezing temperature), while the plain lines correspond to the fit of the model. The model discussed in the text fits the data relatively well. We need to remember that the initial water content is close to the residual water saturation. This explains the relatively modest change in the conductivity during freezing conditions. In other words, the results imply that the material is already pretty dry when freezing starts. Above the freezing point, the model parameters are $\sigma(T_0 = 25^\circ\text{C}) = (1.42 \pm 0.05) \times 10^{-3}$ S/m and $\alpha_T = 0.012 \pm 0.002/^\circ\text{C}$ ($r^2 = 0.93$). Below the freezing point, the value of model parameters are $T_c = -0.46 \pm 0.16^\circ\text{C}$, $\theta_i = 0.010 \pm 0.007$, and $\theta_r = 0.0014 \pm 0.0003$ ($r^2 = 0.99$). The freezing point is slightly above 0°C . This positive temperature can be explained by the uncertainty in the interpolation of the temperatures from the point measurements.

order to better analyze the resistive anomaly, we extracted the electrical conductivity data at position P3 (depth of 0.8 m) for the snapshots shown in Figure 3. These conductivity data are reported as a function of temperature in Figure 4. We need to remember that the soil at the position of the heat exchanger is not fully water saturated. Consequently, the initial value of the water content is much below the value of the porosity (dry soil). We use equations (1) and (4) to fit the data shown in Figure 4. The values of the fitting parameters are $\theta_r = 0.001$, $T_c = -0.76^\circ\text{C}$, and $\theta_i = 0.002$ (see Table 1).

4.2. Comparison With Laboratory Experiments

In order to further test the relationship between electrical conductivity and temperature, we use two soils from the test site labeled SW and NW. Their CEC and porosity are reported in Table 1. The two experiments were performed in a temperature-controlled bath. The samples were first dried and then saturated under vacuum with pore water from the aquifer. The electrical conductivity of this water was measured with a calibrated conductimeter (0.117 S/m at 27°C). The temperature-controlled bath is a KISS K6 chamber from Huber working with a precision of 0.1°C in the temperature range -16 to $+20^\circ\text{C}$. The electrical conductivity measurements were performed with the impedance meter developed by Zimmermann et al. (2008) and are reported here at 1 Hz . The experimental data together with a fit of the data with equations (1) and (4) are shown in Figure 5. We see that the model fits the data for all the temperature investigated here. In Table 1, we see that the model parameters are consistent between the field and laboratory experiments. We have to remember that the main difference between the field and laboratory experiment corresponds to the initial water content. Indeed, the modeling from Figure 4 indicates that the soil is nearly dry when the freezing begins, which explains the reduced variations in resistivity in the time lapse tomograms.

5. Discussion

In the field experiment, we need to explain why the variation in the electrical conductivity is limited to the shallow subsurface (first meter). It is known that the formation of ice in a porous material sucks the liquid water through capillary pressure effects (cryosuction) and could have dried up the soil around the frozen soil core. This effect has been described in the literature (e.g., Sass, 2004, and references therein). Another effect is that the heat exchanger could mask the resistivity variations at its position.

Another point that needs to be discussed is the uncertainty associated with the model parameters determined from a least squares technique. These parameters are very well constrained by the data. For instance,

Table 1
List of the Optimized Parameters for the In-Phase Conductivity

Experiment	$\sigma(T_0)$	α_T	θ_r	T_c	CEC	ϕ
In situ	0.0014	0.012	0.001	-0.5 ± 0.2	—	—
Sample NW	0.039	0.017	0.003	-2.3 ± 0.1	8.7 ± 1.0	0.21 ± 0.01
Sample SW	0.0017	0.019	0.002	-2.3 ± 0.1	10.1 ± 1.0	0.23 ± 0.01

Note. The conductivity $\sigma(T_0)$ and the residual conductivity $\sigma_r(-10^\circ\text{C})$ are reported in S/m. The sensitivity coefficient α_T is expressed in $^\circ\text{C}^{-1}$ and determined above the freezing condition using the linear models. The residual water content θ_r is dimensionless, and CEC is the cation exchange capacity in $\text{meq}/100\text{ g}$ ($=963.20\text{ C/kg}$), and ϕ denotes the connected porosity (dimensionless). The fitting was done by considering $m \approx 2$. The initial water contents are respectively equal to 0.002 for in situ experiment and equal to the porosity for the laboratory measurements, which are done in saturated conditions. The critical temperature T_c is associated with the pore size distribution. Note that the fine structure of the two soil samples has not been preserved, and it is therefore not surprising that this parameter is different for the laboratory experiment and for the field experiment.

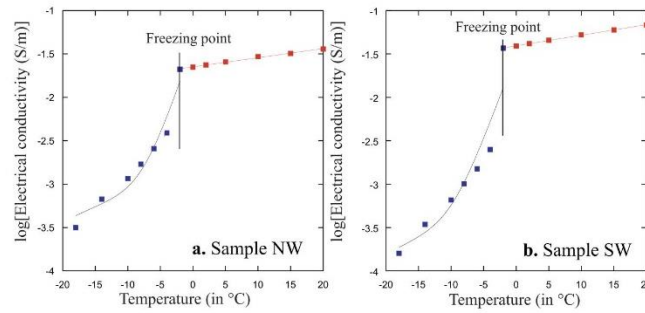


Figure 5. Electrical conductivity data versus temperature for two soils samples from the test sites and fit of the data with equation (4). (a) Sample NW between -16 and $+20$ °C ($T_F = -2.5$ °C). (b) Soil sample SW between -16 and $+20$ °C ($T_F = -2.5$ °C). The value of the model parameters are reported in Table 1. In both cases, the symbols denote the experimental data (red above the freezing temperature and blue below the freezing temperature), while the plain lines correspond to the fit of the model. Compared to the previous figure, we prefer to plot in log scale for electrical conductivity since the change in conductivity is large (more than a decade). The variations in conductivity are greater in these two experiments than in the in situ experiment. This is explained by the different initial saturation. The core sample is fully saturated in the laboratory experiment, while the soil is partially saturated in the field. Note the samples have been remolded, which can explain why the value of T_C is different between the field data and the core samples.

the freezing point is the point where the resistivity exhibits an abrupt drop in the slope of the conductivity versus temperature trends (see Figures 4 and 5). The characteristic temperature defines the abruptness of the transition between liquid and frozen water. The initial water content is related to the magnitude of the drop in resistivity. The residual water content is determined by the plateau of the electrical conductivity level at low temperatures. The characteristic temperature is associated with the pore size distribution. Freezing begins in the large pores, and then, with the decrease in temperature, it can be carried out in smaller pores. This process is very similar to the soil drainage process (Spans & Baker, 1996). The characteristic temperature from the laboratory experiments is close but slightly lower than that determined for the in situ experiment (maximum deviation less than 0.5 °C). Thus, from our point of view, the differences in values are related to the different shapes of temperature curve, induced by different pore size distribution due to their sampling and saturation. In addition, in laboratory measurements, the sample is saturated and releases latent heat that dissipates slowly, whereas in the in situ experiment, the medium is not fully saturated and the latent heat is quickly captured and dissipated thanks to the geothermal exchanger. These differences in dynamics necessarily have an impact on the thermodynamic equilibria and therefore the propagation of the freezing. The sensitivity of these three parameters on the evolution of electrical conductivity versus temperature curve is shown in Figure 6.

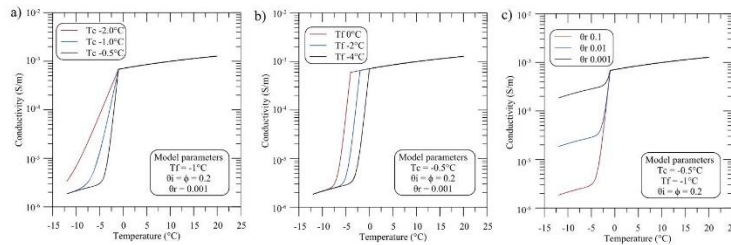


Figure 6. Sensitivity study of the electrical conductivity versus temperature for different values of characteristic temperature, freezing point, initial and residual water contents using the freezing curve model corresponding to equation (4). **a.** Influence of the characteristic temperature. **b.** Influence of the freezing point. **c.** Influence of the residual water content. For the part without freezing, the conductivities were computed with equation (1) associated to $\alpha_7=0.02/^\circ\text{C}$ and $\alpha(T_0 = 25^\circ\text{C}) = 1.42 \cdot 10^{-3}$ S/m.

Other models have been developed in the past to account for the effect of the temperature on the electrical conductivity curve (see, for instance, Minsley et al., 2015; Ren & Kalscheuer, 2019). However, our model is the first to account simultaneously for a number of effects (shown in Figure 6) including (1) the effect of the temperature on the ionic mobility of the charge carriers, (2) a soil freezing curve and its effect on the relationship between temperature and the liquid water content, and (3) the residual water saturation and the effect of the salt segregation. For all these reasons (discussed in detail in Duvillard et al., 2018, and Coperey et al., 2019), our model has a unique way to capture the effect of temperature on the electrical conductivity of porous media and predicts a dependence on the liquid water content that is very different from Archie's law alone, which is unfortunately broadly used in the literature as a conductivity equation without accounting for the effect of surface conductivity and salt segregation.

6. Conclusion

We have developed a field experiment using a basket geothermal heat exchanger to generate frozen ground in the shallow subsurface, above the water table. The development of this frozen area was performed using time lapse electrical conductivity tomography, and temperature was monitored using in situ thermal probes combined with the record of the temperature of the heat-carrying fluid in the heat exchanger. The variation of the electrical conductivity with temperature can be understood using a petrophysical model that combined recently developed electrical conductivity models with a soil freezing curve taking the form of an exponential relationship between the water content and the temperature. This is the first time that this model is validated through an in situ experiment and on core samples from the test site. The field data are favorably compared with laboratory measurements; the differences can be explained by different initial water saturation. In the future, we plan to improve the resolution of the electrical conductivity monitoring in order to obtain the temperature field distribution only from the geophysical data.

Acknowledgments

We thank A. Soued Ahmed and F. Lavoué for useful discussions about inversion and S. Roque and J. Grangeon for their help in the field. We thank also D. Cloe for his technical support regarding the temperature probes and the heat exchanger. The PhD thesis of A. Coperey is funded by AGIR-POLEPAGE 2016. The data used in this manuscript are available with DRYAD (<https://doi.org/10.5061/dryad.0p2ng1w2>). We thank the Editor and the referees for their useful comments and their time.

References

- Beniston, M., Farinotti, D., Stoffel, M., Andreassen, L. M., Coppola, E., Eckert, N., et al. (2018). The European mountain cryosphere: A review of its current state, trends, and future challenges. *The Cryosphere*, 12, 759–794. <https://doi.org/10.5194/tc-12-759-2018>
- Coperey, A., Revil, A., Abdulsamad, F., Stutz, B., Duvillard, P. A., & Ravel, L. (2019). Low frequency induced polarization of porous media undergoing freezing: Preliminary observations and modeling. *Journal of Geophysical Research: Solid Earth*, 124, 4523–4544. <https://doi.org/10.1029/2018JB017015>
- Duvillard, P. A., Revil, A., Qi, Y., Soueid Ahmed, A., Coperey, A., & Ravel, L. (2018). Three-dimensional electrical conductivity and induced polarization tomography of a rock glacier. *Journal of Geophysical Research: Solid Earth*, 123, 9528–9554. <https://doi.org/10.1029/2018JB015965>
- Gautier, D. L., Bird, K. J., Charpentier, R. R., Grantz, A., Houseknecht, D. W., Klett, T. R., et al. (2009). Assessment of undiscovered oil and gas in the Arctic. *Science*, 324(5931), 1175–1179. <https://doi.org/10.1126/science.1169467>
- Gruber, S., Hoelzle, M., & Haeblerli, W. (2004). Rock-wall temperatures in the Alps: Modelling their topographic distribution and regional differences. *Permafrost and Periglacial Processes*, 15, 299–307. <https://doi.org/10.1002/ppp.501>
- Instanes, A., Kokorev, V., Janowicz, R., Bruland, O., Sand, K., & Prowse, T. (2016). Changes to freshwater systems affecting Arctic infrastructure and natural resources. *Journal of Geophysical Research: Biogeosciences*, 121, 567–585. <https://doi.org/10.1002/2015JG003125>
- Karaoulis, M., Revil, A., Tsourlos, P., Werkema, D. D., & Minsley, B. J. (2013). IP4DI: A software for time-lapse 2D/3D DC-resistivity and induced polarization tomography. *Computers & Geosciences*, 54, 164–170. <https://doi.org/10.1016/j.cageo.2013.01.008>
- Karaoulis, M., Tsourlos, P., Kim, J.-H., & Revil, A. (2014). 4D time-lapse ERT inversion: Introducing combined time and space constraints. *Near Surface Geophysics*, 12(1), 25–34. <https://doi.org/10.3997/1873-0604.2013004>
- Kneisel, C. (2006). Assessment of subsurface lithology in mountain environments using 2D resistivity imaging. *Geomorphology*, 80, 32–44. <https://doi.org/10.1016/j.geomorph.2005.09.012>
- Magnin, F., Krautblatter, M., Deline, P., Ravel, L., Malet, E., & Bevington, A. (2015). Determination of warm, sensitive permafrost areas in near-vertical rockwalls and evaluation of distributed models by electrical resistivity tomography. *Journal of Geophysical Research: Earth Surface*, 120, 745–762. <https://doi.org/10.1002/2014JF003351>
- Minsley, B. J., Wellman, T. P., Walvoord, M. A., & Revil, A. (2015). Sensitivity of airborne geophysical data to sublacustrine and near-surface permafrost thaw. *The Cryosphere*, 9(2), 781–794. <https://doi.org/10.5194/tc-9-781>
- Moch, X., Palomares, M., Claudon, F., Souyri, B., & Stutz, B. (2015). Geothermal helical heat exchangers: Coupling with a reversible heat pump in Western Europe. *Applied Thermal Engineering*, 81, 368–375. <https://doi.org/10.1016/j.applthermaleng.2015.01.072>
- Ravel, L., Magnin, F., & Deline, P. (2017). Impacts of the 2003 and 2015 summer heatwaves on permafrost-affected rock-walls in the Mont Blanc massif. *Science of the Total Environment*, 609, 132–143. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2017.07.055>
- Ren, Z., & Kalscheuer, T. (2019). Uncertainty and resolution analysis of 2D and 3D inversion models computed from geophysical electromagnetic data. *Surveys in Geophysics*, 1–66. <https://doi.org/10.1007/s10712-019-09567-3>
- Sass, O. (2004). Rock moisture fluctuations during freeze-thaw cycles: Preliminary results from electrical resistivity measurements. *Polar Geography*, 28(1), 13–31. <https://doi.org/10.1080/789610157>
- Schaefer, K., Lantuit, H., Romanovsky, V., Schuur, A., & Witt, R. (2014). The impact of the permafrost carbon feedback on global climate. *Environmental Research Letters*, 9(8). <https://doi.org/10.1088/1748-9326/9/8/085003>
- Scott, W., Sellmann, P., & Hunter, J. (1990). Geophysics in the study of permafrost, in: *Geotechnical and environmental geophysics, investigations in geophysics. Society of Exploration Geophysicists*, 355–384. <https://doi.org/10.1190/1.9781560802785.ch13>

- Self, S. J., Reddy, B. V., & Rosen, M. A. (2013). Geothermal heat pump systems: Status review and comparison with other heating options. *Applied Energy*, *101*, 341–348. <https://doi.org/10.1016/j.apenergy.2012.01.048>
- Spans, E. J. A., & Baker, J. M. (1996). The soil freezing characteristics: Its measurement and similarity to the soil moisture characteristic. *Soil Science Society of America*, *60*, 13–19.
- Vinegar, H. J., & Waxman, M. H. (1984). Induced polarization of shaly sands. *Geophysics*, *49*(8), 1267–1287.
- Zimmermann, E., Kemna, A., Berwix, J., Glaas, W., Münch, H. M., & Huisman, J. A. (2008). A high-accuracy impedance spectrometer for measuring sediments with low polarizability. *Measurement Science and Technology*, *19*(10), 105603. <https://doi.org/10.1088/0957-0233/19/10/105603>

Erratum

In the originally published version of this article, Figures 5 and 6 were published incorrectly. These errors have since been corrected, and the present version may be considered the version of record.

5.3. Conclusion

Le modèle de dépendance de la conductivité électrique vis-à-vis de la température et du changement de phase, utilisé dans ce chapitre et développé à partir de données de conductivité complexe acquises en laboratoire est aussi valide dans le cas *in-situ*. En effet, notre modèle parvient à ajuster les données de température et de conductivité acquises sur le terrain (Figure 87). L'évolution de la conductivité électrique vis-à-vis de la température est aussi cohérente pour d'autres localisations (Figure 191 en Annexe K). Les résultats de cette modélisation sont aussi concordants avec les résultats des mesures effectuées en laboratoire par polarisation provoquée spectrale. La principale différence entre les mesures *in-situ* et en laboratoire est l'ampleur de la variation de la conductivité électrique au cours du changement de phase. La principale explication est une teneur en eau initiale différente. Ce modèle offre l'avantage de relier simplement la conductivité électrique à la température et à la teneur de glace. Nous pouvons alors calculer la distribution de température à partir de données géophysiques.

Au cours de cette expérience, d'autres méthodes géophysiques ont été testées comme la tomographie de polarisation provoquée en domaine temporel, la méthode de Potentiel Spontanée et la méthode du géoradar (Annexe K). Les résultats de la tomographie électrique de résistivité ont montré que l'anomalie résistive de conductivité est localisée au-dessus de la corbeille. Cette mauvaise localisation peut être aussi dû à un problème de résolution spatiale de la méthode. Les résultats de la polarisation provoquée n'ont pas été concluant en d'autre à cause du dispositif utilisée. Ainsi, pour remédier à ces deux problèmes, nous avons développé un dispositif de monitoring géophysique en trois dimensions centré sur la corbeille C1. Pour plus détails, sur ce nouveau dispositif se référé à l'Annexe L.

Chapitre 6. Etude expérimentale à échelle réduite (1/10) et conditions contrôlées

6.1. Introduction et enjeux

Comme énoncé en introduction du manuscrit, les systèmes géothermiques superficiels sont des systèmes à basse enthalpie, i.e. mettant en œuvre des puissances énergétiques faibles (quelques centaines de watts). Les rentabilités « énergétique et économique » de ces systèmes sont directement liées à leur dimensionnement. Un sous-dimensionnement du nombre d'échangeurs conduit à une dégradation rapide du rendement et donc à une utilisation accrue du système. Ce sous-dimensionnement peut avoir un effet à court terme avec une perte de rendement ponctuelle (e.g. à la sortie de l'hiver) et/ou un effet à long terme avec un épuisement de la ressource géothermique au fil des années. Quant au surdimensionnement du système, il n'est pas viable économiquement à cause du prix de l'installation. Ainsi, le dimensionnement est une adéquation entre la puissance requise pour chauffer l'habitation, les constantes climatiques et le type de sol. Actuellement, le dimensionnement n'intègre pas suffisamment l'influence du type de sol (Moch, 2013) et les oscillations des paramètres climatiques peuvent compliquer l'ajustement du dimensionnement.

Afin d'optimiser les systèmes géothermiques superficiels et leur dimensionnement, il est nécessaire de mieux appréhender les transferts thermo-hydriques initiés dans le sol afin de mieux gérer la ressource aux court et long termes et de quantifier l'apport des différents flux thermiques. Il est aussi nécessaire de vérifier si le changement de phase (gel du sol) est un processus favorable au système. En effet, le gel du sol est un processus favorable puisqu'il conduit à une libération de chaleur latente qui peut être recueillie par l'échangeur géothermique et en théorie, à une augmentation de la conductivité thermique du milieu. Cependant, ces gains peuvent être compensés par la suppression du renouvellement thermique convectif lié aux mouvements d'eau et par une possible perte de continuité de la matrice. Ainsi, les conditions pour lesquelles le changement de phase est un processus favorable aux systèmes géothermiques basse enthalpie restent encore mal connues.

La réponse à ces problématiques demande le développement d'une expérience où les conditions expérimentales sont contrôlées. A notre connaissance, il n'existe pas d'expérience analogique permettant de répondre à notre problème (voir 1.1.5). En effet, les expériences déjà développées n'utilisent pas une corbeille géothermique à échelle réduite et ne régule pas la température des conditions frontières (Eslami-Nejad and Bernier, 2012; Kramer et al., 2015). Cette expérience doit permettre l'étude des transferts et des bilans thermiques liés aux prélèvements de chaleur par un échangeur spiralé pour différentes conditions expérimentales (e.g. différents états hydriques ou puissance prélevée). Deux types d'essais doivent être menés pour répondre à l'ensemble des problématiques : des essais statiques et des essais dynamiques (Figure 90). Dans les essais statiques, le prélèvement de chaleur suit une rampe de température. Ce type d'essai a été principalement utilisé

pour vérifier le fonctionnement de l'expérience et identifier l'impact du gel sur les transferts et sur le bilan thermique. Ce type d'essai peuvent servir à comparer notre méthodologie aux études thermiques déjà répertoriées dans la littérature. Les essais dynamiques correspondent à des cycles alternant prélèvement et renouvellement de chaleur et permettent de simuler l'utilisation d'un système géothermique sur plusieurs années afin de vérifier le renouvellement de la ressource géothermique sur le long terme.

Enfin, cette expérience comporte aussi un volet géophysique qui consiste à appliquer le modèle pétrophysique développé dans le Chapitre 3. De plus, nous souhaitons comparer et déterminer l'intérêt d'intégrer les observables géophysiques aux données de température pour l'étude des transferts thermo-hydriques des corbeilles géothermiques. En effet, le but final est de valider l'utilisation des méthodes géo-électriques pour le suivi du fonctionnement des systèmes géothermiques superficiels.

Nous allons donc commencer par la description du fonctionnement de l'expérience analogique et de ses différents systèmes (partie 6.2). Puis dans une seconde section, nous établirons le bilan thermique pour une expérience en sable sec et saturé (partie 6.3) permettant ainsi de déterminer l'évolution des différents flux thermiques. Ensuite, nous détaillerons le système de monitoring géophysique et analyserons les données collectées dans le cadre d'un essai saturé au sein du Chapitre 7.

6.2. Description de l'expérience

L'expérience analogique a été développée pour répondre à plusieurs questions évoquées précédemment à l'aide de deux types de sollicitations thermiques : sollicitation par un échelon de température et sollicitation cyclique. Les sollicitations par un échelon de température permettent de simuler des transferts thermo-hydriques élémentaires, liés à un prélèvement de chaleur par un échangeur spiralé. (Figure 90). Ce type d'essai nécessite des systèmes de régulation simples. Les essais cycliques tendent eux à reproduire le fonctionnement d'une corbeille géothermique sur une ou plusieurs années. Ces essais demandent de simuler les variations thermo-hydriques de l'environnement (température de l'air, précipitations) au cours d'un cycle (i.e. d'une année) mais aussi la puissance prélevée par la corbeille. Cette configuration expérimentale couple la propagation d'un front thermique plan lié à la variation de la température de l'air, d'un front thermique à caractère cylindrique lié à l'échangeur ainsi que les transferts d'eau dans le sol et entre le sol et l'air. Dans le cadre de cette thèse, seul le cas d'un sol saturé sera abordé. Cette expérimentation analogique à l'échelle réduite d'un système géothermique a donc demandé la conception et le dimensionnement des différents systèmes.

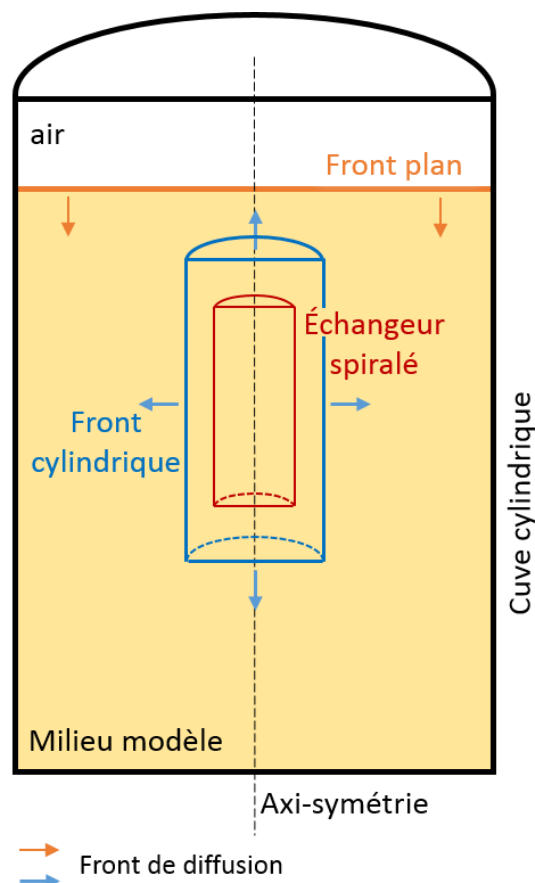


Figure 90 : Schéma de la cuve représentant les fronts thermiques générés.

L'échangeur spiralé (en rouge) génère un front thermique à caractère cylindrique (en bleu) se propageant dans le milieu. La variation de la température de l'air à la surface du milieu poreux crée un front thermique plan descendante (en orange). Lors des essais statiques seul un front cylindrique est généré alors que pour les essais dynamiques les fronts plan et cylindrique sont émis.

6.2.1. Mise à l'échelle et cahier des charges

Pour élaborer l'expérience analogique, nous avons cherché à reproduire à échelle réduite et en conditions contrôlées les phénomènes présents dans le sol (Figure 91, Figure 92). Le système de référence que nous cherchons à reproduire est une corbeille géothermique telle que celles utilisées précédemment dans l'essai in situ (Chapitre 5). Le facteur de réduction géométrique est fixé à 10 de façon à disposer d'une installation de taille raisonnable. Les paramètres dimensionnels de l'installation ont été fixés à l'aide d'une analyse dimensionnelle. Le milieu modèle (sable calibré) et le fluide d'imbibition (eau) ont des caractéristiques thermo-physiques voisines des sols réels. Le changement de phase qui s'y développe est caractérisé par des phénomènes de surfusion qui peuvent sensiblement affecter le développement du noyau de glace si les températures au niveau de la corbeille ne descendent pas suffisamment bas. Pour éviter ces biais, et permettre à terme des études de transfert de masse et de chaleur dans des conditions proches de la réalité, il a été décidé de solliciter le système avec des amplitudes de températures représentatives de la réalité.

Les transferts thermiques dans le sol sont gouvernés par la diffusion de la chaleur. La durée caractéristique des expériences doit être fixée de sorte à garder constant le nombre de Fourier (équations 6.1 et 6.2).

$$Fo = \frac{t_{car} \cdot a}{L_{car}^2} \quad 6.1$$

Soit,

$$t_{car-exp} = t_{car-reel} \frac{L_{car-exp}^2}{L_{car-reel}^2} = \frac{t_{car-reel}}{100} \quad 6.2$$

avec t_{car} le temps caractéristique (s), L_{car} la longueur caractéristique (m), a la diffusivité thermique ($m^2 \cdot s^{-1}$) et les indices *exp* et *reel* pour expérience et réel.

Ainsi, un cycle annuel pourra être reproduit en 3,65 jours. Compte tenu du facteur d'échelle et des propriétés du sol témoin, l'énergie prélevée dans le milieu modèle au cours de l'expérience sera réduite d'un facteur 1000 par rapport à la réalité, et la puissance par un facteur 10 compte tenu de l'échelle de temps.

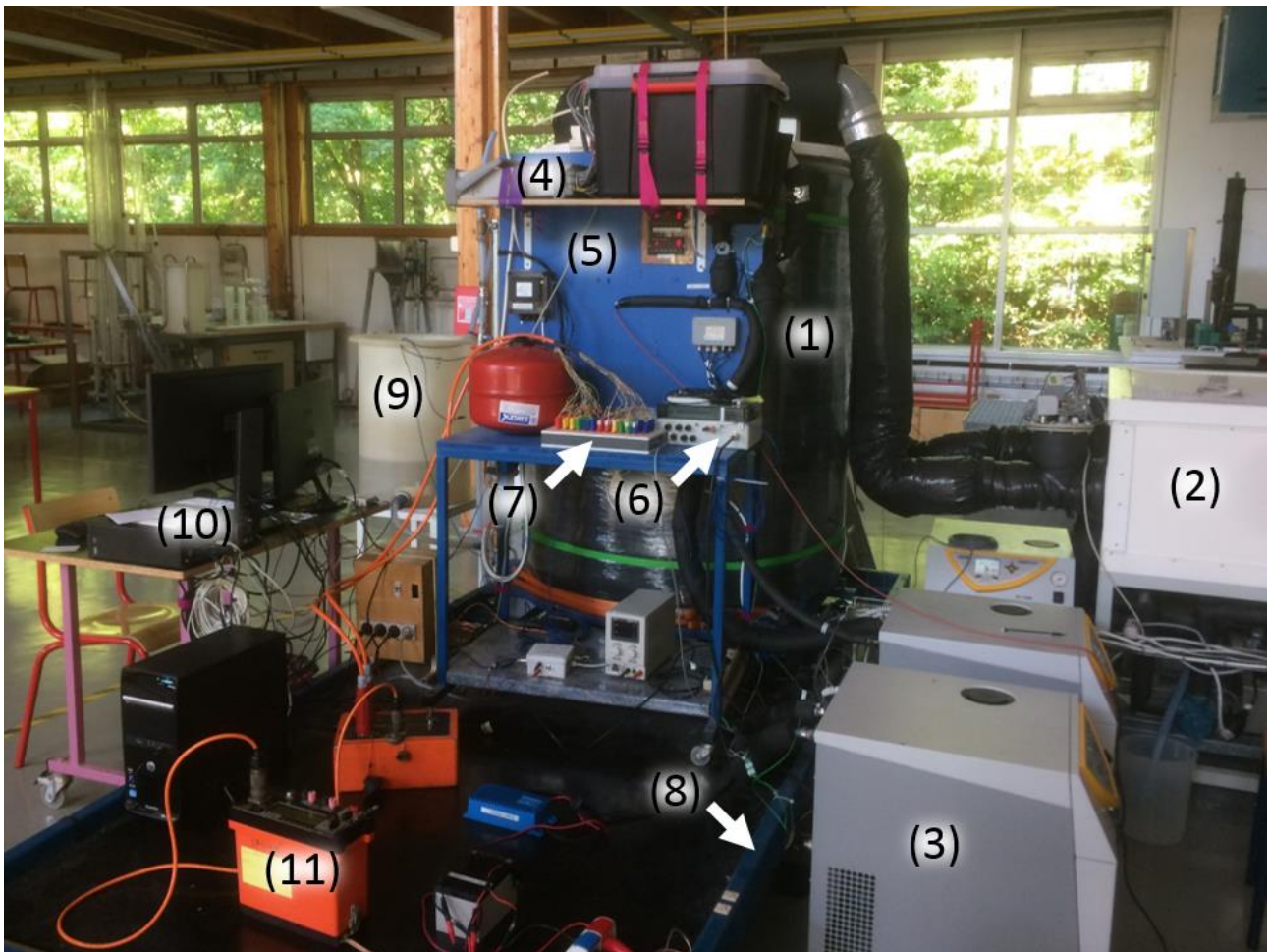


Figure 91. Vue d'ensemble de l'expérience analogique.

Légende : cuve et garde thermique (1), système de soufflerie (2), bains thermostatés (3), centrale d'acquisition (4), panneau de commande (5), programmeur (6), bornier de connexion du système de monitoring géophysique (7), châssis principal (8), réserve d'eau (9), unités d'acquisition et de contrôle (10), Résistivimètre (11).

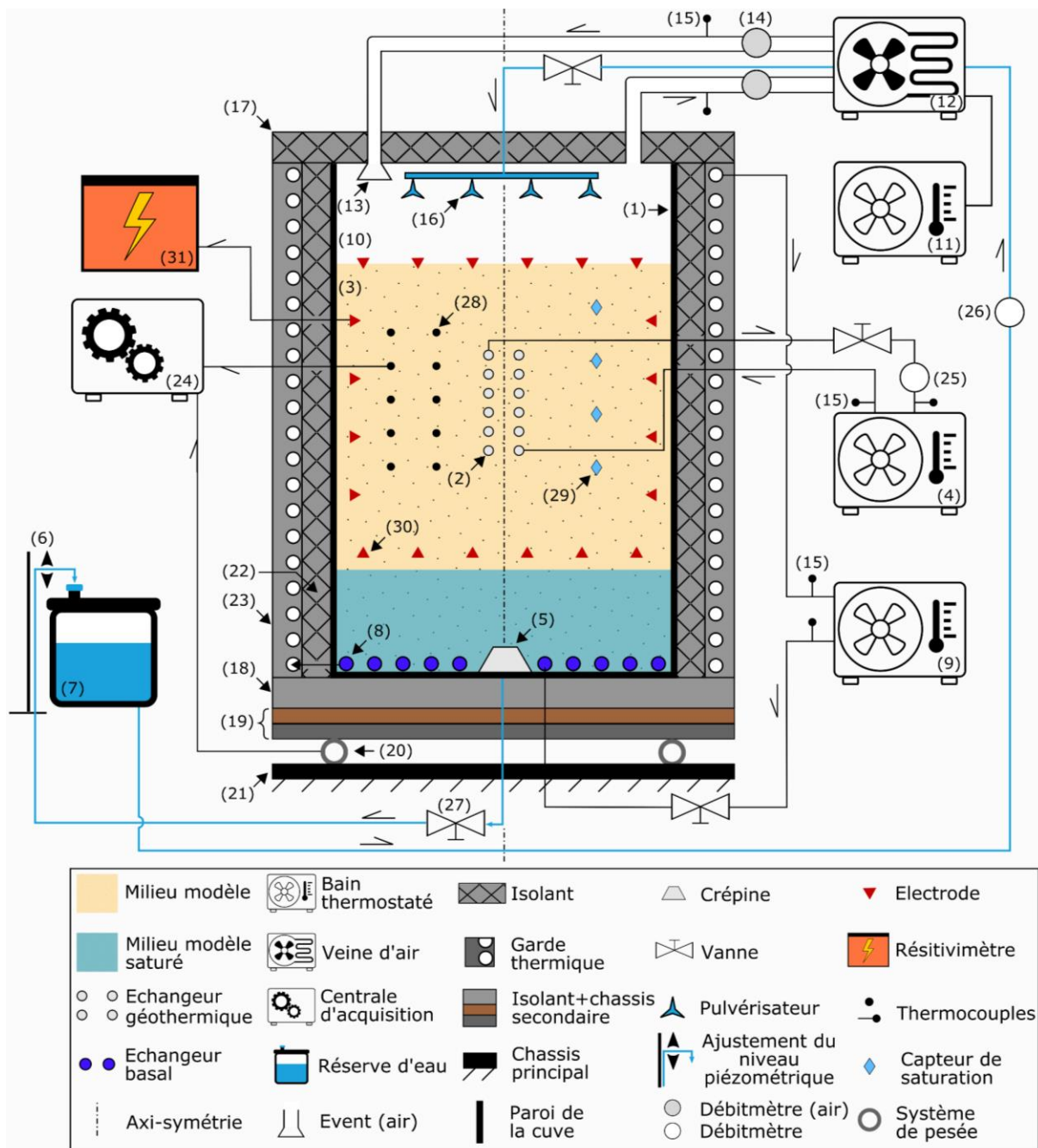


Figure 92. Principales fonctions simulées dans l'expérience analogique.

L'expérience analogique consiste en une cuve cylindrique d'un mètre de diamètre, pour 1.40 m de hauteur (1). Au centre de la cuve, un échangeur spiralé à échelle réduite (2) est mis en place dans un milieu modèle (3). Cet échangeur est relié à un bain thermostaté (4). Le niveau piézométrique est contrôlé par un système qui se compose d'une crépine (5), d'une noix pour l'ajustement du niveau piézométrique (6) et d'une réserve d'eau (7). À la base de la cuve, un échangeur hélicoïdal (8) relié à un bain thermostaté (9) fixe la température du milieu en profondeur. La température de l'air (10) est réglée à l'aide d'une soufflerie. Le système de soufflerie se compose d'un bain thermostaté (11), d'une veine d'air (12), d'évents (13), de capteurs de débit d'air (14) et de température (15). Les précipitations sont simulées grâce à des pulvérisateurs (16) et leur température est fixée à l'aide d'un échangeur présent dans la veine d'air (12). L'influence de la température de la pièce est atténuée à l'aide de différentes couches d'isolants (17, 18, 22, 23). Le toit de la cuve est composé de plaques de polystyrène (17). La cuve repose sur un isolant de type verre cellulaire (18) et un châssis secondaire (19). Le système de pesée (20) soutient le châssis secondaire et est fixé à un châssis principal (21). L'isolation du fût de la cuve se compose d'une première couche d'isolant thermique (22) et d'une garde thermique (23) assurant une température constante sur son pourtour. Les températures d'entrée et de sortie (15) de chaque système sont enregistrées à l'aide d'une centrale d'acquisition (24). Les débits (25,26) sont ajustés grâce à des vannes (27). La température du milieu est enregistrée à l'aide d'une quarantaine de thermocouples (28). Quatre capteurs de saturation (29) ont aussi été placés dans ce milieu à différentes profondeurs. Le monitoring géophysique est effectué à l'aide de 62 électrodes (30) et d'un résistivimètre (31).

Les principales caractéristiques et fonctions reproduites sont les suivantes :

- une cuve cylindrique d'un mètre de diamètre et d'environ 1.4 m de hauteur (partie 6.2.2) associée à une garde thermique (partie 6.2.4, § Garde thermique).
- un échangeur géothermique. Un échangeur spiralé a été mis en place au centre de la cuve et joue le rôle de la corbeille géothermique (Figure 94). Le diamètre et la hauteur de l'échangeur spiralé installé dans la cuve ont été calculés en réduisant par 10 le diamètre et la hauteur (partie 6.2.4, § Corbeille géothermique). Cet échangeur permet de générer un front de diffusion thermique à caractère cylindrique.
- un milieu poreux, ou milieu modèle, siège des transferts thermo-hydriques. Nous avons choisi un milieu simple (tri-phasique : matrice, eau, air) et homogène permettant de simplifier l'analyse des transferts en maintenant le caractère axisymétrique de l'expérience (partie 6.2.3). Le niveau piézométrique et la saturation de ce milieu varient selon l'expérience considérée (partie 6.2.4, § Contrôleur du niveau d'eau). Les caractéristiques géométriques (e.g. tailles des grains, frange capillaire) ne respectent pas la mise à l'échelle.
- une température du sol constante en profondeur. A une dizaine de mètres, le sol ne subit plus l'influence thermique des variations saisonnières (partie 6.2.4, § Echangeur basal). A ces profondeurs la température du sol est proche de la moyenne des températures annuelles, soit pour la région de Chambéry environ une dizaine de degrés.
- la température de l'air (partie 6.2.4, § Soufflerie). Dans un premier temps, nous avons choisi de garder constante la température de l'air afin de réaliser les essais statiques. Ensuite, nous avons simulé les variations saisonnières du climat. Les températures mensuelles de l'air pour la région de Chambéry varient en moyenne entre 1.3 et 20.1°C (Figure 93). Nous avons choisi de reproduire la variation saisonnière des températures au travers d'un cycle sinusoïdal de température oscillant entre 0 et 20°C. Ce cycle est effectué en 3.6 jours (soit 86.4 heures) afin de respecter une réduction temporelle de 100.
- les précipitations. Les précipitations et écoulements d'eau souterrains prennent part au renouvellement du flux thermique. Il est opportun de pouvoir les simuler (partie 6.2.4, § Générateur de précipitations). Pour la région de Chambéry, les précipitations annuelles sont en moyenne de 1050 mm. Ainsi, en intégrant le facteur de mise à l'échelle et les dimensions de la cuve, nous devons simuler environ 81.9 L de pluie sur 86.4 heures soit 0.95 L par heure (Figure 93, Table 11).

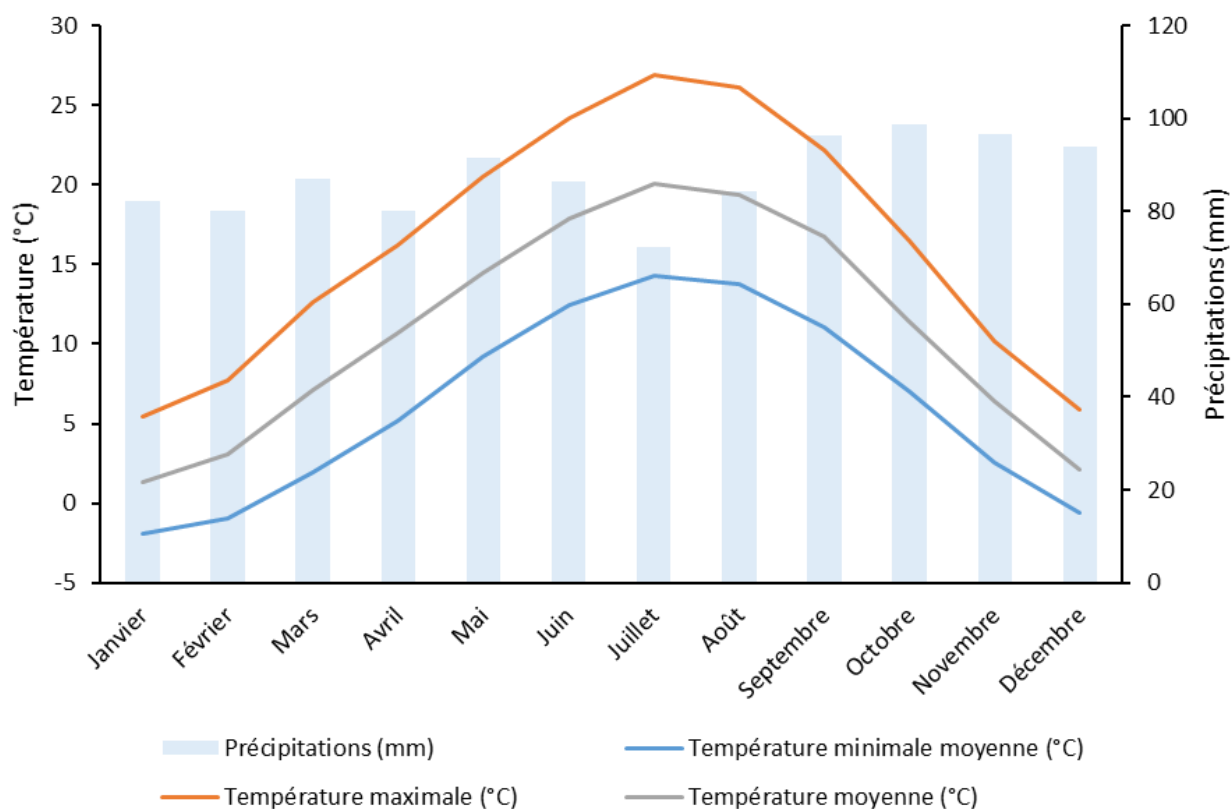


Figure 93. Constantes climatiques pour la ville de Chambéry.
Données issues de METEO FRANCE (2018), Climate-Data.org (2018).

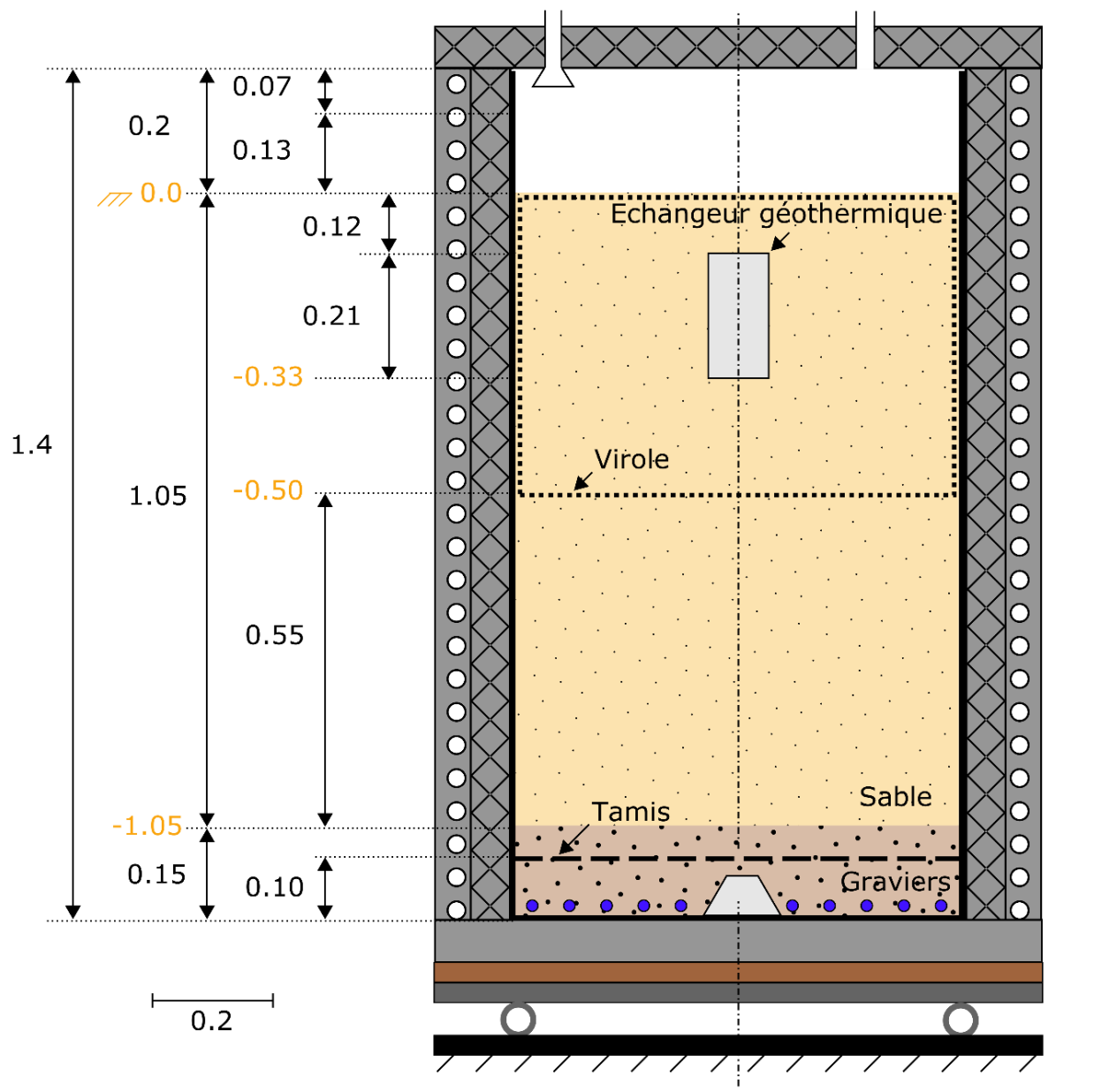
Table 10. Principales caractéristiques du climat de Chambéry et équivalences dans l'expérience analogique.

Nous avons choisi de simplifier le cycle de température du climat de Chambéry en un cycle sinusoïdal d'amplitude de 20°C avec une moyenne à 10°C. Les données climatiques sont présentées en Annexe N.

Données issues de METEO FRANCE (2018), Climate-Data.org (2018).

Climat (cycle de 365 jours)		Expérience analogique (cycle de 86.4 h)	
Température annuelle (°C)	10.9	Moyenne de température (°C)	10.0
Température mensuelle minimale	1.3	Température minimale	0.0
Température mensuelle maximale	20.1	Température maximale	20.0
Précipitations annuelles (mm)	1050	Total de précipitation (mm)	81.9
Moyenne des précipitations mensuelles (mm)	87.5	Moyenne des précipitations pour 1/12 ^{ème} du cycle (mm)	6.8
		Moyenne des précipitations par heures (mm)	0.95

- un système de suivi en température et des débits, composé d'une centrale d'acquisition et d'une quarantaine de thermocouples principalement mis en place dans le milieu poreux (partie 6.2.5, §Acquisition de températures, §Acquisition de débits).
- un dispositif géophysique composé de 64 électrodes (partie 6.2.6).
- des capteurs secondaires pour le suivi du poids de la cuve (partie 6.2.5, §Surveillance du poids de la cuve) et de la saturation du sable (partie 6.2.5, §Acquisition des données de saturation).



Milieu modèle :				
Sable siliceux	Echangeur géothermique	Isolant	Chassis principal	Système de pesée
Gravier	Echangeur basal	Garde thermique	Crépine	Surface, référence (z=0)
Axi-symétrie	Paroi de la cuve	Isolant+chassis secondaire	Event (air)	-1.05 Profondeur

Figure 94. Disposition géométrique des différents éléments de l'expérience analogique.

Le milieu modèle se compose d'une couche de graviers à la base de la cuve (épaisseur 0.15 m) et d'une couche de sable siliceux où l'échangeur géothermique est mis en place. Dans la couche de graviers, un tamis et une crépine sont en place et évitent l'entraînement des grains de sables. Le toit de l'échangeur géothermique est enfoui à -10 cm dans le sable et sa base à -31 cm, ce qui correspondent respectivement à -1.0 m et -3.1 m à l'échelle in-situ (réduction géométrique 1/10). La virole permet de maintenir l'échangeur géothermique et les thermocouples dans le sable en place.

6.2.2. Structure

D'un point de vue structure, l'expérience analogique se compose de deux châssis (un châssis principal et un châssis secondaire avec le plateau de pesée), d'une cuve cylindrique, d'une virole et d'un toit (Figure 94).

Le châssis principal se compose de traverses soudées selon un quadrillage, permettant la reprise des efforts et qui surélève la cuve. Ce châssis principal repose sur neuf points d'appuis ponctuels (deux rangés de parpaings de 20 cm de hauteur). Les trois capteurs de pesée sont disposés sur ce châssis. Au-dessus de ces capteurs, reposent le plateau de pesée et le châssis secondaire. Ce plateau se compose de trois profilés métalliques en forme de H et d'un plancher en bois composite. Par-dessus le plancher en bois, des plaques de mousse de verre cellulaire (Foamglass, conductivité thermique : $0.05 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$) ont été disposées afin d'isoler la base de la cuve d'un point de vue thermique. Afin d'éviter l'encrassement de l'isolant ou le ripage de la cuve, une structure métallique de forme rectangulaire est mise en place entre la base de la cuve et le plancher en bois. La hauteur de cette structure métallique est identique à la hauteur de l'isolant. L'isolant est maintenu en place dans cette structure à l'aide de quatre sangles. Cette structure métallique permet de transmettre directement le poids de la cuve sur le plateau de pesée, évitant ainsi de transmettre des efforts mécaniques à l'isolant. Le plateau de pesée dispose de quatre pieds qui sont déployés lors des phases de maintenance de la cuve (Figure 95).

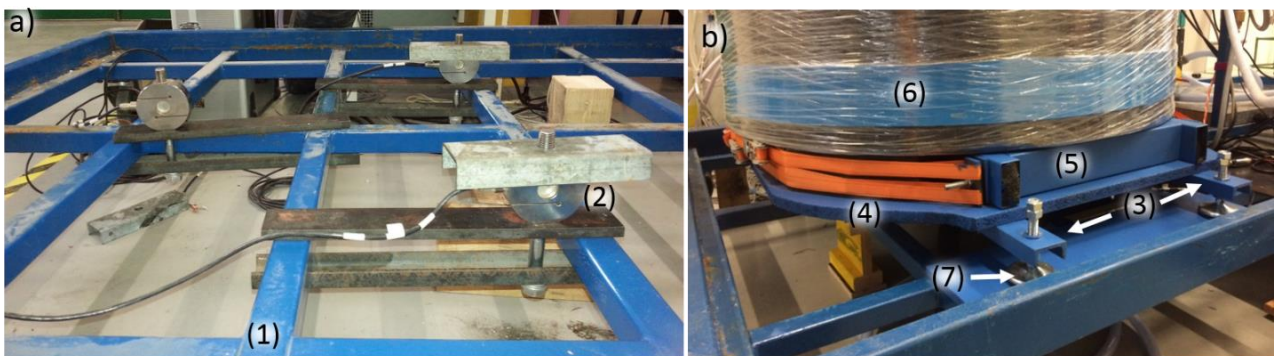


Figure 95. Vues des différents châssis sur lesquels repose la cuve.

a) Fixation des jauges de contrainte sur le châssis principal, b) Dispositif final. Légende : (1) châssis principal, (2) jauge de contrainte i.e. pesée, (3) châssis secondaire en H, (4) Plancher en bois, (5) Structure métallique emprisonnant les plaques isolantes en mousse de verre, (6) Garde thermique, (7) pieds stabilisateurs.

La cuve *stricto-sensu* correspond à un cylindre de 1.0 m de rayon interne et de 1.4 m de hauteur (en polypropylène haute densité, épaisseur de la paroi 1.0 cm). Dans la partie supérieure, une virole est présente. Cette virole permet de positionner et de fixer l'échangeur et les différents capteurs. La virole correspond à un cylindre en PVC de 92.4 cm de rayon interne et de 50.0 cm de hauteur. L'épaisseur de la paroi est de 0.8 cm. Sur le fût de la virole, quatre rangées de trous disposées à 90°

ont été percées afin de faire passer les fils pour le support des capteurs et de la corbeille (diamètres des trous 0.2 cm) (Figure 96). Le toit de la cuve se compose d'une plaque de polystyrène d'environ 5 cm d'épaisseur. Pour plus de détails sur l'isolation latérale et le toit de la cuve se référer à la partie 6.2.4.

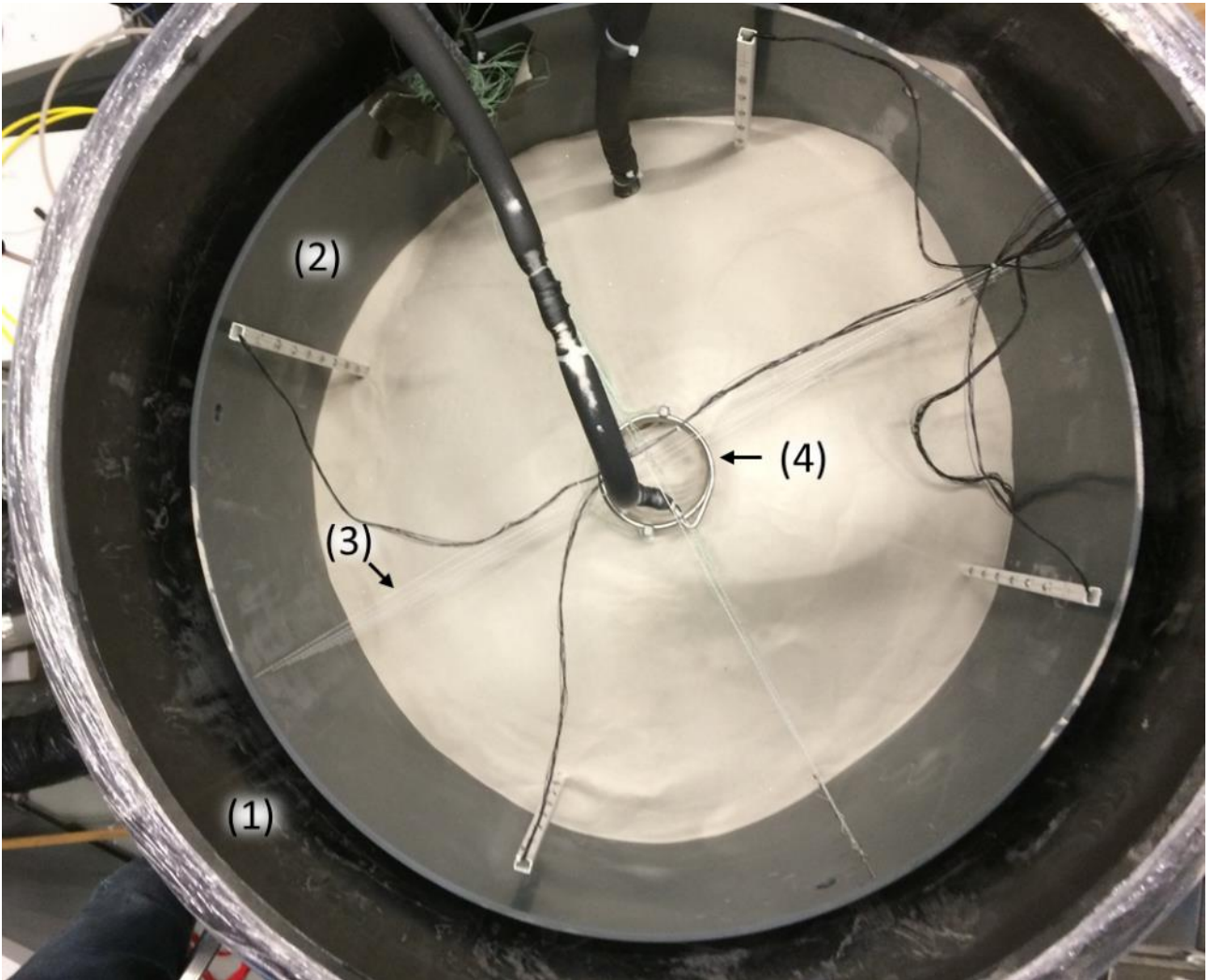


Figure 96. Vue de la virole en place.

Légende : (1) cuve, (2) virole, (3) fils supports pour les capteurs et la corbeille (4).

6.2.3. Milieu modèle

6.2.3.1. Contraintes

Le choix du type de milieu modèle est une problématique importante puisqu'il conditionne les transferts thermo-hydriques et la réponse géophysique. Les principales contraintes ont été les suivantes :

- un milieu homogène, évitant des circulations d'eau préférentielles lors des essais saturés.
- un milieu durable dans le temps conditionnant la répétabilité des expériences.
- une granulométrie adéquate liant une mise en œuvre facile du matériau et une réponse géophysique identifiable.
- un matériau naturel, respectant, si possible la mise aux dimensions. En effet, les corbeilles géothermiques sont remblayées par les matériaux du site préalable après criblage.
- un matériau facilement caractérisable afin de fixer le plus de paramètres possible lors des modélisations thermiques et géophysique.

6.2.3.2. Couche de graviers

Notre milieu modèle repose sur une couche mince de graviers (Figure 94). La couche de graviers de 0.15 m a été placée afin de faciliter la gestion du niveau d'eau, et des écoulements verticaux lors d'expériences avec des précipitations et afin de réduire la frange capillaire dans le cas d'un niveau d'eau à la base de la cuve. Dans sa partie supérieure, un tamis en nylon vise à retenir les grains de sable fin. La couche de graviers correspond à du gravier 6/16, utilisé lors de la préparation du béton. Puisque la couche de graviers est éloignée de la corbeille géothermique et des systèmes de monitoring (température et géophysiques), nous supposons qu'elle n'influence pas les paramètres enregistrés lors de nos expériences. Les caractéristiques données par le fabricant sont les suivantes :

Table 11. Caractéristiques du graviers.

Fabricant	Pradier Blocs Ecobati 657035-PRA-14	Classe granulaires Granularité G _c	6.3 / 16 90 / 15
Nom	Gravier 6/16, préparation de béton	Forme de gravillon	Roulé f120
Provenance	Mondragon, (84), France	Teneur en éléments coquillers	SC ¹⁰

6.2.3.3. Couche de sable

Nous avons choisi de remplir le reste de la cuve avec un sable siliceux de granulométrie médiane (D_{50}) proche de 184 μm . Cette couche de sable a une épaisseur moyenne de 1.05 m (Figure 94). Le choix d'un sable fin calibré s'explique pour les raisons suivantes :

- i) Travailler avec un milieu homogène dont nous maîtrisons les propriétés.
- ii) Favoriser la polarisation du milieu. En effet, dans les sections précédentes, nous avons vu que le temps de relaxation d'un grain dépend de sa taille, autrement dit, plus un grain est grand, plus il faut du temps pour totalement le polariser et le dépoliariser (Figure 17). Ainsi, une granulométrie fine permet d'augmenter la réponse des signaux de polarisation.
- iii) L'utilisation d'un sable siliceux permet d'être cohérent avec les expériences analogiques déjà développées pour l'étude des chauffages géothermiques (e.g. [Eslami-nejad and Bernier, 2012](#); [Kramer et al., 2015](#)).

Nous avons aussi proscrit l'utilisation de sable « classique » i.e. contenant une part importante de calcite puisque cette dernière est plus facilement dissoute par l'eau. La dissolution de la calcite est dépendante de la température. La dissolution de la calcite impliquerait alors un biais pour le monitoring géophysique en augmentant la salinité de l'eau porale de plus, la taille et/ou la rugosité des grains pourraient varier au cours du temps (ref). Enfin, l'estimation des paramètres thermiques d'un sable « purement » siliceux est plus simple car le milieu est homogène en termes de minéralogie.

A noter que l'une des contraintes que le milieu poreux ne respecte pas est la mise aux dimensions de la frange capillaire : plus un matériau est fin, plus la taille des pores est petite, et plus sa frange capillaire est importante. Dans notre cas, elle peut être estimée à ≈ 50 cm (Sibille, 2018), cela représenterait une frange capillaire de 5 m à l'échelle réelle. Pour pouvoir respecter ce critère, il aurait fallu travailler avec des graviers calibrés de petit diamètre ce qui aurait posé des problèmes au niveau de la polarisation. Le travail réalisé au cours de cette thèse portant sur l'étude du milieu saturé, le sable fin calibré a donc été préféré.

6.2.3.4. Caractéristiques pétrophysiques

Le sable TF15 a été acheté en octobre 2016 chez Label Résine et se compose à plus de 98% de silice SiO_2 (Annexe M). Les trois analyses granulométriques ont été réalisées par diffraction laser (MasterSizer 2000, Malvern) et sont conformes avec les données du fabricant. Les principales caractéristiques granulométriques du sable sont les suivantes : $D_{10} = 113.7 \mu\text{m}$, $D_{50} = 184.6 \mu\text{m}$, $D_{90} = 304.2 \mu\text{m}$ (Annexe M). La CEC de notre sable a été mesurée à l'aide la méthode de Cobaltihexamine plusieurs fois au cours des différentes expériences SIP en laboratoire (Chapitres 3 et 4). A partir des premières mesures, nous avons retenu une CEC proche de 0.096 meq/100 g (Chapitres 2 à 4) puis

cette valeur a été affinée par la répétition de nouvelles mesures donnant une CEC de 0.13 +/- 0.01 meq/100 g. (Annexe E et Annexe F) .

A l'aide du système de pesée de la cuve, la porosité du milieu poreux (sable + gravier) a été estimée à 0.385, ce qui est cohérent avec les valeurs communément retenues pour un sable fin (Das, 2008) et avec les valeurs trouvées dans les essais en laboratoire.

6.2.3.5. Caractéristiques thermiques

D'un point de vue thermique, deux propriétés ont été déterminées : la conductivité thermique (λ) et la capacité calorifique (C_p).

La conductivité thermique a été mesurée au sein du laboratoire LOCIE à l'aide d'un analyseur de conductivité thermique de type C-Therm TCi (de C-Therm Technologies) avec ou sans agent de contact entre l'échantillon et le capteur.

Au total, 150 mesures ont été réalisées sur plus de 15 échantillons différents : 5 éprouvettes de sable sec, 5 éprouvettes de sable saturé, 5 éprouvettes de sable saturé englacé (Annexe M) La mesure de la conductivité thermique de la glace pure n'a pas abouti à cause d'un mauvais contact entre le capteur et la surface de l'échantillon. Pour les échantillons de sable sec et de sable saturé, la mesure a été effectuée à l'air ambiant (entre 22 et 26°C). Pour l'échantillon de sable saturé, l'eau distillée puis le sable ont été versés dans l'éprouvette afin d'éviter la formation de poches d'air dans l'échantillon. Chaque éprouvette a été « vibrée » (tapée) afin de tendre vers une porosité commune. Pour les mesures sur sable englacé, l'éprouvette a été mise dans une étuve à -15°C. La mesure a été effectuée à l'air ambiant juste après la sortie de l'échantillon. L'agent de contact entre la sonde et la surface de l'échantillon utilisé est de la graisse thermique pour les échantillons de sable sec et de sable englacé et de l'eau pour le sable saturé. Nous avons essayé d'effectuer des mesures sans agent de contact mais sans succès. Le diamètre et la hauteur de l'éprouvette sont respectivement de 40 mm et 45 mm. A l'issue des mesures, les valeurs retenues sont les suivantes :

Table 12. Conductivité thermique de sables, sec, saturé et englacé, mesurée en laboratoire.

**La mesure sur le sable saturé, gelé correspond à une unique éprouvette dont la mesure de conductivité thermique a été effectuée plusieurs fois.*

Echantillon	Porosité (-)	Diffusivité ($W s^{1/2}.m^2.K^{-1}$)	Conductivité thermique ($W.m^{-1}.K^{-1}$)
Sable sec	37.51 (± 1.2)	1333.87 (± 13.34)	1.01 (± 0.02)
Sable saturé	34.22 (± 1.19)	2371.64 (± 28.06)	2.70 (± 0.10)
Sable saturé gelé*	32.68*	2644.81 (± 3.55)	3.17 (± 0.18)

La capacité calorifique sur sable sec a été mesurée par calorimétrie différentielle à balayage. La mesure a été réalisée avec le calorimètre DSC Mettler Toledo DSC1, par la société Neotim (commande n°4500157310, rapport n°RA.19.08.EB). Cette méthode consiste à mesurer la différence de flux de chaleur entre l'échantillon et une référence en fonction de la température (ou du temps) et sous atmosphère neutre. Dans notre cas, la capacité calorifique a été mesurée entre -15°C et 30°C, avec comme gaz neutre de l'azote. L'échantillon est le sable (volume : 40 µL, masse : 30.999 mg) et la référence est un saphir. La capacité calorifique du sable sec varie peu sur la gamme de température étudiée, de 0.66 à 0.75 J.g⁻¹.K⁻¹ (Table 13). Par la suite nous retenons la mesure prise vers 0°C, i.e. $C_p = 0.69 \text{ J.g}^{-1}.\text{K}^{-1}$.

Table 13. Mesure de la capacité calorifique du sable sec entre -15 et 30°C.

Tc (°C)	Cp (J.g ⁻¹ .K ⁻¹)	Tc (°C)	Cp (J.g ⁻¹ .K ⁻¹)	Tc (°C)	Cp (J.g ⁻¹ .K ⁻¹)	Tc (°C)	Cp (J.g ⁻¹ .K ⁻¹)
-15.00	0.66	-3.30	0.68	8.39	0.71	20.09	0.73
-12.66	0.67	-0.96	0.69	10.73	0.71	22.43	0.73
-10.32	0.67	1.38	0.69	13.07	0.72	24.77	0.74
-7.98	0.68	3.71	0.70	15.41	0.72	27.11	0.74
-5.64	0.68	6.05	0.70	17.75	0.73	29.45	0.75

Les valeurs des propriétés physiques et thermiques mesurées sont cohérentes avec les valeurs issues de la littérature (Table 14). Par exemple, Incropera et al. (2007) retient une conductivité de 0.27 W.m⁻¹.K⁻¹ à 300°K pour du sable sec alors que Pahud (2002) opte pour une conductivité typique de 0.4 W.m⁻¹.K⁻¹ pour le sable sec et de 1.8 W.m⁻¹.K⁻¹ pour le sable saturé. Ces valeurs indiquées directement pour des formations géologiques sont un peu plus faibles que nos mesures. Cette constatation s'explique par le fait que notre sable est principalement constitué de grains de silice et qu'il est grano-classé (ce qui est rarement le cas des formations sableuses « naturelles ») avec une forme de grain plutôt sphérique. Il est préférable d'estimer les caractéristiques thermiques effectives du sable à partir des phases du milieu modèle comme par exemple en utilisant une loi de mélange pour la masse volumique ou l'équation de Zehner and Schlünder (1970) pour estimer la conductivité thermique. Les valeurs retenues pour le milieu modèle sont présentées dans la Table 14 (valeurs en gras).

Table 14. Résumé des caractéristiques du sable Sd 184.

Les paramètres thermiques estimés pour le milieu poreux correspondant à un sable siliceux de 38.5 % de porosité sont proches des mesures effectuées par Hamdhan et Clarke (2010) sur un échantillon d'un sol fin sableux.

Sources : a. Données fournisseurs ; b. Pahud (2002) ; c. Incropera et al. (2007) ; d. Esence et al. (2017) ; e. Slack (1980) ; f. estimé à partir de la formule de Zehner et Schlünder (1970) ; g. échantillon Fine Sand dans la Table 1, issu d'Hamdhan et Clarke (2010), h. McKenzie et al. (2007), i. à partir de mesures en laboratoire ; j. estimé à l'aide d'une loi de mélange.

Granulométrie		Pétrophysique	
D ₁₀ (µm)	113.7 ⁽ⁱ⁾	φ (-)	0.385 ⁽ⁱ⁾
D ₅₀ (µm)	184.6 ⁽ⁱ⁾	Composition chimique	SiO ₂ > 0.98 % ^(a) Al ₂ O ₃ < 0.9 % ^(a)
D ₉₀ (µm)	304.2 ⁽ⁱ⁾	CEC (meq/100g)	0.096 - 0.13 ⁽ⁱ⁾
Phase	ρ (kg/m ³)	C _p (J.kg ⁻¹ .K ⁻¹)	λ (W.m ⁻¹ .K ⁻¹)
Solide (silice)	2650	1105 ^(c)	5.28 ^(c)
	2640 ^(c)	850 ^(d)	5.5 ^(d)
	2600 ^(d)		
Air	1.28 ^(c)	1075 ^(d)	0.05 ^(d)
	0.5 ^(d)		
Eau liquide	1000 ^(c)	4217 ^(c)	0.569 ^(c)
	990 ^(d)	4180 ^(d)	0.64 ^(d)
Glace	920 ^{(c) (h)}	2040 ^(c)	1.88 ^(c)
		2108 ^(h)	2.14 ^{(e) (h)}
Milieu	ρ (kg/m ³)	C _p (J.kg ⁻¹ .K ⁻¹)	λ (W.m ⁻¹ .K ⁻¹)
Sec	1630 ⁽ⁱ⁾ 1515 ^(c) 1600 ^(g)	690 ⁽ⁱ⁾ 800 ^{(c) (g)}	1.02 (±0.02) ⁽ⁱ⁾
			0.27 ^(c)
			0.40 ^(k)
			0.45 ^(f)
			0.15 ^(g)
Saturé	2015 ⁽ⁱ⁾ 2010 ^(g)	1486.15 ^(j) 1632 ^(g)	2.70 (±0.10) ⁽ⁱ⁾
			2.12 ^(f)
			2.75 ^(g)
			1.18 ^(k)
Glace	1984 ⁽ⁱ⁾	883.9 ^(j)	3.17 (±0.18) ⁽ⁱ⁾ 3.70 ^(f)

6.2.4. Echangeur géothermique et systèmes de régulation

6.2.4.1. Echangeur géothermique

Les systèmes géothermiques basse enthalpie pour le chauffage des bâtiments comprennent : i. des échangeurs qui prélèvent de la chaleur au sol au travers d'un fluide caloporteur, ii. une pompe à chaleur permettant de transférer la chaleur à un niveau de température plus élevé à l'habitat, iii. des échangeurs ou émetteurs distribuant la chaleur dans l'habitat. Dans notre expérience analogique, la pompe à chaleur est simulée à l'aide d'un bain thermostaté qui permet de contrôler la température du fluide caloporteur injecté dans la corbeille géothermique, et de simuler les besoins du bâtiment.

La corbeille géothermique est simulée à l'aide d'un échangeur spiralé en inox placé au centre de la cuve afin de respecter une axi-symétrie. Les dimensions caractéristiques de la corbeille (hauteur ; diamètre) sont réduites d'un facteur 10 par rapport aux dimensions réelles des échangeurs. Les puissances thermiques échangées entre la corbeille et le sol modèle étant 10 fois plus faibles que dans les installations réelles et les températures caractéristiques conservées, il est nécessaire de réduire d'un facteur 10 le débit du liquide circulant dans la corbeille. Que l'on soit en condition réelle ou dans l'expérience, le régime d'écoulement dans les tubes des échangeurs est laminaire. Le nombre de Nusselt caractérisant les transferts thermiques défini par l'équation 6.3 doit être égale à 4.36.

$$Nu = \frac{h D_i}{\lambda} = 4.36 \quad 6.3$$

avec, h le coefficient d'échange thermique ($\text{W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$), D_i le diamètre intérieur du tube (m) et λ le coefficient de conductivité thermique du fluide caloporteur ($\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$).

La mise à l'échelle aurait nécessité de réaliser un échangeur avec un diamètre intérieur de 2 mm, traversé par un débit 10 fois plus faible que dans la réalité. Ce faisant, les pertes de charge occasionnées auraient été trop importantes (2 bars). Il a été décidé de réaliser la corbeille en tube inox de diamètre intérieur 4 mm en réduisant le nombre de spires afin de garder un facteur d'échelle de 100 au niveau de la surface d'échange par rapport au système réel. Le coefficient de transmission thermique entre la corbeille et le sol est 2 fois plus faible qu'il ne devrait être, mais reste dans le bon ordre de grandeur. La rigidité du tube inox permet une mise en place aisée de l'échangeur. La très bonne conductivité de l'inox par rapport à un matériau plastique sera compensée par la mise en place d'une gaine thermo rétractable à l'extérieur du tube.

La partie haute, le centre et la base de la corbeille sont respectivement placés à -0.125, -0.225 et -0.330 m par rapport à la surface du sable. Les caractéristiques de la corbeille sont résumées dans la Table 15.

Table 15. Caractéristiques géométriques de la corbeille.

Corbeille	Tube Inox
- hauteur : 0.21 m,	- diamètre interne : 0.004 m,
- diamètre : 0.124 m,	- diamètre externe : 0.006 m,
- nombre de spires : 13,	- longueur : 11.13 m.

De chaque côté de la spirale, la corbeille est prolongée par ≈ 0.35 m (amont) et ≈ 0.40 m (aval) de tube inox isolés thermiquement pour ne pas affecter les bilans d'énergie. La corbeille est glissée à travers les fils de positionnements des thermocouples (Figure 97). Pour les essais effectués sur le sable sec et pour les premiers essais en sable saturé, le tube inox de la corbeille était directement en contact avec le milieu poreux. Cependant, même dans le cas d'un monitoring géophysique 4D (xyz + t), la présence de l'inox masquait la réponse géophysique liée aux transferts thermo-hydriques. Ainsi, à partir du 19/09/2018, une gaine isolante a été mise en place sur le tube inox (gain thermo rétractable RS PRO, diamètre 12 mm, rétreint 3:1, référence. 700—4548, RS PRO). Le fluide circulant dans la corbeille est de l'eau glycolé de type KRYO 30 (Annexe N et Figure 201).

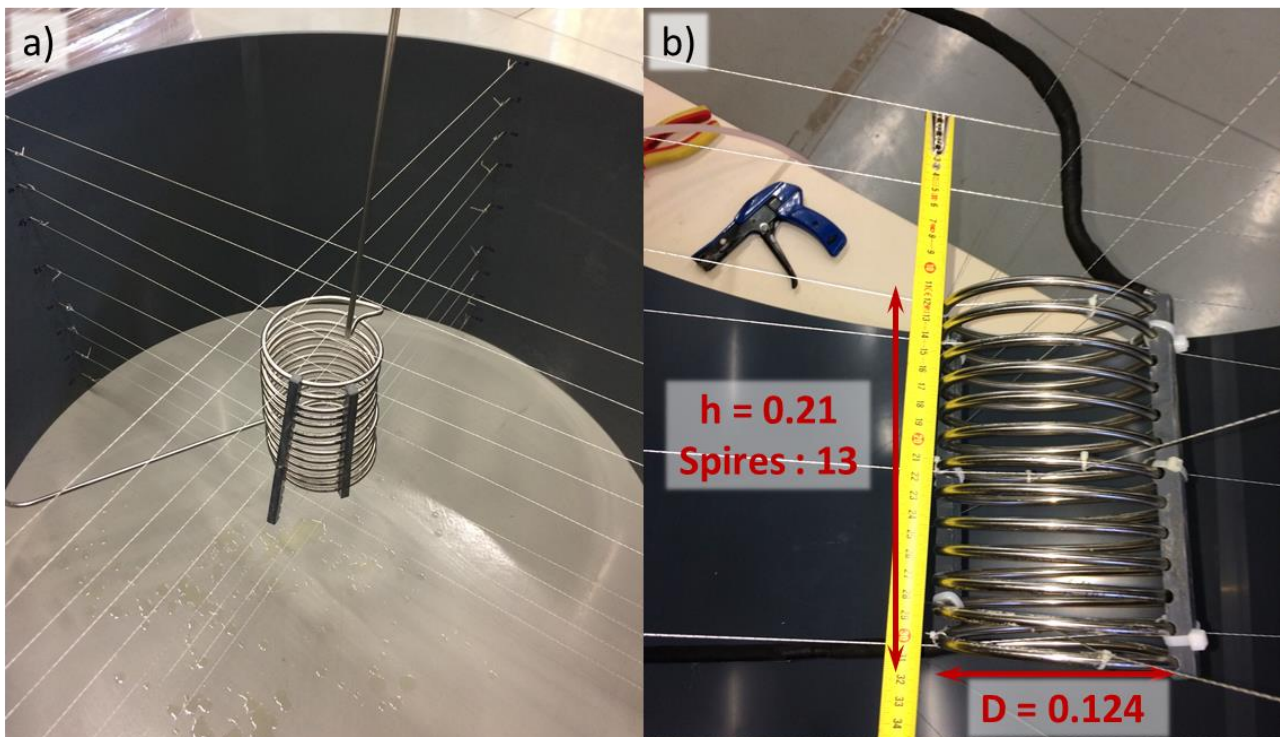


Figure 97. Corbeille géothermique à l'échelle réduite.

a) Centrage de la corbeille géothermique avec les fils de positionnement des thermocouples, b) Vue rapprochée de la corbeille géothermique. La corbeille est attachée régulièrement aux fils de positionnement des thermocouples, permettant ainsi de garder un bon centrage de la corbeille et d'éviter la déformation lors du remplissage de la cuve avec le sable. A noter que les deux guides PVC maintenant les spires lors de la mise en place de la corbeille ont été ôtées au cours du remplissage en sable.

La corbeille est connectée au bain thermostaté (VC1200 W, LAUDA) à l'aide de deux tubes rilsan (tube polyamide, diamètre 4.0 mm, épaisseur 2.7 mm). Ces tubes sont isolés par une gaine thermique. La longueur de tube rilsan utilisée entre la connexion au tube inox et le points de mesure en température est estimée à 2.9 m, (1.5 m entre la mesure de température et l'entrée du tube inox, et 1.4 m aval, sortie tube inox → mesure de température). A mi-parcours du tube rilsan, deux connecteurs rapides sont présents permettant d'inverser le sens de circulation dans la corbeille si nécessaire. Sauf explicitement mentionné, le fluide caloporteur entre dans la corbeille par le bas et en sort donc par le haut. Les mesures de température se font sur la façade du panneau de commande à l'aide de thermocouples de type K reliés à la centrale d'acquisition. Sur la branche aval, un débitmètre à ailettes est relié au compteur et à la centrale d'acquisition (débitmètre FCH-M, de B.I.O-TECH E.K). Un thermocouple de type PT-100 est aussi connecté à la branche aval et peut être relié directement au bain thermostaté si besoin pour réguler ce dernier. Cette solution n'a pas été retenue. Ainsi, pour tous nos essais, le bain était régulé sur une consigne de température interne (correspondant à la température entrée corbeille). Enfin, nous avons aussi modifié la régulation PID (proportionnel, intégral et dérivé) afin d'éviter l'apparition de cycles haute fréquence sur la température. Autrement dit, nous avons désactivé « l'action dérivée » et augmenté « l'action intégrale » ($180 < \text{intégral} < 500$ sec). Le bon fonctionnement de la régulation sur la corbeille a été testé lors des essais de validation (partie 6.2.7).

Grâce à ces systèmes, nous pouvions effectuer des expériences avec trois types de régulation sur la corbeille géothermique : une rampe, un cycle en température et un cycle en puissance. Chaque type d'essai demande une stratégie de régulation différente (Figure 98).

Régulation de type rampe de température

Pour la rampe de température, la régulation s'effectue sur la température interne du bain. Une fois que le bain a atteint la consigne l'électrovanne est ouverte.

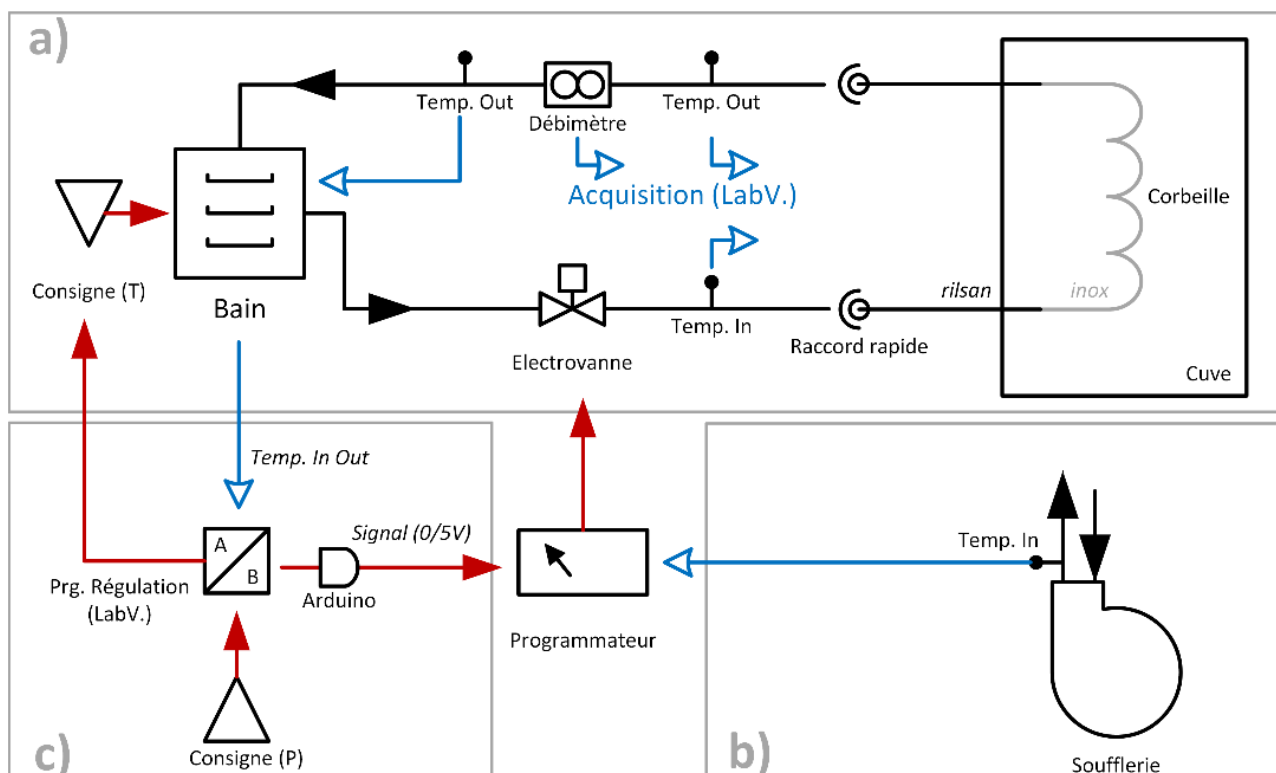


Figure 98. Schéma du système géothermique avec sa régulation.

a) Schéma général du système géothermique associé à une régulation de type rampe de température, b) Régulation en température suivant un cycle c) Régulation en puissance.

Régulation en température suivant un cycle

Initialement, l'expérience analogique a été développée pour reproduire *stricto-sensu* l'utilisation d'une corbeille géothermique sur plusieurs années, i.e. prélèvement de chaleur durant la phase hivernale et recharge thermique du sol pendant la saison estivale. Ainsi, nous devons reproduire cette utilisation sur un cycle de 3.6 jours : 1.8 jours avec une corbeille inactive et 1.8 jours avec un prélèvement de chaleur graduel. Le premier moyen pour reproduire ce fonctionnement a été d'élaborer un cycle de régulation en température. Ce cycle doit être en phase avec le cycle de la soufflerie (§Soufflerie). Les consignes sont introduites dans le menu cycle des bains thermostatés. L'ouverture de l'électrovanne du circuit de la corbeille se fait à l'aide d'un automate (Millenium 3, Crouzet). Le programmateur est relié à une sonde PT100 localisée juste avant l'évent de la soufflerie. L'automate ouvre l'électrovanne lorsque la température de l'air entrant est inférieure à 10°C pendant plus d'une seconde. La fermeture de l'électrovanne s'effectue quand la température dépasse 10.5°C. afin d'éviter la fermeture ou l'ouverture de l'électrovanne à cause du bruit lié à la mesure une temporisation d'une minute a été mise en place. Un exemple typique de cycle en température est présenté en Figure 99 (valeurs des consignes en Table 43). Un essai de type cycle comporte au minimum trois cycles complets afin d'éliminer les effets transitoires.

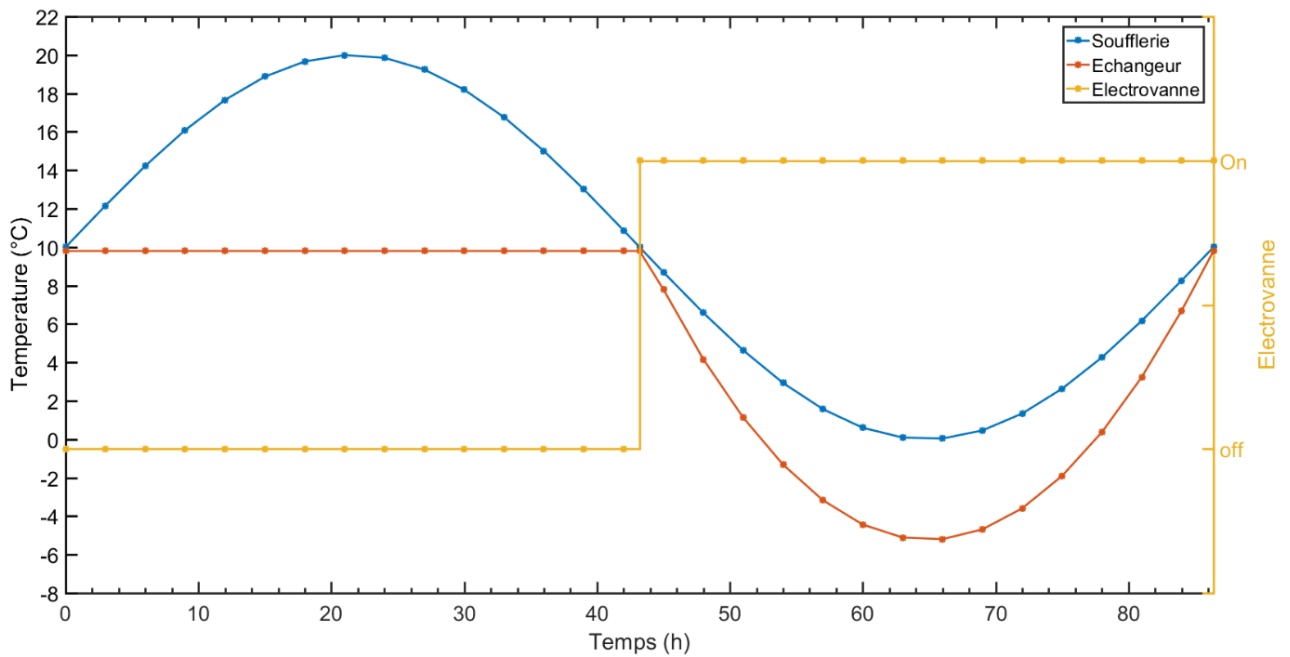


Figure 99. Exemple de consignes en température pour la corbeille et la soufflerie lors d'essais de type cycle.

Dans cette expérience de type cycle, la température de l'air entrant (courbe bleue) dans la cuve (soufflerie) oscille entre 0 et 20°C sur 3.6 jours. Pendant, la première partie de l'essai (de 0 à 41 h), la température de consigne du bain thermostaté liée à la corbeille (courbe rouge) est de 10°C, l'électrovanne est fermée (aucune circulation) (courbe jaune). Ici, cette première phase correspond à la saison estivale, où le sol se régénère thermiquement. A partir de 41 h et jusqu'à la fin de l'essai, l'électrovanne est ouverte et la température du fluide entrant dans la corbeille descend progressivement jusqu'à -5°C puis, à partir de 65h remonte à 10°C (« sortie de l'hiver »).

Régulation en puissance suivant un cycle

En réalité, il est plus correct d'effectuer une régulation sur la puissance prélevée et non sur la température d'entrée de l'échangeur pour simuler l'utilisation de systèmes géothermiques. Les essais de type cycle avec des consignes en puissance d'énergie prélevée n'ont été possible qu'à partir de 2019 et constituent la dernière modification dans le système de régulation de la corbeille. En effet, la régulation de puissance a demandé de développer un programme LabVIEW, de caractériser la réponse du système et de s'interfacer au bain thermostaté. D'un point de vue instrumentation, nous avons (Figure 98) :

- un bain thermostaté avec une PT100 mesurant la température retour de la corbeille,
- un programme de régulation Labview relié au bain thermostaté et à un boîtier Arduino (Arduino micro).
- un programmeur relié à l'électrovanne de la corbeille et au boîtier Arduino.

La régulation en puissance consiste à envoyer une consigne en température pour la température du bain interne. Le programme LabVIEW récupère la température interne du bain et la température de retour corbeille (PT100 connectée au bain). Au préalable, nous avons calculé la dépendance en température des caractéristiques du fluide : masse volumique, capacité calorifique, débit volumique (Figure 100 et Annexe N). Ainsi, à partir de ces lois et de la température de retour de la corbeille, un

débit massique et la capacité calorifique sont estimés. A partir de l'équation 6.4, la nouvelle valeur de température est envoyée au bain (Figure 100). Le contrôle de l'électrovanne s'effectue aussi dans ce programme. Pour ouvrir l'électrovanne, le programme envoie un pic à ≈ 4.7 V à l'aide du boîtier Arduino. Ce pic est alors détecté par le programmeur qui ouvre l'électrovanne. Le programme Labview possède deux modes de fonctionnement : mode statique (une puissance à respecter) et mode cycle. Un exemple de régulation en puissance est présenté en Figure 101.

$$P(T) = Q(T) C_p(T) (T_{in} - T_{out}) \quad 6.4$$

avec, $P(T)$ la puissance à prélever (W), $Q(T)$ le débit massique ($\text{Kg} \cdot \text{m}^{-3}$), $C_p(T)$ la chaleur spécifique ($\text{kWh} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$), T_{in} et T_{out} , respectivement la température entrée et sortie de la corbeille ($^{\circ}\text{C}$).

A noter que, le programmeur détecte automatiquement le type d'essai en cours et adapte les conditions d'ouverture de l'électrovanne :

- rampe de température : déclenchement manuel (bouton à bascule sur le programmeur).
- cycle en température : bouton à bascule en position Programme et PT-100 du circuit de la soufflerie connectée. L'ouverture et la fermeture se font à l'aide de deux seuils.
- cycle en puissance : bouton en position Programme et PT-100 débranchée. La valeur aberrante sur l'entrée de la PT100 indique au programme que l'ouverture s'effectue sur le pic de voltage envoyé par le boîtier Arduino.

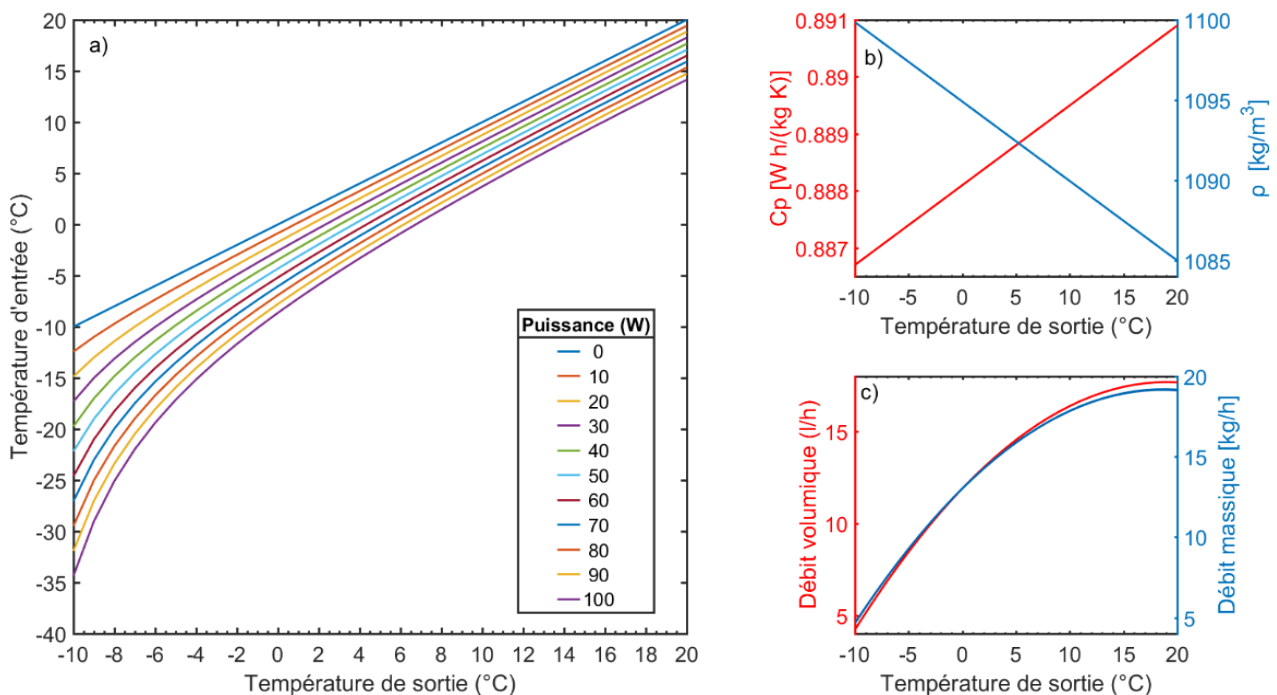


Figure 100. Régulation en puissance de la corbeille géothermique.

a) Cartographie de la puissance. Le programme calcule la température d'entrée (i.e. température interne du bain) en fonction de la température de sortie et de la puissance demandée. b) dépendance thermique de la capacité calorifique (C_p) et de la masse volumique (ρ) du fluide KRYO30. c) Estimation du débit volumique et massique à partir de la température de sortie. La mesure du débit se fait au niveau de la mesure de la température de sortie.

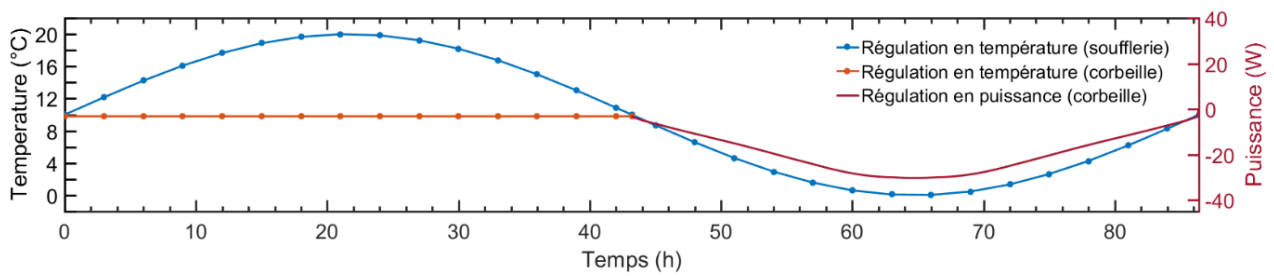


Figure 101. Exemple de consigne pour la régulation en puissance de la corbeille (mode cycle). La régulation de la soufflerie s'effectue à l'aide de consignes en température, variant de 0 à 20°C en 3.6 jours (courbe bleue). En ce qui concerne la corbeille (courbes orange et rouge), la régulation en puissance consiste en l'envoi de consignes en température pour la température interne du bain. Au cours de la première phase de l'essai, le système géothermique ne doit pas être en marche (électrovanne fermée, recharge thermique du sol). Durant cette phase, le bain est en attente à une température de 10°C (courbe orange). Lors de l'allumage de la corbeille géothermique, le programme ordonne l'ouverture de l'électrovanne. Pendant une à deux minutes, la consigne du bain reste à 10°C afin de laisser le temps au fluide caloporteur de faire un tour de circuit. Ensuite, le programme de régulation suit les consignes en puissance (courbe rouge). En fonction de la puissance demandée et des températures mesurées (interne, externe), le programme calcule la nouvelle consigne de température à envoyer au bain.

6.2.4.2. Echangeur basal (ou refroidisseur)

Cet échangeur se situe au fond de la cuve entre le lit de gravier et la paroi. Il se compose d'un tube armé cristal (Tricocclair, diamètre intérieur 10 mm), enroulé en spirale (11 spires). Cette forme est maintenue à l'aide d'un tuteur en PVC, en forme de croix (Figure 102). L'échangeur est relié à un second bain thermostaté (VC1200 W, LAUDA) à l'aide du même tube mais recouvert d'une gaine isolante. Les températures d'entrée et de sortie du bain sont mesurées à l'aide de deux thermocouples de type K, reliés à la centrale d'acquisition (partie 6.2.5, §Centrale d'acquisition). L'entrée de l'échangeur se situe au centre alors que la sortie de l'échangeur se situe au niveau de la spire extérieure. Cette sortie est connectée à la garde thermique (§Garde thermique).

Cet échangeur correspond à la condition frontière basale et assure que le milieu poreux en profondeur soit à température constante. En effet, en conditions réelles, à partir d'une dizaine de mètres de profondeur, la température du sol est constante car le front thermique lié aux variations saisonnières ne perturbe pas la température du sol à ces profondeurs. Cette dernière peut être considérée comme étant la moyenne des températures de l'air, qui avoisine généralement les 10°C (Figure 93, Table 10). Dans la plupart des cas, nous avons effectué nos expériences en imposant une température $\approx 10^\circ\text{C}$.

La mise en place de cet échangeur permet de réduire sensiblement le temps de mise en température du système et de compenser certaines pertes thermiques.



Figure 102. Echangeur spiralé basal (condition frontière inférieure).

L'échangeur correspond à un tube cristal (diamètre 10 mm) enroulé selon une spirale. Cet échangeur permet de fixer la température à la base de la cuve. L'échangeur est relié à un bain thermostaté.

6.2.4.3. Garde thermique et isolation

La garde thermique et l'isolation de la cuve correspondent à la condition frontière latérale qui doit tendre vers une condition adiabatique. A l'issue de nos premiers essais de validation de l'expérience analogique, nous avons constaté que la température de la pièce influençait la température à l'intérieur de la cuve, notamment lors de la mise en route du chauffage pulsé de la hale technique. La cuve était alors isolée d'une couche de 2.5 cm d'épaisseur d'isolant thermique (KAIFLEX ST, Kaimann). La conductivité thermique de l'isolant est comprise 0,031 et 0,038 $\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$. Afin d'avoir des conditions expérimentales identiques quelque soit la température de la pièce, une garde thermique a été ajoutée permettant d'imposer une température constante autour de la cuve (Figure 103). La sortie de l'échangeur basal de la cuve est reliée directement à l'entrée de la garde thermique. Le fluide rentrant dans la garde thermique est aux alentours 10°C. Pour assurer une meilleure efficacité du système, une deuxième couche d'isolant a été mise en place (épaisseur : 1.25 cm, KAIFLEX ST, Kaimann).

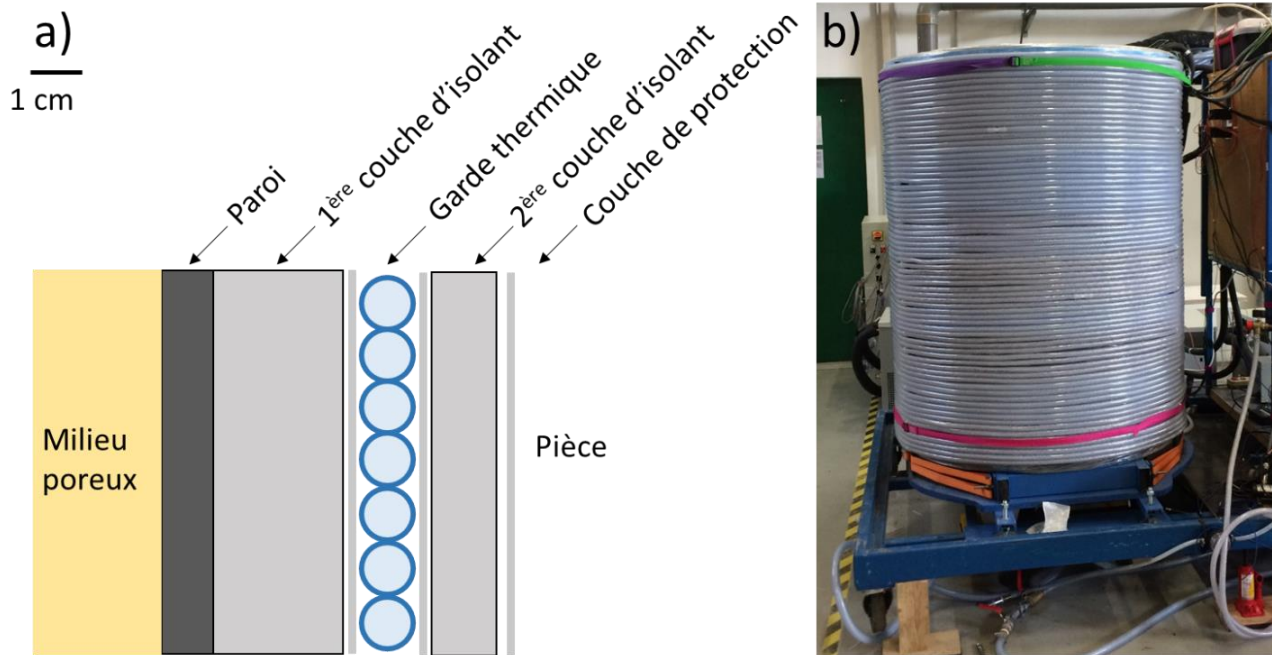


Figure 103. Isolation et garde thermique de la cuve.

a) Vue en coupe de l'isolation de la cuve, b) Mise en place de la garde thermique. La paroi de la cuve se compose d'environ un centimètre de polyéthylène à haute densité. L'épaisseur de la 1^{ère} couche d'isolant thermique est de 2.5 cm. Par-dessus, un tube cristal (diamètre 10 mm) a été enroulé autour de la cuve et sur toute sa hauteur. Dans ce tube circule un fluide caloporteur dont la température avoisine 10°C (garde thermique). Une deuxième couche d'isolant recouvre la garde thermique pour réduire la déperdition thermique avec l'air de la pièce. Chaque couche d'isolant a été recouvert d'un film plastique pour le protéger et éviter la propagation de condensation.

6.2.4.4. Soufflerie (ou système de ventilation)

Le système de ventilation (ou encore veine d'air) correspond à la condition frontière supérieure de notre système (i.e. du système milieu poreux). La soufflerie a été conçue pour réguler la température de l'air. Deux types de conditions sont possibles : une condition statique (température constante) et une condition dynamique (température de l'air variant entre 0 et 20°C en 3.6 jours, Figure 101). Cette dernière condition simule la variation de température de l'air au cours d'une année type. Les principaux éléments de ce système de ventilation sont les suivants :

- un banc d'essai d'échangeurs à air, appelé aussi veine d'air (de 2IdL): ce banc d'essai a été développé par le LOCIE. Il a été adapté pour répondre à nos besoins. Au final, la structure, la régulation du débit d'air et le logiciel ont été conservés. La structure comprend un échangeur air-eau et une turbine enfermés dans un caisson. Le caisson comporte une sortie et une entrée où sont disposés des capteurs de débit d'air et des sondes de température. La régulation du débit d'air s'effectue sur l'air sortant de la cuve. Lors des essais de validation et à l'aide d'un endoscope, nous avons identifié la limite de débit d'air à partir duquel le sable sec est mobilisé (environ 2.0 m.s⁻¹). Afin d'éviter cette mobilisation du sable sec, la plupart des essais ont été réalisés avec un débit d'air compris entre 1.0 et 1.15 m.s⁻¹.

- un bain thermostaté VC1200 : le bain thermostaté assure la régulation en température. Le bain est relié directement à l'échangeur eau-air présent dans le caisson. La régulation PID du bain assure le respect de la consigne en température. La régulation s'effectue sur la température entrante de la cuve (sonde PT100 juste avant l'évent). Lors des essais dynamiques (simulation d'une année), la régulation en température suit le cycle présenté en Figure 101.
- un évent (imprimé en ABS), assurant la répartition de l'air entrant dans la cuve.
- une balance enregistrant la masse d'eau évaporée s'échappant par la veine d'air. Afin d'éviter l'évaporation de l'eau présente dans la cuve lors des essais en milieu saturés, le sable était recouvert d'un film plastique. Cependant, pour les tests et essais avec le simulateur de précipitations, le système de ventilation exportait une part non négligeable d'eau (environ 5 à 10 L/semaine). Ainsi, pour ces essais, une balance enregistrait en continu la masse d'eau récupérée par le système de ventilation.

A noter que la cuve est fermée par le haut à l'aide d'un toit en polyptère (épaisseur ≈ 3 cm). Les déperditions thermiques ont été contrôlées à l'aide d'une caméra thermique.

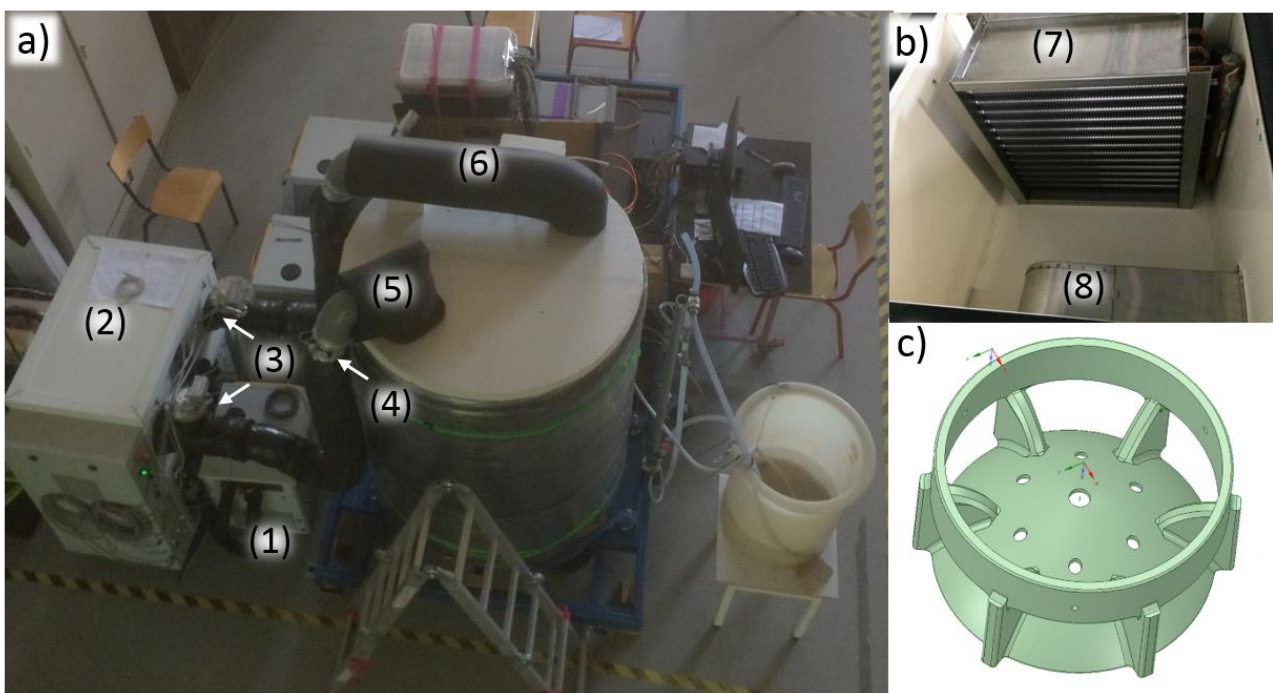


Figure 104. Descriptif du système de soufflerie.

a) Vue d'ensemble, b) Eléments principaux de la veine d'air, c) Event placé en sortie du système. Le système de soufflerie se compose d'un bain thermostaté (1) connecté à la veine d'air (2). Les capteurs de température et de débit air (3) utilisés par la régulation de la veine d'air sont placés à ses sorties alors que les thermocouples (4) reliés au bain et au programmeur sont disposés en amont de l'évent (5). Un tube retour (6) permet au système de fonctionner en circuit fermé. L'échangeur de la veine d'air (7) est connecté au bain thermostaté (1) alors que la turbine (8) est reliée au tube d'alimentation en air de la cuve et à l'évent (5).

6.2.4.5. Générateur de précipitations

Une partie du renouvellement thermique est assurée par des transferts d'eau dans le sol. Ces transferts de masse peuvent correspondre à l'écoulement d'une nappe (comme dans le cas de l'hydrothermie) ou être dus à l'infiltration des eaux météoriques. Afin de déterminer l'importance de cette source de chaleur et de respecter les constantes climatiques de nos régions, nous avons mis en place un système simulant les précipitations. Dans sa configuration la plus aboutie, il se compose d'une réserve d'eau, d'un filtre, d'une pompe à piston, d'un système de contrôle, d'un échangeur air-eau, et de brumisateurs (Figure 105 et Figure 106).

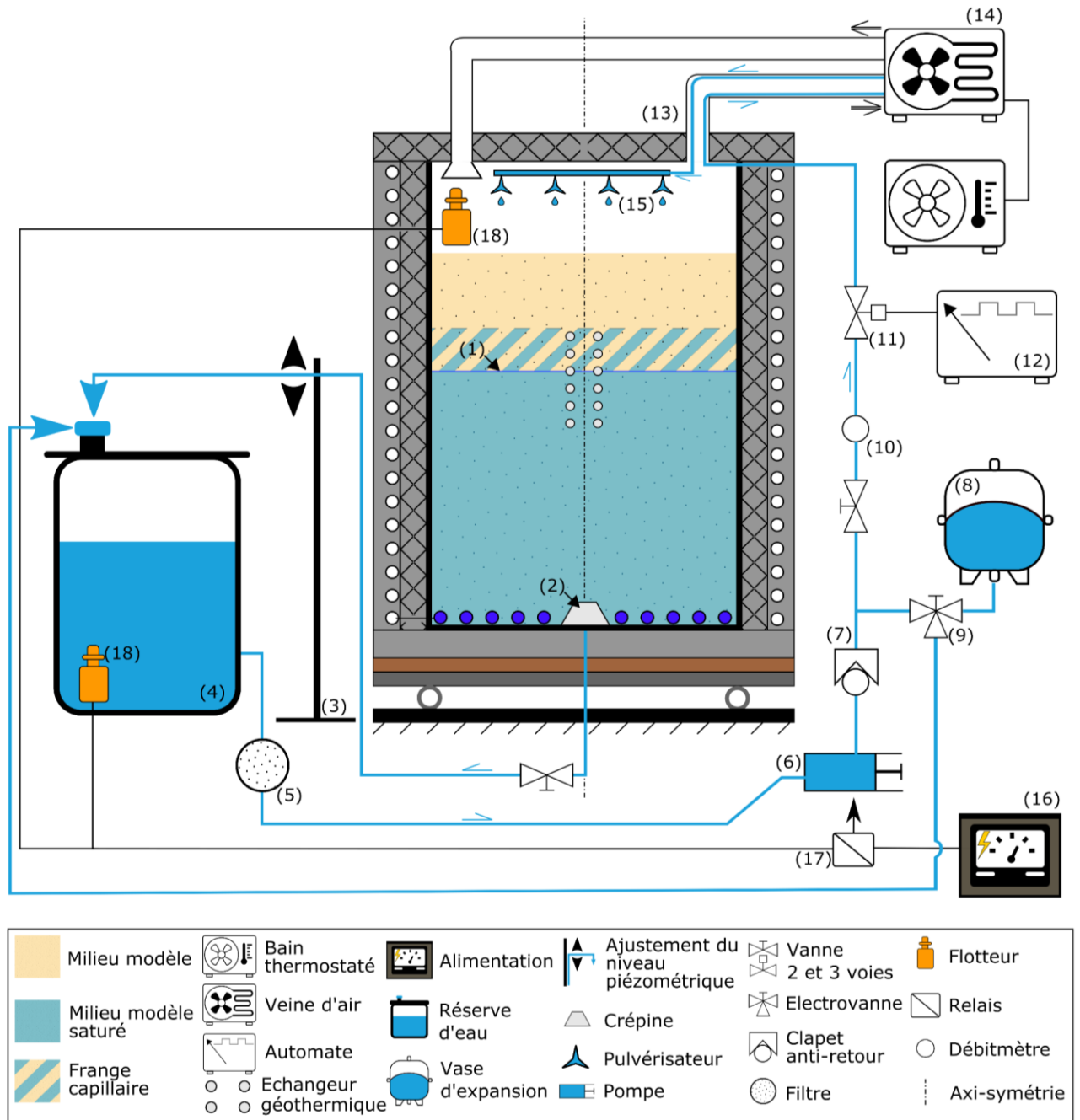


Figure 105. Schéma du contrôleur de niveau d'eau et du générateur de précipitations

Le niveau d'eau (1) dans la cuve repose sur le principe d'équilibrage des pressions. Un exutoire à la base de la cuve est surmonté d'une crépine (2) et connecté à une noix ajustable (3) permettant de fixer la hauteur du niveau dans la cuve. Le trop plein d'eau est stocké dans la réserve d'eau (4). A la base de cette réserve, l'eau est filtrée (5) et pompée (6). Ensuite,

l'eau traverse un clapet anti-retour (7) et est mise sous pression à l'aide d'un vase d'expansion (8). Une vanne 3 voies (9) permet de vider le circuit lorsque le système n'est pas utilisé. Après le vase d'expansion, un débitmètre (10) et une électrovanne (11) sont disposés dans le circuit. L'ouverture de l'électrovanne est pilotée par un automate (12). Le circuit d'eau passe dans le tube retour en air du système de soufflerie (13) jusqu'à un échangeur présent dans la veine d'air (14). L'échangeur permet d'équilibrer la température de la pluie avec l'air de la soufflerie. A la sortie de l'échangeur, l'eau est acheminée jusqu'à quatre pulvérisateurs (15). Le circuit en eau comporte un système de sécurité coupant l'alimentation 24V (16) de la pompe à piston à l'aide d'un relais (17), connecté à deux flotteurs (18).

La réserve d'eau est stockée à température ambiante. Le système de contrôle du niveau piézométrique déverse l'eau dans ce bac à l'aide d'une noix. En sortie de la réserve d'eau, un filtre (filtre Xylem 40 mesh, de Flojet) permet d'éliminer la plupart des particules solides transportées par l'eau (e.g sable). La taille des mailles du filtre est de 40 mesh (convention américaine) soit 0.420 mm. Le filtre est relié à une pompe à piston (pompe RLF, 24V de Flojet, débit 2.5 à 3.8 L.min⁻¹, pression 2.4 à 2.8 bars). L'alimentation électrique de la pompe à piston s'effectue à l'aide d'un boîtier de relais et d'une alimentation DC de laboratoire (LABPS3005N de Velleman). Le boîtier relais coupe automatiquement l'alimentation de la pompe dans le cas d'un trop plein d'eau dans la cuve ou d'un manque d'eau dans le réservoir. Ce boîtier est donc relié à deux flotteurs (le premier à quelques centimètres au-dessus de la surface du sable et le deuxième au fond du bac).

Le système de contrôle comprend successivement un clapet anti-retour, un vase d'expansion pour assurer une pression constante dans le circuit, un manomètre avec purgeur, une vanne d'ajustement de débit, un débitmètre puis une électrovanne reliée au programmeur. Le programmeur permet d'ouvrir l'électrovanne manuellement ou selon un cycle d'ouverture / fermeture. A partir de la sortie de l'électrovanne, les tuyaux d'alimentation de l'échangeur air-eau et des brumisateurs sont placés dans le tuyau de sortie de la soufflerie. A noter que le purgeur est relié au réservoir de stockage.

L'échangeur air-eau est fixé à l'échangeur de la veine d'air. Cet échangeur permet d'ajuster la température des précipitations. L'eau provient d'un bac d'eau stocké à température ambiante. Les débits de précipitations sont suffisamment faibles pour que la température de l'eau s'équilibre avec la température de la veine d'air sans avoir recours à l'utilisation d'un bain thermostaté. Lors des tests préliminaires (sans échangeur), l'infiltration de l'eau (à température ambiante, soit environ 20°C) impactait fortement les températures enregistrées en surface (températures non réalistes).

La sortie de l'échangeur est reliée à quatre brumisateurs basse pression (de chez Ofresh) fixés au toit de la cuve. Ces pulvérisateurs ont été développés pour se brancher sur le réseau d'eau, c'est-à-dire pour fonctionner à des pressions d'environ 3 bars.

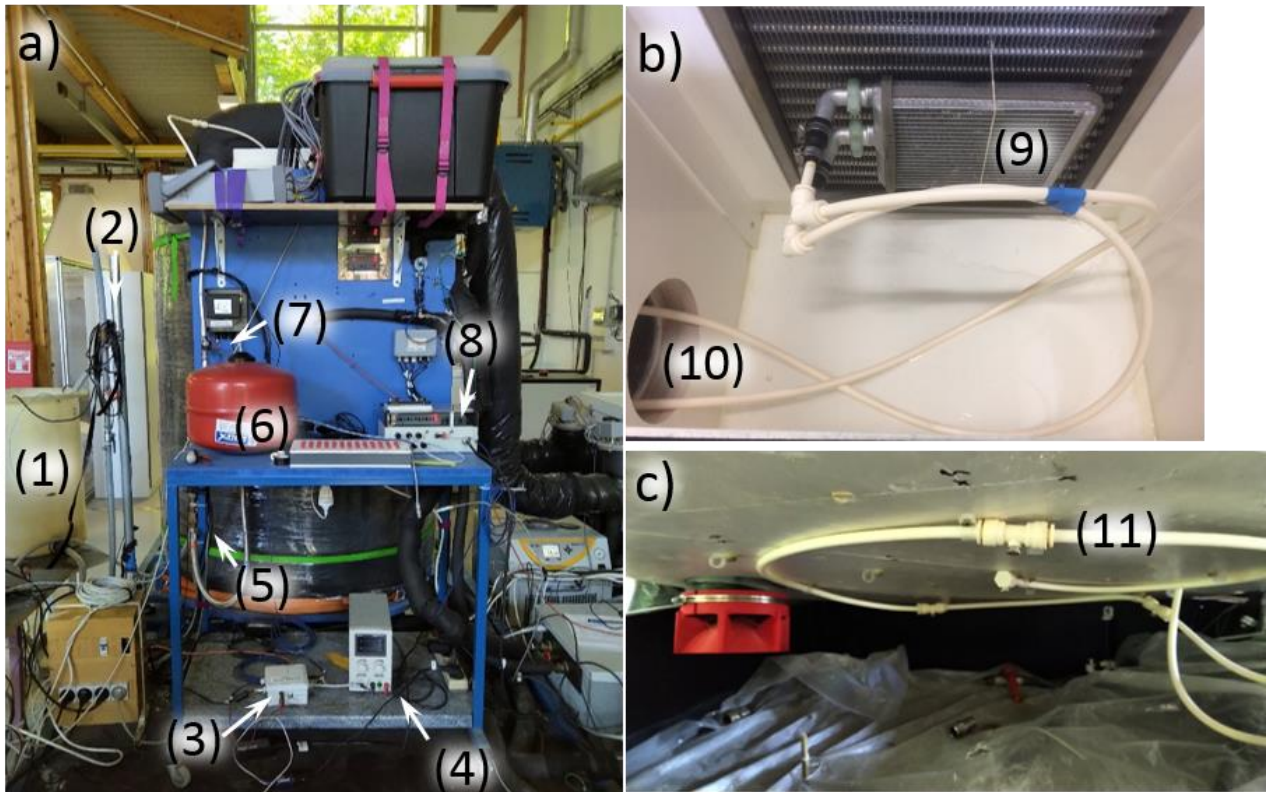


Figure 106. Vue d'ensemble du système de simulation des précipitations.

a) Principaux organes du dispositif de précipitation, b) Echangeur air-eau présent dans la veine d'air, c) Pulvérisateurs fixés au toit de la cuve. La régulation du niveau piézométrique de la cuve se jette dans la réserve d'eau (1) à l'aide d'une noix (2). A la base du réservoir, l'eau est filtrée et prélevée à l'aide d'une pompe. La pompe est pilotée par une série de capteurs (flotteurs) et un relais (3). Le relais coupe l'alimentation de la pompe (4). L'eau pompée passe au travers d'un clapet anti-retour (5), d'un vase d'expansion (6) et d'une électrovanne (7), pilotée par un programmeur (8). L'eau est envoyée à un échangeur air-eau (9) permettant un équilibrage des températures. Les tuyaux d'alimentation et de sortie de l'échangeur passent par le tube retour de la soufflerie (10). Quatre pulvérisateurs fixés au toit simulent les précipitations.

En résumé, à l'aide de ce système il est possible de simuler en continu un écoulement vertical d'eau ou de répartir un volume de précipitations selon un cycle. Ainsi, le premier cas permettra d'étudier l'impact d'un écoulement continu d'eau sur les transferts thermiques alors que le deuxième cas permettra de quantifier la part du renouvellement thermique liée à l'infiltration des précipitations.

6.2.4.6. Contrôleur du niveau piézométrique

L'installation des corbeilles géothermiques s'effectue dans des milieux avec différentes teneurs en eau, potentiellement associées à la présence d'une nappe. La saturation du milieu est un paramètre important puisqu'elle contrôle directement la part d'énergie liée à la chaleur latente et peut générer des mouvements d'eaux (cryo-succion, Sass, 2004). Dans notre expérience, il n'est pas possible de contrôler précisément la saturation de notre milieu. Nous pouvons uniquement faire varier la hauteur du niveau piézométrique. A la base et au centre de la cuve, un exutoire est installé surmonté d'une crépine (Figure 105). L'eau captée par la crépine est rejetée dans le réservoir d'eau servant au système de précipitation. Le niveau piézométrique est fixé en ajustant la hauteur d'une noix maintenant le tuyau d'eau. La régulation du niveau piézométrique s'appuie sur le principe d'équilibrage des pressions. Ce système de régulation du niveau piézométrique est passif et permet en théorie d'évacuer le volume d'eau injecté par le système de précipitation. A l'issue d'une série de tests préliminaires, il est apparu que la crépine n'était pas suffisante pour éviter le fluage du sable. Un bac de décantation a donc été mis en place sous le dévidoir. La mise en eau ou les variations du niveau piézométrique s'effectuent toujours par ce système afin de réduire la formation de poches d'air entre les grains de sables.

L'eau utilisée provient du réseau potable et est réutilisée en circuit fermé. La salinité de l'eau est de 0.05893 S.m^{-1} à 12.8°C (mesurée le 2019/02/25).

6.2.4.7. Automate

Dans cette partie, nous avons vu que de nombreux systèmes de régulation utilisent un programmateur externe Millenium 3, Crouzet. Ce programmateur permet d'une part de contrôler l'ouverture de l'électrovanne du système géothermique. L'ouverture / fermeture peut s'effectuer manuellement, selon un seuil de température sur l'air entrant dans la cuve ou selon la valeur du voltage envoyé par le boîtier Arduino. D'autre part il permet de contrôler l'ouverture de l'électrovanne du système de précipitation. Cette ouverture peut se faire manuellement ou selon un cycle (temps On / off).

6.2.5. Instrumentations

La plupart des systèmes de régulation sont associés à des systèmes de mesure. Les deux principaux systèmes de mesure sont le système d'acquisition de température et le dispositif géophysique (partie 6.2.6).

6.2.5.1. Acquisition des données de température

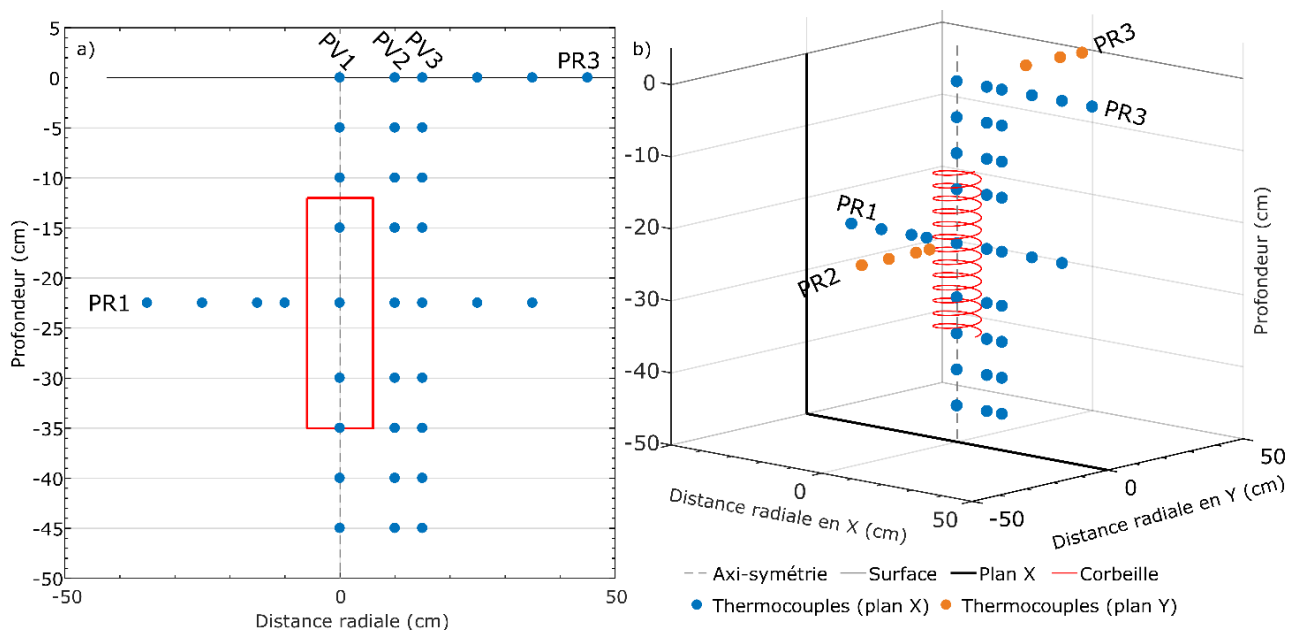
Configuration

Le système d'acquisition en température utilise une centrale d'acquisition (34972A, Keysight) et une interface LabVIEW. Deux types de mesures de températures sont enregistrés : la température du milieu poreux utilisée dans l'étude thermique des essais et les températures permettant la vérification des systèmes de régulation et donc la bonne imposition des conditions frontières (Table 16). Le nombre de thermocouples et leurs positions dans le milieu poreux a évolué au cours des expériences afin de recueillir le maximum d'informations pertinentes (Annexe N). Au final, le nombre de mesures de température utilisé est passé de 37 à 54. La fréquence d'acquisition généralement utilisée dans nos expériences est d'une mesure par minute.

Dans leur version finale, les températures mesurées dans le sable se répartissent en 3 profils verticaux (PV) et 3 profils radiaux (PR) : (Figure 107).

- PV1 (ou PVA) : profil vertical dans l'axe de la cuve ($r = 0$ cm),
- PV2 (ou PVB) : profil vertical à $r = 10$ cm de l'axe,
- PV3 (ou PVC) : profil vertical à $r = 15$ cm de l'axe,
- PR1 (ou PRA) : profil radial à $z = -22.5$ cm,
- PR2 (ou PRB) : profil radial à $z = -22.5$ cm et à $\theta = 90^\circ$ du profil PR1,
- PR3 (ou PRC) : profil radial à $z \approx 0$ cm (dans les plans X et Y).

Les profils verticaux sont disposés dans un même plan, nommé arbitrairement plan X. Chaque profil vertical se compose de 9 thermocouples, aux profondeurs suivantes : 0.0 ; -5.0 ; -10.0 ; -15.0 ; -22.5 ; -30.0 ; -35.0 ; -40.0 ; -45.0 cm. Les profils radiaux comportent des points communs avec les profils verticaux. Les profils PR1 et PR2 sont localisés à une profondeur de -22.5 cm, c'est à dire selon le plan passant par le centre de la corbeille. Le profil PR1 est dans le même plan que les profils verticaux (i.e. plan X). Chaque capteur de température est désigné par son abréviation de profil et par ses coordonnées (r, z, θ). Par exemple, le capteur appartenant au profil vertical 1 à la profondeur de -10 s'abrège en PV1(0,-10, 0). Pour rappel, les spires de la corbeille sont à 6.2 cm de part et d'autre de l'axe de la cuve.



*Figure 107. Positions des thermocouples présents dans le milieu modèle.
a) Position des thermocouples présents dans le plan X, b) Vue de la totalité des thermocouples.*

D'autres températures sont aussi enregistrées par la centrale d'acquisition. Ces températures permettent de vérifier les conditions frontières de la cuve et le bon fonctionnement des différents systèmes de régulations :

- température du fluide glycolé entrant dans l'échangeur basal.
- température du fluide glycolé sortant de la garde thermique.
- température entre la paroi de la cuve et l'isolant, à la hauteur de la surface du sable,
- température à l'interface du gravier et du sable, soit à environ 15 cm du fond de la cuve, au centre de la cuve.
- température du sable « profond » à 30 cm de l'interface gravier/sable, soit à environ 45 cm du fond de la cuve et à - 42 cm de la base de la corbeille.
- températures du fluide glycolé à l'entrée et à la sortie de la corbeille géothermique.
- température du tube inox de la corbeille géothermique, au niveau de la première spire, soit à 21 cm de la surface, au niveau du coude.
- températures de l'air entrant et sortant dans la cuve. Dans les premières expériences, plusieurs thermocouples étaient disposés dans la couche d'air de la cuve afin de s'assurer une répartition homogène de l'air.
- température de l'air de la pièce.
- températures des trois boîtiers isothermes afin de corriger les variations des soudures froides des thermocouples (§ Instrumentation).

La température du fluide glycolé entrant dans l'échangeur basal et les températures d'interface gravier/sable et du sable profond permettent de vérifier que la température du sable en profondeur est constante comme c'est le cas *in-situ*.

Les températures du fluide glycolé sortant de la garde thermique, de la paroi de la cuve et de l'air de la pièce permettent de vérifier que nos expériences ne sont pas trop fortement influencées par la température de la pièce comme c'était le cas avant la mise en place de la garde thermique.

Les températures du fluide glycolé entrant et sortant de la corbeille permettent d'estimer le flux prélevé par la corbeille. La température de l'inox au niveau de la spire supérieure de la corbeille permet de vérifier le sens de circulation du fluide dans la corbeille et d'estimer par différence l'impact de la température de l'air sur le fluide circulant dans les tubes. En effet, les températures du fluide glycolé sont mesurées au niveau du panneau principal de l'expérience et non directement en entrée et en sortie de l'échangeur.

Instrumentation

La mesure de température s'effectue avec une centrale d'acquisition 34972A (Keysight) associée à un programme LABVIEW. La centrale d'acquisition comporte 3 cartes multiplexeur. Chaque carte comporte 20 voies de mesures où sont branchés les thermocouples et deux voies en 4/20 mA. Les deux voies 4/20 mA de la dernière carte sont dévolues aux mesures de débit (§ Acquisition de débits).

Deux types de thermocouples sont utilisés dans cette expérience analogique : des thermocouples de type K et des thermocouples PT100 – 4 fils. Les thermocouples présents dans le milieu poreux et dans l'air sont de type K (alliage Nickel-Chrome). Ce type de thermocouple offre une large gamme de mesures pour un prix de fabrication faible. Une fois que la soudure chaude a été fabriquée, elle est recouverte par un vernis. Le vernis permet une meilleure protection de la soudure chaude et l'isole électriquement. En effet, il faut éviter toute perturbation « électrique » lorsque des mesures géophysiques et de température sont effectuées en simultanées. Les thermocouples des profils verticaux et horizontaux sont maintenus en position en les attachants aux filins présents sur la virole (Figure 108). Les thermocouples mesurant la température de l'air sont fixés à des supports eux-mêmes plantés dans le sable. Ils se trouvent ainsi à ≈ 5.0 cm au-dessus de la surface du sable.

Les mesures de températures des fluides sont aussi effectuées à l'aide de thermocouples de type K, gainés, fixés dans un raccord en T. Le thermocouple est placé perpendiculairement au flux. Ces thermocouples sont équipés d'un raccord permettant de les débrancher du système d'acquisition.

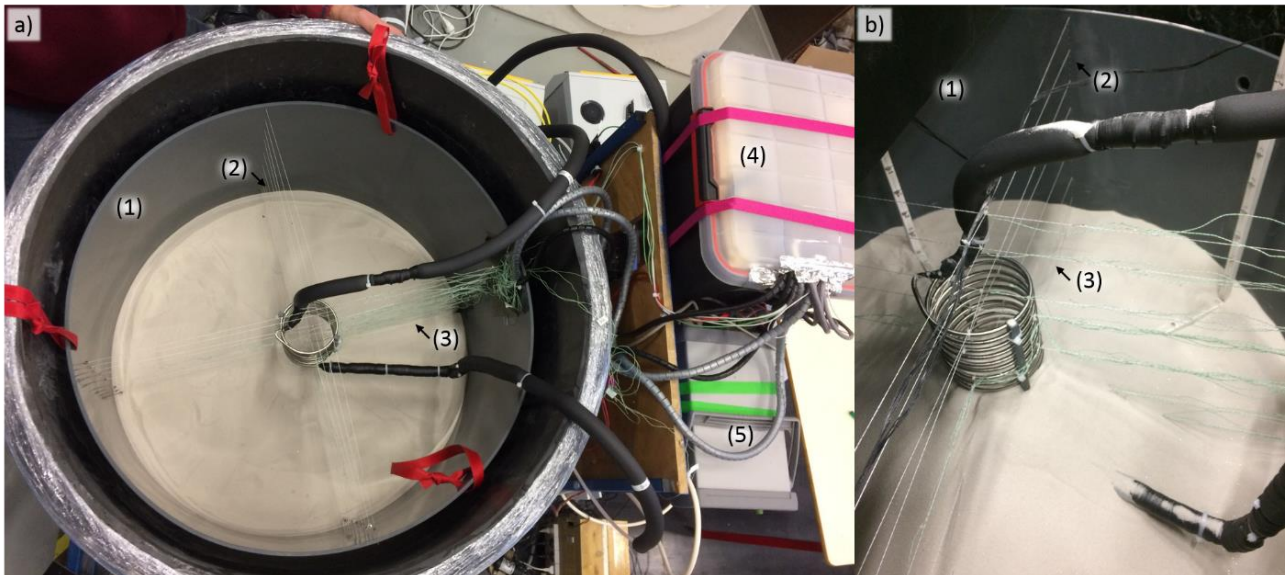


Figure 108. Support de fixation pour les thermocouples mis en place dans le milieu modèle.
 a) *Vue d'ensemble des différents éléments pour la mesure de température dans le milieu modèle, b) Vue rapprochée de la fixation des thermocouples sur les filins. Légende : (1) virole, (2) filins, (3) thermocouples type K, (4) Bac de vermiculite contenant les trois boîtiers de soudures froides, (5) centrale d'acquisition.*

Les thermocouples de types K sont connectés à trois borniers. Cette connexion correspond à la soudure froide des thermocouples (Figure 109). Chaque bornier est mis dans une boîte en aluminium, elle-même placée dans une boîte en polystyrène. Les trois boîtes sont réunies dans une caisse remplie de vermiculite. Le but de ce dispositif est double : homogénéiser la température des soudures froides et limiter leurs variations thermiques dans le temps. Pour corriger les effets de température liées aux soudures froides, une sonde PT-100 (4 fils) classe A est placée dans le boîtier en aluminium avec de la graisse thermique pour un meilleur couplage.

Calibration des thermocouples

L'utilisation des thermocouples de type K demande une calibration au préalable (Figure 109c). Au final, nous avons effectué quatre calibrations indépendantes : une par carte multiplexeur, plus une pour les thermocouples de type K gainés. La calibration consiste à calculer un polynôme du second degré à l'aide de la méthode des moindres carrés, permettant ainsi de déterminer la température en fonction de la tension mesurée. Pour effectuer cette calibration, tous les thermocouples d'une carte sont placés dans un cylindre métallique. La sonde de température référente (ici une PT-100 4 fils) est placée au centre de ce cylindre. Le cylindre est plongé dans un bain thermostaté. Nous avons calibré nos thermocouples pour une gamme de température comprise entre -10 et 50°C (-10 ; -5 ; -1 ; 0 ; 1 ; 5 ; 10 ; 15 ; 20 ; 25 ; 30 ; 35 ; 40 ; 45 ; 50°C). Pour chaque pallier de température, 60 mesures ont été réalisées. Les calibrations ont ensuite été vérifiées au minimum sur quatre températures. Les coefficients de calibration sont en Table 45 (Annexe N).

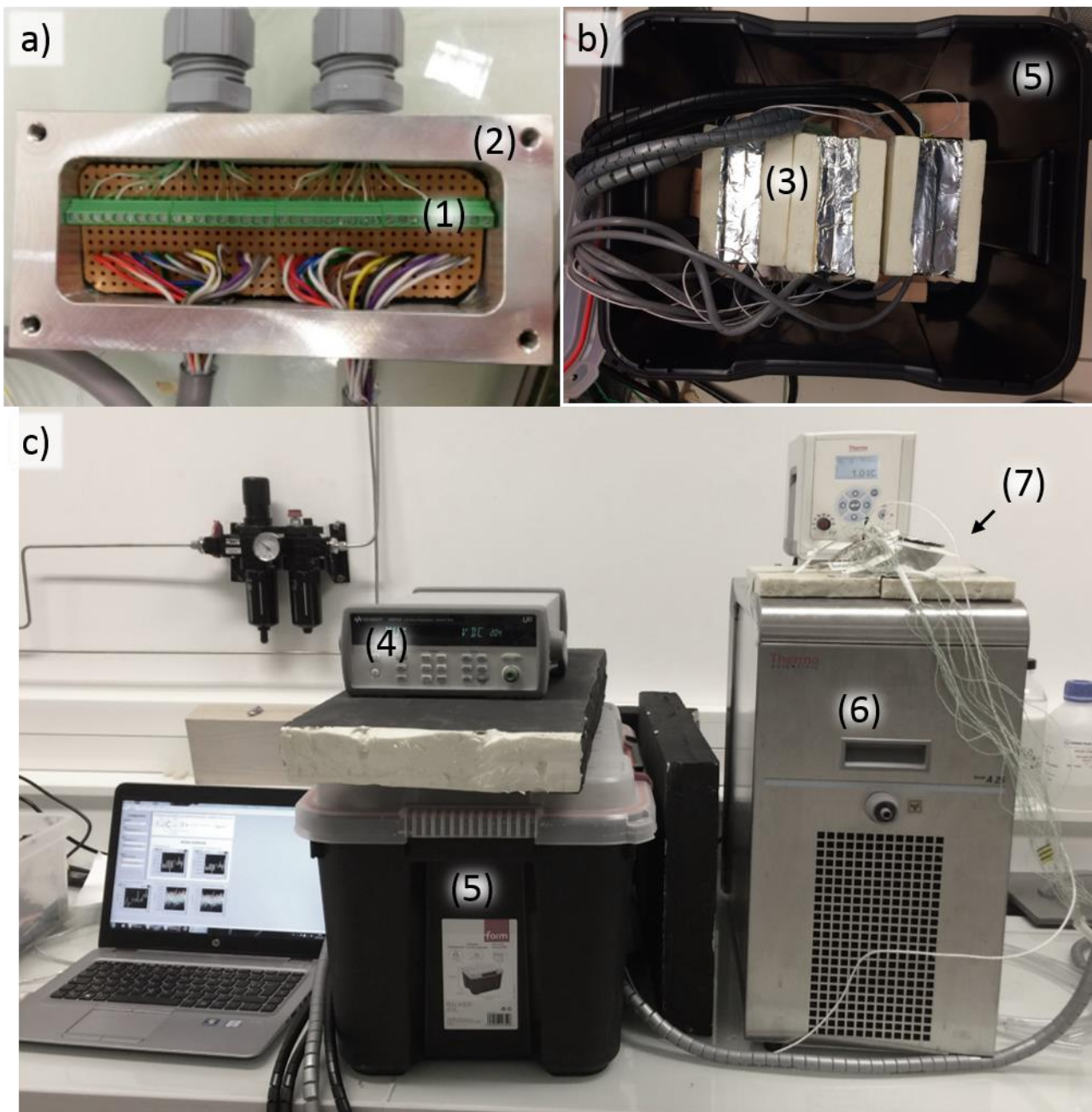


Figure 109. Système de compensation et de calibration.

a) Bornier de connexion, photographie fournie par F. Kubosi et A. Hervouet, b) Boitier en polystyrène, c) Vue d'ensemble du système au cours de la calibration. Le bornier de connexion (1) qui correspond aux soudures froides des thermocouples est placé dans un boitier en aluminium (2). La température du boitier en aluminium est mesurée à l'aide d'une sonde PT100, disposée sous la carte électronique. Ce boitier est placé dans une boîte en polystyrène (3). Il y a un boitier en polystyrène pour chaque carte de la centrale d'acquisition (4). Les trois boitiers sont disposés dans un bac rempli de vermiculite (5) pour réduire l'influence des variations de la température extérieure. La calibration est effectuée à l'aide d'un bain thermostaté (6) dont la température suit des paliers et d'une sonde PT100 (7) utilisée comme référence pour la température.

Table 16 : Cablage des cartes multiplexeur pour la centrale d'acquisition.

La position du capteur correspond au nom du profil (x,y,z) en cm et le plan. Légende : PV 6 Profil vertical, PR – Profil horizontal, THC – thermocouples, Corb. – Corbeille, VA – Veine d'air, Ref. – Refroidisseur ou échangeur basal, G - Graviers, S – Sable, G/S – Interface Gravier / sable.

Carte	Voie	N°	Paramètre	Application	Géométrie X, Y, Z (cm) & Commentaires
1	1	101	PT100	Boitier isotherme	
1	2	102	THC	Sable	PV1 (0.0, 0.0, -45.0) – Plan X
1	3	103	THC	Sable	PV1 (0.0, 0.0, -40.0) – Plan X
1	4	104	THC	Sable	PV1 (0.0, 0.0, -35.0) – Plan X
1	5	105	THC	Sable	PV1 (0.0, 0.0, -30.0) – Plan X
1	6	106	THC	Sable	PV1 (0.0, 0.0, -22.5) – Plan X
1	7	107	THC	Sable	PV1 (0.0, 0.0, -15.0) – Plan X
1	8	108	THC	Sable	PV1 (0.0, 0.0, -10.0) – Plan X
1	9	109	THC	Sable	PV1 (0.0, 0.0, -5.0) – Plan X
1	10	110	THC	Sable	PV1 (0.0, 0.0, 0.0) – Plan X
1	11	111	PT100	Boitier isotherme	
1	12	112	THC	Sable	PV2 (10.0, 0.0, -45.0) – Plan X
1	13	113	THC	Sable	PV2 (10.0, 0.0, -40.0) – Plan X
1	14	114	THC	Sable	PV2 (10.0, 0.0, -35.0) – Plan X
1	15	115	THC	Sable	PV2 (10.0, 0.0, -30.0) – Plan X
1	16	116	THC	Sable	PV2 (10.0, 0.0, -22.5) – Plan X
1	17	117	THC	Sable	PV2 (10.0, 0.0, -15.0) – Plan X
1	18	118	THC	Sable	PV2 (10.0, 0.0, -10.0) – Plan X
1	19	119	THC	Sable	PV2 (10.0, 0.0, -5.0) – Plan X
1	20	120	THC	Sable	PV2 (10.0, 0.0, 0.0) – Plan X
1	21	121	-	Sorties 4-20 mA	-
1	22	122	-	Sorties 4-20 mA	-
2	1	201	PT100	Boitier isotherme	
2	2	202	THC	Sable	PV3 (15.0, 0.0, -45.0) – Plan X
2	3	203	THC	Sable	PV3 (15.0, 0.0, -40.0) – Plan X
2	4	204	THC	Sable	PV3 (15.0, 0.0, -35.0) – Plan X
2	5	205	THC	Sable	PV3 (15.0, 0.0, -30.0) – Plan X
2	6	206	THC	Sable	PV3 (15.0, 0.0, -22.5.0) – Plan X
2	7	207	THC	Sable	PV3 (15.0, 0.0, -15.0) – Plan X
2	8	208	THC	Sable	PV3 (15.0, 0.0, -10.0) – Plan X
2	9	209	THC	Sable	PV3 (15.0, 0.0, -5.0) – Plan X
2	10	210	THC	Sable	PV3 (15.0, 0.0, 0.0) – Plan X
2	11	211	PT100	Boitier isotherme	
2	12	212	THC	Sable	PR1 (-35.0 , 0.0, -22.5) – Plan X

Carte	Voie	N°	Paramètre	Application	Géométrie X, Y, Z (cm) & Commentaires
2	13	213	THC	Sable	PR1 (-25.0, 0.0, -22.5) – Plan X
2	14	214	THC	Sable	PR1 (-15.0, 0.0, -22.5) – Plan X
2	15	215	THC	Sable	PR1 (-10.0, 0.0, -22.5) – Plan X
2	16	216	THC	Sable	PR2 (0.0, -35.0, -22.5) – Plan Y
2	17	217	THC	Sable	PR1 (+35, 0.0, -22.5) – Plan X
2	18	218	THC	Sable	PR1 (+25, 0.0, -22.5) – Plan X
2	19	219	THC	Sable	PR2 (0.0, -25.0, -22.5) – Plan Y
2	20	220	THC	Sable	PR2 (0.0, -22.5, -15.0) – Plan Y
2	21	221	-	Sorties 4-20 mA	-
3	22	222	-	Sorties 4-20 mA	-
3	1	301	PT100	Boitier isotherme	
3	2	302	THC	Sable	PR2 (0.0, -10, -22.5) – Plan Y
3	3	303	THC	Corb. Inox	Température au contact de l'inox au niveau de la première spire en haut de la corbeille
3	4	304	THC	VA Out (1)	Température de l'air sortant de la cuve
3	5	305	THC	Ref. In (2)	Température du glycol entrant dans l'échangeur basal
3	6	306	THC	Corb. Out (3)	Température du glycol sortant dans la corbeille
3	7	307	THC	Corb. In (3)	Température du glycol entrant dans la corbeille
3	8	308	THC	Ref. Out (2)	Température du glycol sortant de la garde thermique
3	9	309	THC	Pièce	Température de l'air à une vingtaine de cm au-dessus du toit de la cuve
3	10	310	THC	VA. In (1)	Température de l'air entrant de la cuve
3	11	311	PT100	Boitier isotherme	
3	12	312	THC	Sable G/S	(0.0, 0.0, -1.05), température du milieu modèle à l'interface Sable / Gravier
3	13	313	THC	Sable	PR3 (25.0, 0.0, 0.0) – Plan X – Surface
3	14	314	THC	Sable 30cm	(0.0, 0.0, -0.9), température du sable à +30 cm de l'interface G/S
3	15	315	THC	Sable	PR3 (0.0, 36.0, 0.0) – Plan Y – Surface.
3	16	316	THC	Sable	PR3 (35.0, 0.0, 0.0) – Plan X – Surface
3	17	317	THC	Sable	PR3 (45.0, 0.0, 0.0) – Plan X – Surface
3	18	318	THC	Sable	PR3 (0.0, 41.0, 0.0) – Plan Y – Surface
3	19	319	THC	Sable	PR3 (0.0, 16.0, 0.0) – Plan Y – Surface
3	20	320		Isolation	Température entre cuve et 1 ^{ère} couche d'isolant
3	21	321	Q	Echangeur débit	LSF39 - Sortie 4-20mA
3	22	322	Q	Précipitations débit	FCH-M - Sortie 4-20mA

6.2.5.2. Mesure des débits

La centrale d'acquisition enregistre aussi le débit de la corbeille géothermique et le débit du système de précipitation. Deux débitmètres à ailettes sont utilisés : un débitmètre FCH-M, BIOTECH e.K. pour la corbeille géothermique et un débitmètre Super Micro LSF38, Sparling pour les précipitations. Chaque débitmètre est relié à un compteur modèle PAX, Red Lion permettant la conversion des pulsations du débitmètre en une intensité lue par la centrale d'acquisition. La calibration des débitmètres a été réalisée par une méthode volumétrique. Pour des compléments sur l'acquisition de débit se référer à la Table 46 (Annexe N).

6.2.5.3. Acquisition des données de saturation

Le banc expérimental a été conçu pour permettre d'étudier les transferts thermo-hydriques au sein d'un milieu modèle soumis à des perturbations thermiques. Quatre capteurs de saturation ont été introduits dans la cuve pour étudier l'évolution de l'humidité locale du milieu partiellement saturé et permettre de mettre en évidence en particulier des phénomènes de cryo-succion lors du changement de phase. Les capteurs utilisés sont des capteurs capacitifs de type SM100, WaterScout reliés à une datalogger WatchDog 1400 (Figure 110). La fréquence d'acquisition est d'une mesure toutes les 15 minutes. La première configuration géométrique des capteurs n'ayant pas montré de variations latérales de saturation, nous avons ensuite privilégié une répartition verticale.

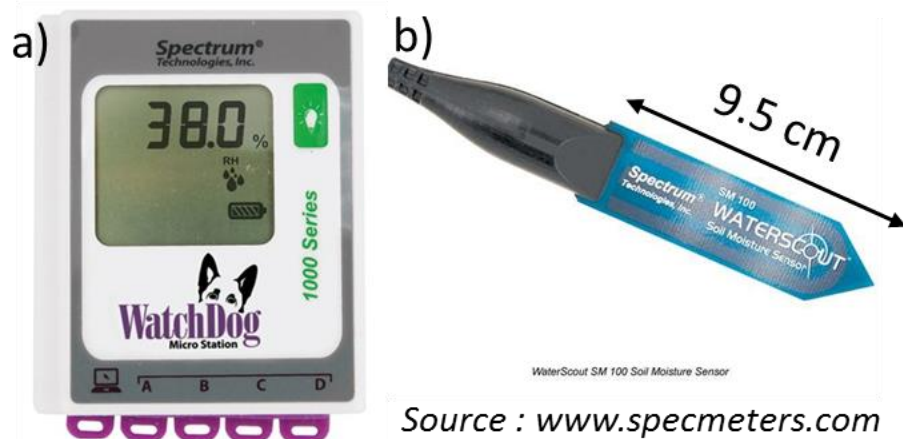


Figure 110. Acquisition et capteur pour les données de saturations.
a) Datalogger WatchDog 1400, b) Capteur de saturation SM100.

Table 17. Localisation des capteurs de saturation.

Id capteur	Avant modification Configurations de cuve I à II		Après modification Configuration de cuve III à VII	
	Distance depuis l'axe corbeille, θ (cm)	Profondeur, Z (cm)	Distance depuis l'axe corbeille, θ (cm)	Profondeur, Z (cm)
A	35	-5/-10	20	-10
B	35	-45	20	-35
C	35	-22.5	20	-22.5
D	40	-40	30	-22.5

6.2.5.4. Suivi du poids de la cuve

Dans le type d'expérience effectué, le poids de la cuve doit être stable. Ainsi, le suivi du poids est un indicateur du bon déroulement de nos expériences, puisqu'il permet de vérifier la concordance entre plusieurs données, en particulier l'équilibrage des volumes d'eau entrants et sortants de la cuve et le bon fonctionnement des systèmes de simulation des précipitations et du niveau piézométrique. Cela permet aussi de comparer les volumes de sable et d'eau présents après des phases de maintenance (vidange et remplissage de la cuve) ou lors de variations du niveau piézométrique. Enfin ces mesures de poids rendent possible l'estimation de la porosité du milieu modèle (partie 6.2.3).

La mesure du poids de la cuve s'effectue à l'aide de trois jauges de contraintes (TS20KN, AEP) disposées sous le châssis secondaire (Figure 95,). Ces jauges de contrainte sont reliées aux boîtiers d'alimentation TA4/2, de jonction (SG4, AEP) puis au boîtier d'enregistrement (National Instrument, ref. NI USB-6008). La mesure est rapatriée sous le programme principal LabVIEW. La charge maximale mesurable est de 3 tonnes, avec une précision estimée à +/- 500 g. La précision de la mesure dépend du nombre de bit du boîtier d'enregistrement (soit 12 bit dans notre cas). Une vérification du facteur de calibration a été effectuée en novembre 2017. Ce facteur est conforme aux spécifications techniques (facteur égal à 300 SI, Annexe N).

6.2.5.4. Mesure de l'évaporation induite par la circulation d'air

La température de surface du sable est maintenue au niveau désiré par une circulation d'air en boucle fermée. La régulation de la température de l'air via un échangeur air/eau connecté à un bain thermostaté conduit à injecter de l'air très légèrement sous-saturé dans la cuve. Compte tenu du débit d'air et des durées des essais longs, une part non négligeable de l'eau présente dans la cuve s'évapore. La quantité d'eau évaporée et transférée au niveau de la veine d'air est mesurée par pesée (balance portable, PSS6001, Fisherbrand, capacité 6 kg, résolution 0.1g). Un programme LabVIEW indépendant permet d'enregistrer le poids du bécher toutes les minutes. Ce système supplémentaire a été mis en place uniquement pour les essais avec simulation des précipitations afin de vérifier que cet export d'eau reste négligeable.

6.2.6. Dispositif géophysique

➤ Dispositif de mesures

Le système géophysique se compose de 62 électrodes connectées à l'aide d'une platine au système LUND (ES1064 + Terreuter SAS 4000 d'ABEM). Le résistivimètre est alimenté à l'aide d'une batterie 12V, rechargée en continu. Les 62 électrodes correspondent à des vis inox de taille A4 montées sur des cadres plastiques. Ces électrodes sont réparties autour de la corbeille selon quatre profils verticaux et quatre profils horizontaux disposés au-dessus et en dessous de la corbeille (Figure 111). Les profils horizontaux forment deux croix, une en surface et une en profondeur. Cette configuration géométrique en trois dimensions a été choisie :

- car le problème thermique est axisymétrique. Il n'est donc pas possible d'effectuer une acquisition 2D basée sur l'hypothèse d'un milieu semi-homogène (i.e. 2.5D).
- pour augmenter la résolution spatiale du monitoring géophysique par rapport à une acquisition 2D.
- Pour avoir une profondeur d'investigation suffisante. Dans notre cas la cuve n'est pas suffisamment large pour qu'une acquisition 2D permette d'avoir une profondeur d'investigation suffisamment importante pour atteindre la base de la corbeille.

Enfin, l'acquisition 2D n'aurait eu un intérêt que si nous avions pu utiliser les logiciels classiques d'inversion (e.g. Res2Dinv) mais les conditions isolantes de la cuve ne nous le permettent pas.

Dans le détail, les électrodes sont fixées sur un support en plastique dans lequel a été injecté du silicone afin d'isoler la connexion fil-électrode du milieu. Chaque croix du dispositif se compose de 17 électrodes espacées de 0.1 m. A chaque extrémité des croix et reliant ainsi les deux croix entre elles, une série de neuf électrodes espacées de 0.05 m sont disposées verticalement. Afin d'éviter des phénomènes de couplages électromagnétiques, les câbles des différents profils ont été séparé.

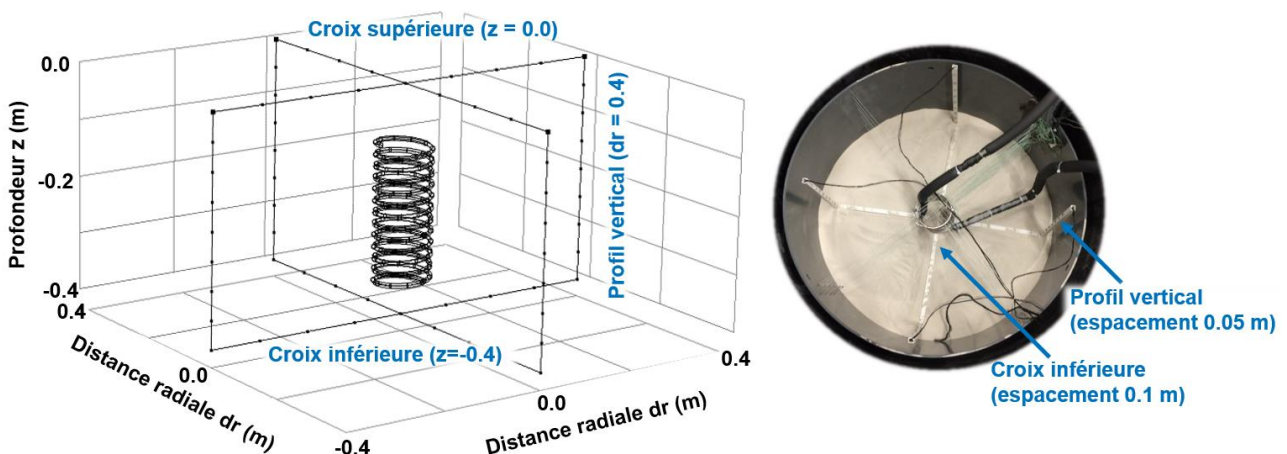


Figure 111. Disposition des électrodes au sein de la cuve.

A gauche, le système géophysique et la corbeille géothermique modélisée et à droite la vue de dessus de ces mêmes systèmes.

➤ *Protocole de mesures*

Comme le dispositif de mesure est en trois dimensions, l'élaboration des protocoles de mesures a été effectuée en plusieurs étapes et les différentes versions testées sur des cas synthétiques puis sur un cas réel.

L'élaboration des protocoles est un travail d'optimisation afin de rechercher le meilleur compromis entre les contraintes liées à l'expérience, celles liées à la mesure et à l'instrumentation. Les principales contraintes sont les suivantes :

- avoir une durée d'acquisition faible. En effet, à cause de la réduction d'échelle, la dynamique des essais nécessite de développer un protocole d'acquisition court pour éviter une évolution du milieu au cours d'une acquisition.
- avoir un nombre important de mesures car le processus d'inversion est un problème sous déterminé qui nécessite le maximum d'observables pour réduire la non-unicité des solutions.
- avoir une bonne résolution spatiale, notamment au centre de la cuve. La résolution spatiale est liée au dispositif de mesure, au nombre de mesures et au quadripôle de mesure. Il faut définir les mesures (les quadripôles) qui permettent de sonder homogènement le volume de cuve tout en apportant une information utile pour l'inversion.
- utiliser tous les canaux de mesures. Le choix des quadripôles a aussi été effectué dans le but d'utiliser les quatre canaux de mesure du résistivimètre (Terrameter SAS4000). Ainsi, pour une injection, nous pouvons mesurer quatre valeurs de conductivité apparente. L'utilisation des quatre canaux conditionne ainsi le ratio temps de mesure et nombre de mesures.
- éviter un biais sur les mesures liés à la polarisation d'électrode. Les protocoles ont été classés, c'est-à-dire que les électrodes qui ont été utilisées pour l'injection ne peuvent être utilisées comme électrodes de mesures qu'après un certain délai puisqu'elles ont été polarisées (Figure 112).

Nous avons développé plusieurs protocoles en fonction de la durée d'acquisition et du type de quadripôles utilisés. Finalement, deux protocoles (un court et un long) ont été retenus permettant de répondre au mieux aux différentes contraintes. Le protocole court est utilisé pour les essais avec des cycles ou durant les phases transitoires afin de suivre les processus thermiques mêmes si les résultats sont moins bien résolus alors que le protocole long est utilisé pour les essais en échelon ou durant les régimes quasi-statiques afin d'obtenir une tomographie mieux résolue. Les protocoles sont effectués en 30 à 40 min pour le protocole court et en 1h30 à 2 h pour le protocole long. Au total, le protocole court réalise 88 injections pour 352 mesures et le protocole long 391 injections pour 1406 mesures. Afin de vérifier, que l'état thermique de la cuve entre le début et la fin de l'acquisition est stable, quatre mesures sont répétées.

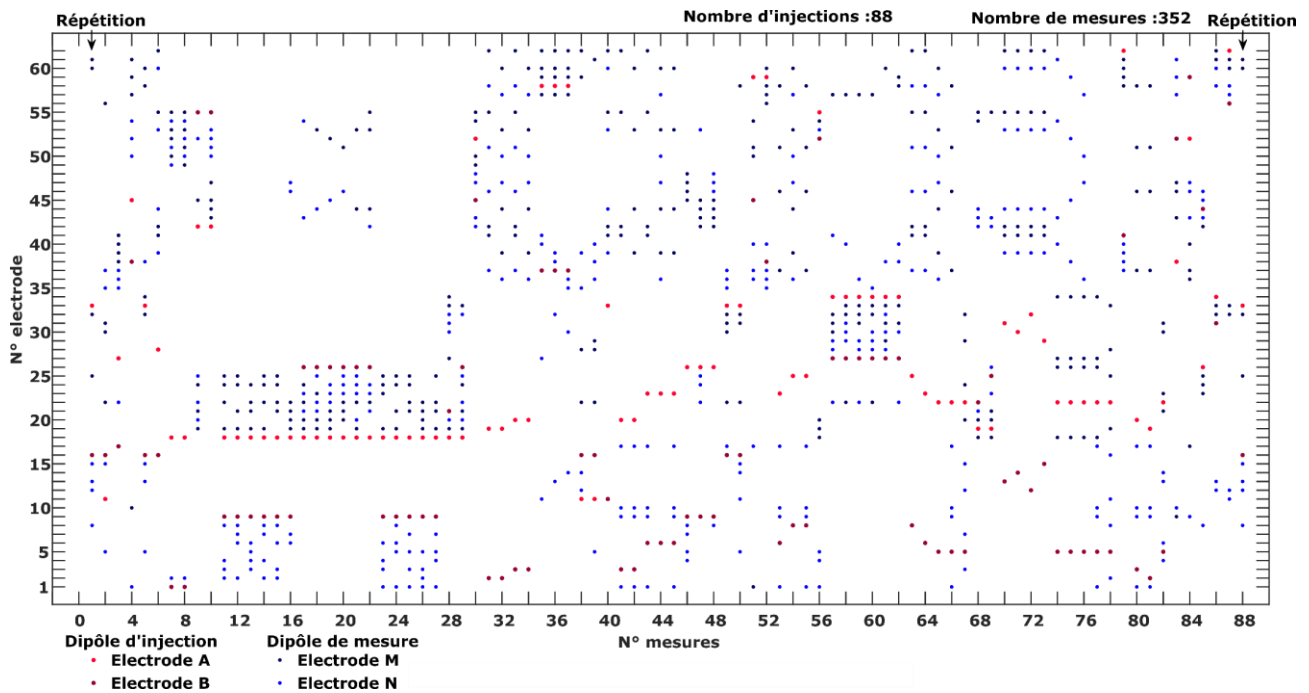


Figure 112. Classement des quadripôles de mesures afin d'éviter la polarisation d'électrode.

Cette figure est une représentation graphique de la succession des mesures pour le protocole court. Le Terrameter SAS4000 possède 4 canaux de mesure i.e. pour un dipôle d'injection A-B (noté en rouge), il peut y avoir quatre dipôles de mesures M-N (notés en bleu). Le but de cette figure est de vérifier qu'aucun dipôle de mesure n'utilise une électrode ayant servi pour injecter le courant quelques mesures avant.

Les protocoles contiennent des quadripôles de types Wenner, Schlumberger effectués sur chaque profil du dispositif mais aussi des quadripôles entre les différents profils. Les quadripôles entre les différents profils ont été élaborés en s'inspirant d'études de tomographie résistivité électrique en forage (Bing and Greenhalgh, 2000; Binley and Kemna, 2005; Lekmine et al., 2017) et en visualisant les lignes de courant qui sont défléchies par les conditions isolantes de la cuve afin d'éviter les mesures sur des équipotentielles (Figure 113b), à l'aide d'une simulation effectuée sous Comsol. Le but de ces quadripôles est de sonder le plus homogènement le milieu et d'augmenter la résolution au centre de la cuve. Par exemple, des mesures ont été effectuées en utilisant une électrode d'injection en haut et une bas du dispositif (dipôle d'injection noté I_V dans la figure Figure 113a), ou encore des dipôles d'injection en diagonale (noté I_D) ou dans le plan médian (I_M). Comme le dispositif est symétrique, les différents type d'injection tournent entre les différents profils. Une anomalie résistive modélisant un noyau de glace défléchit les lignes de champs du potentiel électrique influence le voltage mesuré (Figure 113 c,d).

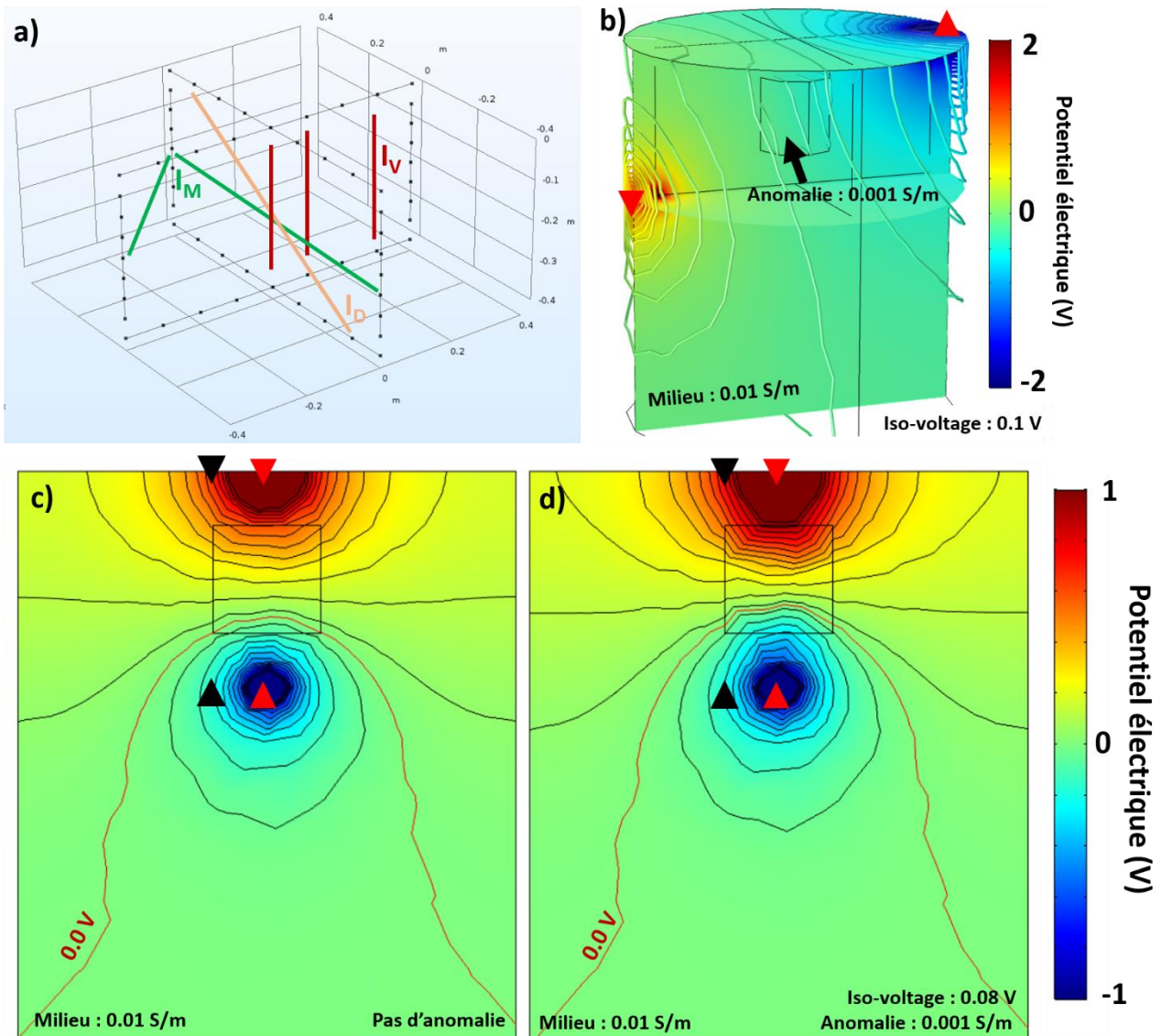


Figure 113. Protocole de mesures et simulation du champ du potentiel électrique sous Comsol.

a) Exemple de dipôles d'injection. Pour chaque dipôle d'injection, les voltages entre plusieurs dipôles de mesures sont acquis en simultanément. Pour des raisons de clarté de la figure, les dipôles d'injection ne sont pas montrés. b) Distribution du potentiel électrique lors d'un dipôle d'injection diagonal (noté I_D). La distribution du champ de potentiel a été obtenue en injectant un courant de 5 mA entre les électrodes d'injection (triangles rouges) et en considérant un milieu de conductivité $0.01 \text{ S}\cdot\text{m}^{-1}$. Au centre de la cuve, une anomalie résistive ($0.001 \text{ S}\cdot\text{m}^{-1}$) est présente en guise de noyau de glace. Les iso-voltages sont présentés sous la forme de lignes avec un pas de 0.1 V . La paroi isolante de la cuve défléchit les équipotentielles. c), d) Distribution d'un champ de potentiel électrique en l'absence (c) et en présence d'une anomalie résistive au centre de la cuve (d). Un courant de 5 mA a été injecté au centre de la cuve (électrodes d'injection : triangles rouges). La présence d'une anomalie résistive ($0.001 \text{ S}\cdot\text{m}^{-1}$) au sein d'un milieu plus conducteur ($0.01 \text{ S}\cdot\text{m}^{-1}$) défléchit les équipotentielles. Les équipotentielles (lignes noires) sont indiquées avec un pas de 0.08 V . L'équipotentielle correspondant à 0.0 V est tracée en rouge. Les deux triangles noirs correspondent à un dipôle de mesure présent dans les protocoles. Sans anomalie, le voltage simulé est de 0.99 V (soit 198Ω) en l'absence de l'anomalie et de 0.87 V (soit 174Ω) avec l'anomalie.

➤ Cas synthétiques

Une fois que les mesures sont classées, nous avons testé les protocoles à l'aide de cas synthétiques. Le problème direct est modélisé sous Comsol en prenant en compte les conditions isolantes de la cuve. A partir de ce modèle, une distribution de conductivité présentant une anomalie de conductivité est obtenue et les protocoles d'acquisition des mesures sont simulés. Ces mesures

synthétiques sont ensuite inversées. Le processus d'inversion est similaire à celui décrit en partie 7.2. Plusieurs cas synthétiques ont été effectués notamment en plaçant une anomalie au centre de la cuve (Figure 114).

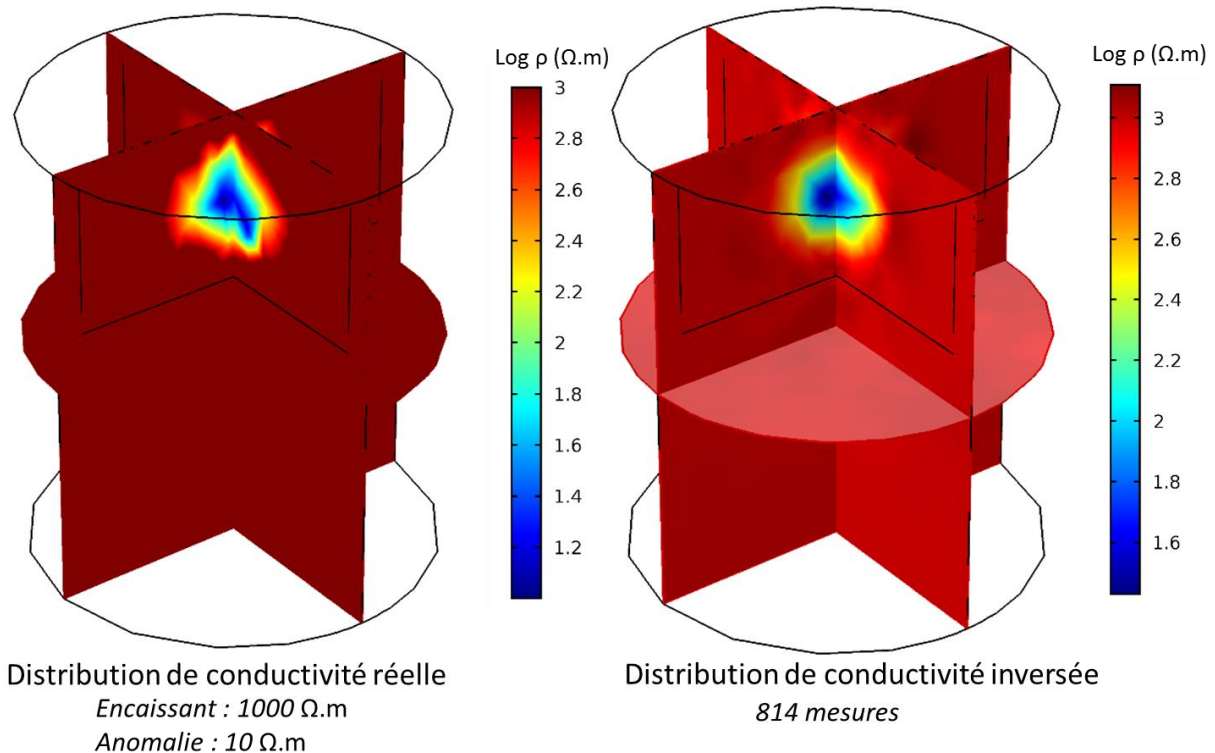


Figure 114. Inversion d'un cas synthétique avec une anomalie au centre de la cuve.

La figure de gauche représente la distribution de la conductivité réelle alors que la figure de droite correspond à la distribution de conductivité inversée.

➤ Validation du monitoring

Comme attendu, le suivi géophysique n'a pas pu être réalisé pour les expériences avec un milieu sec, les résistances de contact étant trop importantes.

Nous avons commencé par une série d'essais avec un monitoring géophysique en milieu saturé alors que la corbeille n'était pas isolée électriquement. Nous pensons que l'anomalie liée à la présence de la corbeille serait stable dans le temps et que l'inversion 4D permettrait de s'en affranchir en regardant les variations temporelles de conductivité. En réalité, le processus d'inversion utilisé ne permet pas de résoudre la distribution de conductivité en présence de la corbeille et pour les essais suivants, la corbeille a été isolée à l'aide d'une gaine thermo-rétractable.

Nous avons validé le suivi géophysique à l'aide d'un essai où la température initiale du milieu poreux est homogène et avoisine 3°C. Après la stabilisation de la température du milieu, la corbeille est mise en marche pendant ≈116 heures afin de générer un noyau de glace le plus étendu possible. La température du fluide entrant dans la corbeille est de $-7.9 \pm 0.1^\circ\text{C}$ et le débit est de $10 \pm 0.2 \text{ l}\cdot\text{h}^{-1}$. Un monitoring géophysique a été effectué en cours d'expérience. L'acquisition géophysique juste

avant l'arrêt de la corbeille a été inversée. Le résultat issu de l'inversion montre un corps résistant au centre et à la surface de la cuve (Figure 115). A noter que les électrodes situées en surface et au centre de la cuve ont des résistances de contact trop fortes en fin d'essai pour être mesurables, indiquant ainsi la présence d'un noyau de glace en surface (confirmée par une inspection visuelle).

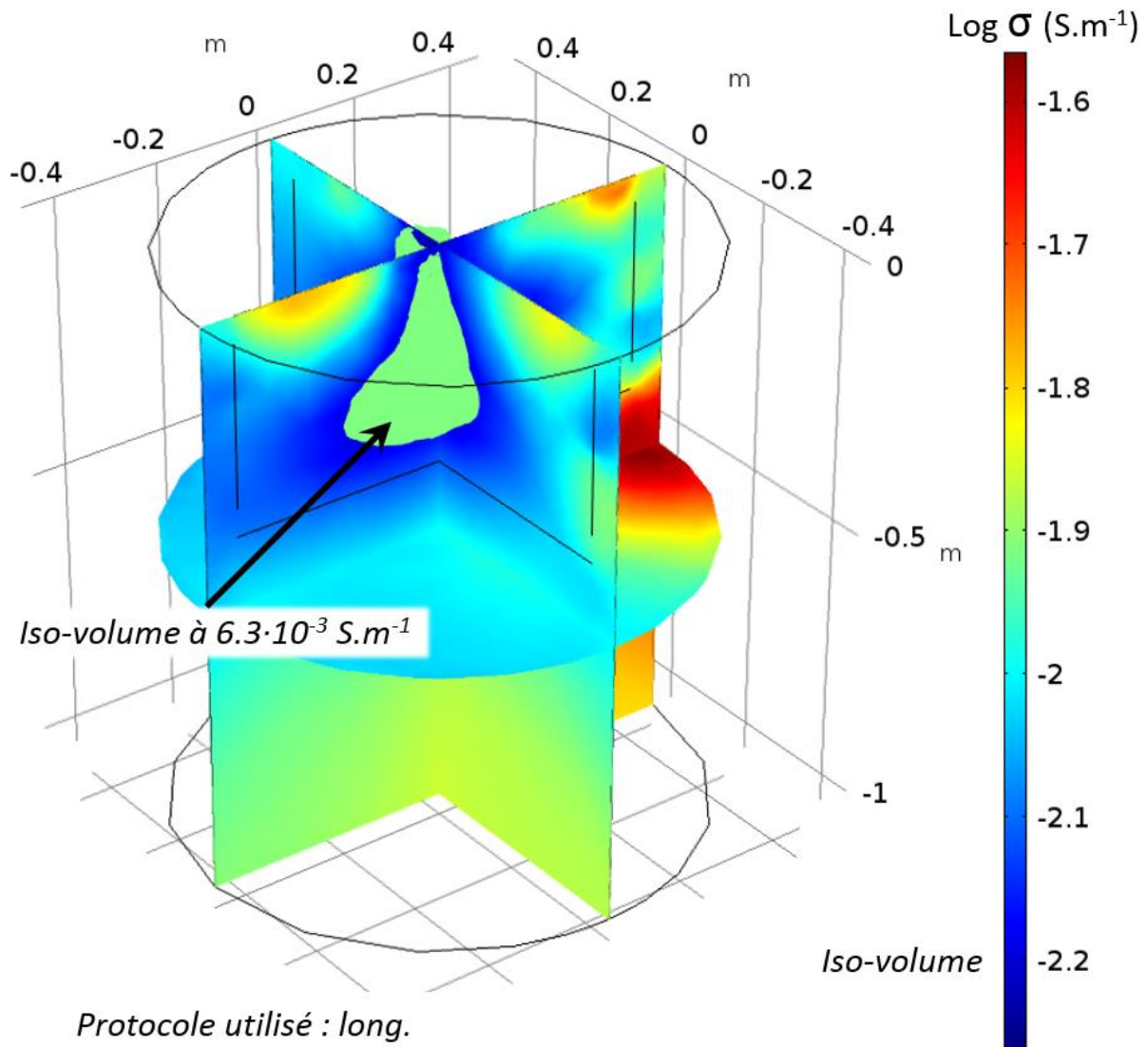


Figure 115. Distribution de la conductivité inversée pour l'essai de validation du monitoring géophysique.

Pour conclure, l'élaboration et le test des protocoles ont été complexes à cause de la géométrie 3D du système, des conditions isolantes de la cuve, de la nature de l'anomalie (une anomalie résistante dans un encaissant conducteur) et de la rapidité des processus thermiques. Mais, le test de validation après la mise en place d'une gaine isolante sur la corbeille a montré des premiers résultats prometteurs. Pour tous les essais en milieu saturé réalisés, un monitoring géophysique a été effectué. Cependant seul le monitoring de l'essai E a été analysé dans cette thèse (Chapitre 7).

6.2.7. Réception du banc d'essai et essais effectués

Les premiers essais effectués correspondent à des essais de validation du fonctionnement de l'expérience analogique (Table 18). Tout d'abord, nous avons testé si la calibration des thermocouples était correcte et si les boîtiers de compensation permettaient bien de minimiser et compenser les variations de température de la soudure froide (partie 6.2.5.1). Ensuite, nous avons mené une série d'essais pour ajuster les paramètres de régulations des différents systèmes. La première version de la soufflerie ne permettait pas d'injecter de l'air en dessous de 0°C. Le système a donc été modifié afin de réduire les déperditions thermiques et de charge du fluide glycolé. En parallèle, lorsque le système de chauffage de la pièce se mettait en marche, il influençait la température du milieu poreux, indiquant que notre première couche d'isolation n'était pas suffisante. Nous avons donc mis en place la garde thermique pour réduire son influence.

A partir de janvier 2018, les tests de validation ont été terminés. Ainsi, deux essais en milieu sec ont été réalisés (essais A et B) et leur bilan thermique a été calculé (partie 6.3.2). Ensuite, le milieu poreux a été saturé et une première série d'essais a été effectuée avec monitoring géophysique (essais G2 à G3). Cependant, l'inversion de données géophysique ne convergait pas à cause du manque d'isolation de la corbeille. Après l'isolation de cette dernière, deux expériences tests ont donc été menées afin de vérifier les résultats du monitoring géophysique (essais G4 et G5) puis différents essais thermiques (essais C à F) ont été effectués. Bien que les données thermiques des essais G2 et G3 soient exploitables nous avons préféré calculer les bilans thermiques des essais pour lesquels des observables géophysiques sont aussi exploitables. Le bilan thermique de trois essais en milieu saturé (essais C à E) a donc été estimée (partie 6.3.4) et les données géophysiques de l'essai E a été traité (Chapitre 7).

Table 18. Liste des essais réalisés avec l'expérience analogique.

L'ensemble des tests a été effectué en injectant le fluide glycolé par le bas de la corbeille sauf pour l'essai #G5. Pour les essais G2 et G3, bien que les données géophysiques ne soient pas exploitables à cause du manque d'isolation de la corbeille, les données thermiques sont correctes. L'essai #G6 a été effectué afin de vérifier si l'apparition d'un noyau de glace dans la cuve est décelable en surface à l'aide de données de polarisation spontanée. L'acquisition de ces données a été réalisée à l'aide d'électrodes impolarisables de type Petiau avec arrêt des systèmes de monitoring lors de l'acquisition des données afin d'éviter les perturbations d'ordre électrique dans la cuve. Labels : Identifiant de l'essai (V – validation ; I – Initialisation, G - Géophysique, M – Maintenance), Etat – état de saturation milieu poreux (Sat. – totalement saturé). Type – Type d'essai (Stat. – statique, Dyn. – Dynamique), Corb. – fonctionnement de la corbeille et température du fluide entrant (°C), VA – Température du fonctionnement de la veine d'air (°C), durée de l'essai en heure, Géophy. – Monitoring géophysique effectué (PS – Polarisation Spontanée),

Id	Date	Etat	Type	Corb. (°c)	VA (°C)	Durée (h)	Géoph.	Commentaires	
#V1	17/11/14	Sec	Stat.	off	10	150	-	Test du système d'acquisition des températures et isolation de la cuve	
#V2	17/11/24	Sec	Stat.	off	20	27	-	Test de régulation statique de la soufflerie	
#V3	17/12/01	Sec	Stat.	1	10	104	-	Test de régulation statique de la corbeille	
#V4	17/12/07	Sec	Stat.	13	20	2	-	Test de régulation de la corbeille	
#V5	17/12/11	Sec	Dyn.	off	0/20	64	-	Test de régulation dynamique de la soufflerie avant et après modification.	
#V6	17/12/20	Sec	Dyn.	off	0/20	74	-		
#V7	12/12/29	Sec	Stat.	off	10	142	-	Test isolation cuve et homogénéisation de l'air	
#V8	18/01/05	Sec	Dyn.	off	0/20	96h	-	Test en cycle	
#V9	18/01/31	Sec	Dyn.	off	10	209	-	Test isolation	
#A	18/02/09	Sec	Stat.	-5	10	170	-		
#I1	18/03/05	Sec	Dyn.	Off	0/20	130	-	Essai : cycle et initiation des conditions initiales pour l'essai suivant	
#B	18/04/09	Sec	Dyn.	-5	0/20	324	-		
#M1	18/05/18	Maintenance							Mise en saturation cuve – calcul porosité
#G1	18/07/27	Sat.	Stat.	-	-	-	X	Test monitoring géophysique	
#G2	18/07/30	Sat.	Stat.	-5	10	118	X	Monitoring géophysique non exploitable Données thermiques exploitables	
#G3	18/09/07	Sat.	Stat.	-10	10	228	X		
#M2	18/09/19	Maintenance							Isolation électrique corbeille
#G4	18/09/30	Sat.	Stat.	-10/5	2	178	X	Test géophysique : développement d'un noyau de glace. Température initiale du milieu ≈ 3°C	
#G5	18/10/10	Sat.	Stat.	-10/5	2	282	X		
#I2	18/10/22	Sat.	Dyn.	off	0/20	151	-	Essai : Cycle soufflerie : initiation des conditions initiales	
#D	18/11/12	Sat.	Stat.	10	-5	193	X		
#C	18/11/20	Sat.	Stat.	0.8	10	78	X		
#F	19/01/12	Sat.	Stat.	P60	10	96	X		
#E	19/01/19	Sat.	Dyn.	P60	0/20	738	X		
#G6	19/02/24	Sat.	Stat.	P60	10	150	PS manuel	Test : acquisition de données de Polarisation Spontanée.	

6.3. Bilans thermiques

L'expérience analogique a été développée dans le but d'étudier les potentiels offerts par les méthodes géo-électriques pour le suivi des températures et le développement du noyau de glace. Elle a aussi pour but de pouvoir développer une base de données expérimentales permettant de valider des modèles décrivant les transferts thermo-hydriques dans les sols en conditions contrôlées. Une première exploitation des résultats obtenus dans le cadre de cette thèse a été effectuée via la réalisation du calcul de bilans thermiques.

L'élaboration des bilans thermiques permet d'estimer les différents modes de transferts thermiques mis en œuvre dans le sol. Ils permettent également de suivre l'évolution des différentes contributions énergétiques alimentant la corbeille en fonction des conditions expérimentales (e.g. la saturation du milieu, le type d'essai) et l'état de prélèvement (e.g. en régime transitoire ou quasi-statique). Ainsi, mieux comprendre la dynamique de prélèvement est nécessaire pour adapter la gestion de la ressource géothermique notamment en terme de stratégie de prélèvement et de dimensionnement afin d'assurer un rendement optimum et une ressource pérenne sur plusieurs années. Le gel du sol induit par les corbeilles constitue un point particulièrement sensible : libérant de la chaleur latente, il est une source non négligeable de chaleur pour le système géothermique. En améliorant la conductivité thermique du sol, la glace favorise également l'apport de chaleur par conduction. A l'inverse, elle peut affecter le transfert de chaleur advectif lié aux écoulements d'eau dans le sol. Par ailleurs, par des effets de dilatations induits, la prise en glace du sol peut affecter la structure de ce dernier, favoriser le drainage et limiter à terme la quantité d'eau dans le sol. Pour finir, la prise en glace de milieux partiellement saturés peut s'accompagner de phénomènes de transferts de masse locaux (évaporation / condensation) conduisant au développement de couches limites asséchées entre le noyau de glace et le sol périphérique nuisibles aux transferts. Ainsi, à l'heure actuelle, il est difficile de savoir si le changement de phase peut être vu comme un processus globalement favorable ou défavorable du point de vue de la gestion de la ressource. Les bilans thermiques contribueront à la compréhension de l'impact de ce changement de phase sur les performances du système.

Les bilans thermiques à l'échelle de l'expérience analogique prennent en compte la chaleur sensible, la chaleur latente, les flux de chaleur périphériques ainsi que le prélèvement de chaleur par la corbeille. Différents moyens permettent d'estimer ces termes i.e. soit en déterminant chaque composante séparément à l'aide des mesures locales de températures soit au travers du bilan. Nous avons commencé par calculer le bilan thermique pour les essais sans changement de phase afin

d'éliminer la composante liée à la chaleur latente et de calculer séparément chacune des composantes. Cette méthodologie a été validée sur un essai en milieu sec avec un échelon de température puis appliqué aux autres essais avec cycle thermique. Ensuite, nous avons appliqué ces méthodes en présence de changement de phase en vue de pouvoir déterminer l'évolution temporelle du noyau de glace et mieux appréhender l'impact de la prise en glace sur les performances du système géothermique.

6.3.1. Bilan thermique sans changement de phase

Le système considéré est une portion de sol cylindrique entourant la corbeille, dont nous cherchons à estimer les pertes et les gains en énergie. Le bilan thermique instationnaire sur ce système décrit l'évolution de l'énergie interne de ce dernier (chaleur sensible) en fonction des flux de chaleur traversant ses frontières. Ces flux correspondent aux transferts d'énergie entre le système et son environnement. Ainsi, le bilan thermique peut s'exprimer par l'équation suivante :

$$\dot{q}_{cs} = \dot{q}_{per} + \dot{q}_{corb} \quad 6.5$$

avec \dot{q}_{cs} le flux de chaleur sensible (W), \dot{q}_{per} le flux périphérique (W), \dot{q}_{corb} le flux de chaleur prélevée par la corbeille (W).

Par convention, le flux est compté positivement s'il est reçu par le système et négativement s'il est perdu par le système. Détaillons le calcul de ces différents termes.

Flux de chaleur sensible

$$\dot{q}_{cs} = \iiint \rho_{sol} c_{p_{sol}} \frac{\partial T}{\partial t} dv \quad 6.6$$

avec ρ_{sol} et $c_{p_{sol}}$ respectivement la masse volumique (kg.m^{-3}) et la chaleur spécifique massique ($\text{J.kg}^{-1}.\text{C}^{-1}$) du sol ; T la température du sol ($^{\circ}\text{C}$), t le temps (s) et v le volume de sol considéré (m^3).

Flux périphérique

$$\dot{q}_{per} = \iint \dot{q}'' ds = \iint \lambda_{sol} \overrightarrow{\text{grad}} T \cdot \vec{n} ds \quad 6.7$$

avec, \dot{q}'' la densité de flux (W.m^{-2}), s la surface (m), λ_{sol} , la conductivité thermique du sol ($\text{W.m}^{-1}.\text{C}^{-1}$), \vec{n} vecteur normal extérieur à ds .

Flux de prélèvement

$$\dot{q}_{corb} = \dot{m}_{glyc} C_{p_{glyc}} (T_e^{corb} - T_s^{corb}) \quad 6.8$$

avec \dot{m}_{glyc} et $C_{p_{glyc}}$ respectivement le débit massique ($\text{kg}\cdot\text{s}^{-1}$) et la chaleur spécifique ($\text{J}\cdot\text{kg}^{-1}\cdot\text{C}^{-1}$) de l'eau glycolée circulant dans la corbeille ; T_e^{corb} et T_s^{corb} respectivement la température du fluide caloporteur (eau glycolée) à l'entrée et à la sortie de la corbeille.

Les différents termes du bilan sont déterminés en s'aidant du caractère axisymétrique de notre expérience. Pour certains essais, des données de température sont manquantes à cause d'erreurs du système d'acquisition. Ainsi, afin d'avoir un jeu de données avec une fréquence d'échantillonnage constante (1/60 hz), les données de température manquantes ont été interpolées avec une fonction linéaire.

L'analyse énergétique a été réalisée sur trois volumes différents afin de mieux comprendre les phénomènes. Compte tenu du caractère axisymétrique de l'expérience nous avons choisi d'estimer la chaleur sensible et les flux périphériques à l'aide des distributions de température sur un demi-plan contenant l'axe de la corbeille (Figure 116 et Table 19). Le demi-plan choisi correspond au demi-plan ayant le plus de thermocouples. Chaque demi-plan est discrétisé en cellules, de dimensions 10 x 10 mm.

Table 19. Caractéristiques des zones de calcul.

Zone	Volume (m^3)	Caractéristiques des zones sur le demi-plan		
		Dimension (m)	Profondeur toit/base (m)	Nombre de mailles (-)
1	0.011	0.10 x 0.35	-0.05 / -0.40	350
2	0.032	0.15 x 0.45	0.00 / -0.45	675
3	0.173	0.35 x 0.45	0.00 / -0.45	1575

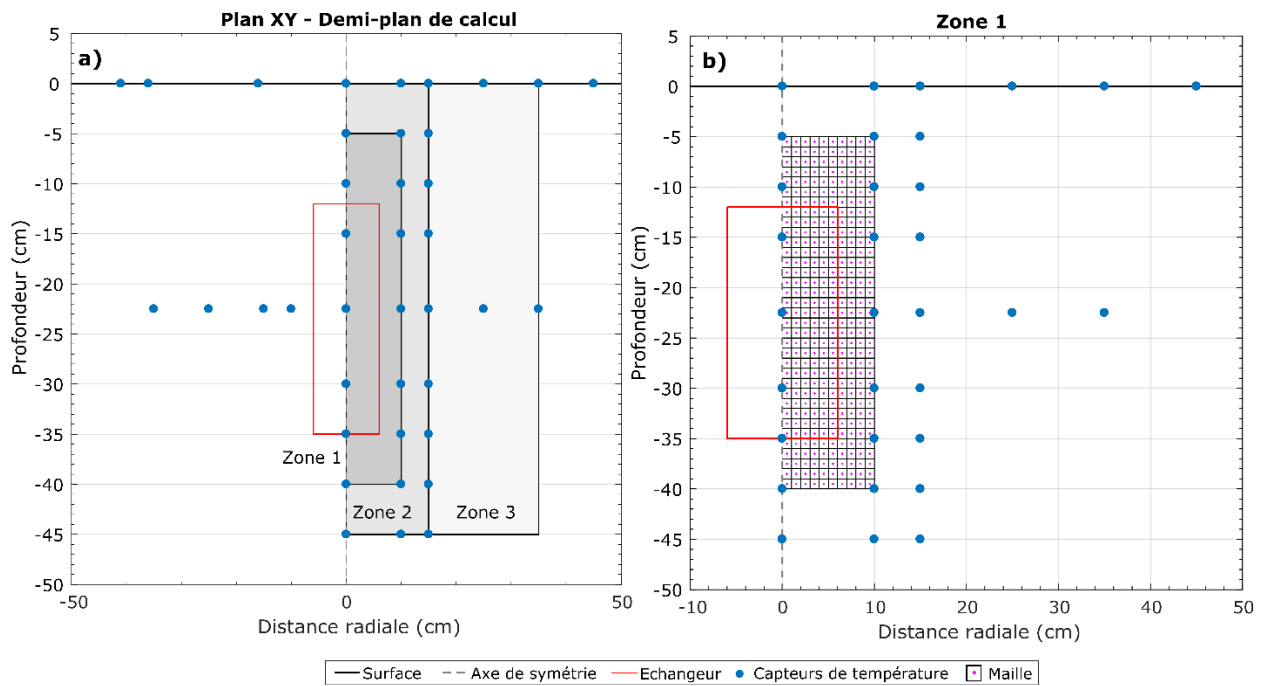


Figure 116. Définition des zones de calcul et discrétisation

a) Répartition des capteurs de température au niveau du plan XY et zones de calcul représentées sur le demi-plan, b) Discrétisation du demi-plan pour la zone 1. Les mailles sont carrées (dimension 10 x 10 mm). Le nombre de mailles pour la zone 1 est de 350.

6.3.1.1. Calcul du flux prélevé par la corbeille

Pour chaque temps de calcul (i.e. toutes les minutes), le flux prélevé par la corbeille est calculé à l'aide de l'équation 6.8. Les valeurs numériques utilisées pour les calculs sont résumées dans la Table 20.

6.3.1.2. Calcul de la chaleur sensible

La chaleur sensible est déterminée à partir des distributions de température aux temps t_i et t_{i-1} . Les distributions de température sont calculées à partir des mesures de température du sable avec une fonction d'interpolation linéaire. Lorsque la corbeille est en fonctionnement, les températures estimées au droit des spires sont aussi utilisées afin d'améliorer l'interpolation. Le calcul de la température au droit des spires s'effectue en calculant le taux de transfert par unité de longueur de la corbeille (équation 6.9), puis la température du glycol en fonction de la profondeur (équation 6.10) et enfin la température du sable au droit des spires en estimant des résistances de transfert thermique (équation 6.11).

$$\dot{q}'_{corb} = \frac{q_{corb}}{L_{corb}} = \frac{\dot{m}_{glyc} C_{p_{glyc}} (T_s^{corb} - T_e^{corb})}{L_{corb}} \quad 6.9$$

$$T_{glyc}(z) = T_e^{corb} + (T_s^{corb} - T_e^{corb}) \frac{z - z_e}{H_{corb}} \quad 6.10$$

$$T_{sable}(z) = \dot{q}'(R'_{th\ cond} + R'_{th\ conv}) + T_{glyc}(z) \quad 6.11$$

avec \dot{q}' taux de transfert de chaleur extraite par unité de longueur (W.m^{-1}) ; \dot{q} flux de prélèvement (W) ; L_{corb} la longueur de la corbeille (m) ; \dot{m} le débit massique (k. s^{-1}) ; la chaleur spécifique ($\text{J.kg}^{-1}.\text{C}^{-1}$) du glycol circulant dans la corbeille ; T_e^{corb} et T_s^{corb} respectivement la température du glycol à l'entrée et à la sortie de la corbeille ; $T_{glyc}(z)$ le température du glycol ($^{\circ}\text{C}$) à la profondeur z (m) ; z_e la profondeur à laquelle le glycol entre dans la corbeille (m) ; H_{corb} la hauteur de la corbeille (m) ; $T_{sable}(z)$ la température du sable (T) au droit de la spire à la profondeur z (m) ; $R'_{th\ cond}$ la résistance thermique lié à la conduction ($\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$) ; $R'_{th\ conv}$ la résistance thermique lié à la convection ($\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$).

La température au centre de chaque maille est extraite pour les deux temps t_i et t_{i-1} . Ensuite, la chaleur sensible par unité est estimée pour chaque maille à l'aide de l'équation suivante :

$$\dot{q}_{CS}^{cel} = \rho_{sol} C_{p_{sol}} \frac{(T_i^{cel} - T_{i-1}^{cel})}{t_i - t_{i-1}} l_{cel} h_{cel} 2\pi R_{cel} \quad 6.12$$

avec \dot{q}_{CS}^{cel} la chaleur sensible (W) ; ρ_{sol} et $C_{p_{sol}}$, respectivement la masse volumique (kg.m^{-3}) et la chaleur spécifique massique ($\text{J.kg}^{-1}.\text{C}^{-1}$) du sol ; T_i^{cel} et T_{i-1}^{cel} respectivement la température (en $^{\circ}\text{C}$) du centre de la cellule au temps t_i et t_{i-1} (en s) ; l_{cel} et h_{cel} la largeur et la hauteur de la cellule (m) ; R_{cel} la distance à l'axe du centre de la cellule (m).

Table 20. Paramètres pour le calcul du bilan thermique.

a)	Ø interne (m)	Ø externe (m)	Long. (m)
Tube inox	0.0048	0.006	5.0695
Gaine	0.006	0.0076	

b)	Glycol à 0°C	Inox	Gaine
λ (W.m ⁻¹ .C ⁻¹)	0.417 ^(a)	15 ^(a)	0.2 ^(a)
Cp (J.kg ⁻¹ .C ⁻¹)	3200 ^(a)		
ρ (kg.m ⁻³)	1095 ^(a)		

c)	Corbeille
$R'_{th\ cond}$ (W.m ⁻¹ .K ⁻¹)	0.0024 (inox) ^(a) 0.1881 (gaine) ^(a)
$R'_{th\ conv}$ (W.m ⁻¹ .K ⁻¹)	0.1751
Lc (m)	0.0048
Nu (-)	4.36 ^(b)
Coeff. h (W.C ⁻¹)	378.775

d)

Phase	ρ (kg/m ³)	Cp (J.kg ⁻¹ .C ⁻¹)	λ (W.m ⁻¹ .C ⁻¹)
Solide (silice)	2650	850 ^(d)	5.28 ^(c)
Air	1.28 ^(c)	1075 ^(d)	0.05 ^(d)
Eau liquide	1000 ^(c)	4180 ^(d)	0.64 ^(d)
Glace	920 ^{(c)(e)}	2040 ^(c)	2.14 ^(e)
Milieu	ρ (kg/m ³)	Cp (J.kg ⁻¹ .C ⁻¹)	λ (W.m ⁻¹ .C ⁻¹)
Sec	1630 ^(g)	690 ^(f)	1.02 ^(f)
Saturé	2015 ^(g)	1486.15 ^(g)	2.70 ^(f)
Glace	1984 ^(g)	883.9 ^(g)	3.17 ^(f)

Les paramètres thermiques estimés pour le milieu poreux correspondant à un sable siliceux de 38.5 % de porosité sont proches des mesures effectuées par Hamdhan et Clarke (2010) sur un échantillon d'un sol fin sableux. Labels : Ø diamètre ; Long. Longueur ; λ conductivité thermique ; Cp Capacité calorifique massique ; ρ masse volumique ; $R'_{th\ cond}$ résistance thermique de conduction ; $R'_{th\ conv}$ résistance thermique convectif ; Lc longueur caractéristique ; Nu nombre de Nusselt ; Coeff. h coefficient d'échange thermique. Le coefficient d'échange thermique est calculé à l'aide de l'équation suivante : $coeff. h = (Nu \lambda) / Lc$. Les résistances thermiques de conduction et de convection sont définies par $R'_{th\ cond} = \log(d_{externe} / d_{interne}) / (2 \pi \lambda)$ et $R'_{th\ conv} = 1 / (coef. h \pi d_{interne})$.

Sources : a. Données constructeurs ; b. Moch et al. (2014) ; c. Incropera et al. (2007) ; d. Esence et al. (2017) ; e. McKenzie et al. (2007), f. à partir de mesures en laboratoire ; g. estimé à l'aide d'une loi de mélange et en considérant une porosité de 0.385.

(Esence et al., 2017; Hamdhan and Clarke, 2010; Incropera et al., 2007; McKenzie et al., 2007, 2007; Slack, 1980; Zehner and Schlünder, 1970)

6.3.1.3. Calcul du flux périphérique à l'aide des bilans

Le flux thermique périphérique peut être calculé à partir du bilan thermique sur le volume de contrôle connaissant la chaleur sensible et le flux prélevé par la corbeille. Cette méthode est utile lorsqu'il n'est pas possible de calculer le gradient de température en périphérie.

6.3.1.4. Calcul du flux périphérique

Le flux thermique périphérique peut être calculé à partir du calcul du gradient thermique aux frontières du volume de contrôle (équation 6.7).

Nous avons choisi d'effectuer cette approche uniquement pour la zone 1 afin que l'interpolation des températures et le gradient calculé soient mieux contraints. En d'autres termes, si cette approche avait été appliquée aux zones 2 et 3, le gradient calculé notamment en surface et en profondeur aurait été biaisé puisqu'il y a peu de points de température à l'extérieur de ces zones (Figure 116). Par rapport à l'approche précédente, une fois que le flux de chaleur sensible est calculé, nous utilisons la distribution de température au temps t_i , pour calculer le gradient normal de température au centre des cellules et aux frontières de la zone d'étude (Figure 117).

A partir des gradients thermiques et à l'aide de l'équation suivante, nous estimons le flux échangé au travers d'une cellule latérale du volume de contrôle.

$$\dot{q}_{lat} = \lambda_{sol} h_{cel} \frac{dT}{dr} 2 \pi R_{cel} \quad 6.13$$

avec \dot{q}_{lat} le flux latéral (W) ; λ_{sol} la conductivité thermique du sol ($\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$) ; h_{cel} et R_{cel} respectivement la hauteur et la distance à l'axe d'une cellule (m) ; $\frac{dT}{dr}$ la composante radiale du gradient thermique (K.m^{-1}).

Puis, à l'aide des gradients thermiques et de 6.14, nous estimons le flux échangé au travers d'une cellule de la surface supérieure et inférieure du volume de contrôle.

$$\dot{q}_{hor} = \lambda_{sol} l_{cel} \frac{dT}{dz} 2 \pi R_{cel} \quad 6.14$$

avec \dot{q}_{hor} le flux sur les surfaces supérieure ou inférieure (W) ; λ_{sol} la conductivité thermique du sol ($\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$) ; l_{cel} et R_{cel} respectivement la largeur et la distance à l'axe d'une cellule (m) ; $\frac{dT}{dz}$ la composante verticale du gradient thermique (K.m^{-1}).

Le flux de chaleur périphérique \dot{q}_{per} est égal à la somme du flux latéral et des flux supérieur et inférieurs.

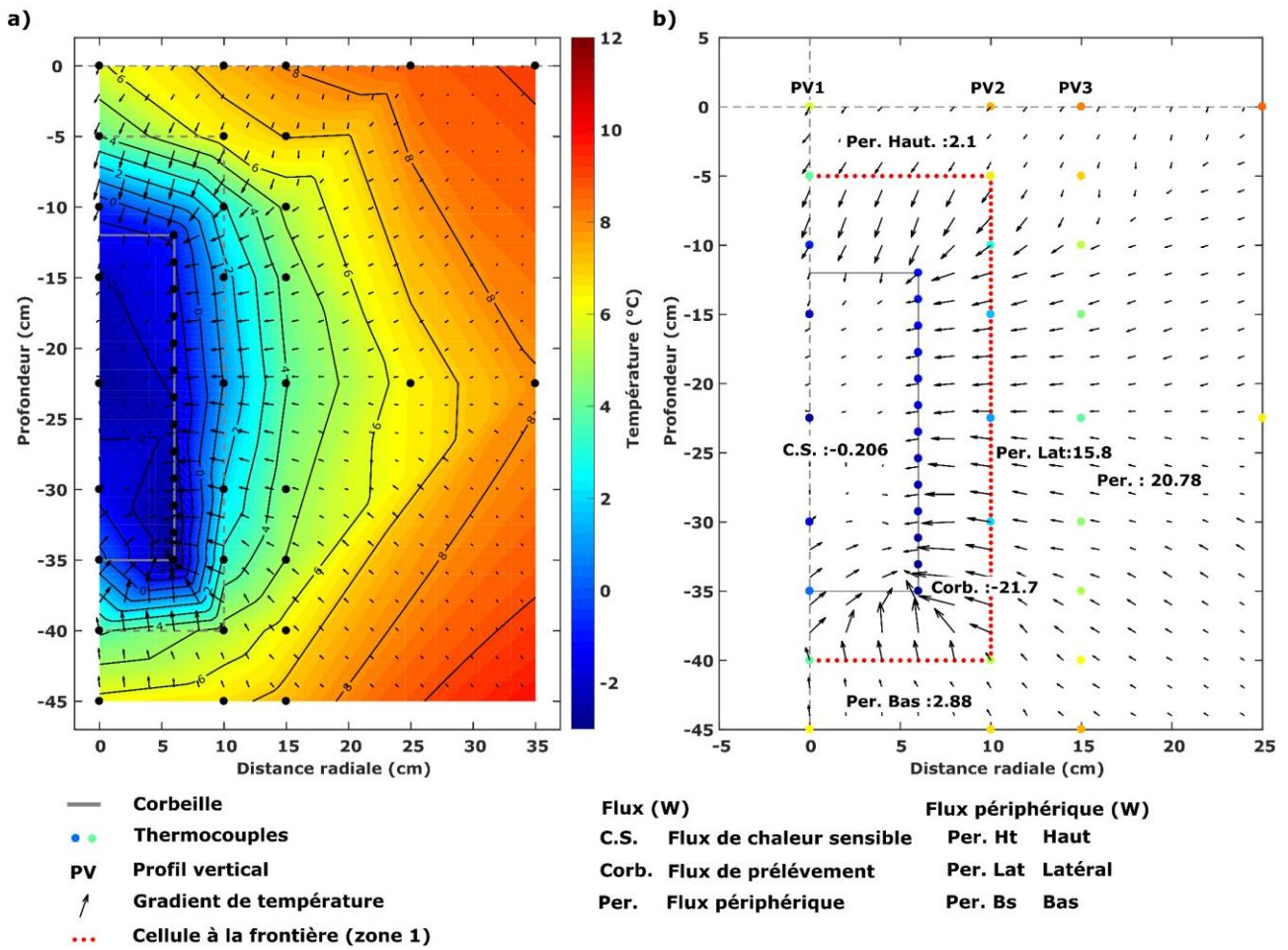


Figure 117. Gradient thermique et flux estimés pour la zone 1.

a) Distribution et gradient de température, b) Gradient de température et estimation des flux pour l'expérience A, au temps $t_i = 134$ h. Les pointillés rouges correspondent au centre des cellules où le gradient thermique et le flux périphérique sont calculés. En détail, le flux périphérique se compose de trois termes calculés séparément : flux venant de la surface, flux venant latéralement, flux venant du bas.

6.3.2. Bilans thermiques appliqués aux expériences sans changement de phase

6.3.2.1. Essai A - Expérience en milieu sec avec un échelon de température

➤ Conditions expérimentales

Afin de valider les deux approches de calcul du flux de chaleur périphérique nous avons choisi de les appliquer sur un essai simple comportant un milieu sec où la température du fluide entrant dans la corbeille suit un échelon. Cet essai dure environ 168 heures dont 144 h avec la corbeille en fonctionnement (Figure 118a). La température moyenne du fluide entrant par le bas de la corbeille est de -3.8°C et avec un débit moyen de $10.4 \text{ L}\cdot\text{h}^{-1}$. La température du fluide entrant dans l'échangeur basal est d'environ 9.2°C , ce qui permet d'avoir une température du sable en profondeur (à $\approx 60 \text{ cm}$ sous la corbeille) à 10.0°C . La température de l'air entrant et sortant de la cuve est respectivement de 9.8 et 9.4°C . Comme attendu, les températures mesurées dans le sable décroissent rapidement pour se stabiliser après une trentaine d'heure (Figure 118b, pour plus de détails voir l'Annexe O). La température la plus froide (-2.9°C) est mesurée par le thermocouple au centre de la cuve (PV1, $dr = 0$; $z = -0.225 \text{ m}$).

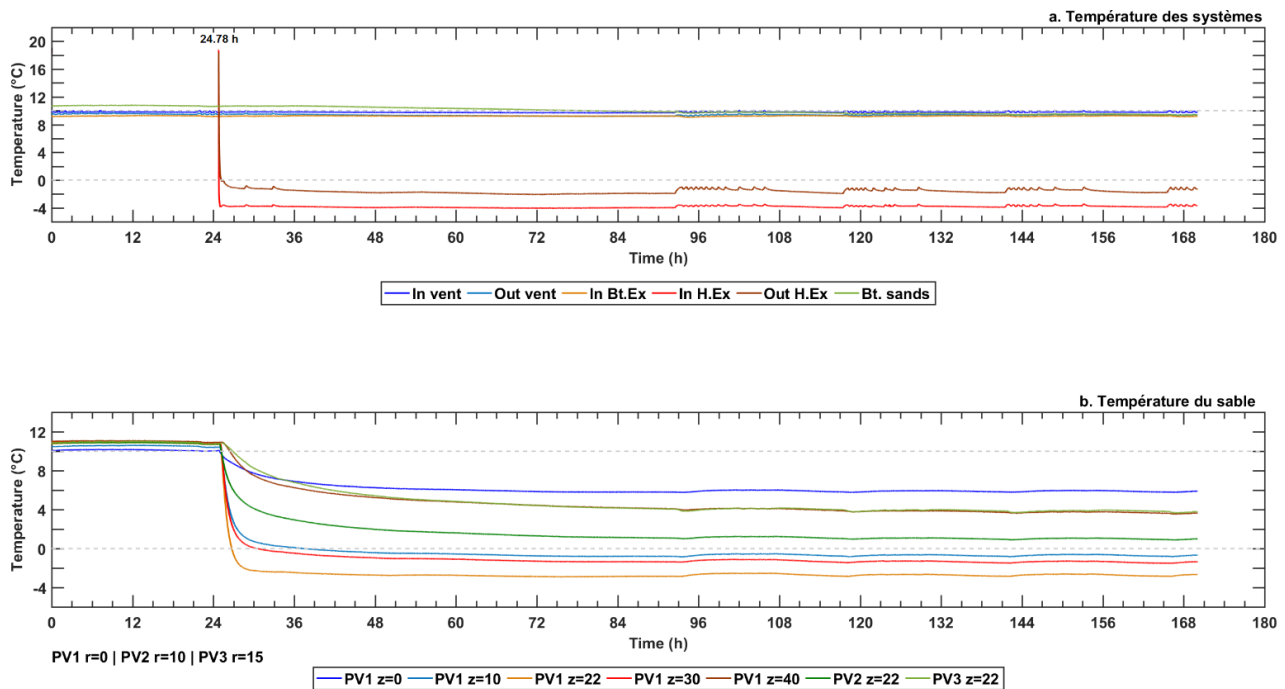


Figure 118. Suivi de température pour l'expérience A (milieu sec, échelon de température).

a) Température des systèmes, b) Température du sable. Labels : In vent / Out vent – température de l'air en entrée et en sortie de la cuve ; In Bt. Ex – température du fluide glycolé entrant dans l'échangeur en bas de la cuve ; In. H.Ex / Out H.Ex – température du fluide glycolé en entrée et en sortie de la corbeille ; Bt. Sands : température du sable à 45 cm du fond de la cuve ; PV – Profil vertical ; z – profondeur en cm ; r – distance radiale en cm.

➤ *Bilan thermique avec un flux périphérique calculé par différence pour les trois zones*

Dans un premier temps, nous avons souhaité comparer les bilans thermiques pour les trois zones, calculés à partir de la première approche i.e. avec un flux périphérique estimé par différence. Cette première méthode pour estimer le flux lié au prélèvement géothermique semble être correcte puisque la tendance et la gamme de variation sont conformes à celles attendues (Figure 119). Bien que les courbes soient « bruitées », l'approche pour estimer le flux lié à la chaleur sensible et par conséquent le flux périphérique semble être aussi correcte. Le caractère bruité est lié aux imprécisions des capteurs de températures et au biais de l'interpolation. Plus précisément, la principale cause du caractère bruité des courbes est liée aux mesures de température du fluide entrant et sortant de la corbeille. Pour améliorer nos résultats, nous avons préféré représenter les flux avec une moyenne glissante sur dix minutes (Figure 120 et Figure 121).

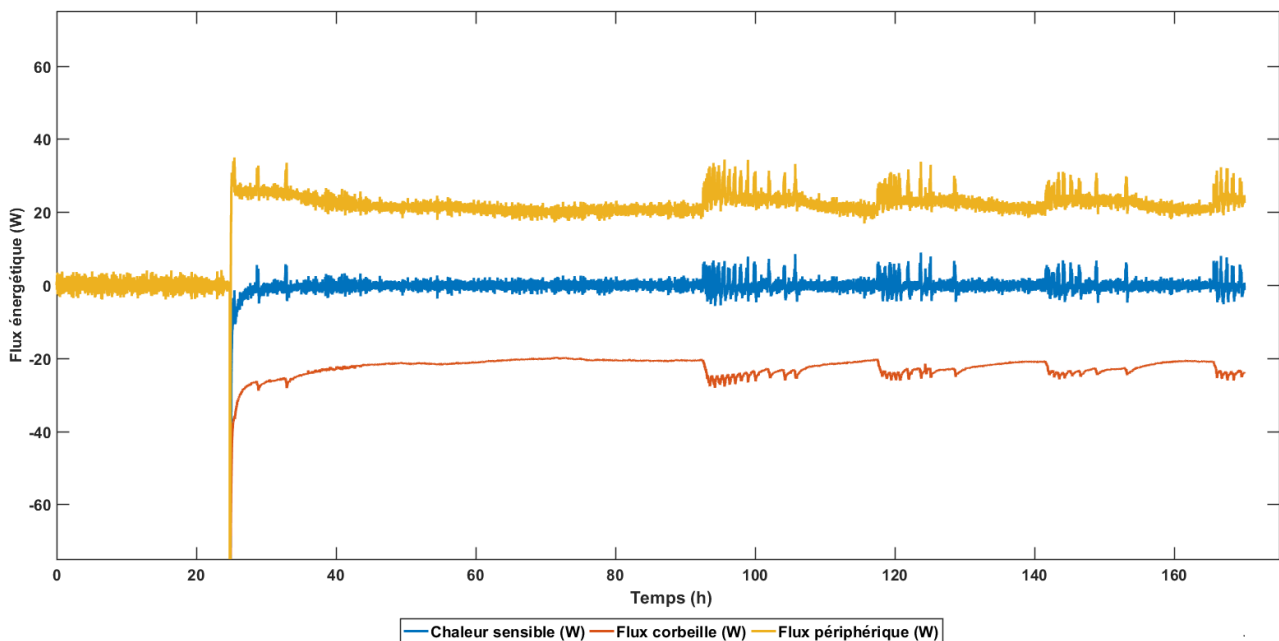


Figure 119. Bilan thermique avec un flux périphérique calculé par différence - Essai A, zone 1. Les flux ne sont pas moyennés et la corbeille a été mise en marche à $t = 24.78$ h. Le flux périphérique maximal est de 34.9 W à 25.5 h alors que les flux minimaux de la corbeille et de chaleur sensibles sont respectivement de -171 et -499 W à 24.82 h. Ces pics sont biaisés puisque nous sommes dans le premier transitoire suite au démarrage de la corbeille.

La corbeille géothermique est mise en marche à 24.78 h, quelques minutes après, le flux prélevé est maximal, $\dot{q}_{corb}(t_{24.82h}) = -171$ W puis décroît rapidement. Par exemple, il diminue de 50% en six minutes et de 75% en vingt minutes (Table 21). Après une douzaine d'heures de fonctionnement, le flux lié au prélèvement se stabilise entre 20 et 23 W (Figure 120).

Table 21. Flux calculés pour la zone 1, au cours de l'essai A.

Le flux périphérique est calculé à l'aide du bilan thermique (i.e. par différence des flux, voir partie 6.3.1.3). Le temps t_{on} correspond à la durée de fonctionnement de l'échangeur ($t_{on} = t + 24.78$). A partir de $t = 36.78$ h ($t_{on} = 12$ h), les flux indiqués ont été moyennés sur dix minutes (moyenne glissante). Labels : \dot{q}_{corb} flux de prélèvement (W), \dot{q}_{cs} flux lié à la chaleur sensible (W), \dot{q}_{per} (W) flux périphérique (W).

t (h)	t_{on} (min)	\dot{q}_{corb} (W)	\dot{q}_{cs} (W)	\dot{q}_{per} (W)	t (h)	t_{on} (h)	\dot{q}_{corb} (W)	\dot{q}_{cs} (W)	\dot{q}_{per} (W)
24.82	2	-171.0	-187.3	-16.3	36.78	12	-23.8	-0.4	23.4
24.88	6	-86.4	-145.6	-59.2	48.78	24	-23.4	-0.2	21.2
24.95	10	-62.8	-50.7	12.2	72.78	48	-20.0	-0.1	20
25.12	20	-42.3	-13.4	28.8	104.78	80	-24.1	-0.6	23.6
25.78	60	-33.0	-5.92	27.0	136.78	112	-21.2	-0.2	21
26.78	120	-28.5	-1.9	26.5	168.78	144	-24.3	-0.7	23.6

Dans les premières minutes de fonctionnement (≈ 10 min), les flux de chaleur sensible et périphérique sont faussés puisque nous imposons la température du sol au droit des spires alors que le flux de prélèvement n'est pas constant. A partir d'une dizaine de minutes, nous pouvons considérer que le régime quasi-stationnaire est atteint pour le fluide caloporteur permettant ainsi d'exploiter les résultats. La corbeille commence par prélever la chaleur sensible du système, d'où le flux négatif de la chaleur sensible. Associé à ce transfert thermique, la température du milieu poreux diminue afin de réduire le gradient thermique entre la corbeille et le sable. Au fur et à mesure de cette descente en température du sable, la chaleur sensible prélevée diminue. Cette diminution est compensée par l'établissement d'un gradient thermique aux frontières du système et donc par l'augmentation du flux périphérique (Figure 120). A la fin de l'essai, le flux de chaleur sensible oscille autour de 0.0W puisque la température du milieu poreux de la zone de calcul ne varie presque plus. L'énergie prélevée par la corbeille provient exclusivement de l'énergie entrant aux frontières du système. En résumé, nous pouvons distinguer trois phases dans l'essai. Une première phase de quelques minutes correspondant à un régime transitoire où le prélèvement de chaleur par la corbeille s'initie ($24.82 < t < 24.95$ h). Ensuite, une deuxième phase correspondant aussi à un régime transitoire où le flux lié à la chaleur sensible diminue et est compensé par l'augmentation du flux périphérique ($24.95 < t < 36.78$ h). La dernière phase correspond à un régime quasi-stationnaire, où les flux sont stables et l'énergie prélevée provient principalement du flux périphérique.

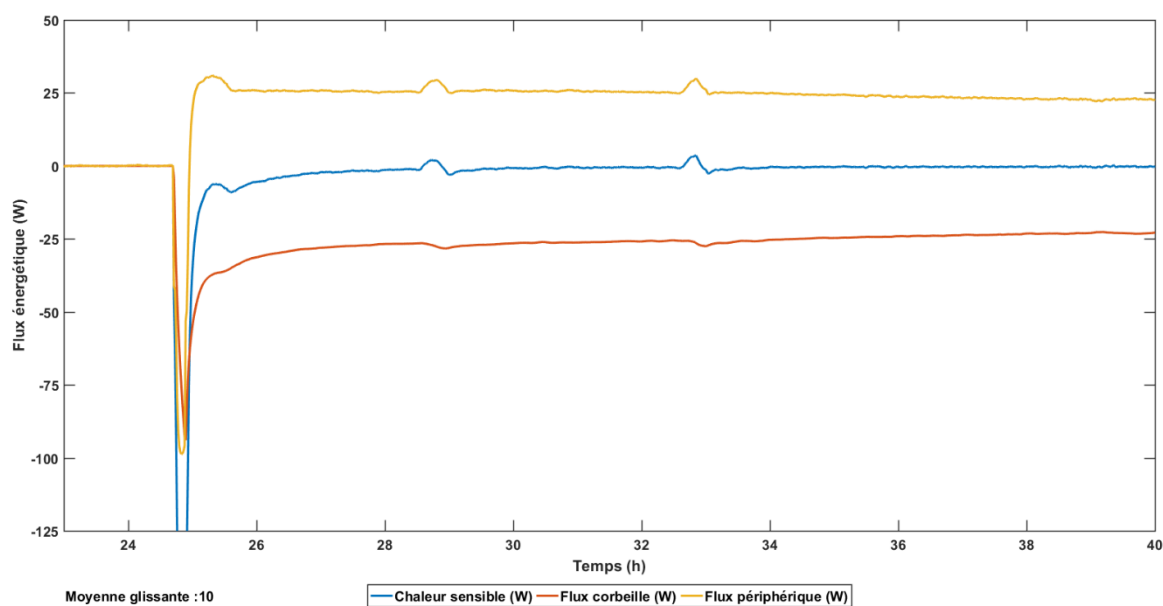


Figure 120. Evolution des flux thermiques après la mise en marche de la corbeille géothermique (essai A).

Le flux périphérique est calculé à l'aide du bilan thermique (i.e. par différence des flux, voir partie 6.3.1.3). Les flux présentés dans cette figure sont moyennés sur 10 minutes. La corbeille géothermique a été mise en marche à 24.78 h.

Les bilans énergétiques calculés pour les zones 2 et 3 présentent la même organisation que le bilan précédent i.e. comportant trois phases successives (Figure 121 et Table 22). Les flux maximaux enregistrés lors de la première phase transitoire sont proches ainsi que la moyenne des flux calculée dans le régime quasi-stationnaire (Table 22). Ainsi, cette première méthode de calcul du bilan thermique ne montre pas de dépendance liée à la taille de la zone de calcul. Cependant, une différence notable entre ces trois bilans est la présence d'un bruit plus marqué pour les zones 2 et 3. En effet, comme ces zones sont plus grandes, le calcul est susceptible d'intégrer plus d'erreurs sur les mesures de température ou de biais d'interpolations. Le caractère bruité des mesures explique ainsi l'augmentation des écart-types des moyennes.

Enfin, dans le régime quasi-stationnaire, quatre phases sont plus bruitées (92 à 106 h, 117 à 125h, 141 à 153h, 165 à 170 h). Ces zones plus bruitées sont liés à l'allumage du chauffage de la pièce. Bien que les thermocouples mesurant la température du fluide glycolé soient isolés, le chauffage de la pièce perturbe les mesures. Les mesures de la chaleur sensible montrent des oscillations importantes qui se répercutent sur le calcul du flux périphérique. Il est probable que ces oscillations proviennent de la compensation de soudure froide soumise aux variations de température de la halle. Bien que de faible amplitude compte tenu de l'isolation mise en place, elles affectent la dérivée temporelle de la température (la chaleur sensible). L'impact des variations de la température de la halle sur le flux prélevé par la corbeille trouve très vraisemblablement son origine dans les pertes thermiques entre le fluide caloporteur et l'air ambiant sur la conduite reliant la corbeille au bain thermostaté et/ou des effets d'ailettes au niveau du capteur. Néanmoins, ces quatre phases « bruitées » n'influencent pas les principales conclusions issues de l'analyse du bilan thermique.

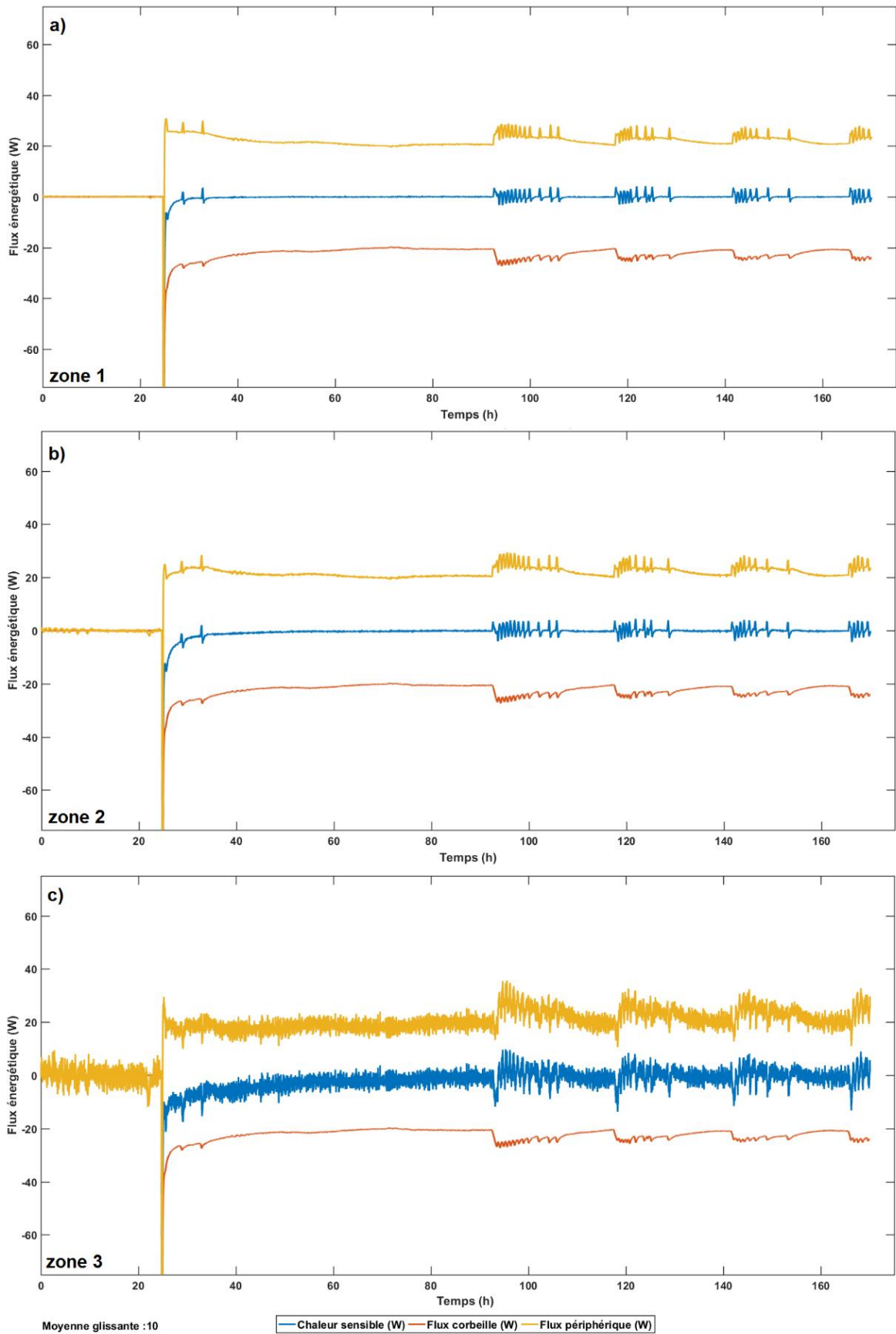


Figure 121. Bilan thermique pour les zones 1 à 3 (a, b, c) avec un flux périphérique calculé par différence – Essai A.

Le flux périphérique est calculé à l'aide du bilan thermique (i.e. par différence des flux, voir partie 6.3.1.3). Les flux présentés dans cette figure sont moyennés sur 10 minutes. La corbeille géothermique a été mise en marche à $t = 24.78$ h.

Table 22. Bilan thermique pour les différentes zones de l'essai A.

a) Evolution des flux pour les zones 1 à 3, **b)** Principales caractéristique des flux. Le flux périphérique est calculé à l'aide du bilan thermique (i.e. par différence des flux, voir partie 6.3.1.3). Les valeurs données dans cette table ne sont pas issues d'une moyenne glissante. A noter que le flux lié à la corbeille est identique pour les trois zones puisque le calcul est indépendant de la taille des zones. Le flux de la corbeille est maximal à $t = 25.82$ h ($t_{on} = 2$ min). Labels : \dot{q}_{corb} flux de prélèvement (W), \dot{q}_{cs} flux lié à la chaleur sensible (W), \dot{q}_{per} (W) flux périphérique (W).

a)	Zone 1			Zone 2			Zone 3		
Temps (h)	24.88	36.78	168.78	24.88	36.78	168.78	24.88	36.78	168.78
\dot{q}_{corb} (W)	-86.4	-23.8	-24.2	-86.4	-23.8	-24.2	-86.4	-23.8	-24.2
\dot{q}_{cs} (W)	-145.6	-0.4	-2.1	-145.4	-2.1	-2.1	-150.0	2.5	20.4
\dot{q}_{per} (W)	-59.2	23.4	22.1	-86.4	21.7	22.1	-63.7	26.3	44.6

b)	Flux maximal de la corbeille (W) à $t = 24.82$ h			Moyenne des flux dans le régime quasi-statique (W) ($t_{36.78 \text{ h}} \rightarrow 170 \text{ h}$)		
	\dot{q}_{corb} (W)	\dot{q}_{cs} (W)	\dot{q}_{per} (W)	\dot{q}_{corb} (W)	\dot{q}_{cs} (W)	\dot{q}_{per} (W)
Zone 1		-187.3	-16.3		-0.0 ± 1.5	22.1 ± 2.1
Zone 2	-171.0	-186.2	-15.2	-22.1 ± 1.6	-0.2 ± 1.9	22.0 ± 2.5
Zone 3		-191.4	-20.4		-1.2 ± 13.4	21.0 ± 13.6

➤ *Comparaison des bilans thermiques calculés par les deux approches*

Le bilan thermique avec l'estimation du flux périphérique calculé à partir des gradients thermique a été effectué uniquement pour la zone 1. En effet, nous avons préféré restreindre la zone de calcul du bilan thermique afin de mieux contraindre les gradients thermiques calculés aux frontières de la zone notamment en utilisant les profils verticaux de température PV2 et PV3 (Figure 116).

Le flux de prélèvement et le flux de chaleur sensible sont identiques entre ces deux approches puisque leur méthode de calcul n'a pas changé. Comme dans la partie précédente, il est possible de distinguer trois phases dans l'évolution du flux périphérique : une phase transitoire lié à la mise en route de la corbeille géothermique, une phase transitoire correspondant au prélèvement de la chaleur sensible du milieu, puis un régime quasi-stationnaire. La principale différence entre ces deux approches se situe dans la phase de mise en route de la corbeille, où les flux latéraux sont différents de quelques dizaines de watts (Table 23). Comme nous l'avons déjà mentionné dans la partie précédente, les flux de chaleur sensible et périphérique calculés pour cette zone ne sont pas fiables à cause de l'imposition de la température du sol aux droits des spires. Cette remarque est confirmée par les fortes valeurs de résiduelle au départ (courbe grise en Figure 122). A l'issue des phases transitoires, la valeur du flux périphérique entre les deux approches est sensiblement similaire. En effet, la moyenne du flux périphérique entre les temps 36.78 et 170 h est estimée à 22.1 W avec la première approche et à 21.9 W à l'aide des gradients de température.

Avec la deuxième approche, il est possible de calculer la résiduelle du bilan thermique et donc d'estimer la fiabilité de ce dernier. Excepté durant la phase de mise en route de la corbeille, les valeurs de résiduelles sont plutôt faibles validant ainsi notre deuxième approche. En effet, la moyenne de la résiduelle calculée entre 3.78 et 170 h est de -0.2 W. Enfin, le calcul du flux périphérique avec les gradients de température est moins influencé par le bruit des mesures de température et par le chauffage de la pièce. L'allumage du chauffage provoque localement une augmentation de la résiduelle. Cette augmentation semble être la conséquence d'erreurs de mesure se répercutant sur le calcul du flux prélevé par la corbeille qui est sensible aux variations de température de la salle comme le montre la Figure 118.

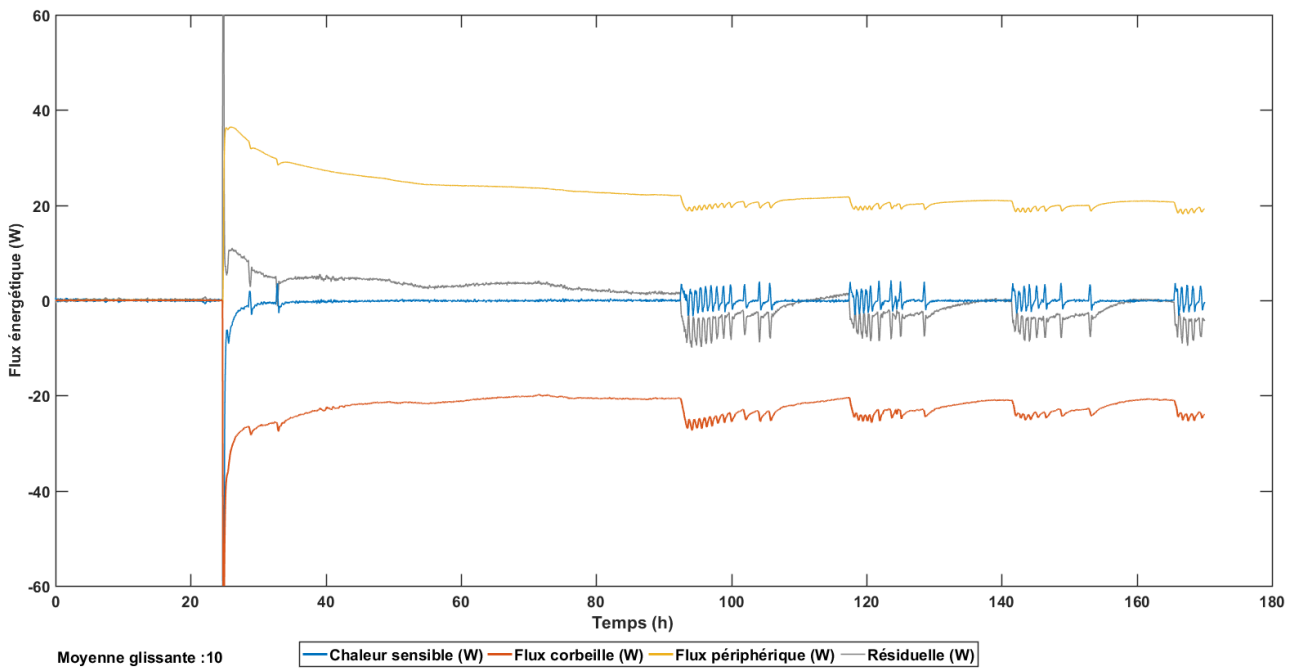


Figure 122. Bilan thermique pour la zone 1 - Essai A.

Le flux périphérique est calculé à l'aide des gradients de température aux frontières de la zone de contrôle. Les flux présentés dans cette figure sont moyennés sur 10 minutes. La corbeille géothermique a été mise en marche à $t = 24.78$ h. La courbe grise correspond à la résiduelle.

Table 23. Comparaison entre les deux approches pour le calcul du flux périphérique (zone 1).

Le temps t_{on} correspond à la durée de mise en marche de l'échangeur ($t_{on} = t + 24.78$). A partir de $t = 36.78$ h ($t_{on} = 12$ h), les flux indiqués ont été moyennés sur dix minutes (moyenne glissante). Libellé : App. 1 et App. 2 respectivement approche 1 (flux périphérique calculé par différence) et approche 2 (flux périphérique estimé à l'aide des gradients), $R(W)$ résiduelle du bilan thermique pour l'approche 2. Labels : \dot{q}_{corb} flux de prélèvement (W), \dot{q}_{cs} flux lié à la chaleur sensible (W), \dot{q}_{per} (W) flux périphérique (W).

t (h)	t_{on} (min)	App.1			App.2			t (h)	t_{on} (h)	App.1			App.2		
		\dot{q}_{per} (W)	\dot{q}_{per} (W)	$R(W)$	\dot{q}_{per} (W)	\dot{q}_{per} (W)	$R(W)$			\dot{q}_{per} (W)	\dot{q}_{per} (W)	$R(W)$	\dot{q}_{per} (W)	\dot{q}_{per} (W)	$R(W)$
24.82	2	-16.3	-6.2	10.1	36.78	12	23.4	28.3	4.9						
24.88	6	-59.2	22.3	81.6	48.78	24	21.2	25.6	4.4						
24.95	10	12.2	30.2	18.0	72.78	48	20	23.5	3.8						
25.12	20	28.8	35.7	6.9	104.78	80	23.6	20.1	-3.4						
25.78	60	27.0	36.4	9.3	136.78	112	21	21.0	0.0						
26.78	120	26.5	35.8	9.3	168.78	144	23.6	20.8	-0.1						

6.3.2.2. Essai B - Expérience en milieu sec avec un cycle de température

Les bilans thermiques de l'essai A ont permis de valider la méthodologie de calcul pour un cas simple (essai avec un échelon de température). Maintenant, nous souhaitons appliquer cette méthodologie sur un essai plus complexe i.e. avec un cycle de température (essai B). En effet, ce type d'essai qui se rapproche des conditions normales d'utilisation des systèmes géothermiques superficiels met en œuvre des fronts thermiques de type plan induits par les variations de température de l'air, et des fronts à caractère cylindrique induits par la corbeille.

➤ *Conditions expérimentales*

Avant de commencer l'essai, nous devons établir les conditions thermiques initiales c'est à dire générer un front thermique plan se propageant depuis la surface reproduisant la fluctuation cyclique de la température de l'air. Pour cela, la température de l'air entrant dans la cuve varie entre 0 et 20°C selon un cycle sinusoïdal de période 86.4 h (3.6 jours). Au minimum, nous attendons au moins trois cycles afin d'éliminer les effets transitoires avant de commencer à allumer la corbeille. Dans la Figure 123, le premier cycle correspond au dernier cycle d'établissement des conditions initiales.

Après cette phase initiale, la corbeille est mise en fonctionnement lorsque la température de l'air entrant dans la cuve passe en dessous de 10°C. La température du fluide entrant dans la corbeille baisse progressivement jusqu'à atteindre au minimum $\approx -3.7^\circ\text{C}$ (courbes rouges dans la Figure 123). Le cycle de la corbeille suit un cycle de consigne en température. Nous avons effectué trois cycles avec la corbeille en fonctionnement afin de réduire les transitoires. Pour plus de détails, sur les cycles de soufflerie et de la corbeille se référer à la section 6.2.4, §Corbeille géothermique et §Soufflerie.

La température du fluide glycolé entrant dans l'échangeur à la base de la cuve est constante durant la totalité de l'essai et égale à $9.3 \pm 0.04^\circ\text{C}$. Cette condition permet d'avoir une température du sable en profondeur constante à $10.3 \pm 0.1^\circ\text{C}$ (Figure 123). Enfin, le suivi de température a été effectué toutes les minutes et est présenté en Figure 123b et en Annexe O.

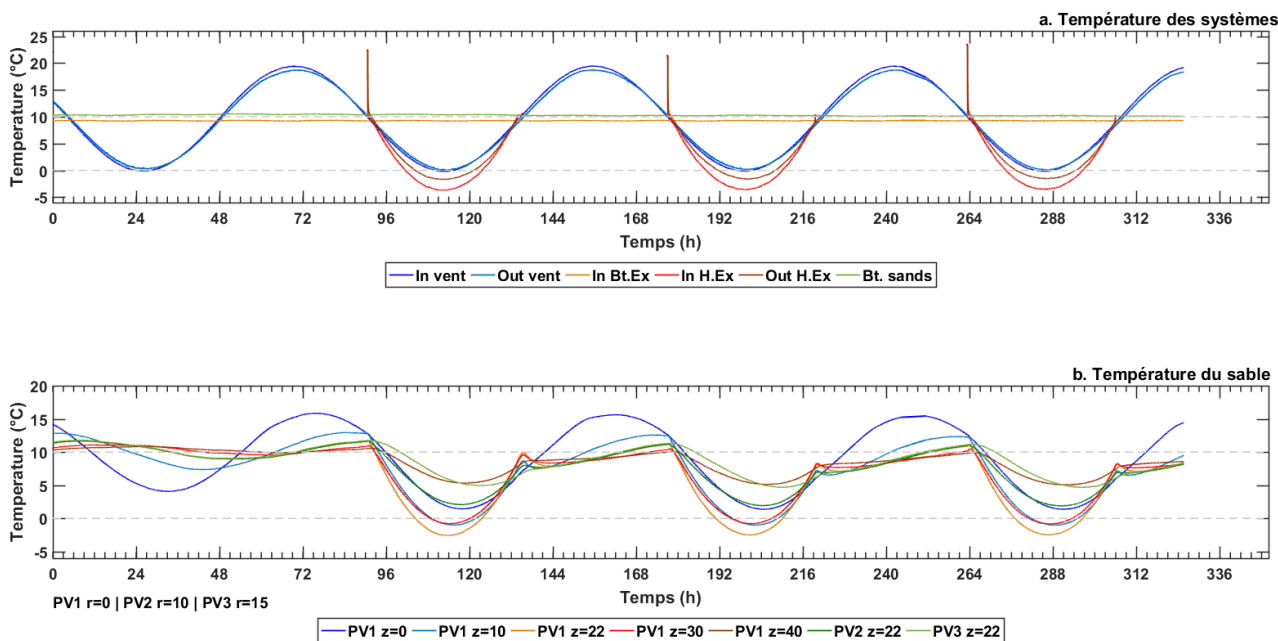


Figure 123. Suivi de température pour l'expérience B (milieu sec, cycle de température).

a) Température des systèmes ; b) Température du sable. La corbeille géothermique est en fonctionnement entre 90.7 – 135.1 h, 177.1 – 219.5 h et 263.4 – 305.9 h. Labels : In vent / Out vent – température de l'air en entrée et en sortie de la cuve ; In Bt. Ex – température du fluide glycolé entrant dans l'échangeur en bas de la cuve ; In. H.Ex / Out H.Ex – température du fluide glycolé en entrée et en sortie de la corbeille ; Bt. Sands : température du sable à 45 cm du fond de la cuve ; PV – Profil vertical ; z – profondeur en cm ; r – distance radiale en cm.

➤ Bilan thermique de l'essai B

Nous avons choisi de calculer le bilan thermique uniquement avec la deuxième approche puisque celle-ci permet de calculer indépendamment les flux et d'estimer la fiabilité des calculs à l'aide de la résiduelle du bilan thermique. Les résultats des calculs ainsi que la résiduelle du bilan thermique sont présentés en Figure 124 et Figure 125.

Le bilan thermique du dernier cycle de la phase initiale indique des flux proches de zéro. Le flux périphérique oscille environ entre +/- 2.0 W (Table 24) et correspond au flux de chaleur échangé au travers des faces supérieures et inférieures du volume de mesure. Ces flux périphériques ne sont que partiellement compensés par la variation de l'énergie interne (la chaleur sensible) sans doute à cause des imprécisions de mesures

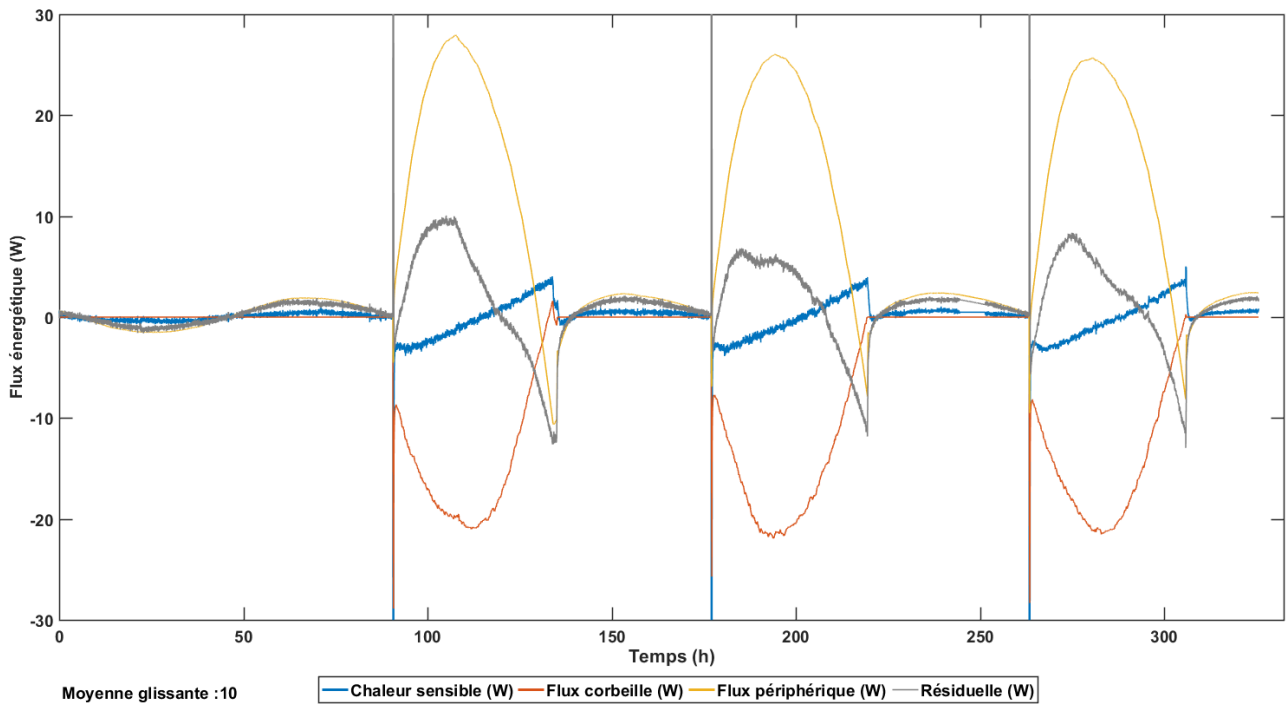


Figure 124. Bilan thermique pour la zone 1, expérience B.

Le flux périphérique est calculé à l'aide des gradients de température aux frontières de la zone de contrôle. Les flux présentés dans cette figure sont moyennés sur 10 minutes. La corbeille géothermique est en fonctionnement entre 90.7 – 135.1 h, 177.1 – 219.5 h et 263.4 – 305.9 h.

Intéressons-nous maintenant au dernier cycle de prélèvement de chaleur par la corbeille i.e. 263.4 et 305.9 h (Figure 125). Comme indiqué précédemment, les quelques minutes (< 20 min) suivant le démarrage de la corbeille correspondent à un régime transitoire pour le fluide caloporteur non pris en compte dans nos calculs. Le bilan thermique n'est alors pas correct pour les mêmes raisons que dans l'essai précédent. Cette remarque est confirmée par la forte valeur de la résiduelle du bilan d'énergie calculée pour cette période. Après cette phase, le flux de prélèvement augmente progressivement pour atteindre sa valeur maximale à -21.6 W à 283.2 h puis, il diminue progressivement pour devenir nul avec l'arrêt du système géothermique à 305.9 h.

Pendant cette période, l'énergie interne diminue dans un premier temps (refroidissement du sol - chaleur sensible négative) avant de ré-augmenter grâce aux apports périphériques et à la baisse du prélèvement thermique par la corbeille. Ce changement de signe intervient ≈ 5 h après que le flux de prélèvement ait commencé à diminuer. Le prélèvement de chaleur apparaît principalement compensé par les apports périphériques. L'amplitude maximale de ce dernier atteint 25.7 W à $t=280.5$ h.

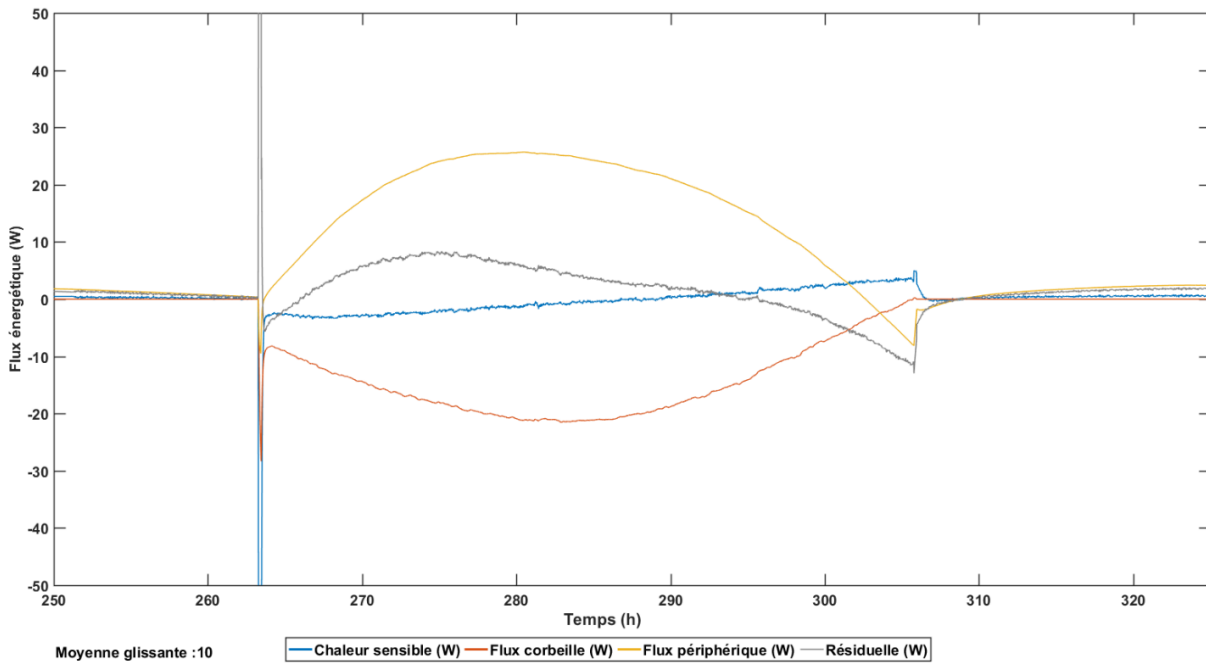


Figure 125. Bilan thermique du dernier cycle (entre 263 et 306 h), expérience B.

Le flux périphérique est calculé à l'aide des gradients de température aux frontières de la zone de contrôle. Les flux présentés dans cette figure sont moyennés sur 10 minutes.

D'après la Figure 126, le flux périphérique est principalement contrôlé par l'énergie issue des terrains adjacents puis provenant du terrain en profondeur dont la température est quasi constante. L'énergie provenant de la surface est faible ce qui peut être expliqué par un mauvais coefficient de transfert thermique sol/air. Par contre, ce flux est prédominant lorsque le système géothermique n'est pas en fonctionnement, ce qui est cohérent avec la pénétration du front thermique plan et explique la forme de la résiduelle.

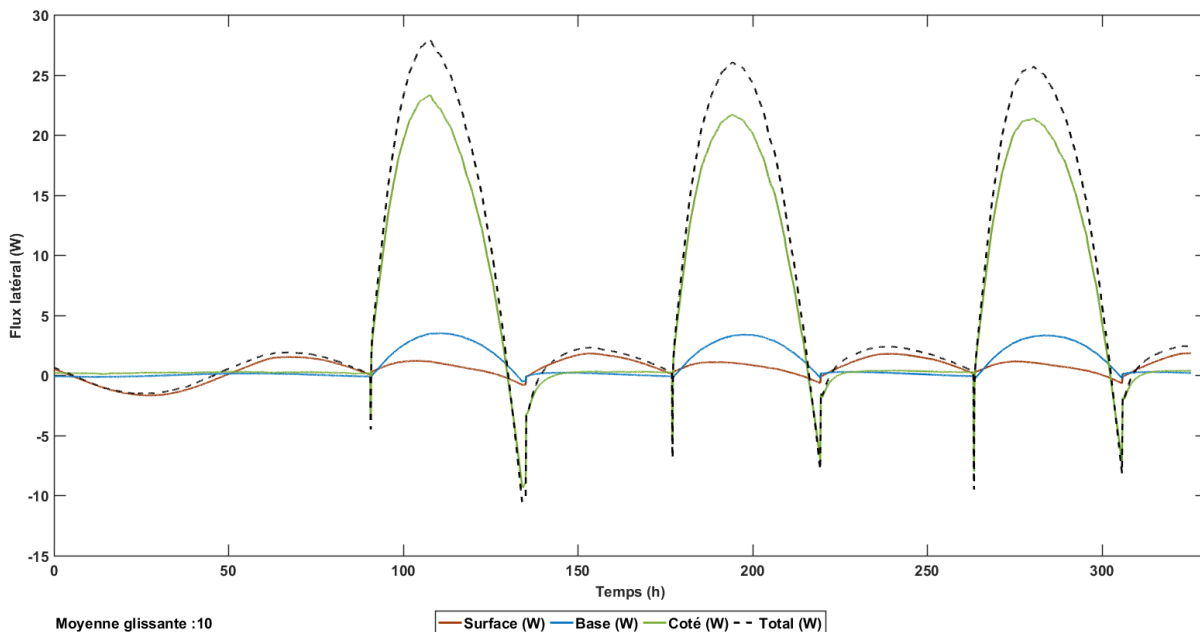


Figure 126. Décomposition du flux périphérique durant l'expérience B.

L'estimation du flux périphérique est effectuée en calculant le gradient thermique orthogonal aux frontières de la zone utilisée. Cette estimation se décompose en trois termes calculés indépendamment qui correspondent aux flux provenant du haut (de la surface), du bas et latéralement par rapport au volume de contrôle.

Durant la phase de prélèvement (263.4 à 305.9h), la résiduelle de notre bilan thermique est en moyenne à 1.7 ± 5.0 W. Globalement, la résiduelle est plus élevée que le flux de chaleur sensible indiquant que notre méthodologie surestime ou sous-estime un des flux (Table 24). Le flux prélevé par la corbeille ne montre pas d'anomalie particulière comme cela avait été le cas avec l'expérience A excepté au démarrage du prélèvement. Ces valeurs sont conformes aux consignes de pilotage. Il est probable que ce biais soit induit par une mauvaise estimation de la température du milieu aux droits des spires. Il est néanmoins préférable d'ajouter ces points car à défaut la distribution de température serait erronée puisque les températures minimales seraient situées au centre de la cuve et non au niveau des spires.

Table 24. Valeurs caractéristiques des flux pour l'expérience B.

Labels : Moy. Moyenne, Min/Max minimum / maximum, \dot{q}_{corb} flux de prélèvement (W), \dot{q}_{cs} flux lié à la chaleur sensible (W), \dot{q}_{per} (W) flux périphérique (W), Res (W) résiduelle (W). Le cycle initial correspond au dernier cycle permettant d'établir les conditions initiales de l'essai (cycle de référence). Le dernier cycle avec fonctionnement de corbeille a été décomposé en trois phases.

	Cycle initial		Dernier cycle avec fonctionnement de la corbeille (219.5 à 305.9 h)					
	De 0.0 à 90.7 h		De 219.5 à 263.3 h Sans corbeille		De 263.6 à 283.2 h Augmentation de la puissance		De 283.2 à 305.9 h Diminution de la puissance	
	Moy.	Min / Max	Moy.	Min / Max	Moy.	Min / Max	Moy.	Min / Max
\dot{q}_{corb} (W)	0.0 ±0.0	0.0/0.0	0.0 ±0.0	0.0/0.0	-16.4 ±4.1	-21.7/-7.8	-13.0 ±6.8	-21.5/0.7
\dot{q}_{cs} (W)	0.0 ±1.5	-4.7/5.2	0.4 ±1.0	-4.5/4.5	-2.2 ±1.3	-7.6/2.0	1.3 ±1.7	-3.1/7.3
\dot{q}_{per} (W)	0.2 ±1.7	-1.6/2.0	1.5 ±0.9	-1.7/2.4	19 ±7.5	-0.2/25.7	13.2 ±9.8	-8.2/25.1
Res (W)	0.2 ±1.7	-6.6/6.4	1.1 ±1.3	-6.0/6.0	4.8 ±3.8	-8.1/11.7	-1.0 ±4.4	-14.7/6.5

6.3.2.3. Essai C - Expérience en milieu saturé avec un échelon de température à 0.8°C (sans changement de phase)

Avant de modifier le calcul du bilan thermique pour prendre en compte le changement de phase, nous avons souhaité appliquer notre méthodologie dans le cas d'un milieu saturé mais sans changement de phase. Cette application permet d'identifier l'impact de la présence d'eau sur le bilan thermique et permet aussi de vérifier que les valeurs de nos paramètres thermiques sont correctes.

➤ Conditions expérimentales

Les conditions expérimentales de cet essai sont proches de celles de l'essai A. En effet, la température de l'air entrant dans la cuve et de l'eau glycolée entrant dans l'échangeur basal sont en moyenne de $9.4 \pm 0.05^\circ\text{C}$ et $9.0 \pm 0.03^\circ\text{C}$. Ainsi, avant le démarrage de la corbeille, la température du milieu est globalement constante entre 9.1 et 9.3°C (e.g. la température du sable situé à ≈ 60 cm sous la corbeille est de $9.3 \pm 0.1^\circ\text{C}$). A partir de 4.4 h, la corbeille est mise en marche pour une durée de 27.6 h. Les températures du fluide glycolée entrant et sortant de la corbeille sont respectivement de 0.8 ± 0.1 et $3.3 \pm 0.5^\circ\text{C}$ (Figure 127). Le débit de la corbeille est d'environ 13.9 ± 0.1 L.h⁻¹. La

température la plus basse enregistrée dans la cuve est de 2.7°C au centre de la cuve, à -0.15 m de profondeur, confirmant l'absence de changement de phase. A partir de 32.2 h, la corbeille est arrêtée et l'anomalie thermique se dissipe en une dizaine d'heures (Figure 127, Annexe O).

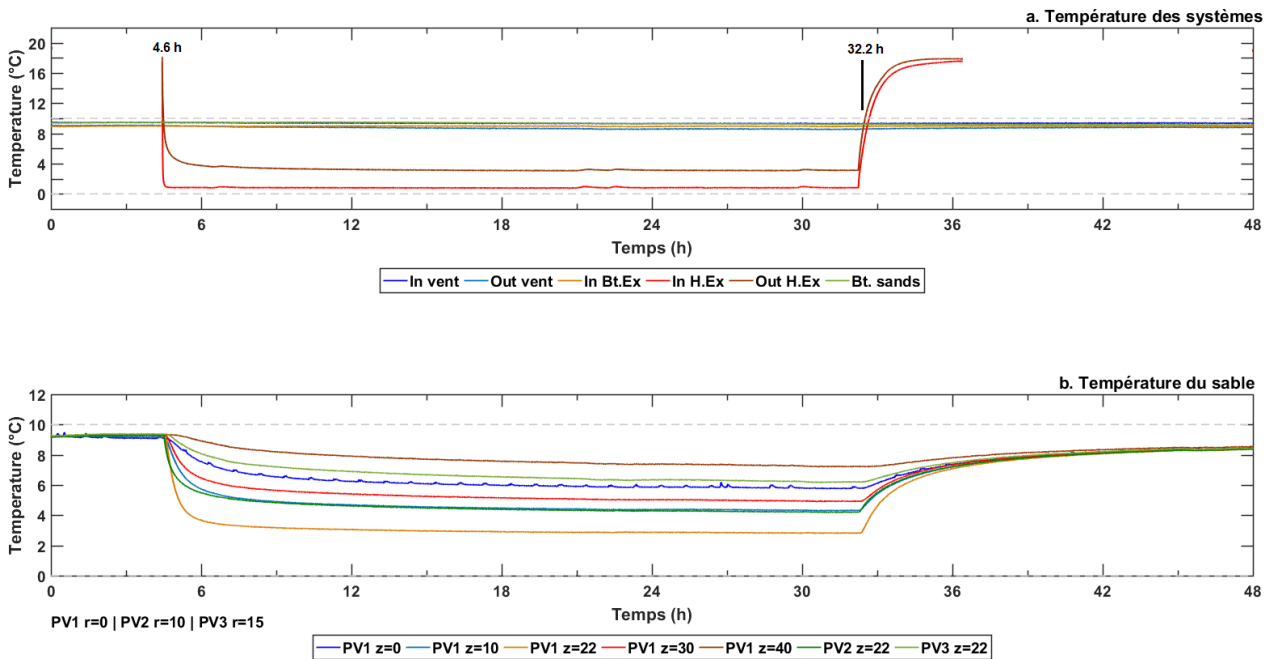


Figure 127. Suivi de température pour l'expérience C (milieu saturé, échelon de température sans changement de phase).

➤ *Bilan thermique de l'essai C selon la deuxième approche*

L'évolution des flux de cet essai saturé est similaire à ceux de l'essai A, i.e. une diminution rapide de la chaleur sensible compensée par les apports énergétiques latéraux. (Figure 128). L'estimation de nos paramètres thermiques pour le milieu modèle saturé semble être correcte puisque les valeurs de résiduelles sont faibles, excepté dans les quelques minutes après le démarrage de la corbeille (Table 25). Il est probable que la présence d'eau améliore le contact thermique entre les thermocouples et le sol, améliorant ainsi la qualité des mesures. A noter que durant cet essai, le flux latéral venant du sol avoisinant est là encore le flux le plus important (en moyenne 26.8 ± 2.3 W durant le fonctionnement de la corbeille).

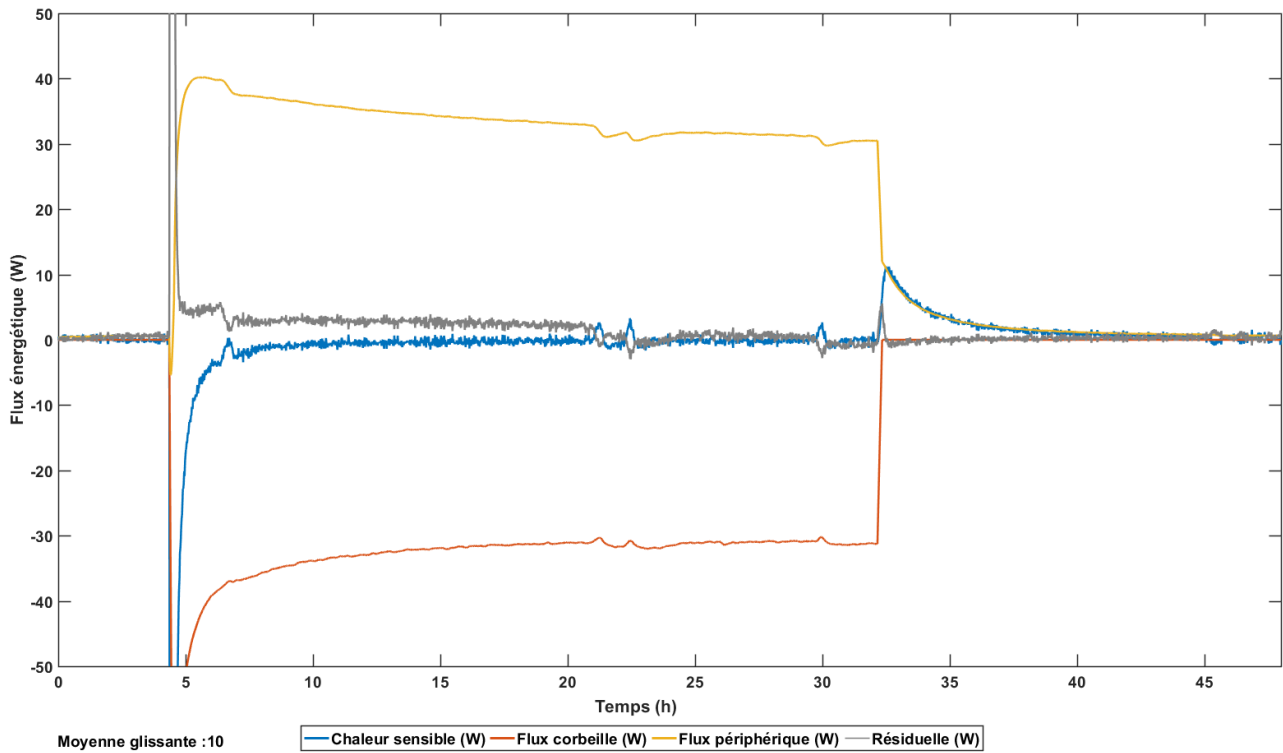


Figure 128. Bilan thermique calculé pour la deuxième approche dans le cas d'un milieu saturé et sans changement de phase (essai C).

Le flux périphérique est calculé à l'aide des gradients de température aux frontières de la zone de contrôle. Les flux présentés dans cette figure sont moyennés sur 10 minutes.

Table 25. Caractéristiques du bilan thermique pour l'essai C.

Les paramètres sont calculés sur la période de 4.5 h (soit 6 minutes après le démarrage de la corbeille) à 32.2 h (soit à son arrêt). Labels : Moy. Moyenne, Min/Max minimum / maximum, \dot{q}_{corb} flux de prélèvement (W), \dot{q}_{cs} flux lié à la chaleur sensible (W), \dot{q}_{per} (W) flux périphérique (W), Res (W) résiduelle (W).

	Moyenne	Minimum / Maximum
\dot{q}_{corb} (W)	-33.1 ± 4.9	-86.0/-29.8
\dot{q}_{cs} (W)	-1.3 ± 7.4	-96.0/15.1
\dot{q}_{per} (W)	33.6 ± 2.7	9.4/40.4
Res (W)	1.8 ± 5.0	-13.7/33.2

6.3.3. Ajout du changement de phase dans le calcul du bilan thermique

Dans la partie précédente, nous avons calculé les différents flux thermiques mis en œuvre et réalisé les bilans thermiques pour des essais en milieu sec ou saturé sans changement de phase. L'utilisation des corbeilles géothermiques s'accompagne dans les installations courantes d'un gel du sol à proximité de la corbeille. La chaleur latente libérée lors de la prise en glace de l'eau contribue à un apport d'énergie pour la corbeille géothermique. Cet apport de chaleur doit être évalué dans nos expériences en présence d'un changement de phase

La première méthode pour estimer ce flux de chaleur latente est de le déduire des autres flux à l'aide du bilan thermique :

$$\dot{q}_{cl} = \dot{q}_{per} + \dot{q}_{corb} - \dot{q}_{cs} \quad 6.15$$

avec \dot{q}_{cs} le flux de chaleur sensible (W) ; \dot{q}_{cl} le flux de chaleur latente (W) ; \dot{q}_{per} le flux périphérique (W) ; \dot{q}_{corb} le flux de chaleur prélevée par la corbeille (W).

La deuxième méthode consiste à estimer tous les flux séparément. Ainsi, l'ajout du changement de phase dans le calcul du bilan thermique demande de modifier la deuxième approche en annexant les valeurs des paramètres thermiques sur les valeurs de température et en calculant le flux de chaleur latente à partir de l'énergie libérée par la transformation de l'eau en glace (équation 6.16).

$$Q_{CL} = -\Delta m_g L_F \quad 6.16$$

avec, Q_{CL} énergie libérée sous forme de chaleur latente (J), Δm_g la variation de la masse de glace (kg), L_F chaleur latente de changement de phase ($J \cdot kg^{-1}$). La chaleur latente de changement de phase correspond à l'énergie qu'il faut fournir pour faire fondre 1 kg de glace. Comme la réaction de solidification est une transformation exothermique, un signe moins est rajouté dans l'équation.

Les différentes étapes du bilan thermique sont présentées en Figure 129. Tout d'abord, nous commençons par définir les paramètres thermiques du milieu saturé et englacé ainsi qu'un intervalle de températures dans lequel nous considérerons que le changement de phase se produit : $[T_{solide} ; T_{liquide}]$. Ainsi, si une cellule a une température inférieure à T_{solide} , l'eau contenue sera considérée à l'état de glace. Si une cellule a une température supérieure à $T_{liquide}$, l'eau contenue sera considérée comme entièrement liquide. Entre ces deux températures, les valeurs des paramètres physiques du milieu évoluent linéairement entre les valeurs d'un milieu englacé et celle d'un milieu contenant de l'eau à l'état liquide (Figure 130). Comme la gamme de variation de la température du sol est faible, nous avons considéré que les paramètres thermiques sont constants pour un même état physique. Plus l'intervalle de température au sein duquel le changement de phase se produit est faible, mieux on représente la physique des phénomènes, mais plus on est sensible aux erreurs de mesures. Un compromis a été trouvé en fixant cet intervalle entre 0 et $-1^\circ C$.

Un dernier paramètre doit être pris en compte : l'effets de surfusion. La prise en glace ne se déclenche pas à la température de saturation, mais à une température inférieure qu'il faut déterminer. La rupture de surfusion se traduit par une remontée brutale de la température qu'il est possible d'identifier facilement sur les essais. Ce moment étant identifié (t_{surf}), il est alors possible de définir à partir de quel instant il faut prendre en compte le changement de phase dans les calculs.

Tout comme les expériences précédentes, nous réaliserons nos calculs sur le volume de contrôle 1 (i.e. zone 1). Le demi-plan de référence est discrétisé à l'aide d'une grille de mailles carrées d'un centimètre de côté, comme dans la partie précédente.

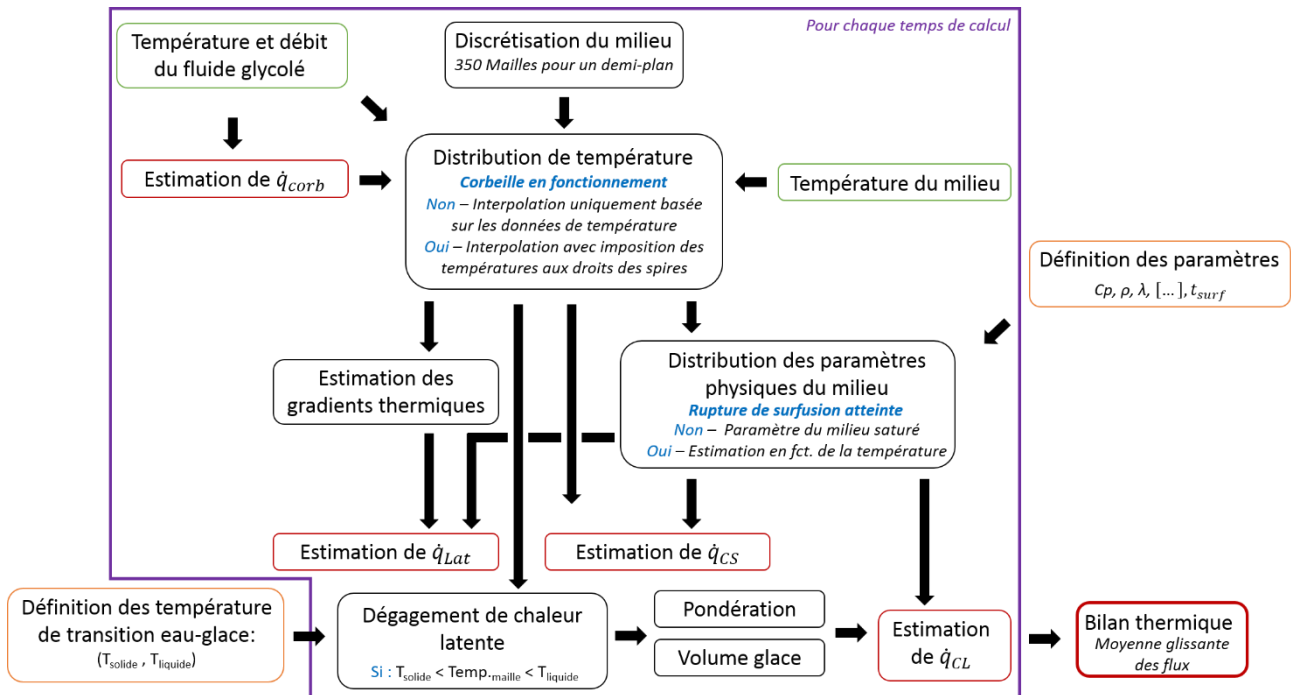


Figure 129. Etapes de calcul du bilan thermique dans le cas d'un changement de phase. En vert, les données acquises toutes les 60 secondes, en orange, les paramètres thermiques prédéfinis, en rouge les flux estimés.

Pour chaque pas de calcul (60 secondes), nous estimons d'abord le flux de prélèvement lié à la corbeille. Ensuite, nous calculons la distribution de température sur notre grille. Lorsque la corbeille est en fonctionnement, nous ajoutons la température du sol au droit des spires comme précédemment (équations 6.9 à 6.11). Puis, les paramètres physiques (ρ , λ , C_p) de chaque maille sont estimés à partir de sa température et si la rupture de surfusion est atteinte. Après cette étape, l'estimation du flux de chaleur sensible et périphérique est effectuée. Ensuite, si la rupture de surfusion a eu lieu, nous calculons la chaleur latente dégagée ou absorbée. Tout d'abord, nous sélectionnons toutes les cellules dont la température est comprise entre les températures de transition (T_{solide} , $T_{liquide}$). Puis pour chacune de ces cellules, un coefficient de pondération est calculé en fonction sa température (équation 6.17). Cette pondération est introduite pour prendre en compte qu'à chaque instant (i.e. le pas de calcul), une fraction de l'eau porale se transforme en glace. Ensuite, pour chaque cellule, nous estimons un volume de glace à l'échelle de la cuve à l'aide de l'équation 6.18. En réalité, ce que nous cherchons à déterminer est le volume de glace qui s'est formé entre deux temps de calcul. Ainsi, le volume de glace nouvellement formé est estimé à partir de la différence de volume de glace entre deux temps t_i et t_{i-1} (équation 6.19). Puis, à partir de ce volume de glace

néoformé et de la masse volumique de la glace, le flux de chaleur latente est calculé (équation 6.20). Enfin, les flux sont lissés avec une moyenne glissante.

$$\begin{cases} \text{Si } T_{solide} < T_{maille} < T_{liquide} & \text{alors } p = 1 - \left(\frac{T_{solide} - T_{maille}}{T_{solide} - T_{liquide}} \right) \\ \text{Si } T_{maille} < T_{solide} & \text{alors } p = 1 \end{cases} \quad 6.17$$

$$V_{maille\ glace}^{t_i} = 2 \pi R_{maille} (l_{maille})^2 \phi p \quad 6.18$$

$$V_{néo-glace}^{t_i} = \sum V_{maille\ glace}^{t_i} - \sum V_{maille\ glace}^{t_{i-1}} \quad 6.19$$

$$\dot{q}_{cl} = -V_{néo-glace}^{t_i} \rho_{glace} L_F \quad 6.20$$

avec, T_{solide} et $T_{liquide}$ les températures de transition (°C), T_{maille} la température de la maille (°C), p le coefficient de pondération (-), $V_{maille\ glace}^{t_i}$ et $V_{maille\ glace}^{t_{i-1}}$ les volumes de glace (m³) aux temps t_i et t_{i-1} , R_{maille} la distance du centre de la maille au centre de la cuve (m), l_{maille} la taille de la maille carrée (m), ϕ la porosité (-), $V_{néo-glace}^{t_i}$ le volume de glace nouvellement formée au temps t_i à l'échelle de la cuve (m³), \dot{q}_{cl} le flux de chaleur latente (W), ρ_{glace} la masse volumique de la glace (920 kg.m⁻³) et L_F la chaleur latente de changement de phase (334·10³ J.kg⁻¹).

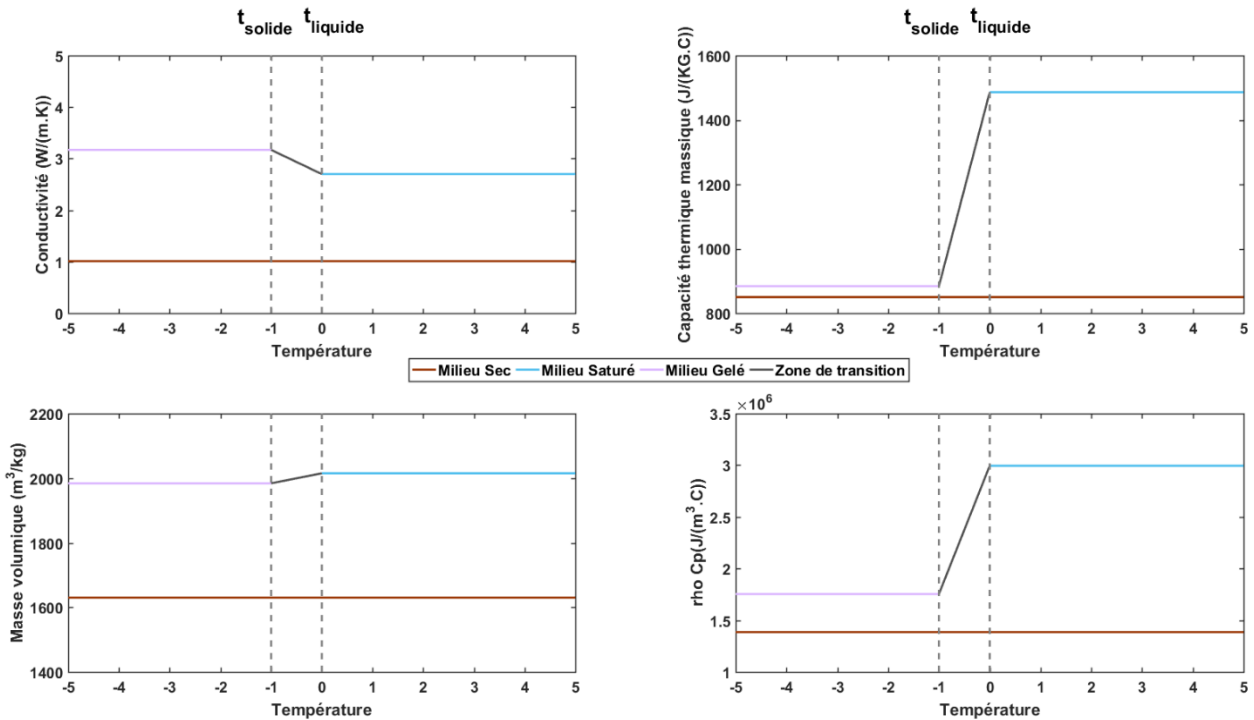


Figure 130. Evolution des paramètres physiques du milieu en fonction de la température.
L'évolution des paramètres physiques vis-à-vis ne s'applique qu'après la rupture de surfusion.

6.3.4. Application du bilan thermique aux essais avec changement de phase

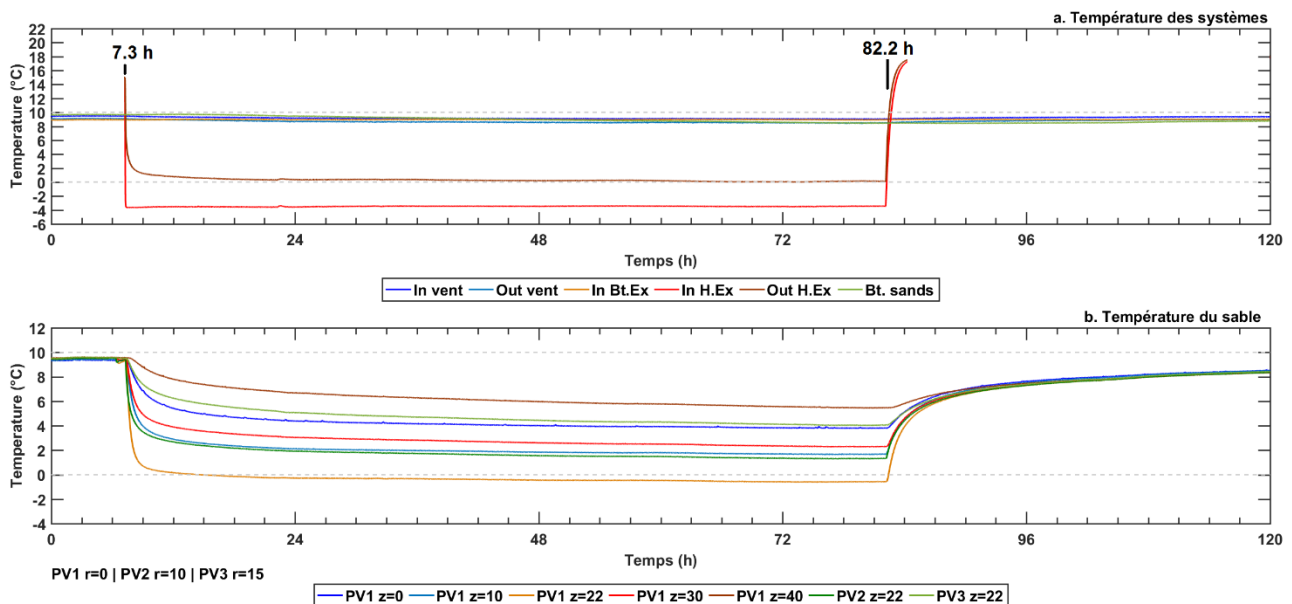
Comme dans la partie 6.3.2, les calculs thermiques dans le cas d'un changement de phase ont été appliqués d'abord à un essai avec un échelon de température (essai D) puis à un essai avec un cycle de prélèvement (essai E).

6.3.4.1. Essai D - Expérience en milieu saturé avec un échelon de température à -3.5°C

➤ *Conditions expérimentales*

L'essai avec un échelon de température est similaire aux essais A et C mais il présente un changement de phase. Ainsi, appliquer les calculs thermiques à cet essai nous permet de valider notre méthodologie de calcul dans des conditions expérimentales constantes et en l'absence de phénomène de surfusion.

Avant la mise en route de la corbeille, la température du milieu modèle est homogène et constante aux alentours de 9.5°C (Figure 131). La température du fluide glycolé entrant dans le refroidisseur basal est de $9.0 \pm 0.02^{\circ}\text{C}$ et celle de l'air entrant dans la cuve de $9.2 \pm 0.1^{\circ}\text{C}$. A partir de 7.3h, la corbeille est mise en route pendant 74.9 heures. Les températures du fluide glycolé entrant et sortant de la corbeille se stabilisent respectivement autour de -3.5 ± 0.05 et de $0.3 \pm 0.3^{\circ}\text{C}$ avec un débit de $12.3 \pm 0.05 \text{ L}\cdot\text{h}^{-1}$. La température minimale enregistrée au centre de la cuve (PV1 z = -0.15 m) est de -0.65°C (voir Figure 207, en Annexe O).



➤ Bilan thermique de l'essai D

Cet essai ne comporte pas de surfusion, ainsi dès la mise en route de la corbeille, un noyau de glace se forme autour des spires puis s'étend (Figure 132). Dans cette figure, nous n'avons pas calculé le bilan thermique après l'arrêt de la corbeille. En effet partir de cet instant-là, il n'est plus possible d'imposer la température au droit des spires et ainsi, l'interpolation des températures provoquerait un saut « artificiel » des flux. Le flux de chaleur latente calculé à partir des températures est faible et oscille autour de -0.4 ± 1.8 W ce qui est cohérent avec le fait qu'à chaque pas de calcul une petite fraction d'eau se transforme en glace. Le volume de glace maximal est de $0.9 \cdot 10^{-3} \text{ m}^3$, estimé = 73.1 h (Figure 208, Annexe O). Le flux de chaleur latente calculé à l'aide du bilan thermique n'est pas correct en début d'essai. En effet, ce dernier est positif et est corrélé au flux périphérique ce qui laisse penser à une erreur dans l'estimation du flux périphérique et dans la valeur de la conductivité thermique du milieu saturé. Ensuite, ce flux de chaleur latente calculé à l'aide du bilan thermique oscille autour de -0.09 ± 0.9 W (entre 32h et 82.2h). En réalité, pour cet essai avec un échelon de température, le flux de chaleur latente est tellement faible à chaque instant qu'il est difficilement quantifiable à partir des données de température. Afin de mieux quantifier ce flux, il faudrait savoir précisément pour chaque instant, la quantité de glace néoformée.

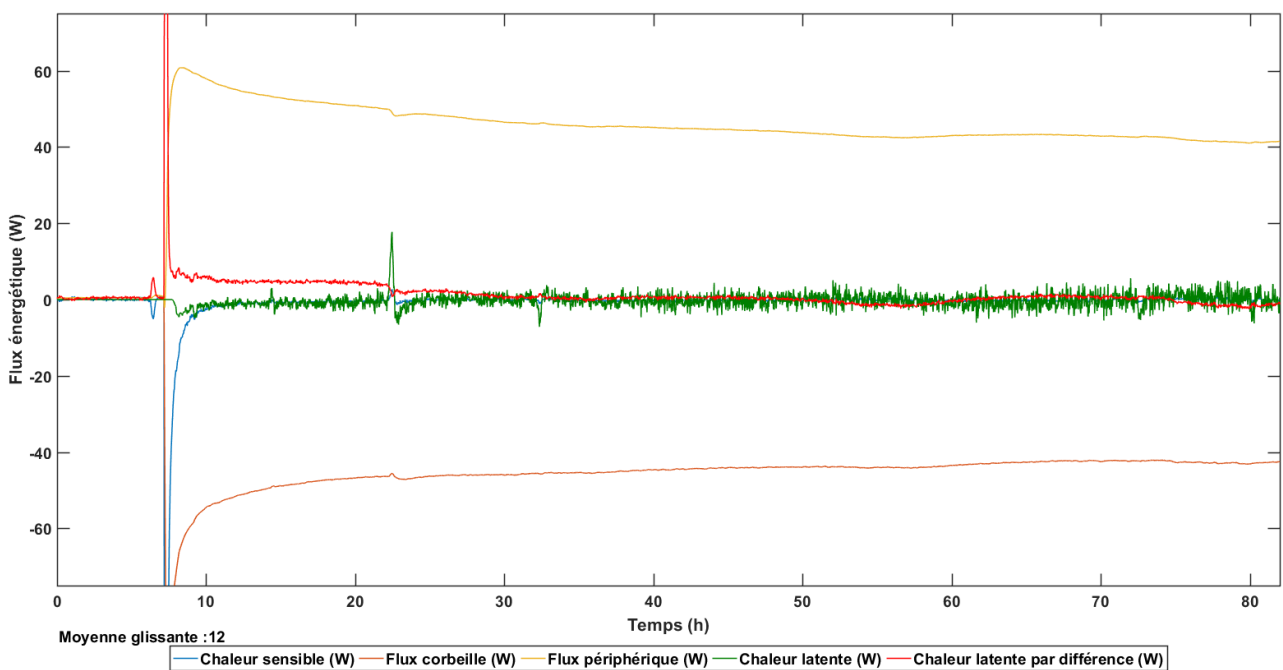


Figure 132. Bilan thermique de l'essai D.

Le bilan thermique a été calculé en utilisant les températures de transition suivantes : $T_{solide} = -1.0$, $T_{liquide} = 0.0^\circ\text{C}$ et sans phénomène de surfusion ($t_{surf} = 0$ h). Les flux de chaleur latente sont calculés soit à partir d'une estimation de l'énergie libérée par le gel de l'eau (courbe verte) soit à l'aide du bilan thermique i.e. par différence des flux (courbe rouge). Les flux ont été lissés à l'aide d'une moyenne glissante de 12 min. la corbeille est en fonctionnement entre 7.3 h et 82.2h.

6.3.4.2. Essai E - Expérience en milieu saturé avec cycle de prélèvement

Nous avons appliqué le calcul thermique à un essai avec changement de phase induit lors de cycles de prélèvement de chaleur par la corbeille. Cet essai est similaire à l'essai B effectué en milieu sec. L'intérêt de cet essai est que les conditions expérimentales se rapprochent plus des conditions d'utilisation normales des corbeilles géothermiques et avec une dynamique de transferts thermiques plus complexe. De plus, pour cet essai les observables géophysiques issus du monitoring ont été traités (Chapitre 7).

➤ Conditions expérimentales

Cet essai consiste à reproduire le cycle de prélèvement typique d'une corbeille géothermique, au cours d'une année, dans le cas d'un milieu saturé. Cet essai dure au total ≈ 738 h et se compose de deux phases : une phase d'initialisation de 0 à environ 345 h et une phase avec prélèvement d'environ ≈ 345 à 738h (Figure 133). La première phase initie les conditions expérimentales à l'aide de 4 cycles de 86.4 h. Au cours de chaque cycle, la température de l'air entrant dans la cuve varie entre 0 et 20°C.

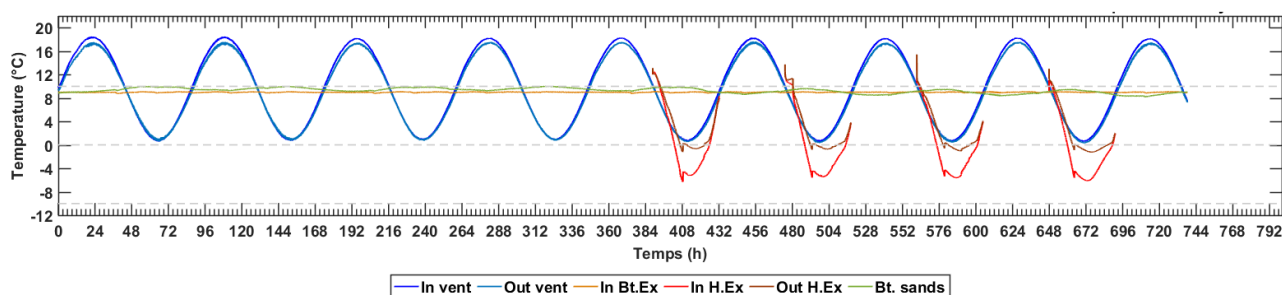


Figure 133. Evolution des températures du système pour la totalité de l'essai E.

Labels : In vent / Out vent – température de l'air en entrée et en sortie de la cuve ; In Bt. Ex – température du fluide glycolé entrant dans l'échangeur en bas de la cuve ; In. H.Ex / Out H.Ex – température du fluide glycolé en entrée et en sortie de la corbeille ; Bt. Sands : température du sable à 45 cm du fond de la cuve ;

Comme la deuxième phase est celle qui nous intéresse, nous présenterons par la suite uniquement le dernier cycle de la phase d'initialisation et les cycles de prélèvement. La deuxième phase se compose de 4 cycles. Lorsque la température de l'air entrant dans la cuve est inférieure à 10°C, la corbeille est mise en marche (Figure 134). Ainsi, pour chaque cycle, la corbeille géothermique est en fonctionnement pendant un demi-cycle soit 43.2 h. La puissance de la corbeille augmente progressivement pour atteindre au maximum une puissance de soixante watts. En fonction de la température du fluide glycolé, le débit de la corbeille varie entre 17.0 et 11.4 L.h⁻¹ (Figure 209). A noter que dans l'essai B, la régulation de la corbeille s'effectue en température alors que dans cet essai, la corbeille est régulée en puissance.

Durant la totalité de l'essai, la température de l'eau glycolée entrant dans le refroidisseur basal est de 8.9 ± 0.05 °C permettant d'avoir une température constante du milieu poreux en base de cuve

de $9.3 \pm 0.4^\circ\text{C}$ (Figure 134). Le niveau piézométrique de la cuve est sub-affleurant et est estimé constant durant la totalité de l'essai puisqu'une bâche plastique recouvre la surface du sable pour éviter l'évaporation et que la cuve a perdu peu d'eau (environ 3.3kg sur l'essai, Figure 210). Le monitoring de température a été effectué avec une fréquence d'acquisition d'une minute. Les données de température indiquent un état de surfusion après la mise en marche de la corbeille qui est reproductible (Figure 134b). Les données de températures acquises sont présentées en Figure 211.

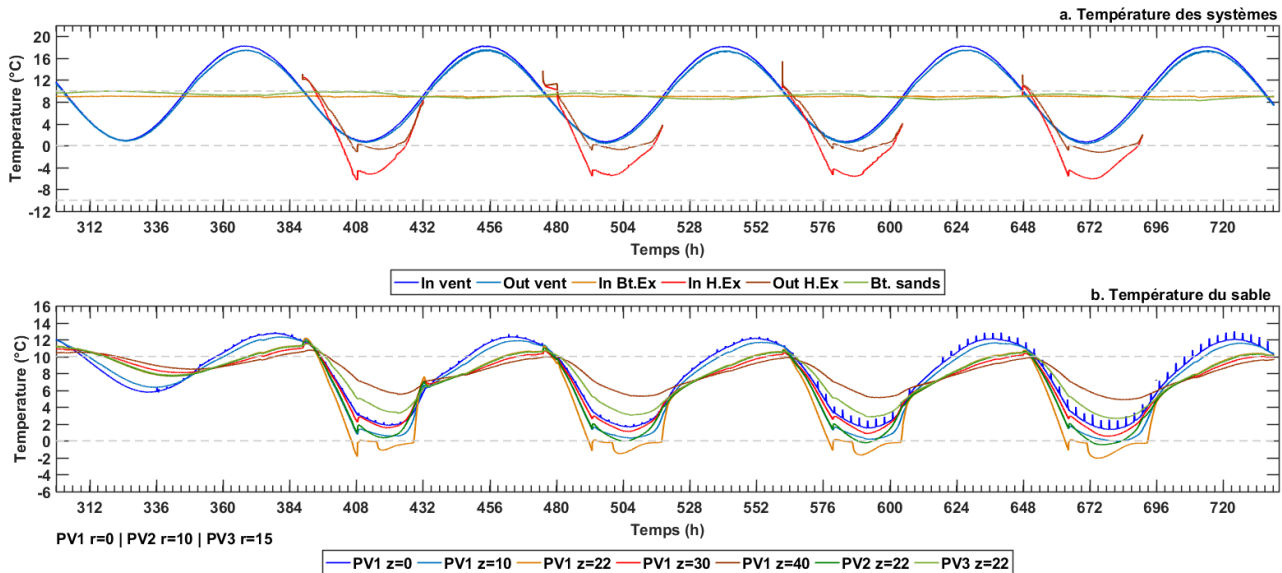


Figure 134. Evolution des températures au cours des cinq derniers cycles de l'essai E.

a) Température des systèmes, b) Température du sable. La corbeille géothermique est en fonctionnement entre 90.7 – 135.1 h, 177.1 – 219.5 h et 263.4 – 305.9 h. Labels : In vent / Out vent – température de l'air en entrée et en sortie de la cuve ; In Bt. Ex – température du fluide glycolé entrant dans l'échangeur en bas de la cuve ; In. H.Ex / Out H.Ex – température du fluide glycolé en entrée et en sortie de la corbeille ; Bt. Sands : température du sable à 45 cm du fond de la cuve ; PV – Profil vertical ; z – profondeur en cm ; r – distance radiale en cm.

➤ Bilan thermique de l'essai E

Nous avons choisi de présenter en Figure 135, le bilan thermique du dernier cycle de prélèvement puisque les phénomènes transitoires sont supposés être réduits. Le bilan thermique peut se décomposer en six phases :

- une première phase (I) où les flux sont quasi-nuls puisqu'il n'y a pas de prélèvement
- une seconde phase (II) de courte durée correspondant à une phase transitoire liée à la mise en route de la corbeille.
- une troisième phase (III) où les flux augmentent sauf le flux de chaleur latente puisque les données de température indiquent un état de surfusion.
- une quatrième phase (IV) commençant par une rupture de surfusion à $\approx 661\text{h}$ qui provoque la formation d'un noyau de glace et donc le dégagement d'énergie sous forme de chaleur latente.
- une cinquième phase (V) correspondant à la diminution de la puissance prélevée par la corbeille qui provoque la fonte du noyau de glace. En théorie, le flux de chaleur latente doit

s'inverser puisque le système emmagasine de l'énergie. Le début de cette phase ne peut être déterminé précisément.

- une sixième phase (VI) correspondant à l'arrêt de la corbeille géothermique et à l'atténuation de l'anomalie thermique résiduelle.

Jusqu'à la rupture de surfusion, le bilan thermique indique un comportement similaire à l'essai B (essai en sable sec). L'augmentation de la puissance prélevée provoque rapidement la descente en température du sol proche de la corbeille et donc la diminution du flux de chaleur sensible jusqu'à -6.2 ± 0.7 W (entre 653 et 663 h). Durant ces phases (II, III) le flux périphérique augmente pour compenser l'augmentation de la puissance de la corbeille. À la différence des essais précédents, la rupture de surfusion provoque plusieurs effets. Tout d'abord, le changement de phase modifie les paramètres thermiques du milieu et augmente la température du sol qui va geler à 0°C provoquant ainsi un pic positif du flux de chaleur sensible (≈ 23.1 W à 663.7 h, Figure 136). Ensuite, le flux de chaleur sensible va devenir rapidement quasi-nul jusqu'à l'initiation de la fonte du noyau de glace en fin de la phase V. Ce flux est quasi-nul (-0.3 ± 1.2 W) car la température du milieu dans notre zone de calcul ne varie presque plus durant le changement de phase. La deuxième conséquence du changement de phase est la diminution rapide du flux périphérique de ≈ 61 W à 52 W.

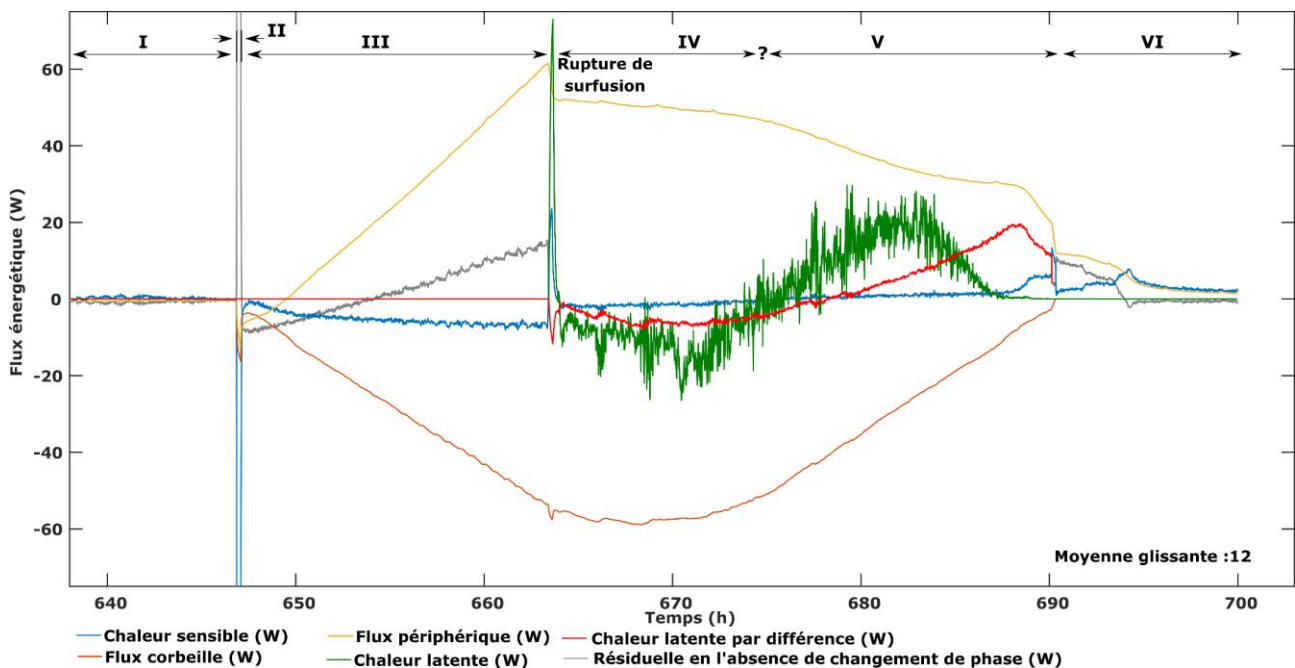


Figure 135. Bilan thermique du dernier cycle de corbeille de l'essai E.

Le bilan thermique a été calculé avec les températures de transition suivantes : $T_{solide} = -1.0$, $T_{liquide} = 0.0^{\circ}\text{C}$. D'après les données de température, la rupture de surfusion a eu lieu à $t_{surf} = 664.3$ h. Les flux ont été lissés à l'aide d'une moyenne glissante de 12 min. Les flux de chaleur latente sont calculés soit à partir d'une estimation de l'énergie libérée par le gel de l'eau (courbe verte) soit à l'aide du bilan thermique i.e. par différence des flux (courbe rouge). En dehors du changement de phase, les flux de chaleur latente sont mis artificiellement à 0.0 W et une résiduelle peut être calculée comme étant la différence entre les flux de corbeille, de chaleur sensible et périphérique.

En ce qui concerne le flux de chaleur latente calculé à l'aide du bilan thermique, il est mis artificiellement à 0.0 W avant la rupture de surfusion et après la disparition du noyau de glace (à partir de la phase VI). À la rupture de surfusion, le flux de chaleur latente calculé par différence des flux décrit un pic négatif à -16.3 W, lié à la transformation rapide de l'eau en glace. Ensuite, ce flux de chaleur latente reste négatif en moyenne à -4.6 W jusqu'à 678.7 h. L'augmentation de l'énergie prélevée par la corbeille est compensée par une augmentation en valeur absolue du flux de chaleur latente. Par la suite, la diminution de la puissance de la corbeille implique dans un premier temps une diminution du volume de glace créé à chaque instant puis sa fonte (Figure 134). Conjointement à cette phase V, une diminution du flux périphérique et une augmentation du flux de chaleur latente sont observées. Le flux de chaleur latente devient positif, reflétant la fonte de la glace. Durant cette phase, le flux périphérique diminue lentement car l'énergie apportée par l'extérieur du système est utilisée principalement pour la fonte de la glace. Juste avant l'arrêt de la corbeille (entre ≈ 689 et 690.5 h), le flux périphérique diminue brusquement lorsque le noyau de glace a presque totalement fondu d'après les données thermiques (Figure 134 et Figure 211). Il y a alors moins d'énergie à apporter de l'extérieur pour répondre à la demande de prélèvement et à la fonte du faible volume de glace restant. L'arrêt de la corbeille à 690.4 h (phase VI) provoque immédiatement une deuxième diminution du flux périphérique qui est alors utilisé pour atténuer l'anomalie thermique et donc augmenter la chaleur sensible du milieu.

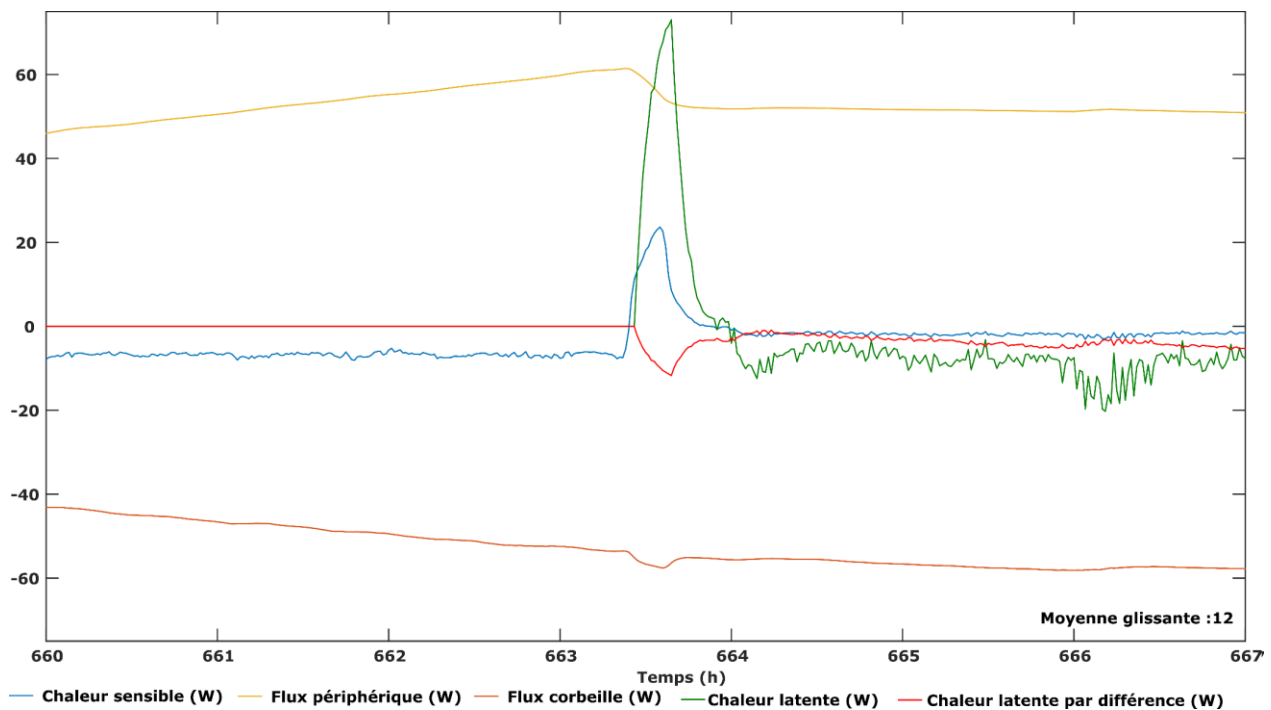


Figure 136. Bilan thermique au niveau de la rupture de surfusion (essai E).

Le bilan thermique a été calculé avec les températures de transition suivantes : $T_{solide} = -1.0$, $T_{liquide} = 0.0^{\circ}\text{C}$. D'après les données de température, la rupture de surfusion a eu lieu à $t_{surf} = 664.3$ h. Les flux ont été lissés à l'aide d'une moyenne glissante de 12 min. Les flux de chaleur latente sont calculés soit à partir d'une estimation de l'énergie libérée par le gel de l'eau (courbe verte) soit à l'aide du bilan thermique i.e. par différence des flux (courbe rouge). En dehors des changements de phase, les flux de chaleur latente sont mis artificiellement à 0W et une résiduelle peut être calculée comme étant la différence entre les flux de corbeille, de chaleur sensible et périphérique.

Le flux de chaleur latente calculé à partir des températures a un caractère bruité même après le lissage par une moyenne glissante. Ce bruit est inhérent à la méthode de calcul. De plus, le flux de chaleur latente décrit un pic positif après la rupture de surfusion qui va à l'encontre de la théorie et du flux de chaleur latente calculé par différence (Figure 136). En réalité, ce pic positif est lié à notre estimation du volume de glace néoformé. En effet, ce volume est calculé par une différence de volume de glace estimé entre deux temps (V^{t_i} , $V^{t_{i-1}}$, équation 6.19), en sachant que ces volumes de glace sont estimés à partir de la température du milieu. Or avant la rupture de surfusion, le milieu est globalement plus froid puisqu'au moment du changement de phase, la température du milieu remonte et est constante à $\approx 0^\circ\text{C}$. Ainsi, le volume de glace estimé au temps précédant est supérieur au volume de glace à l'instant t_i . En d'autre terme, la méthode de calcul n'est valable qu'après la remontée locale de température liée à la rupture de surfusion. D'un point de vue général, le flux de chaleur latente est faible mais négatif (en moyenne à -11.2 ± 4.9 W, entre 664 et 673h) durant la phase IV. Ce flux faible est cohérent avec la dynamique de l'essai puisqu'après la formation du noyau de glace ce dernier s'étend lentement. Ainsi à chaque instant un faible volume de glace se forme. Ensuite, avec la diminution de la puissance de la corbeille, le flux de chaleur latente devient globalement positif indiquant la fonte du noyau de glace. Par rapport au flux de chaleur latente calculé par différence, la fonte du noyau de glace se termine plus rapidement ce qui est lié au choix des températures de transition.

6.4. Discussion

➤ *Bilan thermique et dynamique des flux*

Les bilans thermiques ont montré que peu de temps après l'allumage de la corbeille, la chaleur sensible du volume de contrôle diminue rapidement. Ce flux de chaleur sensible est plus important dans le cas d'un milieu saturé. En effet, la capacité calorifique et la masse volumique sont plus élevées dans un milieu saturé que dans un milieu sec. Autrement dit, l'augmentation de la saturation du milieu produit un effet conjoint positif sur le flux de chaleur sensible, lié au produit ρC_p (Figure 130). Cependant, le flux de chaleur sensible reste faible par rapport aux autres flux. En effet, l'énergie prélevée par la corbeille géothermique provient majoritairement d'un transfert d'énergie depuis le système extérieur. Comme d'autres études l'ont déjà démontrée (e.g. [Moch, 2013](#)), il est donc nécessaire de disposer les corbeilles assez loin les unes des autres afin de limiter l'affaiblissement du flux périphérique. Le paramètre conditionnant ce flux est la conductivité thermique du milieu qui est bien plus élevée pour le milieu saturé. Autrement dit, en excluant les phénomènes convectifs, les milieux saturés permettent un meilleur apport par le flux périphérique.

Enfin, la chaleur latente dégagée par le gel du sol est une source non négligeable de chaleur bien que difficilement quantifiable à partir des données de températures. Outre le fait que le gel du sol peut apporter rapidement un surcroît d'énergie au système dans le cas d'une rupture de surfusion, ce flux permet de limiter et dans certains cas d'éviter l'augmentation du flux périphérique (e.g. essai E). En d'autres termes, provoquer le changement de phase dans le sol permet de maximiser l'énergie extraite du sol près de l'échangeur et de limiter l'extension spatiale de l'anomalie thermique puisque la frontière du noyau de glace a une température constante de 0.0°C. Ce faisant, le changement de phase permet de limiter la descente en température du sol au niveau de l'échangeur offrant ainsi de meilleures conditions de fonctionnement pour la pompe à chaleur.

➤ *Biais*

Le premier biais est lié à l'interpolation des données de température. Lorsque la corbeille n'est pas en fonctionnement, l'interpolation des températures utilise les données acquises, dans ce cas le biais est lié aux erreurs de mesure. Lorsque la corbeille est en fonctionnement, nous estimons la température du sol au droit des spires. Sans cette estimation, la distribution de température sera fortement biaisée puisque la zone la plus froide sera placée au centre de la cuve et non au niveau des spires. Cependant, en toute rigueur notre calcul de l'estimation des températures au droit des spires n'est valide qu'en régime quasi-statique ce qui n'est pas le cas pendant toute la durée des essais. De plus, pour les essais avec un arrêt brutal de la corbeille, la distribution de température varie

brutalement (suppression de points de calage) ce qui peut provoquer une discontinuité dans les flux (e.g. essai D).

Le deuxième biais est lié aux valeurs des paramètres thermiques. En effet, ces derniers ont été estimés à partir de mesures ou extraits de références bibliographiques (Table 20). Une mauvaise estimation des paramètres thermiques conduit à une mauvaise estimation des flux. Par exemple, la Figure 137 correspond au flux périphérique calculé pour l'essai E en prenant en compte différentes valeurs de conductivité thermique du milieu saturé. Ainsi, une diminution de la conductivité thermique du milieu saturé implique une diminution du flux périphérique et de la résiduelle avant la rupture de surfusion ainsi qu'une augmentation de la résiduelle après la rupture de surfusion. De plus, la première partie de la Figure 126, plus précisément de 0.0 à 90.7 h, montre un flux de surface et une résiduelle fluctuants et corrélés au front thermique de surface cela signifie que nous estimons mal soit le flux venant de la surface soit le flux de chaleur sensible. Cette mauvaise estimation des flux pourrait être expliquée par une erreur sur les valeurs des paramètres thermiques (Figure 137).

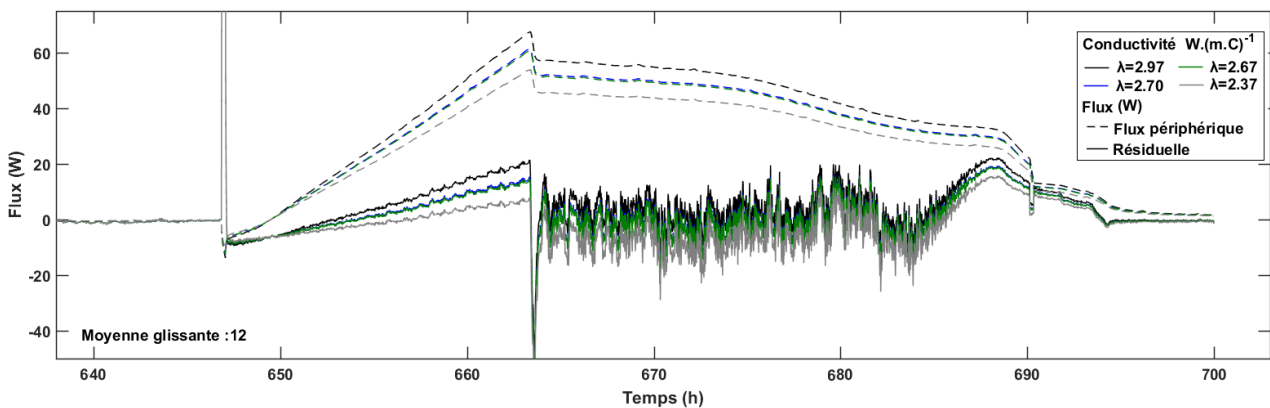


Figure 137. Impact de la conductivité thermique du milieu saturé sur le flux périphérique pour l'essai E.

La conductivité thermique du milieu saturé utilisée dans le calcul du bilan thermique est de $2.70 \text{ W.m}^{-1}.\text{C}^{-1}$. Afin d'identifier l'impact de la variation de cette conductivité, le flux périphérique et la résiduelle ont été calculé en considérant des conductivités de 2.97 (soit $+10\%$), de 2.67 (-10%) et $2.37 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ (soit -20%).

Afin de réduire le caractère bruité du bilan thermique, nous avons opté pour l'utilisation d'une moyenne glissante. Dans le cas du calcul du bilan thermique avec changement de phase, le flux de chaleur latente calculé à partir des données de températures reste bruité (Figure 135). Pour réduire ce bruit, nous avons moyenné sur 12 minutes le volume de glace néoformé ($V_{\text{néo-glace}}^{t_i}$, équation 6.19) avant de calculer le flux de chaleur latente. Puis, l'ensemble des flux ont de nouveau été moyennés sur 12 minutes. Ce test a été mené pour l'essai E (Figure 138) et le nouveau flux ainsi calculé est moins bruité tout en suivant la même tendance. Ce test indique que le flux de chaleur latente est bruité à cause de l'estimation du volume de glace-néoformé et qu'il est envisageable d'améliorer le bilan thermique en lissant ce volume.

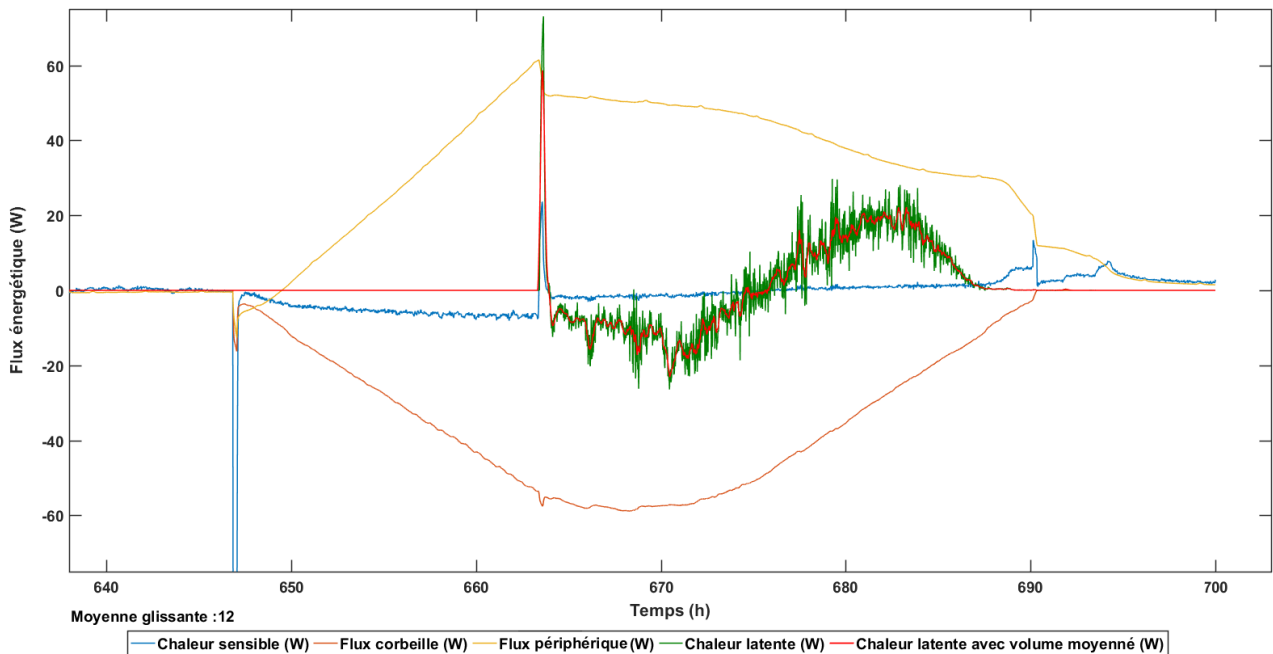


Figure 138. Calcul du flux de chaleur latente à partir du volume de glace moyenné (essai E)
 Le flux de chaleur latente estimé à partir du volume de glace néoformée est bruité, même en moyennant les flux sur 12 minutes (courbe verte). Un moyen pour réduire ce bruit est de moyenner le volume de glace néoformé sur 12 minutes puis de calculer le flux de chaleur latente et de le moyenner de nouveau sur 12 minutes. Le flux de chaleur latente ainsi obtenu suit la tendance générale observée précédemment tout en étant moins bruité (courbe rouge).

La méthode précédente en lissant les volumes permet de lisser le bruit et de compenser l'erreur sur les mesures de températures. Mais, il est aussi intéressant de quantifier l'erreur des flux estimés. Dans notre méthodologie, il est difficile de calculer des intervalles de confiance pour les flux estimés puisqu'il y a plusieurs sources d'erreurs. Un moyen simple de vérifier si l'estimation des flux est correcte est de calculer une résiduelle.

➤ *Quantification du volume de glace*

Les essais avec le changement de phase ont montré qu'il est difficile d'estimer le flux lié au dégagement de la chaleur latente à partir des données de température. En effet, le flux de chaleur latente est bruité ce qui est dû à notre méthode de détection du volume de glace. Dans notre cas, nous avons pris comme critère $T_{liquide} = 0.0^{\circ}\text{C}$, puisqu'après la rupture de surfusion, toute maille dont la température est inférieure à 0°C est supposée être en train de geler ou être gelée. Cependant, le bruit sur les mesures de températures biaise l'estimation du volume de glace. Ce bruit peut faire osciller pendant quelques minutes, la température d'une maille autour de 0°C ce qui provoque « artificiellement » des cycles de gel/dégel bruitant les courbes de volume de glace estimés et néoformés (Figure 139b) et le flux de chaleur latente. En supposant qu'une fois que la maille est gelée sa température descend « rapidement » en dessous de 0.0°C , il est possible de diminuer la température du critère $T_{liquide}$ (e.g. -0.1°C) dans le but de limiter cette fluctuation. Cependant, cela entraîne une

sous-évaluation du volume de glace formé. (e.g. courbes bleue et jaune dans la Figure 139a) et peut provoquer un retard de la réponse du flux de chaleur latente pour des essais sans surfusion.

Il est aussi intéressant d'analyser l'impact de la variation du critère T_{solide} . Pour le calcul des bilans thermiques, nous avons pris comme critère $T_{solide} = -1.0^{\circ}\text{C}$. Or cette température pourrait être plus proche de 0°C puisque lorsque le changement de phase est terminé la température peut redescendre en dessous de 0°C . Ainsi, diminuer cette température consiste pour une distribution donnée à augmenter le volume de glace puisque le coefficient de pondération (équation 6.17) serait plus vite maximal (e.g. courbes rouge et violet dans la Figure 139). Par exemple, pour des températures T_{solide} de -1.0 , -0.5 , -0.25°C , le volume maximal de glace estimé est respectivement égal à 0.0042 , 0.005 et 0.0053 m^3 soit une variation de 26% du volume de glace de référence. La température T_{solide} détermine aussi l'instant où la glace va commencer à fondre (Figure 139b). Ce paramètre peut alors être modifié pour mieux ajuster le flux de chaleur latente avec la dynamique de l'essai.

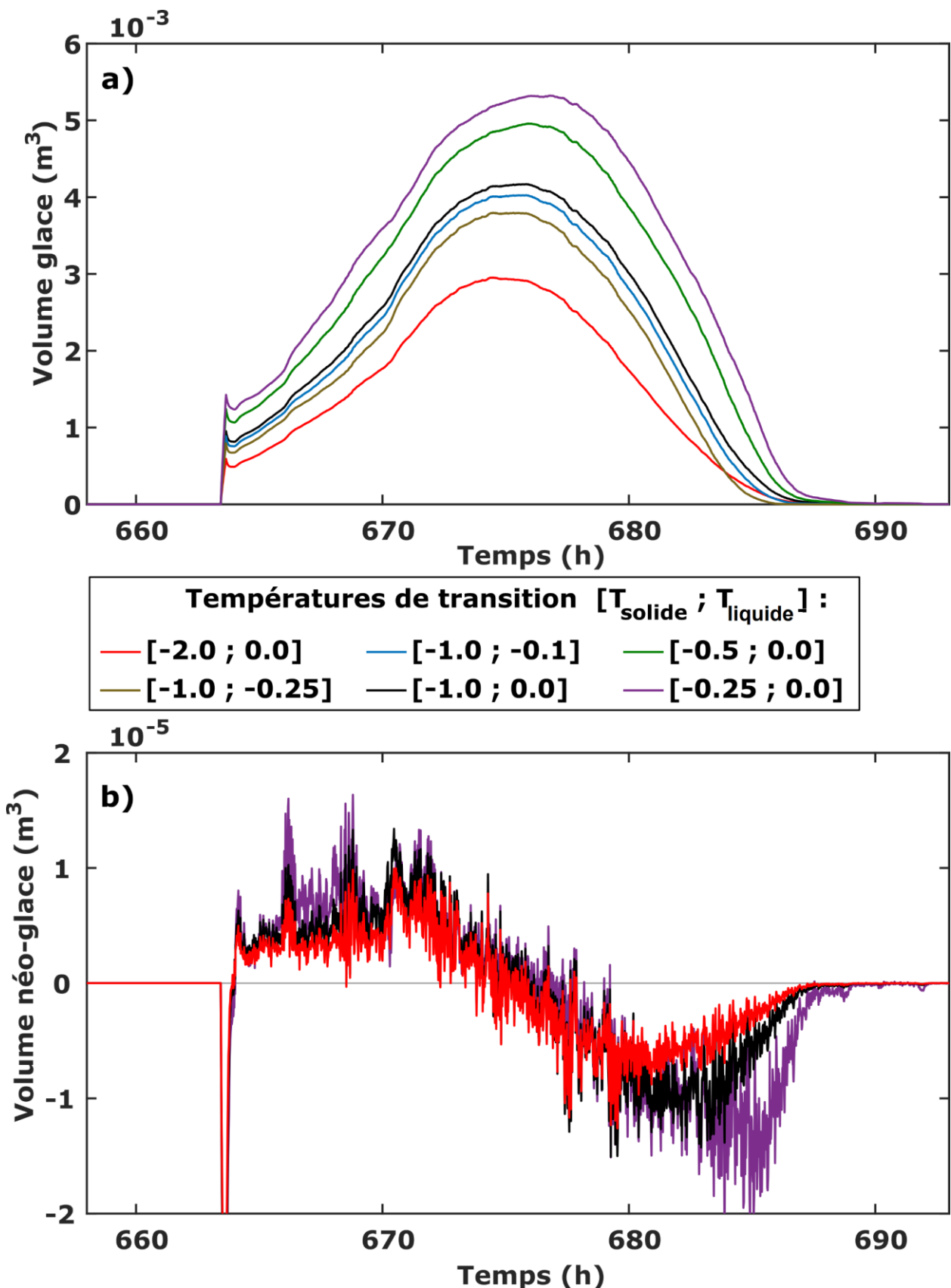


Figure 139. Variations du volume de glace formé et néoformé en fonction des températures de transition (essai E)

Estimation du volume de glace (a) et du volume de glace en cours de transformation (b) en fonction de différentes températures de transition. A noter que les bilans thermiques ont été calculés avec $[T_{\text{solide}} ; T_{\text{liquide}}] = [-1.0 ; 0.0]^{\circ}\text{C}$ ce qui correspond aux courbes noires. Un volume de glace néoformé positif indique une solidification de l'eau et un volume négatif la fonte de la glace.

6.5. Conclusions et perspectives

L'expérience analogique a été développée dans le but de mieux comprendre les transferts thermo-hydrauliques lors du prélèvement de chaleur lié au fonctionnement de corbeilles géothermiques. Cette expérience devait permettre d'étudier l'évolution des différents flux thermiques au cours du temps, selon des dynamiques de prélèvement différentes et dans des milieux plus ou moins saturés. De plus, elle doit permettre de vérifier que la recharge thermique au cours d'un cycle de prélèvement s'effectue complètement permettant une utilisation de la ressource sur le long terme.

Pour répondre à ces problématiques, nous avons reproduit les principales conditions environnementales et caractéristiques des corbeilles géothermiques dans cette expérience selon un facteur de réduction de 10 pour les dimensions spatiales et de 100 pour la dimension temporelle. Ainsi, cette expérience est capable de simuler : i) la pénétration d'un front thermique plan provenant de la surface à l'aide d'une soufflerie, ii) une température constante en profondeur et sur les bords à l'aide d'un échangeur et d'une garde thermique, iii) le prélèvement de chaleur lié à la corbeille avec un échangeur de taille réduite placé au centre de la cuve, iv) les précipitations et la variation du niveau piézométrique. Le milieu modèle utilisé est composé principalement d'un sable fin siliceux afin d'avoir un milieu homogène et pour conserver l'aspect axisymétrique de l'expérience. Le suivi des essais a été effectué à l'aide de 60 thermocouples dont au maximum 54 capteurs dédiés à l'enregistrement de la température du milieu.

Après les tests de validation du fonctionnement de l'expérience, nous avons mené principalement deux types d'essais (un échelon de température et un cycle de prélèvement) dans le cas d'un milieu sec et d'un milieu totalement saturé. A partir de ces essais, nous avons calculé les bilans thermiques afin de suivre l'évolution des différents flux et d'identifier les sources principales.

Le bilan thermique se décompose en quatre termes : i) un flux de prélèvement calculé à partir de la température et du débit du fluide glycolé circulant dans la corbeille, ii) un flux lié à la chaleur sensible du milieu calculé à partir de l'évolution de la température du sable, iii) un flux périphérique correspondant à l'énergie apportée par l'extérieur et estimé à partir du gradient de température, iv) un flux lié à la chaleur latente libérée par la formation de glace, déterminé à partir des mesures de température. La mise en route de la corbeille géothermique provoque l'augmentation du flux de prélèvement et l'épuisement rapide du flux de chaleur sensible en raison de la diminution de la température du sol. Cet épuisement est compensé par l'augmentation du flux périphérique tant qu'il n'y a pas de changement de phase. Après la diminution de la température du sol proche de la corbeille, le flux de chaleur sensible devient donc négligeable, si bien que la corbeille prélève l'énergie située à l'extérieur du système. Le changement de phase provoque un saut du flux de chaleur sensible et une

augmentation du flux de chaleur latente, ce qui induit une diminution du flux périphérique. Le saut du flux de chaleur sensible est vite résorbé pour redevenir nul tant que la transformation eau-glace n'est pas finie et que le noyau de glace ne reprend pas sa descente en température. Finalement, l'énergie prélevée dans le sol provient principalement du flux périphérique même lors du changement de phase. Le flux de chaleur latente est bruité à cause de la méthode d'estimation du volume de glace utilisée.

Au vu des résultats, il serait intéressant d'effectuer un essai où la puissance prélevée par la corbeille soit suffisamment importante pour provoquer la diminution en température du noyau de glace. Ainsi, avec la diminution de la température de ce dernier, nous pourrions de nouveau avoir une libération de chaleur sensible en son sein et peut être mieux cerner la propagation du front de gel et donc mieux estimer le flux de chaleur latente. Autrement dit, bien que l'essai D soit un essai classique en thermique et que notre essai E simule le prélèvement annuel d'une corbeille, ces essais ne provoquent pas une descente en température suffisamment importante pour atteindre la teneur en eau résiduelle et pour avoir un noyau de glace qui descende en température.

Enfin, dans cette partie, nous estimons le volume de glace à partir des mesures de température et d'un critère sur ces températures. Une autre méthode qui peut être envisagée est de calculer le volume à partir de courbes de gel comme dans les expériences précédentes (Chapitre 3). Cependant, cette méthode nécessite de calibrer les courbes de gel soit à partir de mesures de résonance magnétique nucléaire (Watanabe and Mizoguchi, 2002) soit à partir de mesures géophysiques. Cette méthode demande aussi de s'assurer que cette loi de calibration est valide pour l'essai considéré pour toutes les mailles. Dans le cas de l'essai E avant d'envisager l'utilisation des courbes de gel issues de mesures de résistivité, nous devons déterminer la capacité de la tomographie électrique de résistivité à détecter précisément l'extension d'un noyau de glace.

Chapitre 7. Monitoring géophysique pour l'essai en milieu totalement saturé et puissance variable (essai E)

Comme énoncé dans l'état de l'art (Chapitre 1), à notre connaissance il n'existe pas d'étude sur le suivi temporel de la conductivité électrique au sein d'une cuve pour suivre l'évolution des températures et la formation d'un noyau de glace. Ainsi, dans ce chapitre nous exploitons dans ce chapitre le premier jeu de données après avoir développé l'expérience analogique et le dispositif géophysique.

Ce suivi temporel géophysique a été élaboré pour suivre l'évolution des températures du milieu, pour détecter et pour cartographier la formation d'un noyau de glace. Nous avons choisi de traiter les données à l'aide d'une inversion classique afin de répondre à un double objectif : i) estimer la capacité du suivi temporel de la conductivité électrique, ii) vérifier s'il est possible d'optimiser la gestion de la ressource à partir d'un suivi géophysique et sans avoir recours à des inversions complexes (e.g. inversion jointe). Autrement dit, le but est de vérifier si un suivi géophysique associé à une méthode de traitement basique et rapide est un moyen simple d'instrumentation les corbeilles géothermiques dans le but de mieux gérer le prélèvement de chaleur.

Afin d'estimer les capacités du suivi géophysique, nous avons choisi d'inverser les données sans ajouter d'a priori ou de données de température. En effet, utiliser une inversion trop contrainte ou une inversion jointe rendra difficile l'estimation dans le résultat de ce qui est lié aux observables géophysiques ou aux observables de température.

Comme nous l'avons mentionné dans la partie 6.2.6, le suivi géophysique n'a pas pu être effectué au cours des essais en milieu sec. Par contre, un suivi géophysique a été effectué pour tous les essais en milieu saturé. Le traitement des données est un processus long à cause du processus d'inversion lié à la quantité de données acquises. Ainsi, nous avons choisi d'exploiter uniquement les observables géophysiques acquises au cours de l'essai E puisque cet essai simule le fonctionnement annuel des corbeilles géothermiques alternant des phases de gel et dégel du sol.

Au total, cet essai se compose de deux phases chacune étant composée de quatre cycles. Durant chaque cycle de 86.4 h, la température de l'air entrant dans la cuve suit une fonction sinusoïdale oscillant entre 0.0 et 20°C, permettant de simuler la propagation du front thermique dans le sol. Durant la première phase, quatre cycles sans prélèvement de chaleur par l'échangeur sont effectués afin de réduire les effets transitoires. Durant le dernier cycle de cette première phase, un monitoring géophysique est réalisé. La deuxième phase consiste à simuler quatre cycles de prélèvement de chaleur liés à l'utilisation de la corbeille géothermique. Pour chaque cycle, la corbeille est en fonctionnement lorsque la température de l'air est inférieure à 10°C soit pendant un demi-cycle. Durant son fonctionnement, sa puissance augmente graduellement jusqu'à une soixantaine de watts. Pendant le dernier cycle, une vingtaine d'acquisitions géophysiques sont menées ce qui correspond à

une acquisition toutes les 3 heures (Figure 140). Pour plus de détails sur les conditions expérimentales et sur le monitoring en température de cet essai se référer à la partie 6.3.4.2 Essai E.

Ainsi, après la présentation du suivi géophysique (partie 7.1) et celle de l'inversion des observables géophysiques (partie 7.2), nous comparons la conductivité globale du milieu aux mesures effectuées en laboratoire afin de valider les résultats de l'inversion (partie 7.3). En effet, à cause des conditions périphériques isolantes de la cuve, de l'acquisition en 3D des mesures, de la présence de l'instrumentation et du noyau de glace au centre de la cuve, nous devons nous assurer que les résultats des inversions sont cohérents avec les valeurs de conductivité obtenues sur les échantillons en laboratoire. Ensuite, nous avons choisi un demi-plan d'analyse (partie 7.3.4) afin de tester la détection du noyau de glace à partir d'un seuil de conductivité (partie 7.3.5). Cette méthode n'étant pas concluante, nous avons comparé les conductivités inversées aux variations de température pour tester le modèle de dépendance et identifier localement la présence d'un noyau de glace (partie 7.4). Ensuite, nous avons souhaité explorer différentes méthodes de détection du noyau de glace en testant des approches de plus en plus complexes qui utilisent les modèles de courbes de gel ou le gradient spatial de la conductivité (partie 7.5). Le but de cette partie est de déterminer quelle méthode est la plus pertinente pour détecter et surtout pour cartographier un noyau de glace en fonction des données d'entrées. Enfin, dans une dernière partie, nous discutons des résultats (partie 7.6) et des améliorations possibles du monitoring géophysique (partie 7.7).

7.1. Acquisition des données géophysiques

Le suivi géophysique a été effectué avec le système décrit dans la partie 6.2.6. Pour ce type d'essai, nous avons privilégié l'utilisation du protocole dit court (libellé CUVRCRT) à cause de la dynamique rapide des processus mis en jeu. De plus, l'utilisation du protocole dit long n'est pas possible puisque les transferts thermiques n'atteignent pas un régime quasi-stationnaire.

Le suivi géophysique a été effectué uniquement sur une partie du dernier cycle sans fonctionnement de la corbeille puis jusqu'à la fin de l'essai. Une acquisition a été effectuée toute les 3 heures environ, en utilisant la fonction monitoring du résistivimètre (Terrameter SAS4000). Une acquisition dure 30 à 40 min selon le nombre de moyennes (stacks) effectuées. Ce temps d'acquisition est relativement long à cause de la mesure des chargeabilités. Bien que les mesures aient été réalisées en Polarisation Provoquée Temporelle, nous avons inversé uniquement les données de conductivité électrique. Les paramètres d'acquisition sont résumés dans la table ci-dessous. Comme énoncé précédemment (partie 6.2.6), le protocole contient quatre mesures qui sont acquises deux fois (au début et à la fin du protocole) ce qui permet de vérifier que le temps d'acquisition est assez court vis-à-vis de l'évolution de la température du sable de la cuve. La variation de la résistance mesurée est inférieure à 10 Ω .

Table 26. Paramètres d'acquisition du Terrameter SAS4000 pour le suivi géophysique.

Protocole	CUVRCRT	Type	Polarisation Provoquée
Paramètres mesurés	Résistance + 10 x chargeabilités partielles		
Nombre d'injections	86	Nombre de mesures	344
Intensité (mA)	5 à 1	Injection (s)	1.0
Prim. Acq. Time (s)	1.5	Delay (s)	0.03
Nombre de fenêtres	10 – incrément linéaire	Largeur fenêtres (ms)	100
Stack min/max	2 / 4	Seuil	1% médiane

Au total, 135 acquisitions ont été réalisées, réparties dans sept fichiers d'acquisition (Figure 140, Table 47 en Annexe P). La résistance de contact moyenne pour chaque fichier d'acquisition est comprise entre 7.5 et 12.6 k Ω (Table 48, en Annexe P). Occasionnellement, quelques électrodes ont vu leurs résistances de contact dépasser 20 k Ω , notamment lorsque le test a été effectué au plus froid de l'essai en présence d'un noyau de glace. Dix-sept acquisitions ont été inversées par manque de temps et de ressources informatiques. Ainsi, quatre acquisitions au cours d'un cycle sans fonctionnement de la corbeille ont été choisies et douze acquisitions durant son fonctionnement incluant la formation puis la fonte du noyau de glace. Ainsi, durant cette phase, une distribution de conductivité est estimée toutes les 6 heures (Figure 140c).

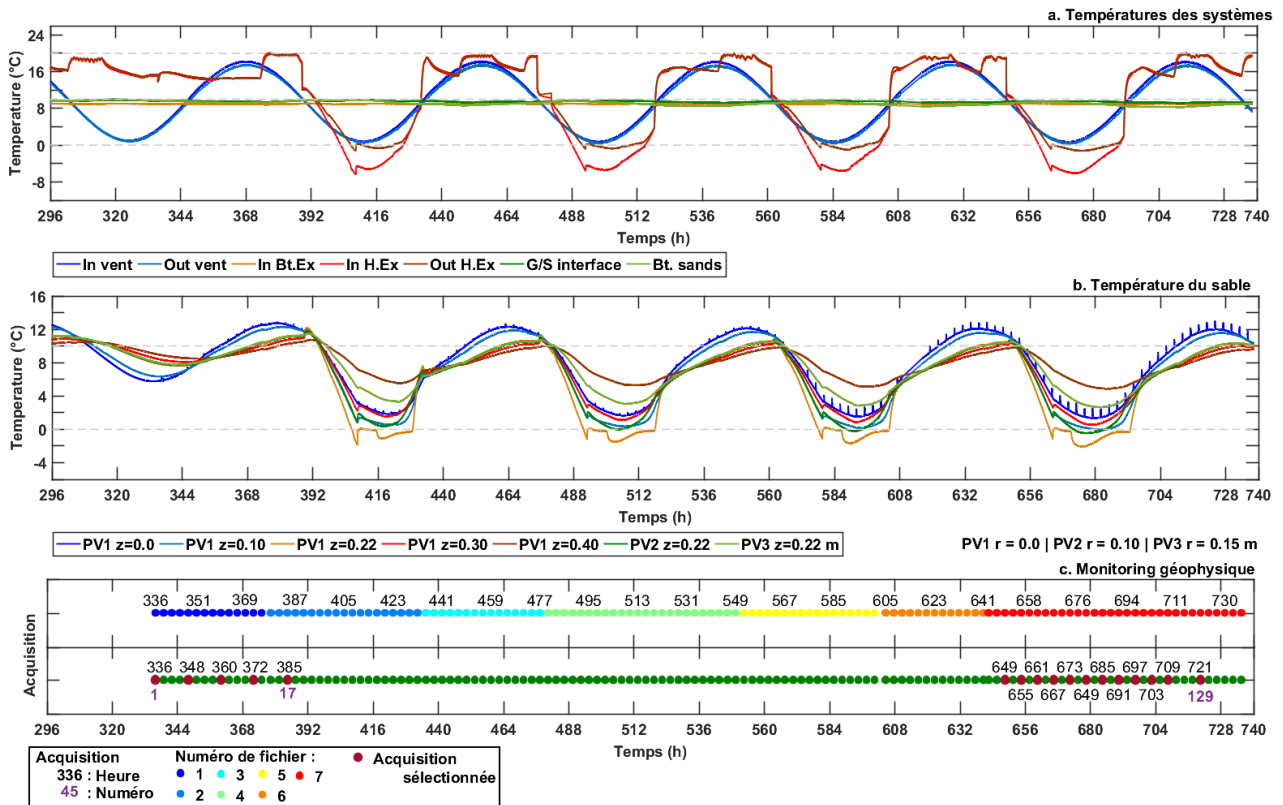


Figure 140. Répartition des acquisitions au cours de l'essai E.

a) Evolution des températures des différents systèmes de régulation. In vent / Out vent : température de l'air à l'entrée et à la sortie de la cuve ; In. Bt. Ex : température du fluide à l'entrée du refroidisseur basal ; In. H.Ex / Out H. Ex : température du fluide à l'entrée et à la sortie de la corbeille ; G/S Interface : température à l'interface de la couche de gravier et du sable ; Bt. Sands : Température du sable en profondeur (à 0.45 m du fond de la cuve). b) Evolution de la température du sable à différentes localisations. La position est indiquée par le numéro du profil vertical (PV) et par sa profondeur (z). c) Répartition des acquisitions géophysiques. La partie haute du graphique montre toutes les acquisitions effectuées ainsi que leurs appartenances aux différents fichiers, alors que la partie basse montre uniquement les acquisitions sélectionnées pour l'inversion. Une acquisition peut être référencée soit par son numéro (en violet) soit par son heure (en noir).

7.2. Inversion des données géophysiques

L'inversion des données a été effectuée en collaboration avec le Dr. Abdellahi Soueid-Ahmed à l'aide d'un code développé sous Matlab et Comsol.

Tout d'abord, nous avons effectué un contrôle qualité de nos données, basé sur les déviations standards de chaque mesure. Globalement, les erreurs sur les mesures de résistance sont faibles (Table 27). En considérant uniquement les acquisitions utilisées, la moyenne des erreurs est de 0.27%. Notre deuxième contrôle a été de tracer l'évolution temporelle des mesures de résistance afin de vérifier que les variations de température dans le temps ont eu un impact sur les mesures géophysiques. Pour chaque acquisition, 340 mesures de résistances ont été inversées.

Table 27. Statistiques des erreurs sur les mesures de résistances

Id / Temps (h)	1 / 336	5 / 348	9 / 360	13 / 372	17 / 385	105 / 649
Moyenne (Ω)	0.22	0.24	0.27	0.25	0.25	0.24
Maximum (Ω)	24.99	26.54	27.63	19.64	23.98	23.63
Minimum (Ω)	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
Id / Temps (h)	107 / 655	109 / 661	111 / 667	113 / 673	115 / 679	117 / 685
Moyenne (Ω)	0.27	0.31	0.33	0.32	0.34	0.30
Maximum (Ω)	24.57	25.40	19.46	24.95	24.70	26.10
Minimum (Ω)	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
Id / Temps (h)	119 / 691	121 / 697	123 / 703	125 / 709	129 / 721	
Moyenne (Ω)	0.29	0.24	0.25	0.27	0.246	
Maximum (Ω)	25.56	20.03	24.22	25.84	23.69	
Minimum (Ω)	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	

A partir des mesures de résistance, nous souhaitons obtenir un modèle de conductivité. Dans notre cas, nous avons directement inversé le logarithme des résistances et non les résistivités apparentes. En effet, le coefficient géométrique est difficile à calculer puisque notre acquisition a été effectuée en 3D et que la cuve a des conditions frontières isolantes. L'inversion des données est itérative et se décompose en deux sous-problèmes ; elle suit la méthode décrite dans Soueid Ahmed et al. (2018) :

- un problème direct qui permet de calculer les valeurs théoriques des résistances mesurées à partir du modèle de conductivité (mis à jour à chaque itération) ;
- un modèle inverse dans lequel ces résistances calculées sont comparées aux résistances mesurées ; un résidu est calculé puis utilisé pour estimer la perturbation du modèle nécessaire pour ajuster les données en minimisant une fonction coût; cette perturbation est ajoutée au modèle pour le mettre à jour.

Le problème direct repose sur l'équation du potentiel électrique (équation 7.1) qui dérive de la loi d'Ohm dans le cas d'un milieu hétérogène isotrope. L'équation du potentiel électrique permet d'obtenir la distribution spatiale des équipotentielles lors de l'injection de courant dans le milieu. Afin de résoudre cette équation, il est nécessaire d'ajouter des conditions frontières au modèle. Dans notre cas, toutes les conditions frontières sont isolantes ce qui correspond à l'utilisation d'une condition dite de Neumann (équation 7.2).

$$\nabla \cdot (\sigma \nabla \psi) = -I \delta(x - x_s) \delta(y - y_s) \delta(z - z_s) \quad 7.1$$

$$\hat{n} \cdot \sigma \nabla \psi = 0 \quad 7.2$$

où σ la conductivité du milieu ($S.m^{-1}$) ; ψ le potentiel électrique (V) ; I l'intensité (A) ; δ représente la distribution de Dirac ; x_s, y_s, z_s sont les coordonnées spatiales de l'électrode d'injection et \hat{n} le vecteur unitaire normal à la frontière.

Afin de résoudre l'équation du potentiel électrique, nous utilisons la méthode des éléments finis pour discrétiser et modéliser l'expérience analogique. D'un point de vue pratique, chaque quadripôle de mesure est modélisé afin d'obtenir la distribution des équipotentielles. Seuls, le milieu, les électrodes et les conditions frontières ont été modélisés, en utilisant l'environnement Comsol Multiphysics. Les électrodes ont été implantées comme des points d'injection du courant et de mesure de potentiel. Le milieu a été discrétisé à l'aide d'un maillage triangulaire, raffiné localement autour des électrodes (Figure 141).

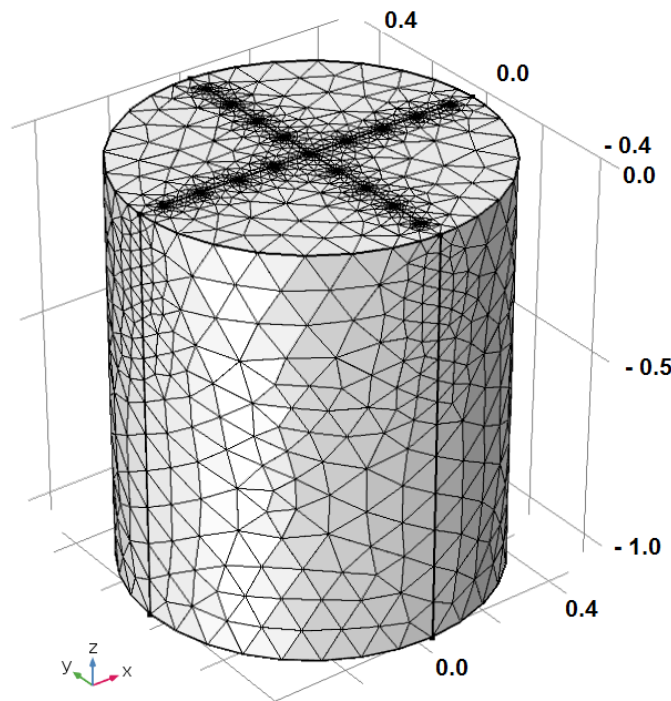


Figure 141. Discrétisation du modèle sous Comsol.
Les dimensions sont en mètres.

Le problème inverse consiste à déterminer un modèle de distribution de conductivité contraint par les données mesurées, i.e. dans notre cas les résistances mesurées, et la connaissance des valeurs de conductivité physiquement admissibles pour ce milieu. Dans la pratique, nous regroupons les observables géophysiques dans un vecteur nommé \mathbf{d} de taille N (N étant le nombre de résistances mesurées). Nous définissons un vecteur modèle \mathbf{m} de taille M , M étant le nombre de paramètres à estimer, c'est-à-dire le nombre de points du modèle en lesquels la conductivité sera estimée. Comme le nombre d'observables N est nettement inférieur au nombre d'inconnues M , le problème inverse est sous-déterminé et possède donc une infinité de solutions. Afin de réduire l'espace des solutions, l'inversion doit être régularisée de façon à garder la conductivité dans un intervalle de valeurs physiquement admissibles. Nous définissons donc une fonction objective, ou fonction coût $L(\mathbf{m})$ qui comporte deux termes ; le premier est un terme d'ajustement aux données, et le second est un terme de régularisation qui permet aux valeurs de résistivité d'avoir une densité de probabilité et une distribution spatiale physiquement admissibles :

$$L(\mathbf{m}) = (\mathbf{F}(\mathbf{m}) - \mathbf{d})^T \mathbf{C}_d^{-1} (\mathbf{F}(\mathbf{m}) - \mathbf{d}) + \lambda (\mathbf{m} - \mathbf{m}_0)^T \mathbf{W}_m (\mathbf{m} - \mathbf{m}_0) \quad 7.3$$

où \mathbf{C}_d est la matrice de covariance des données (comme les données sont supposées indépendantes, la matrice est diagonale et contient les erreurs de mesure), \mathbf{d} le vecteur des données mesurées (ici, le logarithme décimal des résistances mesurées), $\mathbf{F}(\mathbf{m})$ le vecteur des résistances calculées, solutions du problème direct (ici, leur logarithme décimal), \mathbf{W}_m la matrice de lissage (voir [Soueid Ahmed et al. \(2018\)](#) pour plus de détails), \mathbf{m} le vecteur modèle (ici, le logarithme décimal de la conductivité en chaque point du modèle), \mathbf{m}_0 modèle de référence (ou modèle a priori) qui représente la connaissance physique a priori du milieu, λ paramètre d'hyper-régularisation. Ce paramètre permet d'équilibrer l'importance des deux termes de l'équation afin que le modèle converge vers une solution plausible. L'inversion commence avec une grande valeur du paramètre d'hyper-régularisation qui est divisé par 2 à chaque étape d'itération jusqu'à ce que la convergence soit atteinte.

La norme utilisée est la norme L2. Résoudre le problème inverse revient donc à déterminer un modèle \mathbf{m} permettant de minimiser $L(\mathbf{m})$ au sens de la norme L2. La solution trouvée sera la plus proche du modèle de référence tout en ajustant au mieux les données.

Dans l'équation ci-dessus, nous préférons utiliser le logarithme décimal des résistances mesurées afin de minimiser la gamme de variation des mesures et donc stabiliser le problème. Le logarithme est aussi utilisé pour la conductivité calculée dans chaque cellule afin qu'elle soit naturellement positive.

La minimisation de la fonction objective s'effectue par itération avec une approche de Gauss Newton. Pour plus de détails sur la minimisation de la fonction objective voir [Soueid Ahmed et al. \(2018\)](#) et leurs références.

7.3. Comparaison entre la conductivité moyenne du milieu poreux saturé et la conductivité mesurée en laboratoire

7.3.1. Conductivité du sable

Conductivité théorique calculée à partir du modèle pétrophysique :

Le milieu modèle de la cuve se compose essentiellement de sable. La couche de gravier située en base de la cuve n'a pas d'influence sur les transferts thermo-hydriques et n'est pas investiguée par le suivi géophysique. Lors de nos mesures géophysiques en laboratoire (Chapitres 3 et 4), un échantillon de ce sable a été analysé afin de déterminer ses principales caractéristiques : granulométrie, CEC, σ_s (Table 28). A partir de ces caractéristiques et de l'équation suivante (équation 7.4, similaire à l'équation (3) dans le Chapitre 3), nous avons pu déterminer la conductivité théorique σ_{DC} du sable présent dans la cuve. La conductivité de l'eau porale a été mesurée le 5 février 2019, en prélevant de l'eau à la base de la cuve. La conductivité de l'eau porale reportée à 20°C σ_w est de 0.0589 S.m⁻¹. Ainsi, nous obtenons $\sigma_{DC} = 0.0167$ S.m⁻¹

$$\sigma_{DC} = \frac{1}{F} \sigma_w + \frac{1}{F \phi} \rho_g (B - \lambda) CEC \quad 7.4$$

Avec F (-) le facteur de formation, ϕ (-) la porosité, σ_w (S.m⁻¹) la conductivité de l'eau porale, ρ_g (kg.m⁻³) la masse volumique du grain de sable, CEC (meq/100g) la Capacité d'Echange Cationique, B et λ (m².s⁻¹.V⁻¹) les mobilités apparentes des porteurs de charges respectivement liées à la conduction de surface et au processus de polarisation.

Table 28. Rappel des caractéristiques pétrophysiques du sable de cuve.

où, F (-) est le facteur de formation, ϕ Lab. (-) la porosité moyenne des éprouvettes, ϕ Cuve (-) la porosité du milieu modèle présent dans la cuve, ρ_g (kg.m⁻³) la masse volumique du grain de sable, CEC (meq/100g) la Capacité d'Echange Cationique, σ_s (S.m⁻¹) la conductivité de surface, D_{50} (μ m) la taille médiane des grains, B (m².s⁻¹.V⁻¹) la mobilité apparente des porteurs de charges liée à la conduction de surface, λ (m².s⁻¹.V⁻¹) la mobilité apparente des porteurs de charges liée au processus de polarisation. Pour plus de détails sur ces caractéristiques se référer aux chapitres 3 et 4.

F (-)	3.6	ρ_g (kg.m ⁻³)	2650	D_{50} (μ m)	184
ϕ Lab. (-)	0.387	CEC (meq/100g)	0.096	B (m ² .s ⁻¹ .V ⁻¹)	$3.1 \cdot 10^{-9}$
ϕ Cuve (-)	0.385	σ_s (S.m ⁻¹)	0.006	λ (m ² .s ⁻¹ .V ⁻¹)	$\frac{3.0 \cdot 10^{-10}}{10}$

Conductivité estimée à partir des résultats de l'inversion :

Dans un premier temps, nous avons utilisé les résultats de chacune des inversions afin de calculer la conductivité moyenne du sable de la cuve (Table 29,a, b). Nous considérons une zone Z1 qui correspond à la zone à l'intérieur du dispositif géophysique soit une zone comprise entre -0.4 et +0.4 m pour les directions X, Y et de 0.0 à -0.4 m pour la direction Z. La conductivité moyenne calculée pour chaque inversion varie entre 0.0122 et 0.0148 S.m⁻¹. Cependant, nous constatons que

les zones proches du dispositif géophysique présentent des conductivités plus élevées. Ceci est vraisemblablement lié à la présence des différents dispositifs de la cuve et aux électrodes elles-mêmes (Figure 142). Ces conductivités élevées peuvent être aussi dues à des artefacts liés au processus d'inversion. Ainsi, nous avons donc considéré une seconde zone (notée Z2) pour le calcul de la conductivité moyenne de la cuve afin de diminuer l'influence des zones à fortes conductivités. Cette deuxième zone est égale à la zone Z1 réduite de 5 cm à son pourtour, soit une zone comprise entre -0.35 et +0.35 m pour les directions X, Y et entre -0.05 et -0.35 m pour la direction Z. La conductivité moyenne calculée pour chaque inversion pour la zone 2 varie entre 0.009 et 0.011 S.m⁻¹ (Table 29,a, b). Dans les deux zones, les conductivités moyennes obtenues sont du même ordre de grandeur que la conductivité théorique précédemment calculée (Table 29,a, b).

Bien que la conductivité moyenne de la zone 2 soit un peu plus éloignée de la valeur théorique que celle trouvée pour la zone 1, nous préférons nous concentrer uniquement sur cette zone car elle ne prend pas en compte les anomalies conductrices observées dans la zone 1 que nous supposons être liées à la présence des différents systèmes et/ou à des artefacts d'inversion. De plus, en théorie, sans fonctionnement de la corbeille géothermique, la distribution de conductivité attendue est une distribution globalement homogène, avec éventuellement une légère stratification verticale liée à la pénétration du front de diffusion thermique depuis la surface. Ainsi, nous privilégions la zone 2 qui est plus homogène que la zone 1.

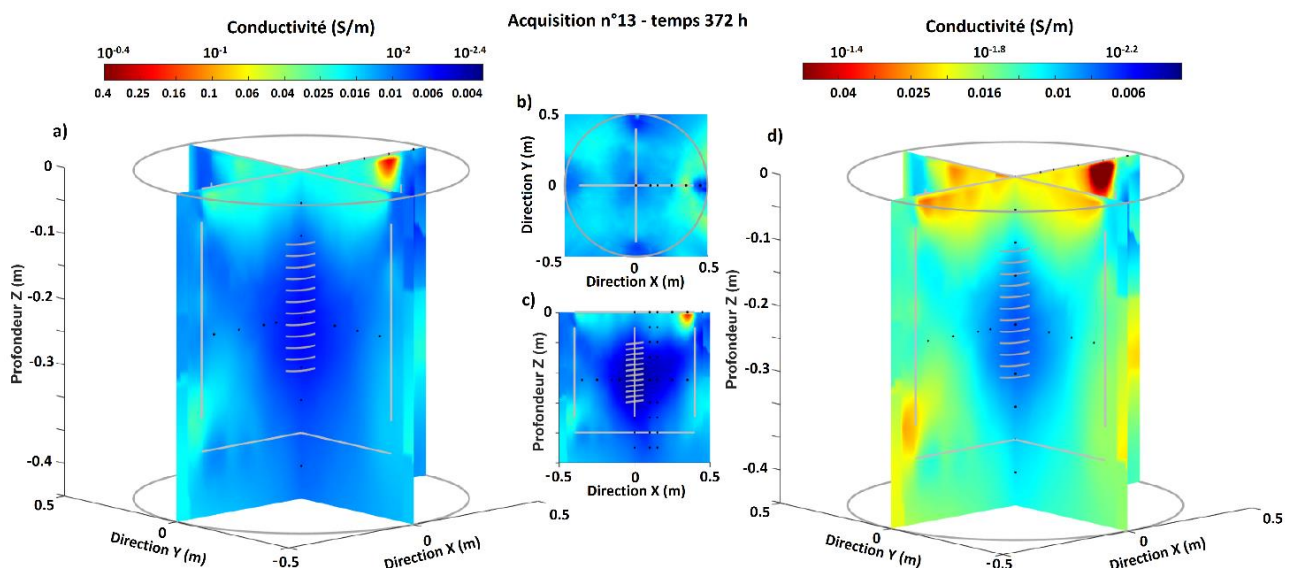


Figure 142. Tomogrammes de conductivité électrique au temps 372 h (acquisition n°13).

a, b, c) Tomogrammes de conductivité électrique représentés en échelle logarithmique : a) vue en trois dimensions, b) vue du plan XY à Z = -10 cm, c) vue du plan XZ à Y = 0 cm (plan X), d) Tomogramme de conductivité électrique en trois dimensions, représenté en échelle logarithmique « dilatée ». Les fortes conductivités (entre 0.4 et 0.04 m) ne sont pas représentées notamment la zone à forte conductivité présente sur le plan Y avec X compris entre 0.3 et 0.45 m. Les cercles gris représentent le pourtour de la cuve. La spirale grise au centre de la cuve correspond à l'échangeur géothermique et les points noirs aux thermocouples. Les traits horizontaux et verticaux gris représentent le dispositif géophysique. La distribution des conductivités inversées montre des zones à forte conductivité notamment à proximité du système de monitoring géophysique.

Le calcul de la conductivité moyenne à partir des résultats d'inversion est intéressant car il évite les biais d'interpolation. Il est cependant biaisé par l'échantillonnage de la conductivité dans le milieu. En effet, le maillage issu de l'inversion ne suit pas une distribution homogène (Figure 143). Ainsi, afin de calculer les moyennes de température et de conductivité, il est préférable d'interpoler les données sur une même grille homogène. Nous avons donc interpolé les conductivités inversées sur une maille cubique de 1 cm de côté. Les conductivités moyennes calculées en considérant la zone 2 sont présentées dans la Table 29c. La conductivité moyenne calculée varie entre 0.0103 et 0.0114 S.m⁻¹ sans fonctionnement de l'échangeur géothermique (cycle de référence) et entre 0.0091 et 0.011 S.m⁻¹ durant la mise en marche de l'échangeur. Comme attendu, nous observons une diminution de la conductivité électrique lorsque la température globale du milieu diminue.

De nouveau, les conductivités moyennes obtenues sont du même ordre de grandeur que la conductivité théorique calculée à partir du modèle pétrophysique. Toutefois, le milieu poreux présent dans la cuve semble être moins conducteur que celui étudié au laboratoire. Comme il s'agit du même sable, cet écart peut être dû à des températures différentes du sable dans la cuve et au laboratoire. La correction de l'effet de la température est présentée dans les parties suivantes. Une autre possibilité est que le cortège ionique de l'eau soit différent dans la cuve et en laboratoire puisque, le cortège ionique définit les valeurs des mobilités ioniques apparentes.

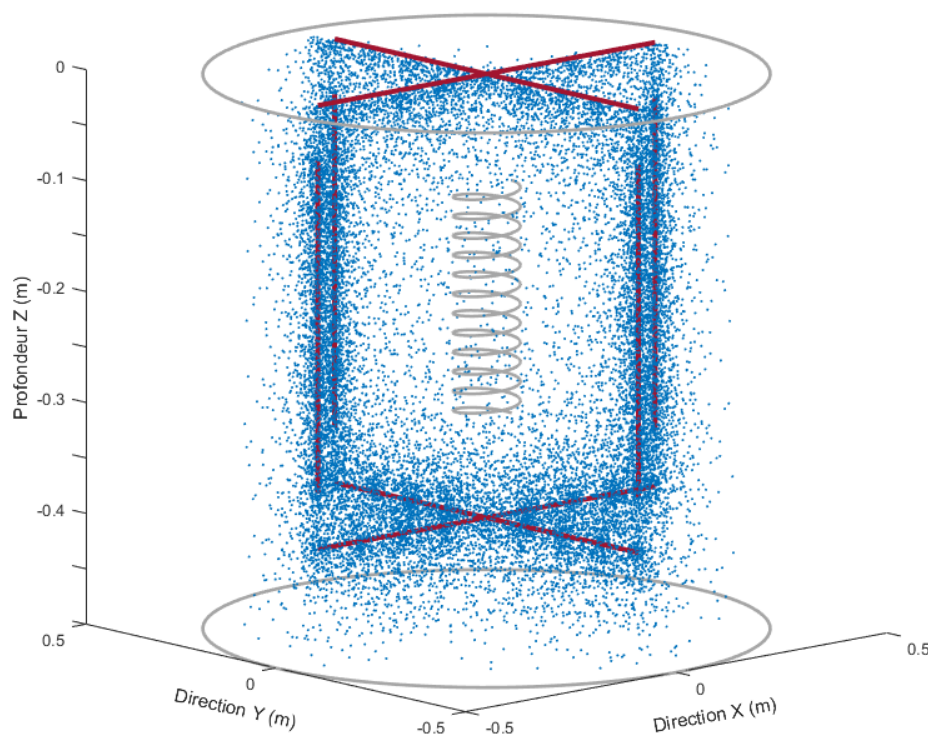


Figure 143. Localisation des centres de mailles des données de conductivité à l'issue de l'inversion. Les cercles gris représentent le pourtour de la cuve, la spirale grise au centre de la cuve correspond à l'échangeur géothermique et les traits rouges correspondent aux alignements d'électrodes du dispositif géophysique. Les points bleus correspondent à la position des conductivités inversées.

Table 29. Conductivité moyenne du sable calculée à partir des conductivités inversées.

Conductivité moyenne calculée sur la zone 1 (a) et sur la zone 2 (b). (c) Conductivité moyenne calculée en interpolant les conductivités inversées sur une grille cubique de 1 cm. Les températures indiquées correspondent à la moyenne des températures sur trente minutes et avec une interpolation sur une grille cubique de 1 cm. Les acquisitions en gris (temps de 336 à 649 h) ont été effectuées sans la mise en marche de l'échangeur géothermique (cycle de référence). Les acquisitions en bleu (temps de 655 à 679 h) et en orange (temps 685 et 691 h) ont été effectuées avec l'échangeur géothermique en fonctionnement, plus précisément durant l'augmentation (en bleu) puis la diminution (en orange) de la puissance prélevée. Enfin, les acquisitions en vert (temps de 697 à 721 h) ont été réalisées durant le retour à l'équilibre du milieu.

a) Zone 1 : x(-0.4:0.4) ; y(-0.4:0.4) ; z(-0.0:-0.40)								
Id / Temps (h)	Température (°C)	σ (S.m ⁻¹)	Id / Temps (h)	Température (°C)	σ (S.m ⁻¹)	Id / Temps (h)	Température (°C)	σ (S.m ⁻¹)
1 / 336	7.63	0.0135	105 / 649	10.41	0.0143	117 / 685	3.57	0.0122
5 / 348	8.02	0.0138	107 / 655	9.12	0.0140	119 / 691	4.30	0.0125
9 / 360	9.34	0.0144	109 / 661	6.96	0.0135	121 / 697	6.01	0.0129
13 / 372	10.66	0.0148	111 / 667	5.22	0.0130	123 / 703	7.27	0.0133
17 / 385	11.26	0.0148	113 / 673	4.05	0.0125	125 / 709	8.27	0.0137
			115 / 679	3.52	0.0123	129 / 721	9.95	0.0142
b) Zone 2 : x(-0.35:0.35) ; y(-0.35:0.35) ; z(-0.5:-0.35)								
Id / Temps(h)	Température (°C)	σ (S.m ⁻¹)	Id / Temps(h)	Température (°C)	σ (S.m ⁻¹)	Id / Temps(h)	Température (°C)	σ (S.m ⁻¹)
1 / 336	7.63	0.0102	105 / 649	10.41	0.0110	117 / 685	3.57	0.0090
5 / 348	8.02	0.0104	107 / 655	9.12	0.0107	119 / 691	4.30	0.0094
9 / 360	9.34	0.0108	109 / 661	6.96	0.0103	121 / 697	6.01	0.0098
13 / 372	10.66	0.0112	111 / 667	5.22	0.0098	123 / 703	7.27	0.0101
17 / 385	11.26	0.0113	113 / 673	4.05	0.0093	125 / 709	8.27	0.0104
			115 / 679	3.52	0.0090	129 / 721	9.95	0.0109
c) Zone 2 avec interpolation : x(-0.35:0.35) ; y(-0.35:0.35) ; z(-0.5:-0.35)								
Id / Temps(h)	Température (°C)	σ (S.m ⁻¹)	Id / Temps(h)	Température (°C)	σ (S.m ⁻¹)	Id / Temps(h)	Température (°C)	σ (S.m ⁻¹)
1 / 336	7.63	0.0103	105 / 649	10.41	0.0110	117 / 685	3.57	0.0091
5 / 348	8.02	0.0105	107 / 655	9.12	0.0108	119 / 691	4.30	0.0094
9 / 360	9.34	0.0109	109 / 661	6.96	0.0104	121 / 697	6.01	0.0098
13 / 372	10.66	0.0112	111 / 667	5.22	0.0099	123 / 703	7.27	0.0102
17 / 385	11.26	0.0114	113 / 673	4.05	0.0094	125 / 709	8.27	0.0105
			115 / 679	3.52	0.0091	129 / 721	9.95	0.0110

7.3.2. Estimation du coefficient de dépendance en température (α_T)

Précédemment, nous avons vu que les variations de la conductivité moyenne suivent les variations de la température moyenne de la cuve. Maintenant, nous souhaitons quantifier la dépendance de la conductivité électrique vis-à-vis de la température.

Pour chaque acquisition, nous avons calculé la température moyenne de la cuve. Ce calcul a été effectué en deux étapes. Les températures sont interpolées linéairement sur une grille avec un pas d'échantillonnage d'un cm puis la température globale de la cuve est calculée en considérant la zone 2 soit x(-0.35:0.35) ; y(-0.35:0.35) ; z(-0.5:-0.35). La fréquence d'acquisition des températures étant d'une mesure par minute, ce résultat est moyenné sur trente minutes afin de correspondre à la durée moyenne d'une acquisition géophysique. L'ensemble des résultats est reporté dans la Table 30.

D'après les chapitres 3 et 4, la dépendance de la conductivité électrique vis-à-vis de la température suit une loi linéaire (équation 7.5 identique à l'équation 10 du Chapitre 3) avec un coefficient de sensibilité α_T proche de $0.02 / ^\circ\text{C}$.

$$\sigma_0(T) = \sigma_0(T_0) \times [1 + \alpha_T (T - T_0)] \quad 7.5$$

où, $\sigma_0(T)$, $\sigma_0(T_0)$ ($\text{S}\cdot\text{m}^{-1}$) sont respectivement les conductivités électriques à la température T ($^\circ\text{C}$) et à la température de référence T_0 ($=20^\circ\text{C}$) et α_T ($^\circ\text{C}$) le coefficient de sensibilité.

Nous trouvons un coefficient $\alpha_T = 0.0188 \pm 0.0007 / ^\circ\text{C}$ en considérant uniquement les cinq premières acquisitions (temps 336 à 385 h), c'est-à-dire sans utilisation de la corbeille et donc sans changement de phase (Figure 144). A noter qu'en considérant l'ensemble des acquisitions, le coefficient de sensibilité α_T est égal à $0.0185 \pm 0.0005 / ^\circ\text{C}$ ($R^2 = 0.98$) ce qui indique que le changement de phase a peu d'impact sur les conductivités moyennes calculées.

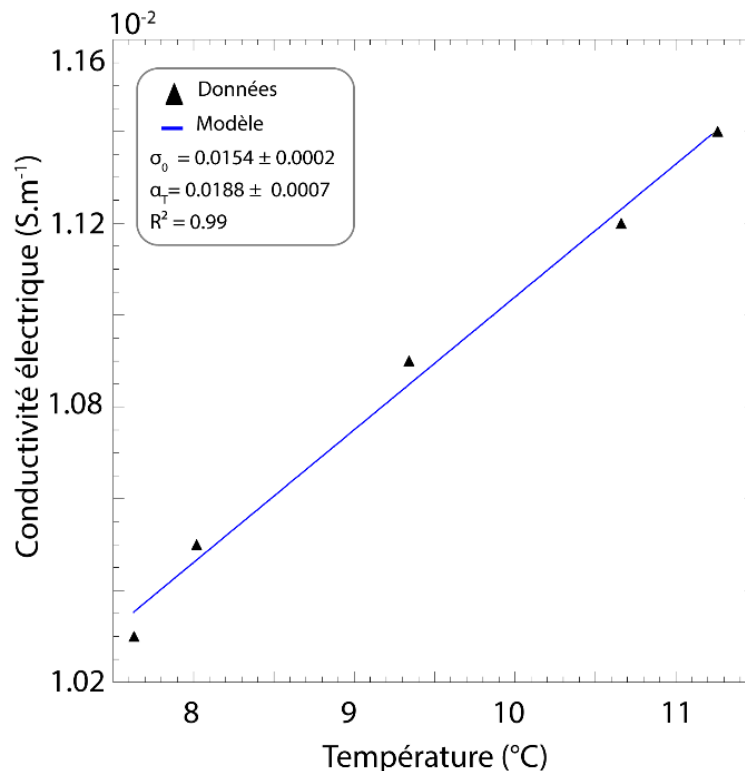


Figure 144. Conductivité électrique moyenne en fonction de la température de la cuve. Les données sont ajustées avec un modèle de dépendance en température linéaire (équation 7.5). Les données utilisées correspondent uniquement aux premières acquisitions (n°1 à 17) i.e. sans fonctionnement de l'échangeur et donc sans changement de phase dans le milieu.

7.3.3. Evolution de la conductivité globale de la cuve en fonction de la température

Les valeurs de conductivité moyenne de la cuve (présentées dans la Table 29) correspondent à différentes températures globales du milieu modèle. Il est maintenant possible de recalculer la conductivité globale de la cuve ramenée à une température de référence ($T_0 = 20^\circ\text{C}$), en utilisant le modèle linéaire de dépendance de température (équation 7.5) et le coefficient de sensibilité précédemment calculé. Cette étape permet tout d'abord de comparer la conductivité déterminée en laboratoire avec les conductivités moyennes reportées à une même température. Ensuite, la comparaison des conductivités moyennes entre elles permet de vérifier que la principale cause de variation de conductivité est bien la température. Nous avons recalculé la conductivité moyenne pour une température de référence de 20°C avec un coefficient de $\alpha_T = 0.0188 \pm 0.0007 / ^\circ\text{C}$ (Table 30).

Table 30. Conductivité moyenne de la cuve reportée à une température référence de $T_0 = 20^\circ\text{C}$. Les conductivités moyennes sont estimées à la température $T_0 = 20^\circ\text{C}$ et en considérant $\alpha_T = 0.0188 \pm 0.0007 / ^\circ\text{C}$.

Zone 2 avec interpolation : x(-0.35:0.35) ; y(-0.35:0.35) ; z(-0.5:-0.35)							
Id / Temps(h)	Température ($^\circ\text{C}$)	σ_t (S.m^{-1})	$\sigma_{t0=20^\circ\text{C}}$ (S.m^{-1})	Id / Temps(h)	Température ($^\circ\text{C}$)	σ_t (S.m^{-1})	$\sigma_{t0=20^\circ\text{C}}$ (S.m^{-1})
1 / 336	7.63	0.0103	0.0134	113 / 673	4.05	0.0094	0.0134
5 / 348	8.02	0.0105	0.0136	115 / 679	3.52	0.0091	0.0132
9 / 360	9.34	0.0109	0.0136	117 / 685	3.57	0.0091	0.0132
13 / 372	10.66	0.0112	0.0136	119 / 691	4.30	0.0094	0.0133
17 / 385	11.26	0.0114	0.0136	121 / 697	6.01	0.0098	0.0133
105 / 649	10.41	0.0110	0.0134	123 / 703	7.27	0.0102	0.0134
107 / 655	9.12	0.0108	0.0136	125 / 709	8.27	0.0105	0.0135
109 / 661	6.96	0.0104	0.0138	129 / 721	9.95	0.0110	0.0136
111 / 667	5.22	0.0099	0.0137				

Lorsque nous utilisons la moyenne des températures de la cuve pour corriger de l'effet de température, les conductivités moyennes doivent en théorie se rapprocher d'une même valeur, en considérant que le noyau de glace occupe un petit volume et a peu d'impact sur la valeur moyenne. Ainsi, si pour une inversion la conductivité moyenne corrigée de la température est différente cela peut être dû soit à un artefact d'inversion soit à une variation de conductivité dont l'origine n'est pas la variation de température (e.g. une variation de la teneur en eau ou la présence de glace).

Avec la prise en compte de l'effet de la température, la conductivité moyenne de la cuve recalculée à 20°C varie entre 0.0132 et 0.0138 S.m^{-1} ce qui est proche de la valeur théorique. La conductivité moyenne sur les cinq premiers pas de temps, i.e. correspondant à notre cycle de référence, est égale à $0.0136 \pm 0.9 \cdot 10^{-8} \text{ S.m}^{-1}$. Ainsi, nous observons que la conductivité moyenne varie peu entre les différents pas de temps ce qui indique une bonne qualité des données et de l'inversion. Les principales variations de la conductivité moyenne sont bien dues aux variations de température de la cuve. Cela signifie aussi que le noyau de glace occupe un petit volume de sol par rapport au volume investigué et qu'il a peu d'impact sur la valeur de la conductivité moyenne.

7.3.4. Choix de la distribution de conductivité 2D (demi-plan)

Le système de monitoring de température s'organise en trois profils verticaux et deux profils radiaux localisés dans un demi-plan (Figure 107). Un demi-plan est défini comme la zone ayant les limites suivantes : $r(0.0 : 0.45)$ et $z(0.0 : -0.45)$ avec r la distance radiale par rapport à l'axe de la cuve et z la profondeur. Ainsi, comme le système de suivi des températures est en 2D, nous allons travailler sur une distribution 2D de conductivité soit un demi-plan.

Comme l'indique la Figure 142, la distribution de conductivité inversée ne suit pas une symétrie axiale. Ceci a comme origine possible des artéfacts liés à l'inversion ou des interférences avec les systèmes présents dans le milieu modèle. En effet, les systèmes placés dans le sable (e.g. thermocouples, tuyaux d'alimentation de la corbeille), sont isolés d'un point de vue électrique (gaine thermo-rétractable, vernis), mais leur présence peut suffire à impacter localement la conductivité, puisqu'ils remplacent du sable qui est un matériau ayant une conductivité finie. Pour prendre en compte la distribution non axisymétrique de la conductivité, deux solutions sont possibles : i) moyenner les conductivités inversées pour calculer un demi-plan théorique, ii) choisir le ou les demi-plans les plus vraisemblables i.e. dont la distribution varie progressivement et sans anomalies. Moyenner les données de conductivité des 4 demi-plans n'a pas permis de réduire l'importance des anomalies observées près du dispositif géophysique. Nous avons donc retenu la deuxième solution. Une distribution 2D de conductivité selon une grille cubique de 1 cm de côté a été calculée sur 4 demi-plans, orientés perpendiculairement comme sur la Figure 142. Au final, pour la suite de l'exploitation des données, nous avons retenu uniquement le demi-plan défini par $x(0.0 : 0.45)$ $y(0.0 : 0.0)$; $z(0.0 : -0.45)$, nommé demi-plan X+. Ce demi-plan a été choisi car il correspond au demi-plan contenant les trois profils verticaux de température et il présente également moins d'anomalies de conductivité dans sa moitié supérieure.

7.3.5. Distribution spatiale de température et de conductivité - détection du noyau de glace par un seuil de conductivité

Le suivi temporel géophysique a été développé afin d'apporter un complément d'information sur les transferts thermo-hydriques et notamment sur l'extension du noyau de glace. Ainsi, la méthode la plus simple pour déterminer l'étendue du noyau de glace repose sur la détermination d'un seuil de conductivité. Cette méthode utilise la distribution de conductivité et ne nécessite pas l'utilisation des données de température sauf à des fins de validation. Il est intéressant d'estimer la capacité de cette méthode pour détecter et pour cartographier un noyau puisqu'elle pourrait être appliquée sur des sites tests, n'ayant pas été instrumentés avec des capteurs de températures.

Cette approche part du principe que la variation de conductivité entre un milieu non-englacé et un milieu englacé est importante et qu'il est possible de trouver un seuil permettant de dissocier ces deux milieux. Pour que cette méthode fonctionne, il faut que le milieu poreux soit homogène. Le choix du seuil de conductivité peut se faire soit à l'aide de mesures en laboratoire soit en ayant des a priori sur les variations de température ou de conductivité.

Nous avons interpolé selon une grille dont la maille fait un centimètre de côté, les données de conductivité et de températures sur un demi-plan (noté X+). Les distributions spatiales les plus pertinentes sont présentées dans les Figure 145, Figure 146, Figure 147. L'ensemble des distributions de température et de conductivité sont présentées en Annexe Q. A noter que lorsque la corbeille est en fonctionnement, nous avons calculé la température du sol au droit des spires de l'échangeur en utilisant les températures et le débit du fluide glycolé. Cette approche a déjà été développée au cours des chapitres précédents (Chapitre 5 et Chapitre 6). Nous avons testé différentes valeurs de seuil de conductivité afin de délimiter l'extension du noyau de glace et de la comparer à l'extension déterminée à l'aide des données de température. En effet, la présence d'un noyau de glace implique une température négative. Ainsi, en première estimation, nous pouvons retenir que la limite du noyau de glace peut correspondre à une isotherme comprise entre -1 et 0°C.

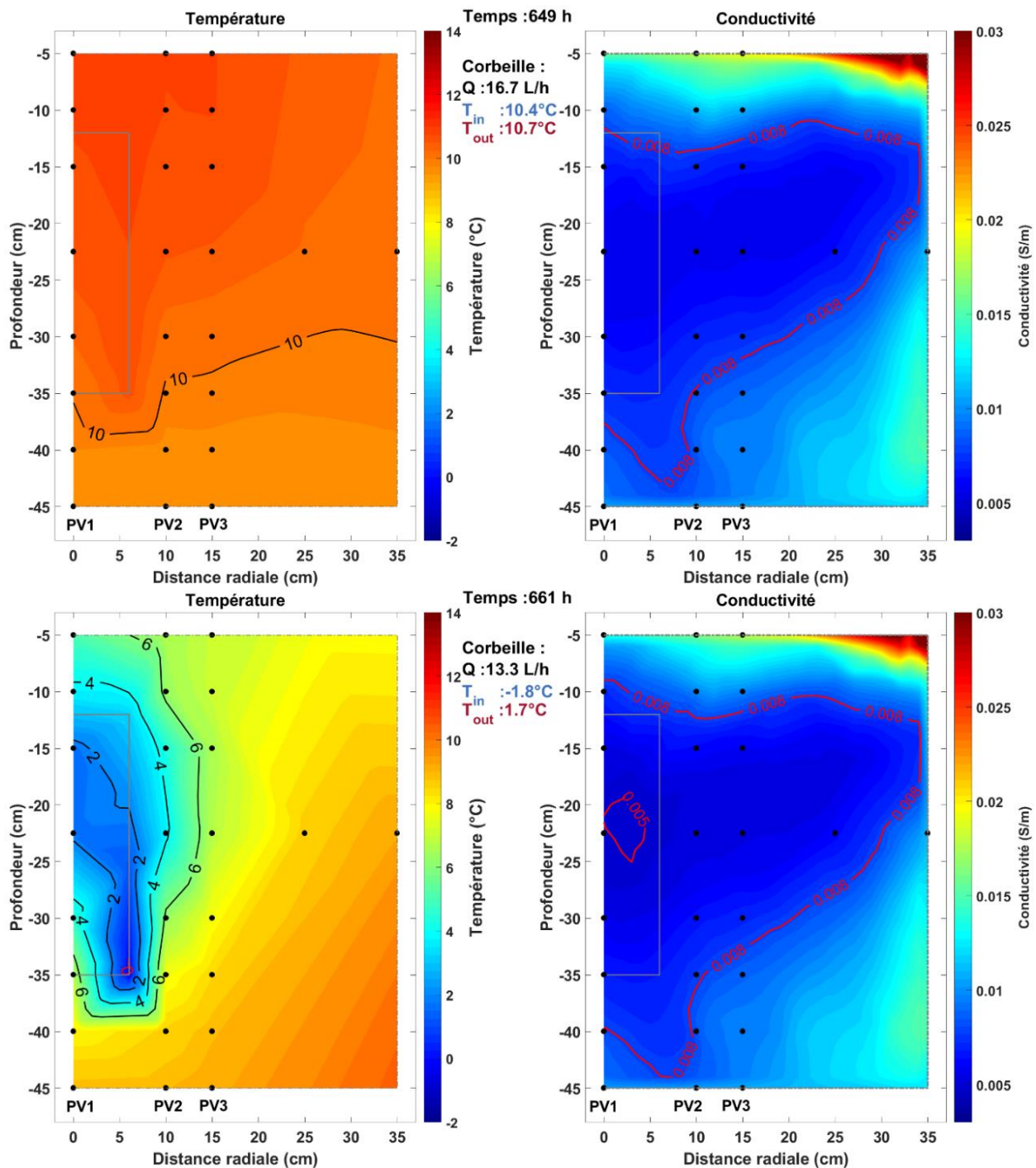


Figure 145. Distribution spatiale de température et de conductivité, pour les acquisitions aux temps 649 et 661 h.

Les distributions spatiales ont été calculées en interpolant linéairement sur une grille avec une maille d'un centimètre, les données de températures et de conductivité pour le demi-plan nommé X+. Lorsque la corbeille est en fonctionnement, la distribution de température a été calculée à partir des mesures de températures du sable (points noirs) et en imposant la température du sable au droit des spires de la corbeille. La corbeille est représentée par le rectangle gris. Les abréviations PV1, PV2 et PV3 correspondent respectivement aux profils verticaux PV1 ($dr = 0.0\text{ m}$), PV2 ($dr = 0.1\text{ m}$) et PV3 ($dr = 0.15\text{ m}$). Les caractéristiques du fluide glycolé circulant dans la corbeille sont indiquées au centre des sections avec les labels suivants : Q pour le débit, T_{in} pour la température du fluide entrant et T_{out} pour la température du fluide sortant. Sur la section de température, les isothermes positives et négatives sont respectivement en noir et rouge. Sur la section de conductivité, les iso-conductivités sont représentées uniquement avec des lignes rouges.

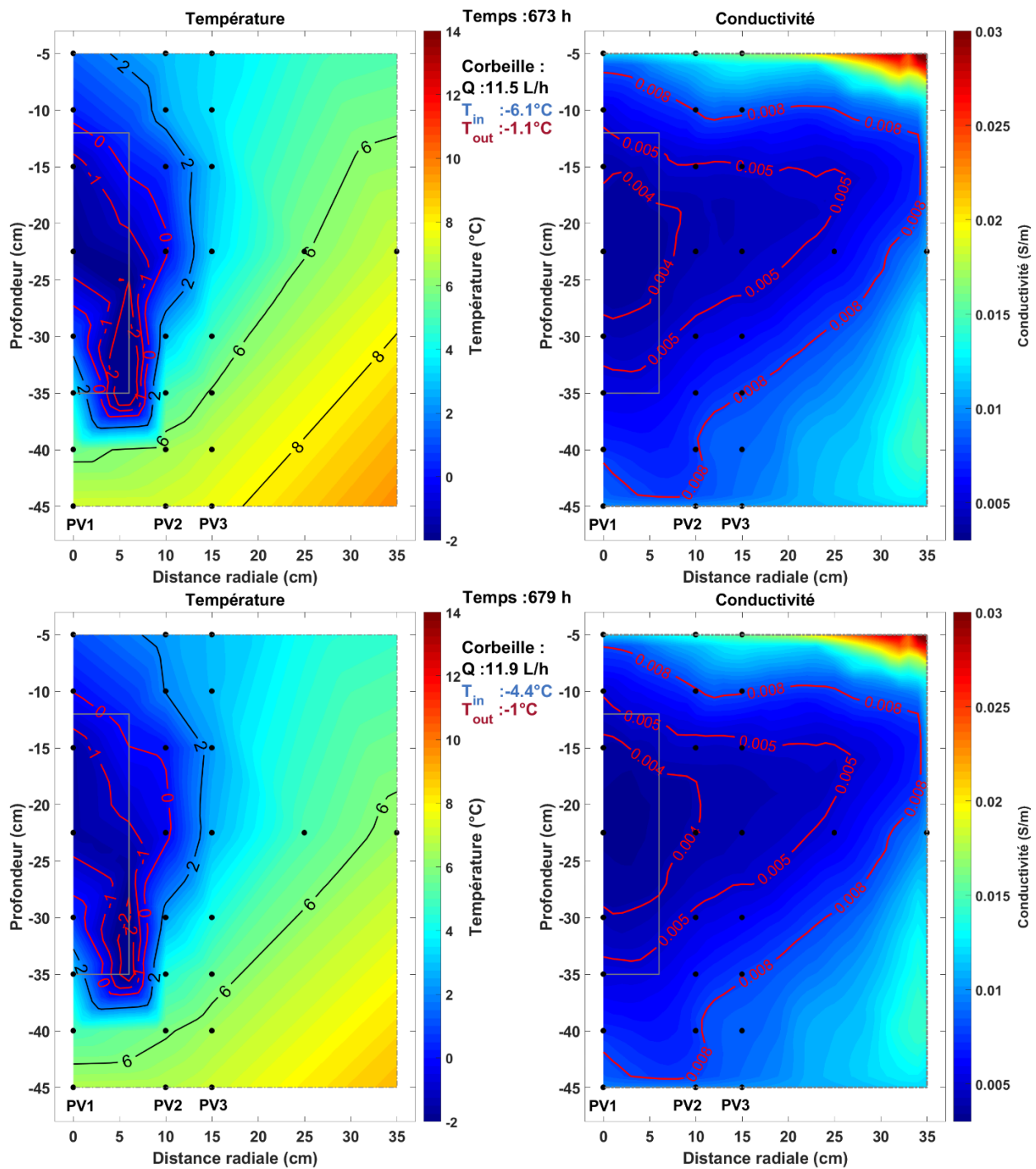


Figure 146. Distribution spatiale de température et de conductivité, pour les acquisitions aux temps 673 et 679 h.

Légende : voir Figure 145.

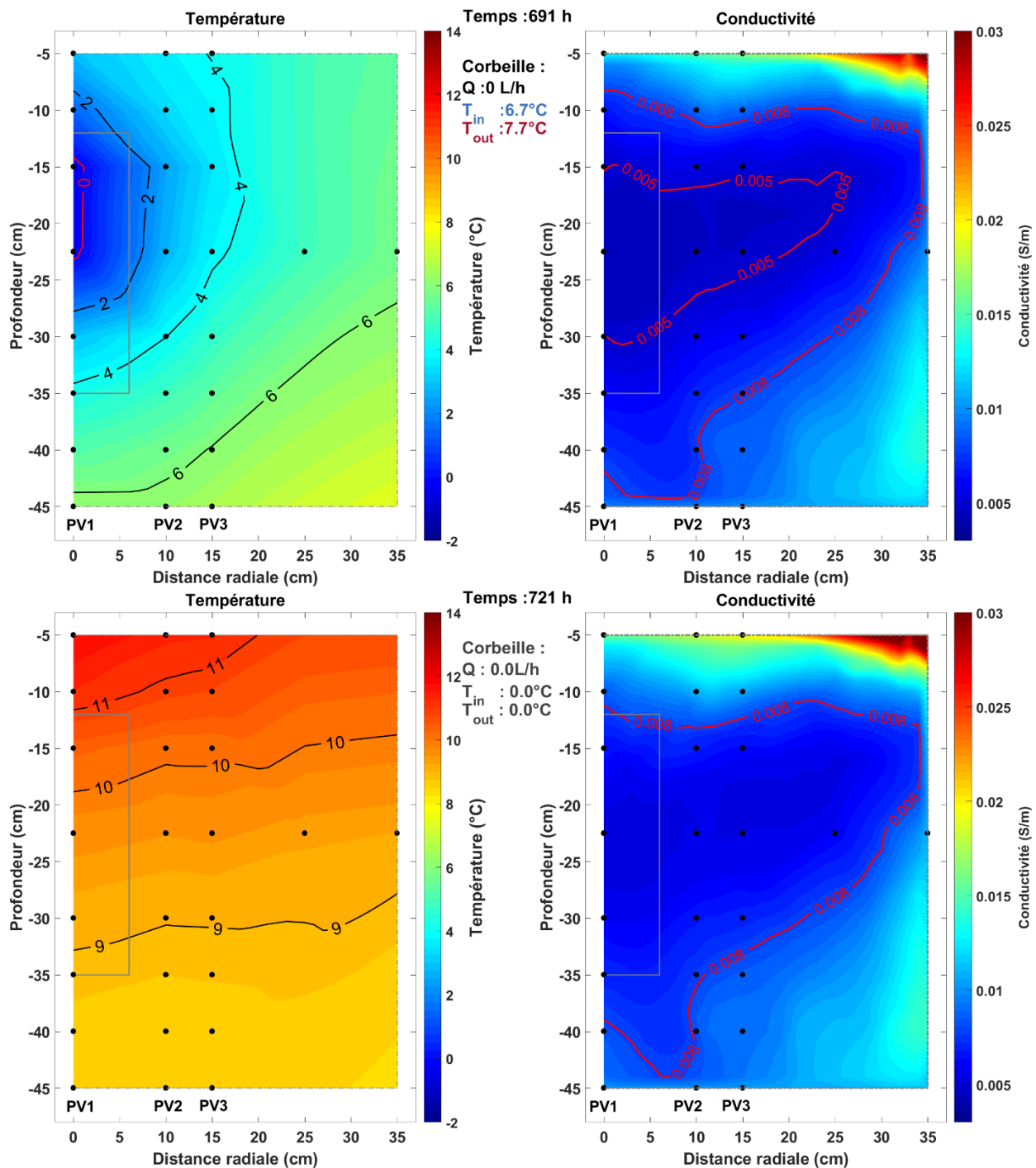


Figure 147. Distribution spatiale de température et de conductivité, pour les acquisitions aux temps 691 et 721 h.

Légende : voir Figure 145.

Considérant tout d'abord que la conductivité et la température moyenne de la cuve pour l'ensemble des acquisitions sont respectivement de 0.0103 S.m^{-1} et 7.4°C et que le coefficient de sensibilité précédemment calculé est de $0.0188/^\circ\text{C}$, nous pouvons déterminer que les conductivités théoriques à 0°C et -1°C sont respectivement de 0.0089 S.m^{-1} et de 0.0087 S.m^{-1} . Ainsi, le premier seuil que nous considérons est 0.009 S.m^{-1} . Lorsque la conductivité est supérieure à cette valeur, le sol n'est pas gelé ; à l'inverse, une conductivité inférieure à 0.008 S.m^{-1} signifie que le sol a gelé.

Pour les conductivités entre ces deux seuils, le sol est vraisemblablement gelé ou en train de geler. Cependant dès la mise en marche de la corbeille (temps 649 h, Figure 145), la conductivité estimée est inférieure à 0.008 S.m^{-1} (ce qui correspondrait à un noyau de glace), alors que la température est positive dans l'ensemble de la cuve. Ces seuils trop élevés, probablement en raison de la présence d'anomalies conductrices dans la cuve qui impactent le calcul de la conductivité moyenne. Ces seuils ne peuvent donc pas être retenus.

Lorsque l'on considère un seuil de 0.005 S.m^{-1} , un noyau de glace est identifié aux instants où la température du sable dans au moins une zone de la cuve est en dessous de 0°C . Cependant, le noyau de glace est localisé au centre de la corbeille (Figure 146) alors que les données de température indiquent la formation du noyau de glace à partir du bas de la corbeille, au niveau des spires. Cette erreur de localisation peut être liée à un manque de résolution spatiale, malgré la symétrie et la bonne couverture géométrique du dispositif d'acquisition. De plus, en retenant le seuil de 0.005 S.m^{-1} , le noyau de glace a une trop grande extension par rapport au noyau de glace estimé par les données de température. Cette extension trop grande du noyau de glace calculée à partir du seuil à 0.005 S.m^{-1} est clairement visible en phase de fusion (temps 691h, Figure 147). Avec un seuil encore plus restrictif à 0.004 S.m^{-1} , la formation et la disparition du noyau de glace ne sont pas cohérentes d'un point de vue temporel avec le monitoring en température (temps 673 et 679 h, Figure 146) et l'extension spatiale de ce noyau est trop resserrée sur le centre la corbeille et non à l'aplomb des spires.

Cette méthode basée uniquement sur un seuil de conductivité n'est pas optimale car les distributions de conductivité inversées indiquent la présence d'hétérogénéités notamment sur les bords de la cuve. Le choix d'un seuil basé sur des moyennes de conductivités et de températures ne donne pas de résultats concluants. Tandis que l'utilisation d'un seuil arbitraire (par exemple à 0.005 S.m^{-1}) est cohérente avec la dynamique de l'essai mais n'est pas correcte d'un point de vue de l'extension du noyau de glace. De plus, le choix de ce seuil a été effectué en analysant conjointement les distributions de conductivités et de température. Finalement les distributions spatiales de conductivité indiquent que le milieu n'est pas homogène, c'est-à-dire qu'elle ne dépend pas que de la température, autrement dit $\sigma_0(T_0)$ de l'équation 7.5 varie selon sa localisation. A ce stade, l'utilisation seule des distributions de conductivité ne nous permet pas de mieux comprendre les transferts thermo-hydriques dans la cuve, ni d'identifier un noyau de glace. Ainsi, afin de mieux comprendre l'évolution de la conductivité au cours du temps et de vérifier l'impact du noyau de glace sur les observables géophysiques, nous avons analysé l'évolution de la conductivité en fonction de la température au droit des thermocouples.

7.4. Evolution ponctuelle de la conductivité au droit des thermocouples

7.4.1. L'évolution de la conductivité électrique, un indicateur d'un changement de phase

Les données issues du suivi temporel de température ont indiqué un changement de phase et donc la formation d'un noyau de glace. Le début du gel est clairement identifiable puisqu'il y a eu rupture de surfusion à $t = 661$ h (courbe PV1 $z = -0.225$ m sur la Figure 148). Nous allons vérifier si les variations locales de la conductivité sont compatibles avec ce changement de phase et avec le modèle pétrophysique développé dans les chapitres précédents.

Dans ce but, nous avons interpolé les conductivités inversées du demi-plan $X+$ selon une grille cubique de 1 cm, puis nous avons extrait la conductivité aux positions des thermocouples. Ainsi pour chaque position de thermocouple, nous avons tracé l'évolution de la conductivité électrique en fonction de la température (Figure 149, Figure 150, Figure 152). De plus, à partir du coefficient de dépendance en température α_T calculé précédemment, nous avons déterminé la courbe théorique de la conductivité (courbe grise dans les Figure 149, Figure 150, Figure 152), en prenant comme référence (σ_0) la valeur de conductivité issue de la première inversion (temps 336 h). L'ajout de cette courbe nous permet de visualiser l'évolution théorique de la conductivité électrique en fonction de la température, sans changement de phase. Ainsi, si au cours de l'essai, l'évolution de la conductivité électrique s'écarte de cette tendance linéaire et prend des valeurs inférieures cela signifie que le sol est en train de geler à la position considérée.

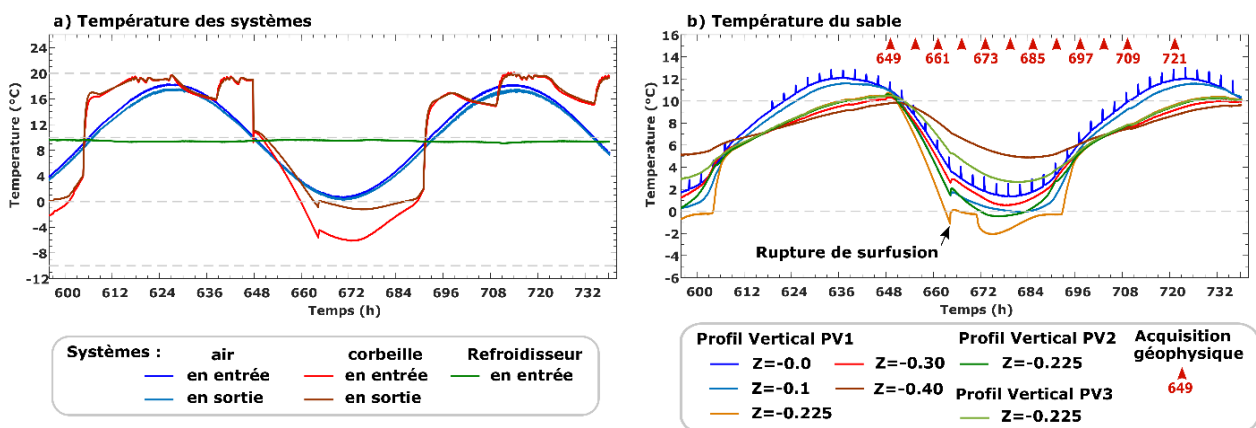


Figure 148. Rupture de surfusion après la mise en route de la corbeille.

a) Température des systèmes ; b) Température du sable. Les profils de températures PV1, PV2, PV3 sont des profils verticaux localisés respectivement à 0.0 cm, à 10 cm et à 15 cm du centre de la cuve. Dans cette figure, seules quelques températures du sable sont présentées. Après la mise en marche de la corbeille géothermique, la température du sable en certains points (e.g. PV1 $Z = -0.225$ m) passe en dessous de 0°C mais l'eau est dans un état métastable liquide. Suite à une perturbation du système, l'eau commence à geler provoquant une rupture de surfusion. Cette rupture de surfusion est visible puisque la température remonte à 0°C (témoin naturel). En fin de transformation, les températures peuvent de nouveau passer en dessous des 0°C . Le noyau de glace s'étend vers l'extérieur de la corbeille.

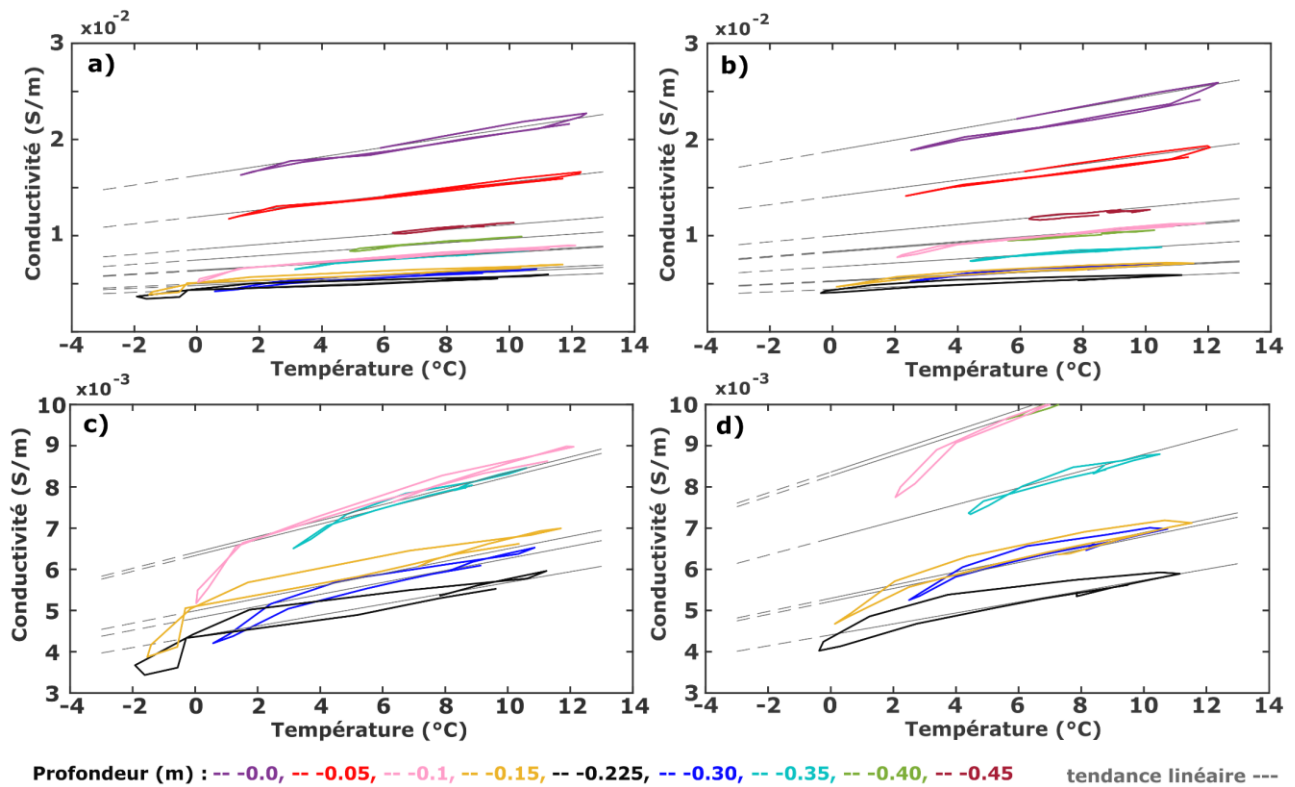


Figure 149. Conductivité électrique en fonction de la température pour le plan X+.

a) Profil vertical PV1, b) Profil vertical PV2, c) Zoom sur le profil PV1, d) Zoom sur le profil PV2. Le profil PV1 est confondu avec l'axe de symétrie de la cuve. Le profil PV2 est situé à 10 cm du centre de la cuve. Chaque couleur représente une profondeur tandis que la courbe grise correspond à la tendance linéaire de l'équation (7.5), en considérant $\alpha_T = 0.0188/^\circ\text{C}$ et σ_0 la conductivité issue de la première inversion ($t = 336$ h). Les droites en traits pleins gris correspondent à la tendance linéaire jusqu'à 0°C et celles en pointillés au prolongement de la tendance de 0 à -3°C . Certaines courbes montrent un comportement d'hystérèse comme PV1(-0.1, -0.15, -0.225 m). Ce comportement a été décrit dans les Chapitres 3 et 4.

La conductivité électrique dans la cuve varie autour de $0.005 \text{ S}\cdot\text{m}^{-1}$ au centre de la cuve. Dans les couches superficielles ($z = 0.0$; $z = -0.05$ m) ainsi que dans les couches profondes ($z = -0.40$; -0.45 m), la conductivité est supérieure (≈ 0.01 à $0.025 \text{ S}\cdot\text{m}^{-1}$) ce qui peut être dû à l'influence du dispositif géophysique. De façon générale, la variation de conductivité est en accord avec le modèle et avec le coefficient de sensibilité trouvé précédemment ($\alpha_T = 0.0188/^\circ\text{C}$). La conductivité aux profondeurs $z = -0.40$ et -0.45 cm varie peu puisque les variations de température à ces profondeurs sont de faible amplitude. Nous remarquons aussi que l'évolution de la conductivité en fonction de la température pour les points superficiels ($z = -0.0$ et $z = -0.05$ m) comporte un décrochage vers les 12°C (Figure 149, a, b). En effet, les conductivités pour une même température au début de l'essai sont plus élevées qu'à la fin de l'essai. Ce décrochage est vraisemblablement lié à une modification du milieu (assèchement ?) qui a eu lieu préférentiellement en surface et entre les temps 384h et 648h.

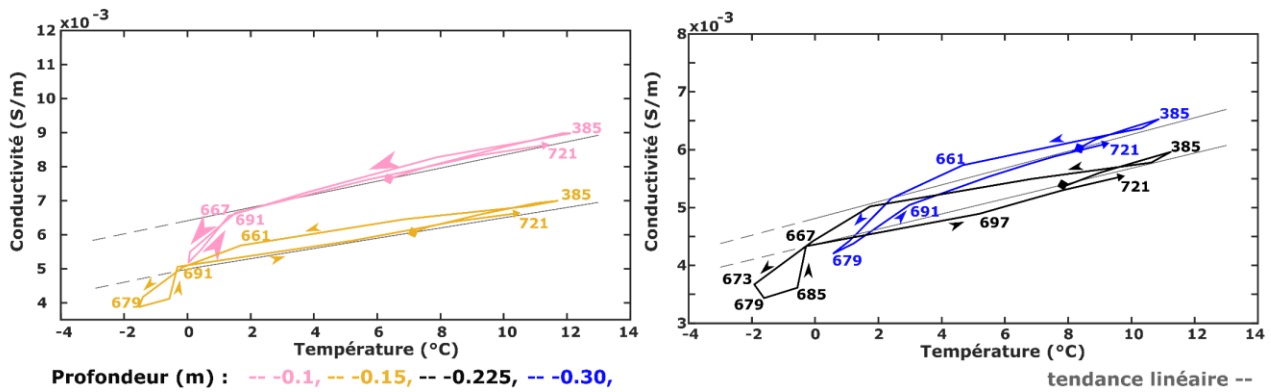


Figure 150. Evolution de la conductivité électrique en fonction de la température.

Evolution de la conductivité électrique au centre de la cuve aux profondeurs -0.1 et 0.15 m (a) et aux profondeurs -0.225 et 0.30 m (b).

Nous cherchons maintenant à déterminer l'extension du noyau de glace à partir de ces courbes. Quatre thermocouples du profil PV1, localisés aux profondeurs -0.1, -0.15, -0.225, -0.3m ont enregistré une température minimale proche ou inférieure à 0°C (Figure 150, Figure 151). Ces faibles températures associées à la rupture de surfusion (Figure 151) indiquent l'apparition d'un noyau de glace au centre de la cuve, d'au moins 0.2 m de hauteur. L'évolution des conductivités confirme l'apparition d'un noyau de glace puisque les conductivités s'écartent de la tendance linéaire lorsque les températures approchent 0°C (Figure 149, Figure 150). En ce qui concerne le profil PV2, situé à 0.1 m du centre de la cuve, les thermocouples aux profondeurs -0.15 et -0.225m ont enregistré des températures proches de 0°C (respectivement 0.13°C et -0.37°C). Avec ces seules informations, il n'est pas possible de savoir si le noyau de glace a atteint ces positions. En effet, pour ces températures soit l'eau n'a pas encore gelé, soit l'eau est en train de geler impliquant que la température reste constante jusqu'à la fin de la transformation. Les conductivités électriques de ces profondeurs s'écartent de la tendance linéaire et ce qui est vraisemblablement indicateur d'un gel.

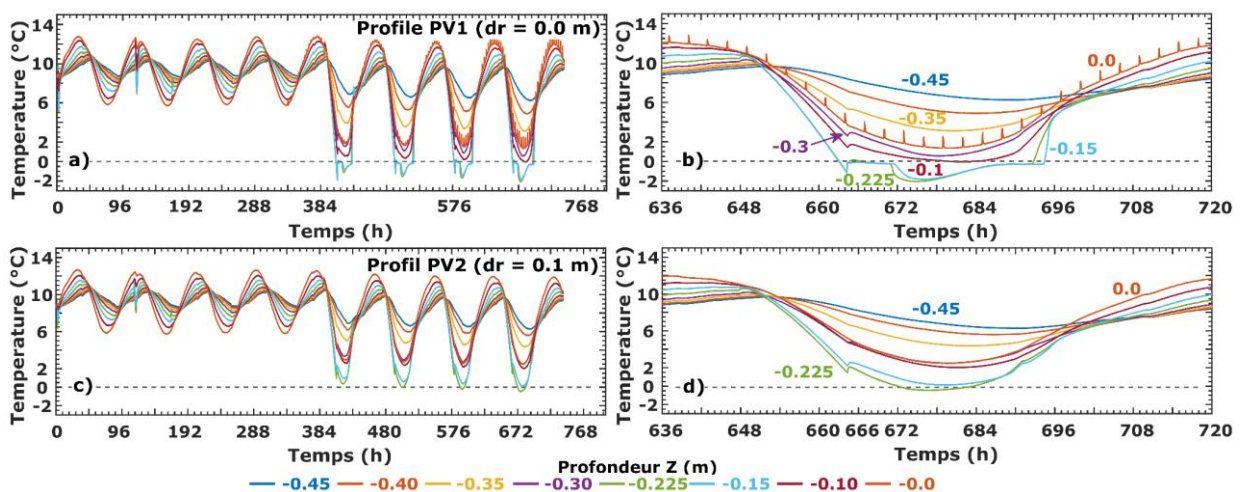


Figure 151. Evolution de la température pour les profils PV1 et PV2.

a, c) Evolution de la température des profils PV1 et PV2, b, d) Evolution de la température pour le cycle correspondant au monitoring géophysique. Le trait gris horizontal correspond à la température de 0°C. Les températures à $z = -0.05$ m n'ont pas été représentées pour améliorer la clarté de la figure. La première phase de l'essai ($t = 0$ à 345 h) comprend quatre cycles et consiste à simuler la pénétration du front thermique venant de la surface. Pour les quatre derniers cycles (de 345 à 737h), la corbeille est mise en marche avec une puissance variable de 0 à 30W.

Les températures minimales aux profondeurs -0.1 et -0.3m du profil PV2 sont respectivement de 2.1 et 2.5°C ce qui est incompatible avec un changement de phase. Cependant les conductivités pour ces profondeurs montrent là aussi, un écart par rapport à la tendance linéaire. Cet écart ne peut pas être dû un changement de phase local mais plutôt à une perturbation de la conductivité liée à la présence du noyau de glace à proximité.

L'évolution temporelle des températures le long du profil PV3 (0.15m du centre de la cuve) montre que la mise en marche de la corbeille influence thermiquement le milieu à cette distance radiale (Figure 152a). Sur ce profil, la température minimale est mesurée par le thermocouple situé à la profondeur (-0.15 m) qui est passé d'environ 6°C à environ 2.6°C. Comme pour les profils PV1 et PV2, l'évolution de la conductivité électrique en fonction de la température suit une tendance linéaire. Les variations de température et de conductivité sont plus faibles pour ce troisième profil ce qui est cohérent avec la position plus éloignée du centre de la cuve (Figure 152b). Puisque les températures restent positives et que la conductivité suit toujours une tendance linéaire en fonction de la température, nous pouvons en déduire que le noyau de glace ne s'est pas étendu jusqu'au profil PV3. Finalement, à partir de l'évolution ponctuelle de la conductivité et de la température des trois profils verticaux, nous avons délimité un noyau de glace dont la hauteur est de 20cm au centre et 7.5cm à une distance de 0.1m du centre de la cuve.

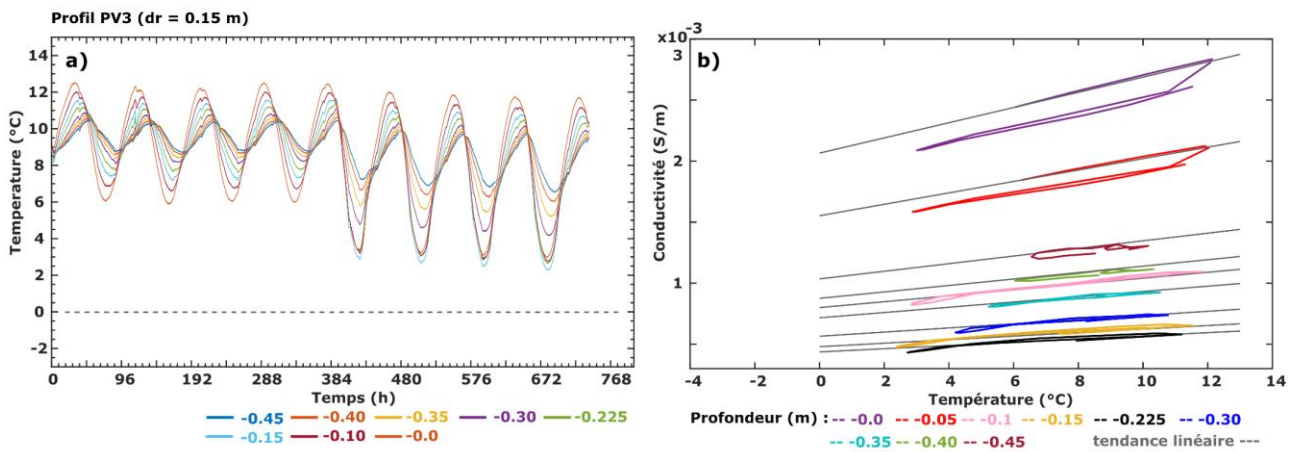


Figure 152. Evolution de la température et de la conductivité électrique pour le profil PV3. a) Evolution de la température au cours de l'expérience. La température à la profondeur $z = -0.05$ m n'est pas représentée pour plus de clarté. Le trait gris représente la température 0°C. b) Conductivité électrique en fonction de la température. La tendance linéaire (traits gris) est calculée avec un coefficient de sensibilité $\alpha_T = 0.0188/^\circ\text{C}$.

7.4.2. Cycle d'hystérèse de la conductivité lors du gel/dégel et surfusion

Après la mise en marche de la corbeille géothermique, les températures au centre de la cuve descendent rapidement en dessous de 0°C sans indiquer de changement de phase (Figure 153). Par exemple, pour les thermocouples PV1 ($z = -0.225\text{ m}$ et $z = -0.15\text{ m}$), les températures mesurées à 664.2h sont respectivement de -1.13°C et de -1.17°C . A ces températures, l'eau du milieu poreux est dans un état métastable dit état de surfusion. A la suite d'une perturbation cet état est déstabilisé, l'eau commence à geler et la température remonte alors à 0°C comme le montre la Figure 151b. La rupture de surfusion s'effectue à 664.3h. La libération de chaleur latente liée au changement de phase au centre de la cuve et au niveau des spires impacte les températures du profil PV2 qui augmentent de 0.4 et 0.7°C aux profondeurs $z = -0.225$ et $z = -0.15\text{ m}$ (Figure 151d). Ce phénomène de surfusion implique que la dynamique du changement de phase est différente lors du passage liquide à solide (prise en glace instantanée puis croissance du noyau de glace) et solide à liquide (dégel progressif) définissant ainsi un cycle d'hystérèse.

L'évolution des conductivités électriques des profils PV1 et PV2 montre aussi un comportement hystérétique (e.g. Figure 149, en Annexe O). Cependant, le monitoring géophysique n'a pas enregistré l'état métastable et la rupture de surfusion car la fréquence d'acquisition est trop faible. En effet, pour l'acquisition géophysique à 661h, les températures PV1 ($z = -0.225\text{ m}$) et PV1 ($z = -0.15\text{ m}$) sont d'environ 1.9°C . Lors de l'acquisition suivante (celle de 667h), la rupture de surfusion a déjà eu lieu ; cette acquisition correspond au début du changement de phase. Le volume du noyau de glace est alors relativement faible ce qui a peu d'impact sur les conductivités (Figure 153d, Figure 150). Enfin, pour les acquisitions suivantes à 673h et 679h, la formation de glace au centre de la cuve est terminée puisque les conductivités et la température sont les plus faibles.

A partir de 669.5h, la puissance prélevée par la corbeille commence à diminuer. La température du fluide entrant dans la corbeille augmente progressivement : -6.1°C à 673h, -4.5°C à 679h, -1.9°C à 685h et $+1.7^{\circ}\text{C}$ à 691 h (Figure 153c). Cette augmentation des températures du fluide caloporteur initie la fonte du noyau de glace et l'augmentation de la température du milieu poreux (Figure 153a,b). La fonte de la glace provoque une augmentation progressive de la conductivité (entre 679 et 685h). A partir de 685h, la température du fluide entrant dans la corbeille devient progressivement positive accélérant la fonte du noyau de glace. La fréquence d'acquisition du suivi temporel n'est pas suffisante pour suivre le détail de cette fonte : le suivi de température indique seulement la fin de ce processus à 691h ce qui est cohérent avec la forte augmentation de la conductivité liée à la fonte de l'eau porale. Pour cette acquisition, nous pouvons considérer que toute l'eau est quasiment à l'état liquide. En ce qui concerne le profil PV2, le comportement d'hystérèse

est moins marqué puisqu'à cette distance radiale, le changement de phase ne consiste pas en une apparition d'un noyau de glace mais uniquement en son extension avec une dynamique de gel plus lente. Il n'y a pas d'état métastable à cette distance. Enfin, comme la température des profils PV2 ($z = -0.225$ m et $z = -0.15$ m) avoisine 0°C pour les acquisitions 673 et 679h et que leur conductivité commence à s'écarter de la tendance linéaire, nous pouvons en déduire la formation d'un faible volume de glace (Figure 153e).

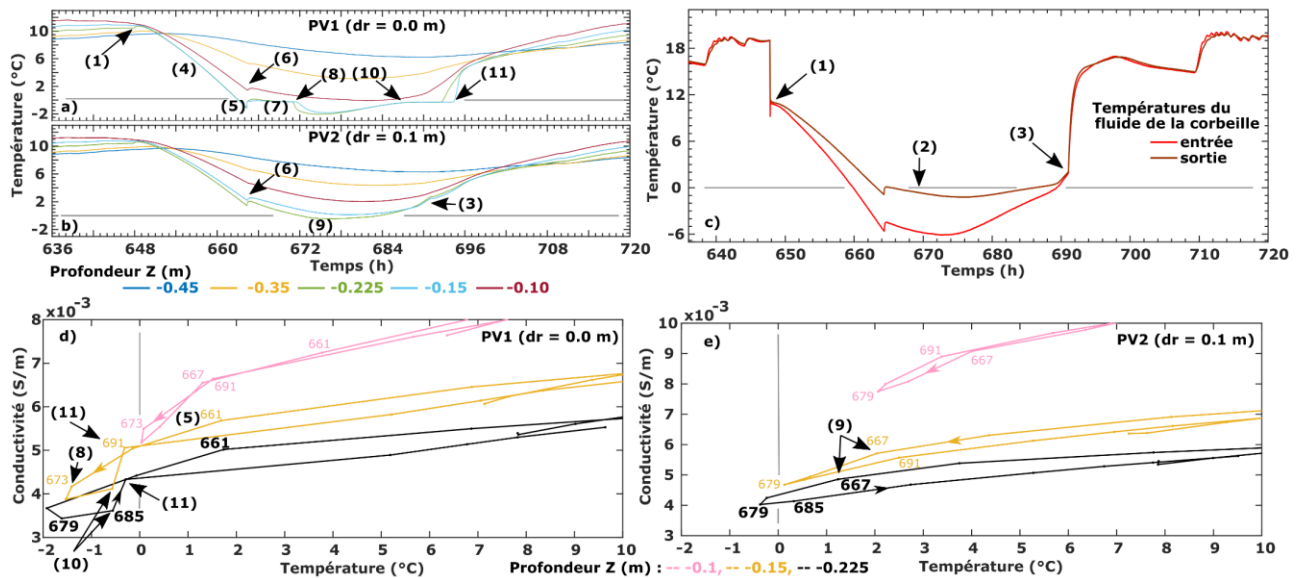


Figure 153. Cycle d'hystérèse de la conductivité électrique en lien avec le changement de phase
a, b) Evolution de la température pour les profils PV1 et PV2 ; **c)** Evolution de la température du fluide entrant et sortant de la corbeille géothermique ; **d, e)** Evolution de la conductivité électrique en fonction de la température pour trois positions sur les profils PV1 et PV2. Les traits gris horizontaux correspondent à la température 0°C . La mise en marche de la corbeille a été effectuée à 648 h (1). La puissance prélevée a été graduellement augmentée jusqu'à 30W à 669.5 h (2) puis diminuée de nouveau jusqu'à une puissance nulle avec arrêt du système géothermique à 691 h (3). L'augmentation de la puissance prélevée provoque une diminution de la température du sable (4) jusqu'à devenir négative pour certaines localisations. Les températures mesurées au centre de la cuve, PV1 ($z = -0.225$ m) et PV1 ($z = -0.15$ m) indiquent un état métastable (5) jusqu'à 664.3 h où une rupture de surfusion a eu lieu (6). Cette rupture de surfusion a initié un changement de phase (7) qui a pris fin à 671 h (8). Les températures mesurées à PV2 ($z = -0.225$ m) et PV2 ($z = -0.15$ m) ont aussi enregistré la rupture de surfusion avec une légère augmentation de température (6). Puis, ces températures deviennent négatives et la conductivité associée baisse en s'écarter de la tendance linéaire (à partir de 667h) indiquant ainsi le début du changement de phase (9) pour le profil PV2. La baisse de la puissance prélevée initie la fonte du noyau de glace à ≈ 688 h (10) et une augmentation faible de la conductivité. La fonte du noyau de glace se poursuit jusqu'à ≈ 694 h (11) provoquant une augmentation de la conductivité.

7.4.3. Utilisation du modèle de conductivité avec changement de phase

Dans les chapitres précédents, nous avons modélisé la dépendance de la conductivité électrique vis-à-vis du changement de phase à l'aide de l'équation suivante :

$$\sigma(T) \approx \left[(S \phi - \theta_r) \exp\left(-\frac{T - T_F}{T_C}\right) + \theta_r \right] \frac{\sigma(T_0)}{\phi} [1 + \alpha_T (T - T_0)] \quad 7.6$$

où, $\sigma(T)$ est la conductivité du milieu à la température T , ϕ (-) la porosité, S (-) la saturation ici égale à 1, θ_r (-) la teneur en eau résiduelle, T_C (°C) la température caractéristique, T_F (°C) la température de gel, $\sigma(T_0)$ la conductivité du milieu à la température de référence T_0 (°C) ici 20°C, α_T (/°C) le coefficient de sensibilité, T (°C) la température du milieu.

Cette équation et plus largement le modèle décrivant l'évolution de la conductivité électrique en fonction de la température ont été appliqués aux localisations suivantes : PV1 ($Z = -0.15$ m) et PV1 ($Z=-0.225$ m) (Figure 154). Pour les autres localisations les données intégrant le changement de phase ne sont pas suffisantes pour appliquer ce modèle. Nous avons sélectionné uniquement les données des onze premières inversions (les acquisitions 336 à 679h) en raison du comportement hystérétique. Ainsi, ces jeux de données comportent les acquisitions effectuées sans mise en route de la corbeille (temps : 336 à 649h) et les acquisitions effectuées lors de la descente en température et la formation du noyau de glace (temps : 655 à 679h).

D'abord, nous avons appliqué le modèle décrivant la dépendance de la conductivité vis-à-vis de la température sans changement de phase aux données ayant des températures positives. Les coefficients de sensibilité α_T obtenus sont 0.015/°C pour PV1 ($Z = -0.15$ m) et 0.016/°C pour PV1 ($Z=-0.225$ m) et les conductivités calculées $\sigma(T_0)$ à 20°C sont respectivement de 0.009 et 0.0114 S.m⁻¹. Ces valeurs sont cohérentes avec les valeurs trouvées précédemment (partie 7.3.1 et Table 29).

Ensuite à partir de ce modèle, nous avons déterminé la conductivité du milieu à 0°C, considérant qu'il n'y a pas de changement de phase (figuré triangulaire gris dans la Figure 154). Comme il y a peu de données dans la gamme des températures négatives, ce point interpolé a été pris en compte lors de l'application du modèle avec changement de phase (équation 7.6), avec comme paramètres connus, T_F issue du suivi de température et α_T calculé précédemment. La température caractéristique et la teneur en eau résiduelle déterminées sont respectivement de -1.71°C et 0.0054 pour PV1 ($Z = -0.15$ m) et -1.13°C et 0.0089 pour PV1 ($Z = -0.225$). Ces valeurs sont cohérentes avec les valeurs déterminées dans l'expérience in-situ (Chapitre 5) ou dans le cadre des mesures en laboratoire (Chapitre 3).

La détermination des paramètres du modèle avec changement de phase n'est pas optimale et les valeurs ne sont pas assez contraintes à cause du faible nombre de points (couple conductivité-température). Ce faible nombre de points s'explique par une fréquence d'échantillonnage du suivi

temporel trop faible au regard de la cinétique de la prise en glace, par le type d'essai réalisé et par un comportement hystérétique impliquant que nous ne pouvons pas utiliser conjointement les informations liées à la prise en glace et à la fonte. Améliorer la modélisation avec les courbes de gel requerrait de réaliser la descente en température bien en-dessous de l'apparition du noyau de glace et donc de prélever plus longtemps la chaleur de la cuve, ce qui n'a pas été le cas dans cet essai.

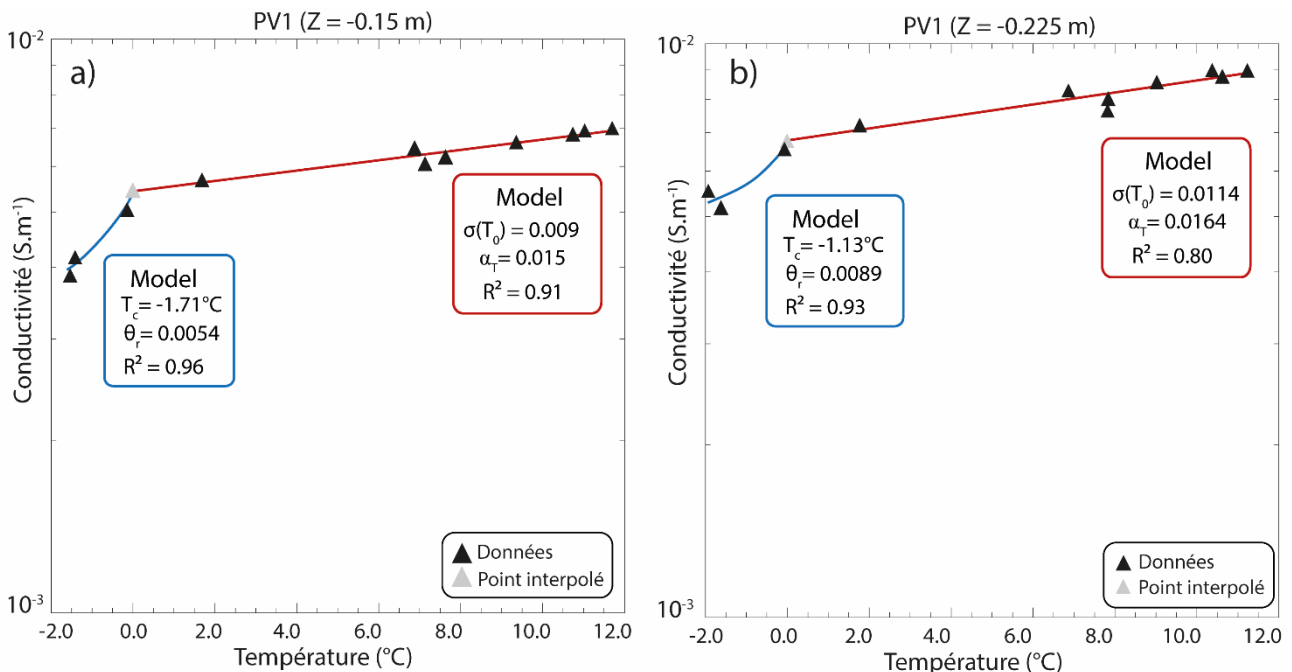


Figure 154. Application du modèle décrivant l'évolution de la conductivité électrique en fonction de la température et du changement de phase.

a) Modèle appliqué aux données de PV1 (Z = -0.15m) ; b) Modèle appliqué aux données de PV1 (Z = -0.225 m). Le modèle décrivant la variation de la conductivité électrique vis à vis de la température et sans changement de phase (équation 7.5) correspond à la droite rouge alors que le modèle intégrant le changement de phase (équation 7.6) correspond à la courbe bleue. Le point interpolé en gris a été calculé avec le premier modèle et a été utilisé pour calculer les paramètres du deuxième modèle.

De plus, l'application du modèle avec changement de phase dans cet essai analogique est discutable. En effet, l'influence du changement de phase sur la conductivité a été modélisée en décrivant la teneur en eau liquide en fonction de la température (voir Chapitre 3 et l'article de Watanabe et Mizoguchi, (2002)). Cette courbe de gel n'est valable que dans un régime stationnaire en température, ce qui n'est pas le cas ici puisque la température du milieu varie continuellement. Afin que cette modélisation soit applicable, il faudrait réguler la température du fluide entrant dans la corbeille (non sa puissance) sous la forme de paliers.

Enfin, le phénomène de surfusion impacte aussi l'évolution de la teneur en eau liquide en fonction de la température. Autrement dit, nous ne pouvons pas associer une conductivité électrique à une température durant l'état métastable (libellé (5) dans la Figure 153) ou durant le plateau du changement de phase (libellé (8) dans la Figure 153) puisque ces processus sont transitoires. Dans notre essai, l'état métastable commence à $\approx 662\text{h}$ et prend fin à la rupture de surfusion à 664.3h alors

que le changement de phase finit à ≈ 671 h. Les données utilisées dans cette section intègrent une mesure acquise durant le changement de phase (acquisition de 667h), qui correspond au point ayant une température négative proche de 0°C (Figure 154). Ce point semble s'aligner avec la tendance, parce qu'il correspond au début du changement de phase (teneur en eau liquide encore élevée associée à une température faiblement négative).

Pour conclure, en estimant les conductivités au droit des thermocouples, nous avons appliqué avec succès notre modèle de dépendance de la conductivité vis-à-vis du changement de phase. Ceci confirme la validité de ce modèle et la capacité du suivi temporel de la conductivité à détecter un changement de phase.

7.5. Identification et délimitation du noyau de glace

Dans la partie précédente, nous avons vu l'influence du changement de phase sur la conductivité d'un point de vue ponctuel et confirmé que nos données sont consistantes avec le modèle pétrophysique développé précédemment. Maintenant, nous souhaitons identifier et délimiter un noyau de glace à l'aide d'une distribution 2D de conductivité. Nous avons vu en partie 7.3.5 que l'utilisation seule de la distribution de conductivité n'est pas suffisante pour détecter la formation d'un noyau de glace et nécessite l'ajout d'informations supplémentaires ou le calcul de nouveaux paramètres. En d'autres termes, il faut prendre en compte les variations locales de conductivité. Ainsi, dans cette partie, nous souhaitons explorer l'intérêt de différentes méthodes pour délimiter le noyau de glace tout en essayant d'utiliser le moins de données de températures.

Bien sûr, combiner les deux types de données (température et conductivité) est intéressant car cela permet d'apporter le maximum d'informations sur le milieu et donc d'estimer le plus précisément un volume de glace. Ici, notre objectif est d'explorer la capacité du suivi temporel de la conductivité électrique à suivre l'évolution de température du milieu et du volume de glace, dans le but de mieux gérer la ressource géothermique notamment vis-à-vis du changement de phase. Sur site, acquérir uniquement les données de température ne sera pas suffisant puisque pour une même température, l'eau porale peut être à l'état liquide ou solide ce qui n'est pas le cas pour une même valeur de conductivité. De plus, la tomographie de résistivité électrique étant une méthode indirecte, elle permet d'estimer une distribution spatiale de la conductivité avec un minimum de capteur in-situ. Au total, trois méthodes ont été testées :

- méthode 1 : comparaison entre la conductivité inversée et la conductivité théorique calculée à partir du champ de température
- méthode 2 : seuil théorique de conductivité calculé à l'aide d'un couple de distributions de température et de conductivité.
- méthode 3 : détection du noyau de glace à l'aide du gradient spatial de la conductivité.

Nous avons aussi calculé la distribution de la dérivée temporelle de la conductivité afin d'identifier le changement de phase. Bien que cette approche ait donné des pistes prometteuses, nous avons choisi de la développer en Annexe R, puisque la fréquence d'échantillonnage du suivi temporel n'est pas suffisante.

L'ensemble de ces méthodes demande de calculer une distribution spatiale de conductivité et/ou de température. Ces distributions ont été déterminées selon une grille d'un centimètre de côté sur le demi-plan X^+ correspondant au demi-plan comprenant les trois profils verticaux de température, avec une fonction d'interpolation linéaire.

7.5.1. Méthode 1 : utilisation conjointe des distributions de température et de conductivité

La première méthode testée, basée sur un seuil de conductivité (partie 7.3.5) n'était pas optimale, notamment parce que la distribution spatiale de la conductivité est hétérogène. Pour détecter plus précisément la présence d'un noyau de glace et son extension, il faut développer un critère permettant de prendre en compte les variations spatiales de conductivité et calculer un seuil à partir d'informations supplémentaires comme par exemple le champ de température.

Nous avons donc développé deux approches où la distribution spatiale de la conductivité est prise en compte et où le seuil de conductivité est déterminé à partir des données de température et de l'équation 7.5. La première approche utilise les données de température à chaque acquisition afin de calculer une conductivité théorique utilisée comme seuil alors que la deuxième approche utilise uniquement un couple de distribution température / conductivité comme référence.

Notre première approche consiste donc à déterminer un écart de conductivité par rapport à une valeur de référence de la conductivité, déterminée à l'aide du modèle de dépendance linéaire à la température (équation 7.5). Cette méthode a été appliquée sur le demi-plan X+ discrétisé selon une grille d'un centimètre de côté. Cette approche peut se décomposer en trois phases :

- i) Choisir une acquisition de référence et calculer une distribution de température et de conductivité sur la grille. Dans notre cas, nous avons choisi l'acquisition à 385h, qui correspond à la dernière acquisition de la phase sans fonctionnement de la corbeille. La distribution de température ($T_{385 h}$) et de conductivité ($\sigma_{385 h}$) pour cette acquisition sont considérées comme étant un état de référence et correspondent aux termes T_0 et $\sigma_0(T_0)$ de l'équation 7.5.
- ii) Calculer pour chaque inversion une distribution de température ($T_{i h}$) et de conductivité ($\sigma_{i h}$).
- iii) Puis pour chaque inversion, calculer une distribution théorique de conductivité (σ_{theo}) à partir du champ de température et du modèle linéaire (équation 7.5). Le coefficient de sensibilité retenu est $0.0188/^\circ\text{C}$. Cette distribution théorique correspond au seuil de conductivité. Ainsi, pour chaque nœud de la grille, nous calculons la variation relative entre la conductivité inversée et la conductivité théorique (équation 7.7).

$$\Delta\sigma = \frac{(\sigma_{i h} - \sigma_{theo})}{\sigma_{theo}} \quad 7.7$$

Finalement, pour chaque acquisition, nous obtenons une distribution de l'écart de conductivité noté $\Delta\sigma$. En théorie, si les variations de conductivité suivent les variations de température, cet écart est quasi-nul tant qu'il n'y a pas de changement de phase. Une variation ($\Delta\sigma$) négative signifie que la conductivité du milieu est inférieure à la conductivité théorique, indiquant potentiellement la présence d'un noyau de glace. Ainsi, plus l'écart est important plus la probabilité d'avoir un noyau de glace est importante. Cette approche est valable uniquement, si les variations de conductivité sont liées à des variations de température et au changement de phase.

Nous avons donc calculé les distributions de la variation de conductivité pour chaque acquisition mais seules les distributions les plus pertinentes sont présentées dans cette section (Figure 155, Figure 156, Figure 157). A noter que le champ de conductivité théorique est recalculé à partir du champ de température pour lequel, lorsque la corbeille est en fonctionnement, la température du sol à l'aplomb des spires est recalculée.

Au départ, la variation calculée est proche de zéro, ce qui confirme que les variations de conductivité sont liées uniquement aux variations de température, comme le montre l'acquisition au temps 649 h (Figure 155). Après l'allumage de la corbeille, la variation calculée est proche de zéro excepté à proximité des spires où cette variation est positive (e.g. temps 661 h, Figure 156). Dans cette région la conductivité théorique est plus faible que la conductivité inversée. Cette conductivité théorique faible est calculée à partir des températures imposées au droit des spires. Cependant, la diminution de la température au droit des spires n'est pas assez importante, ni assez étendue pour affecter les observables géophysiques. A noter qu'en calculant la variation sans imposer la température à l'aplomb des spires, la variation est proche de zéro quelle que soit la région considérée (Figure 218, en Annexe Q). La formation du noyau de glace à partir du temps 673h est indiquée par les données de température (isothermes négatives en rouge dans les Figure 156, Figure 157) et par des variations de conductivité négatives se propageant depuis le centre de la cuve. Bien que la temporalité de la formation et de la disparition du noyau de glace soient cohérentes, l'extension spatiale du noyau déterminée à l'aide des distributions de température d'une part et des variations de conductivité d'autre part sont différentes. En considérant un seuil sur les variations de conductivité compris entre -0.2 et -0.15, le noyau de glace délimité est trop étendu verticalement. Après l'arrêt de la corbeille et la disparition du noyau de glace, les variations redeviennent proches de zéro (Figure 157).

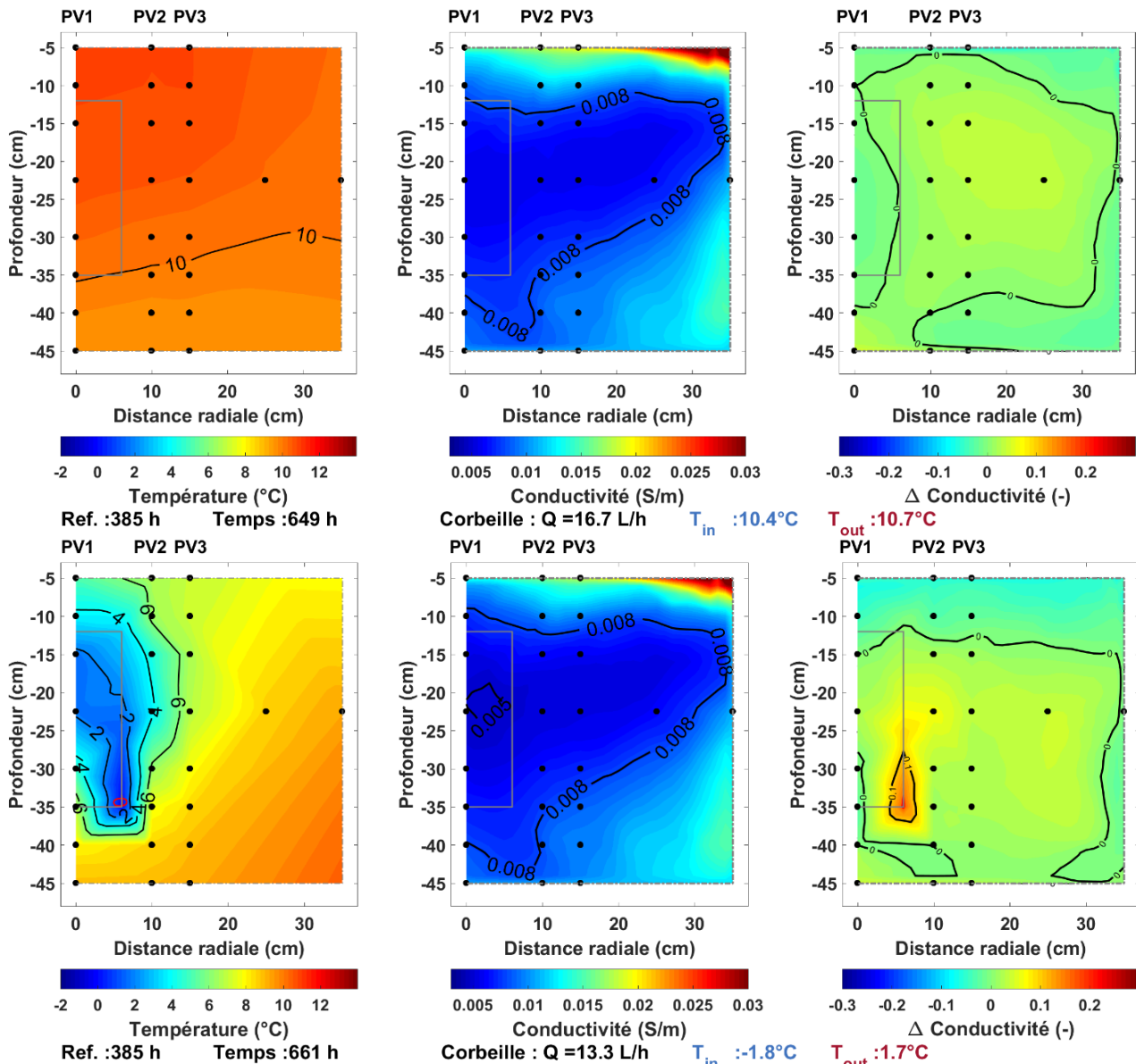


Figure 155. Distribution spatiale de température, de conductivité et d'écart à la conductivité théorique, pour les acquisitions aux temps 649 et 661 h.

Les colonnes correspondent respectivement, de gauche à droite, aux distributions de température, de conductivité et aux écarts de conductivité par rapport à la valeur théorique (équation 7.7). Ces distributions spatiales ont été calculées en interpolant linéairement sur une grille d'un centimètre de côté, les données de températures et de conductivité pour le demi-plan nommé X+. Lorsque la corbeille est en fonctionnement, la distribution de température a été calculée à partir des mesures de température du sable (points noirs) et en imposant la température du sable au droit des spires de la corbeille. La corbeille est représentée par le rectangle gris. Les abréviations PV1, PV2 et PV3 correspondent respectivement aux profils verticaux PV1 ($dr = 0.0$ m), PV2 ($dr = 0.1$ m) et PV3 ($dr = 0.15$ m). Les caractéristiques du fluide glycolé circulant dans la corbeille sont indiquées au centre des sections avec les labels suivants : Q pour le débit, T_{in} pour la température du fluide entrant et T_{out} pour la température du fluide sortant. Distribution de température sur le demi-plan X : isotherme positive en noir, isotherme négative en rouge. Distribution de conductivité sur le demi-plan X : iso-conductivité en noir. Distribution de variation de conductivité sur le demi-plan X : iso-variation en noir, et l'isotherme à 0°C est reporté en rouge (si présent).

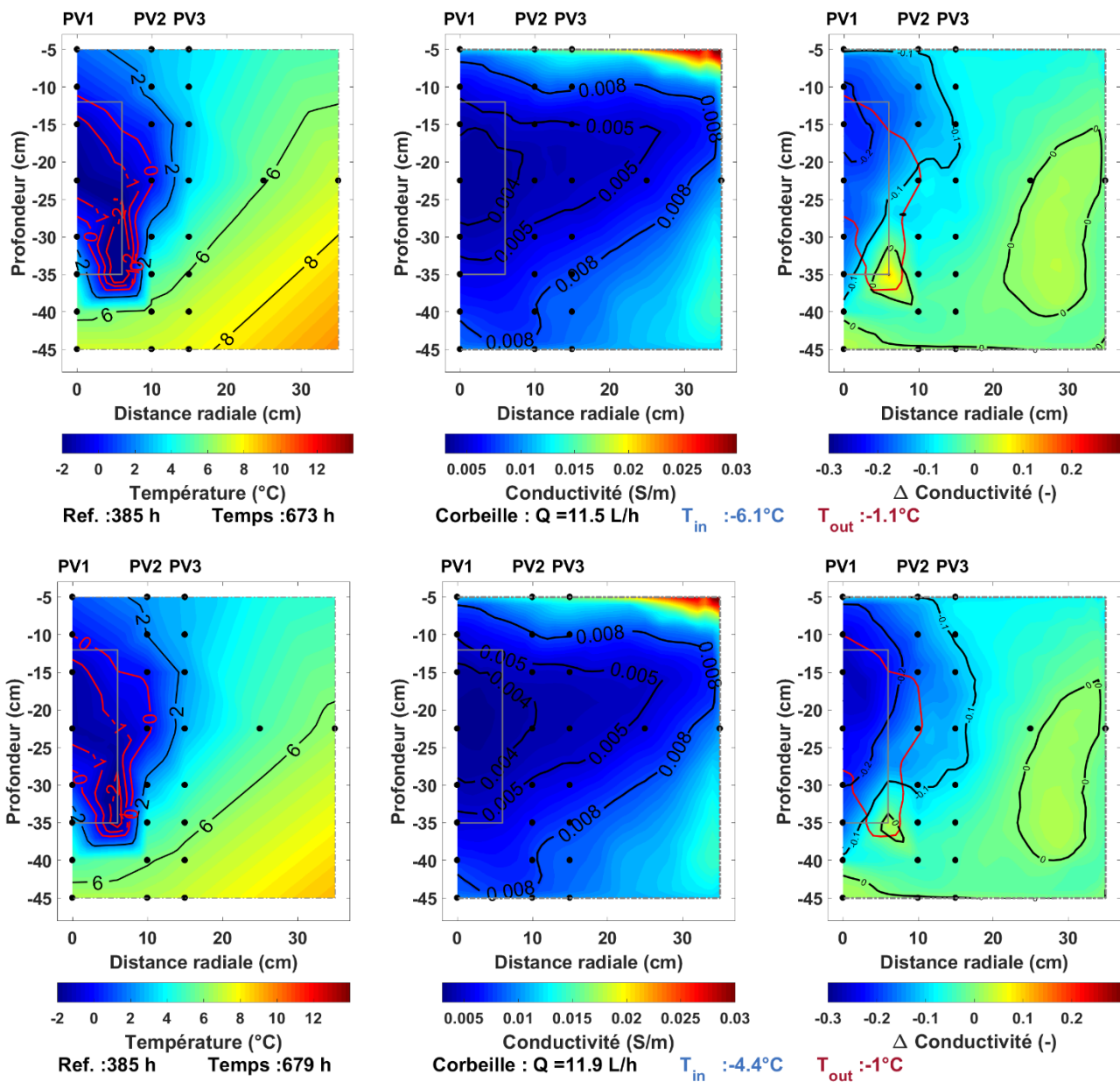


Figure 156. Distribution spatiale de température, de conductivité et d'écart à la conductivité théorique, pour les acquisitions aux temps 673 et 679 h.

Légende : voir Figure 155.

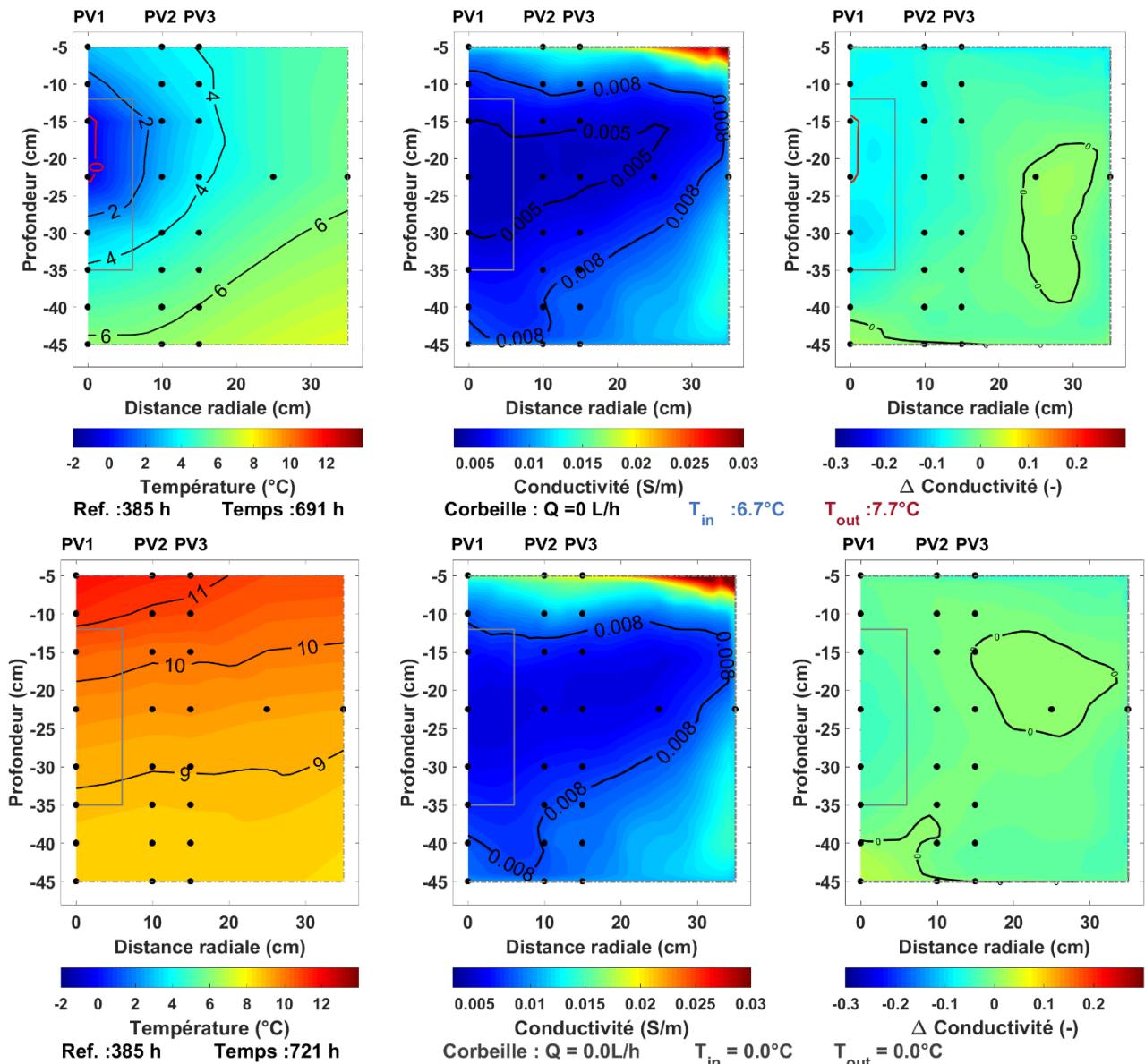


Figure 157. Distribution spatiale de température, de conductivité et d'écart à la conductivité théorique, pour les acquisitions aux temps 691 et 721 h.

Légende : voir Figure 155.

Pour conclure, cette méthode permet de prendre en compte la distribution spatiale hétérogène de la conductivité et d'identifier la présence d'un noyau de glace au centre de la cuve. Cependant, l'extension de ce noyau de glace ne peut être délimitée finement. Dans l'optique de développer un suivi temporel utilisant un minimum d'instrumentation, l'inconvénient principal de cette méthode est qu'il est nécessaire d'utiliser conjointement les données de température et de conductivité pour chaque acquisition. De plus, la distribution de la variation de conductivité est fortement influencée par la distribution de température comme nous l'avons vu avec l'ajout des températures du sol au droit des spires. Autrement dit, nous imposons une anomalie au droit des spires car cette anomalie est présente dans le champ de température.

7.5.2. Méthode 2 : utilisation d'un seuil de conductivité local

La méthode précédente utilise pour chaque acquisition les données de température. Or l'avantage d'utiliser les méthodes géophysiques comme la tomographie de résistivité électrique est de pouvoir caractériser un paramètre du milieu (e.g. la conductivité) sans pour autant placer un nombre important de capteurs au sein même du milieu. Ainsi, développer une méthode qui n'utilise pas ou peu de capteurs qui perturbent le milieu pour suivre les transferts thermiques est pertinente. Dans cette optique, nous avons souhaité tester la pertinence d'une méthode utilisant uniquement un état de référence c'est-à-dire un couple de distributions de température et de conductivité. Cette méthode peut être vue comme une variante de la méthode précédente mais en utilisant moins de données de température. Cette approche consiste à calculer la conductivité à 0°C pour chaque nœud de notre grille à partir du modèle linéaire (équation 7.5) et à comparer à la conductivité inversée. Si la conductivité inversée est inférieure à la conductivité théorique, le milieu peut être considéré comme gelé.

Cette approche a été appliquée sur le demi-plan nommé X+ et comporte trois étapes de calculs :

- i) Choisir une acquisition de référence (ici acquisition au temps 385 h) et calculer une distribution de température T_{ref} et de conductivité $\sigma(T_{ref})$ selon notre grille (interpolation linéaire, maille cubique d'un centimètre).
- ii) Calculer un seuil local de conductivité. A l'aide de l'équation 7.8 et des distributions de température et de conductivité précédentes, nous avons calculé la conductivité théorique à 0°C noté $\sigma(0^\circ C)$ pour chaque maille. Or, pour prendre en compte les incertitudes liées à la mesure et à la méthode d'inversion, nous avons diminué de 6% la valeur de la conductivité théorique à 0°C. En effet, l'erreur sur la mesure de température est de 0.1 à 0.5°C. Cette erreur se traduit en une erreur sur la conductivité estimée entre 2 et 10%. Nous avons donc choisi d'utiliser la moyenne de cet écart (6%) pour calculer notre seuil σ_{seuil} . Ainsi, pour chaque nœud, ce seuil est calculé à l'aide des équations suivantes.

$$\sigma(0^\circ C) = \sigma(T_{ref}) \times [1 + \alpha_T (0^\circ C - T_{ref})] \quad 7.8$$

$$\sigma_{seuil} = 0.94 \times \sigma(0^\circ C) \quad 7.9$$

- iii) Calculer les distributions de conductivité pour chaque inversion puis déterminer si la conductivité de chaque nœud est inférieure au seuil.

Nous avons effectué ces calculs pour l'ensemble des acquisitions et nous avons choisi de représenter les données en termes de variations de température et de conductivité par rapport à l'acquisition de référence (temps 385 h). Le critère de seuil est représenté par le contour rouge dans les sections de variation de conductivité (Figure 158 à Figure 162).

La mise en route de la corbeille n'influence pas directement les mesures de conductivité (e.g. acquisition au temps 649h, Figure 158). Après quelques heures de fonctionnement de la corbeille, la diminution en température du sol impacte la conductivité. Cette influence est plus facilement visible sur les sections de variation de conductivité (e.g. acquisition aux temps 655 et 661h, Figure 158, Figure 159) que sur les sections de conductivité (Figure 214, en Annexe Q).

La formation du noyau de glace entre les temps 661 et 667h accentue la variation de la conductivité avec une variation maximale d'environ -0.28 pour l'acquisition à 667h (Figure 159). Les données de température pour cette acquisition indiquent un noyau de glace bien développé avec une extension verticale d'environ 8 cm au centre de la cuve. Notre méthode indique aussi pour la première fois la présence d'un noyau de glace au centre de la cuve, d'une dizaine de centimètres de hauteur (le critère de seuil est représenté par contour rouge dans la Figure 159). Les données de température pour les acquisitions suivantes indiquent que le noyau de glace s'étend principalement au centre de la cuve (acquisitions 673 et 679h, Figure 160). L'extension du noyau de glace et la diminution de la température du sol autour de ce dernier impliquent une diminution plus importante de la conductivité ce qui est cohérent avec l'augmentation en valeur absolue de la variation de la conductivité (Figure 160). Cependant, l'extension du noyau de glace estimée à partir de notre méthode est trop étendue aussi bien dans la direction radiale que verticale. A noter, qu'à partir de 673 h et jusqu'à 685 h, l'extension du noyau de glace varie peu aussi bien d'après les données de température que d'après notre approche.

La diminution de la puissance prélevée puis l'arrêt de la corbeille conduisent à la fonte du noyau de glace notamment entre les temps 685 et 691h, ce qui est cohérent avec la diminution de l'extension du noyau de glace déterminée par notre méthode (Figure 161). Enfin, à partir de 697h, le noyau de glace a totalement fondu comme l'indique le suivi des températures et notre approche. Les variations de conductivité restent négatives mais tendent à devenir nulles (Figure 162).

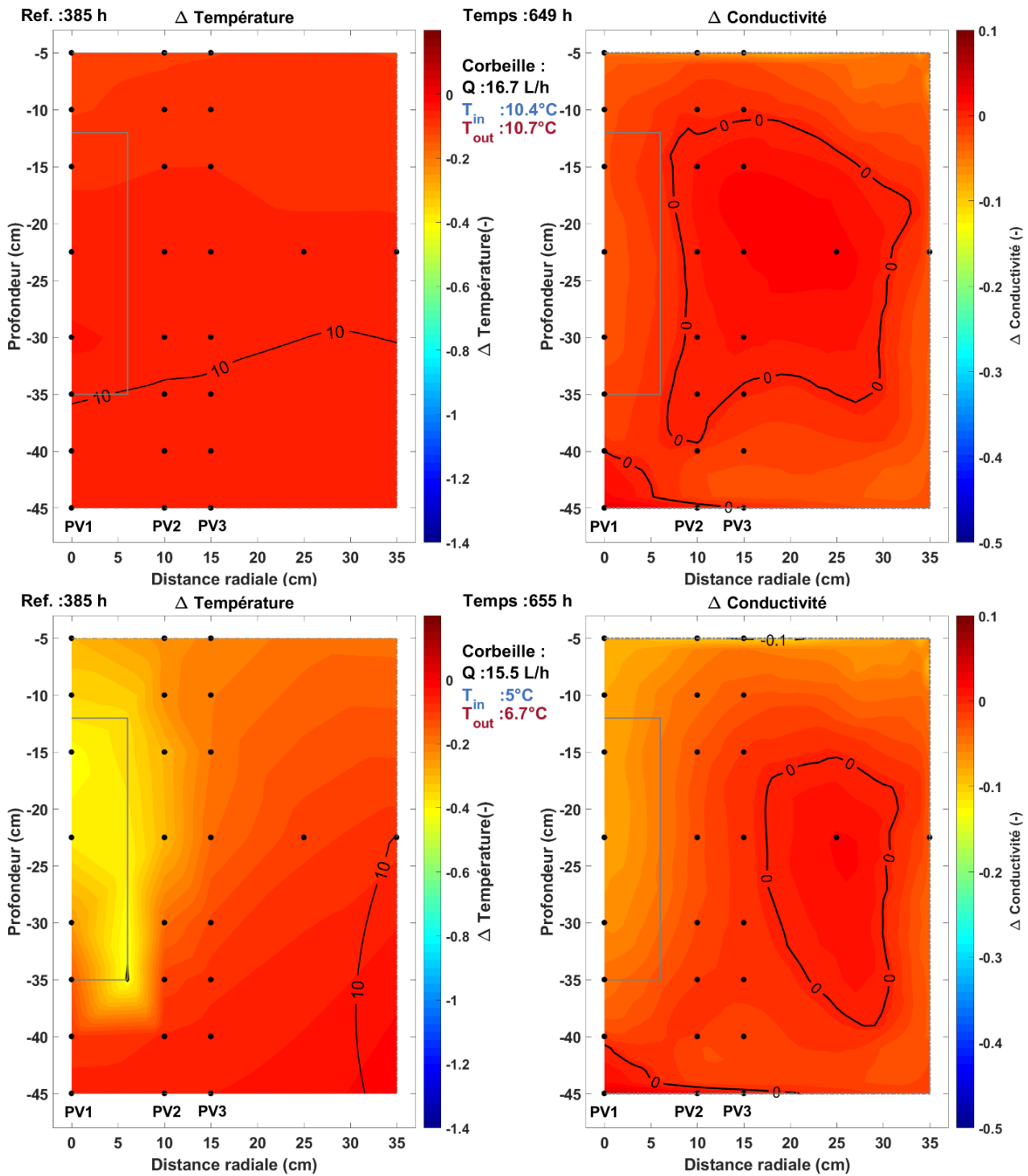


Figure 158. Distribution spatiale des variations de température et de conductivité, pour les acquisitions aux temps 649 et 655 h.

Les sections à gauche correspondent à la variation de température calculée par rapport au temps de référence (385 h). Les isothermes positives sont en noir alors que les isothermes négatives sont en rouge. Les sections à droite correspondent à la variation de la conductivité par rapport à l'acquisition de référence (385 h). Les iso-variations sont représentées en noir. Le critère de seuil local de conductivité correspond sur cette section au contour rouge. La zone à l'intérieur de ce contour est susceptible d'être englacée.

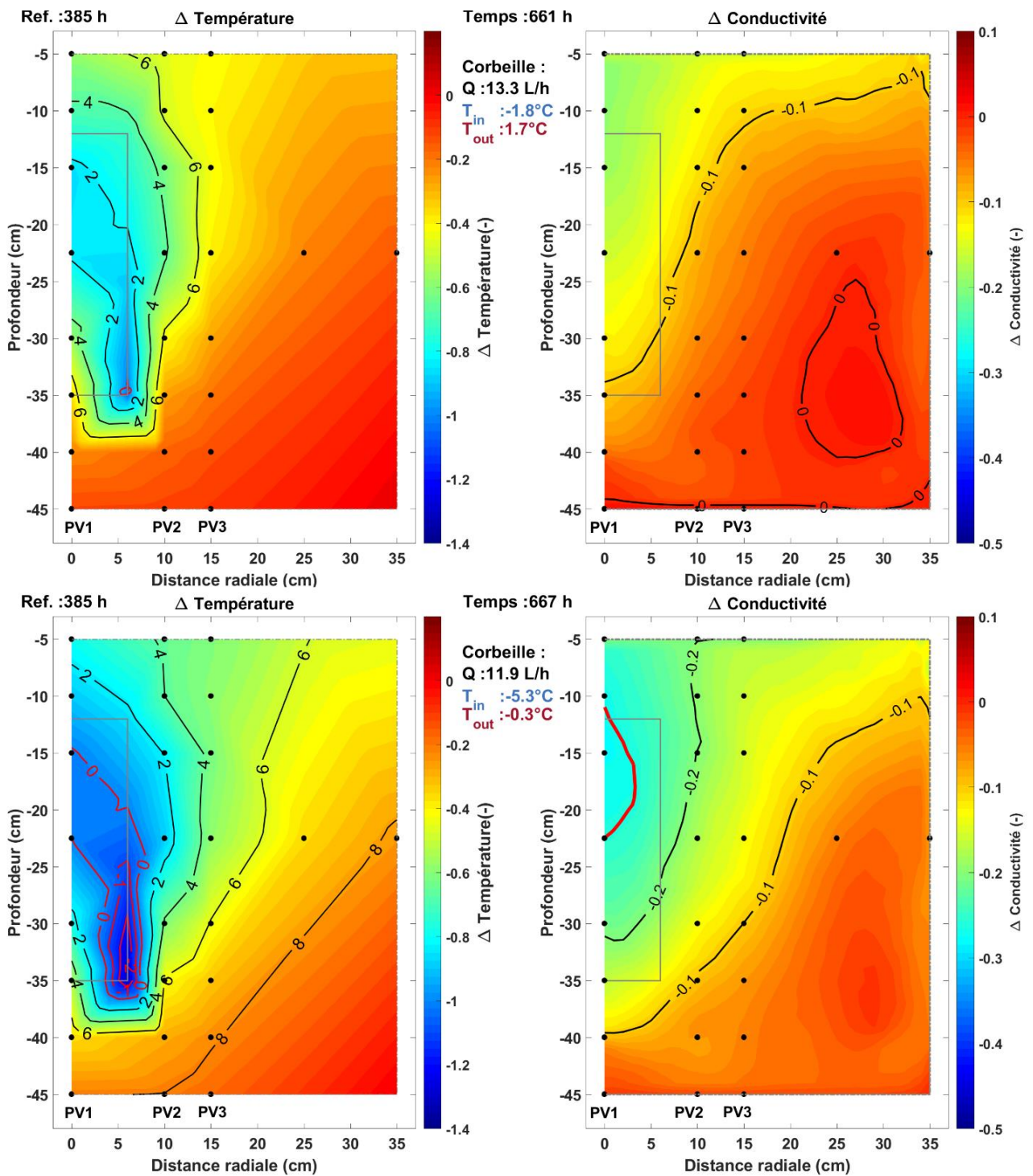


Figure 159. Distribution spatiale des variations de température et de conductivité, pour les acquisitions aux temps 661 et 667 h.

Légende : voir Figure 158.

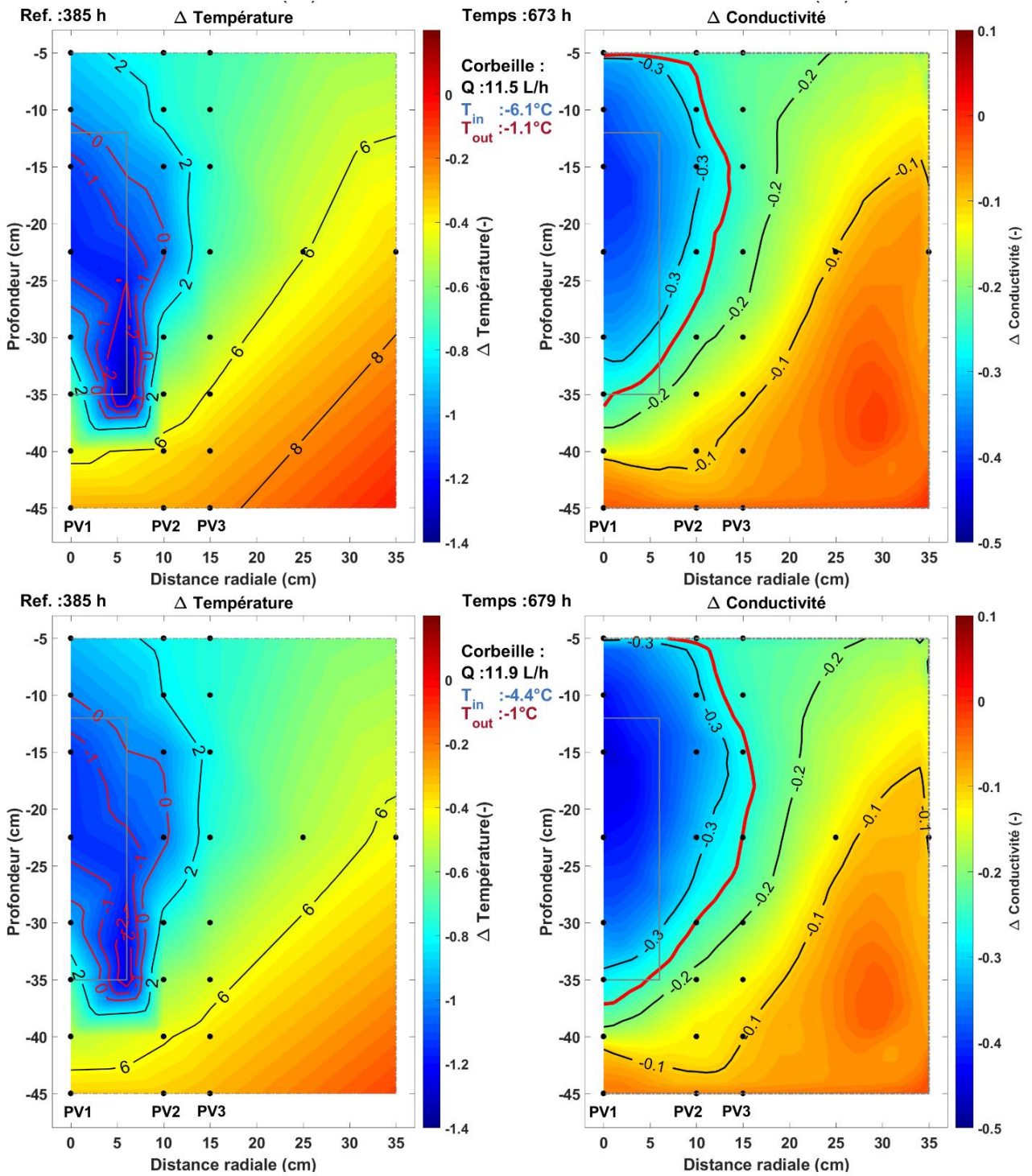


Figure 160. Distribution spatiale des variations de température et de conductivité, pour les acquisitions aux temps 673 et 679 h.

Légende : voir Figure 158.

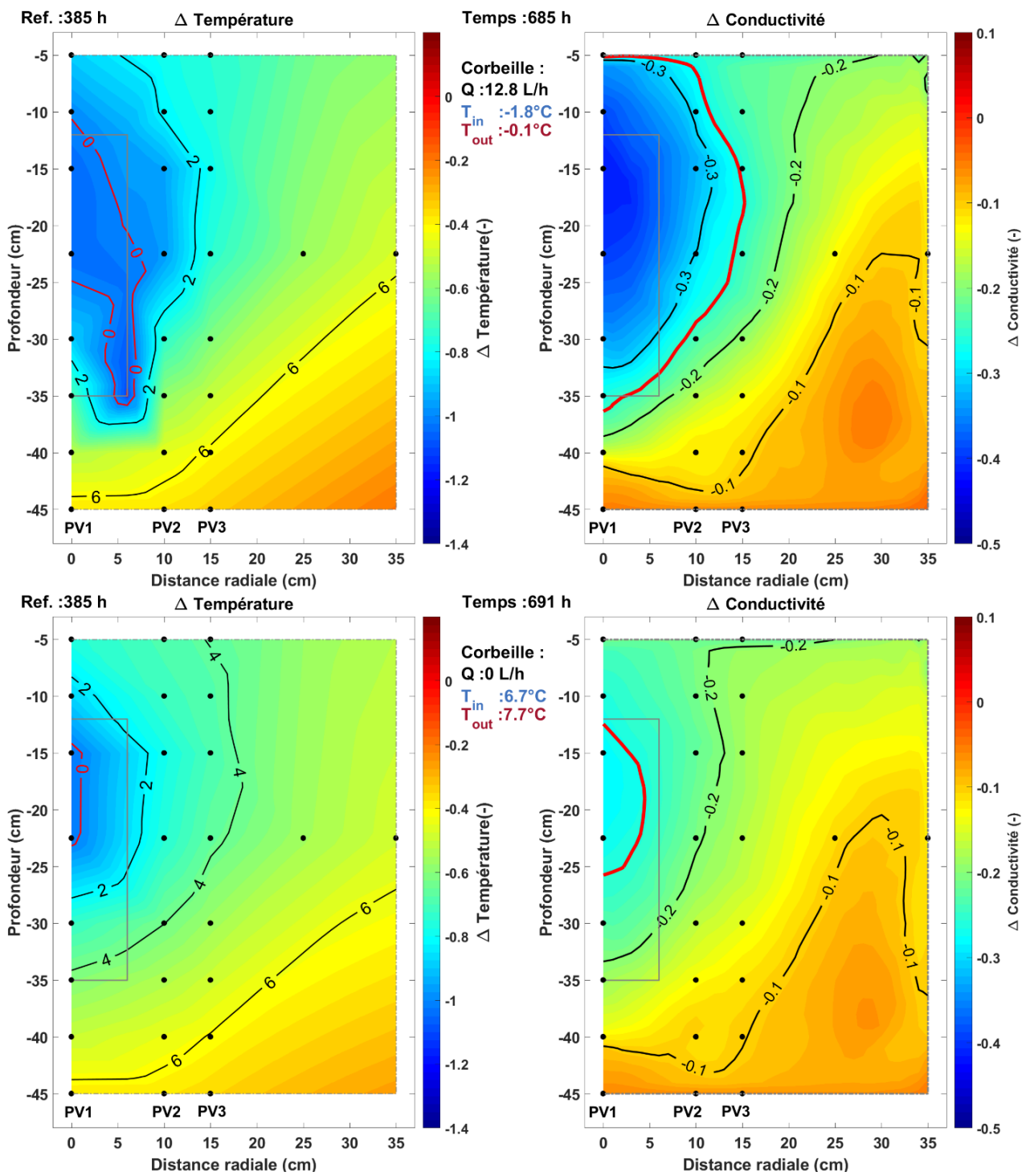


Figure 161. Distribution spatiale des variations de température et de conductivité, pour les acquisitions aux temps 685 et 691 h.

Légende : voir Figure 158.

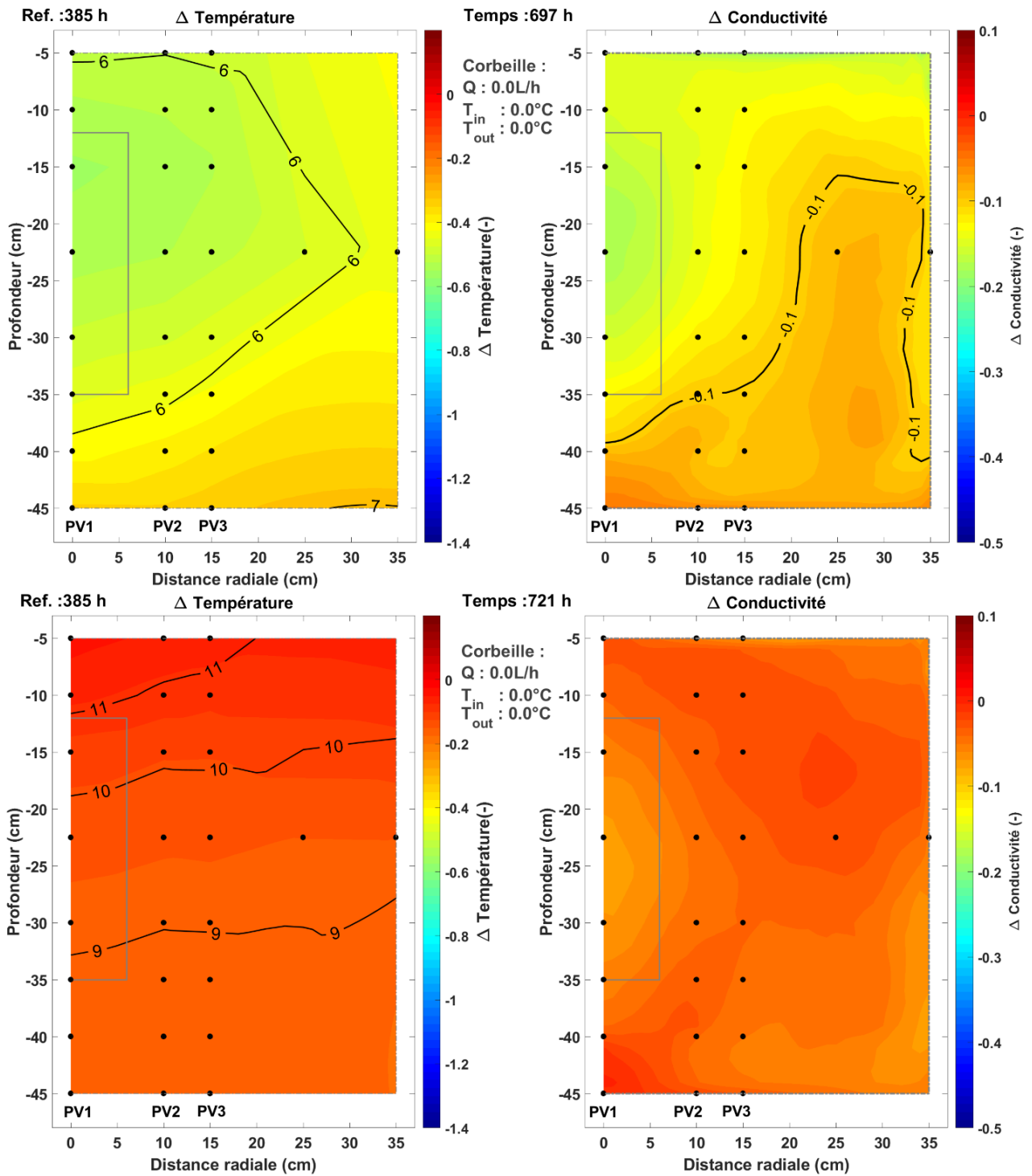


Figure 162. Distribution spatiale des variations de température et de conductivité, pour les acquisitions aux temps 697 et 721 h.

Légende : voir Figure 158.

Nous avons aussi appliqué cette méthode en choisissant d'autres distributions de référence (e.g. référence à 336 h). Le choix de l'état de référence n'implique pas d'importantes modifications pour la détection du noyau de glace, mais uniquement des modifications en termes de valeur de la variation de conductivité (Figure 219).

Comme pour la méthode précédente, la temporalité de la formation et de la disparition du noyau de glace est cohérente entre les données thermiques et le résultat de notre méthode. Là encore, l'extension du noyau de glace déterminée à l'aide de notre seuil est trop importante, ce qui pourrait être lié au processus de lissage de l'inversion. Néanmoins, cette méthode reste intéressante d'un point de vue qualitatif puisqu'elle détecte la présence d'un noyau de glace sans avoir besoin d'un recours systématique aux distributions de température.

7.5.3. Méthode 3 : gradient spatial de conductivité

La dernière méthode que nous souhaitons explorer pour rechercher la présence du noyau de glace se base sur le calcul du gradient spatial de conductivité. Dans un milieu dont la conductivité électrique est supposée homogène et sans changement de phase, le gradient spatial de la conductivité suit le gradient thermique puisqu'ils sont liés par une loi linéaire. A la frontière du noyau de glace, où il y a changement de phase, le gradient de conductivité ne suit plus le gradient thermique puisque la conductivité baisse fortement lors de la transformation de l'eau en glace. Il en résulte localement un fort gradient de conductivité. Au sein du noyau de glace, le gradient de conductivité est bien plus faible puisque le noyau de glace tend à être homogène en température. En effet, les conductivités thermiques de la phase solide (grains de quartz) et de la glace sont plutôt élevées. De plus, le changement de phase se fait à température constante. Cette méthode consiste donc à rechercher un fort gradient spatial de conductivité qui correspond physiquement à la surface du noyau de glace et à suivre son déplacement dans le temps.

Le gradient spatial de conductivité dans le demi-plan (x, z) , noté $X+$ est un vecteur possédant deux composantes (horizontale et verticale) définies par :

$$\text{Gradient radial : } \frac{\partial \sigma}{\partial x}(x_1, z, t) = \lim_{x_2 \rightarrow x_1} \frac{\sigma(x_1, z, t) - \sigma(x_2, z, t)}{x_1 - x_2} \quad 7.10$$

$$\text{Gradient vertical : } \frac{\partial \sigma}{\partial z}(x, z_1, t) = \lim_{z_2 \rightarrow z_1} \frac{\sigma(x, z_1, t) - \sigma(x, z_2, t)}{z_1 - z_2} \quad 7.11$$

Le calcul du gradient que nous avons réalisé est un rapport de différences finies qui s'effectue entre deux nœuds adjacents, espacés d'un centimètre :

$$\frac{\partial \sigma(i)}{\partial x} = \frac{\sigma_{i+1} - \sigma_i}{x_{i+1} - x_i} \quad 7.12$$

$$\frac{\partial \sigma(i)}{\partial z} = \frac{\sigma_{i+1} - \sigma_i}{z_{i+1} - z_i} \quad 7.13$$

Afin de vérifier la viabilité de cette méthode, nous allons d'abord analyser les distributions des gradients spatiaux de conductivité des différentes acquisitions, puis l'évolution temporelle de ces gradients le long d'un profil radial et d'un profil vertical par rapport à un temps de référence.

➤ Distribution du gradient spatial de conductivité selon les directions x et z

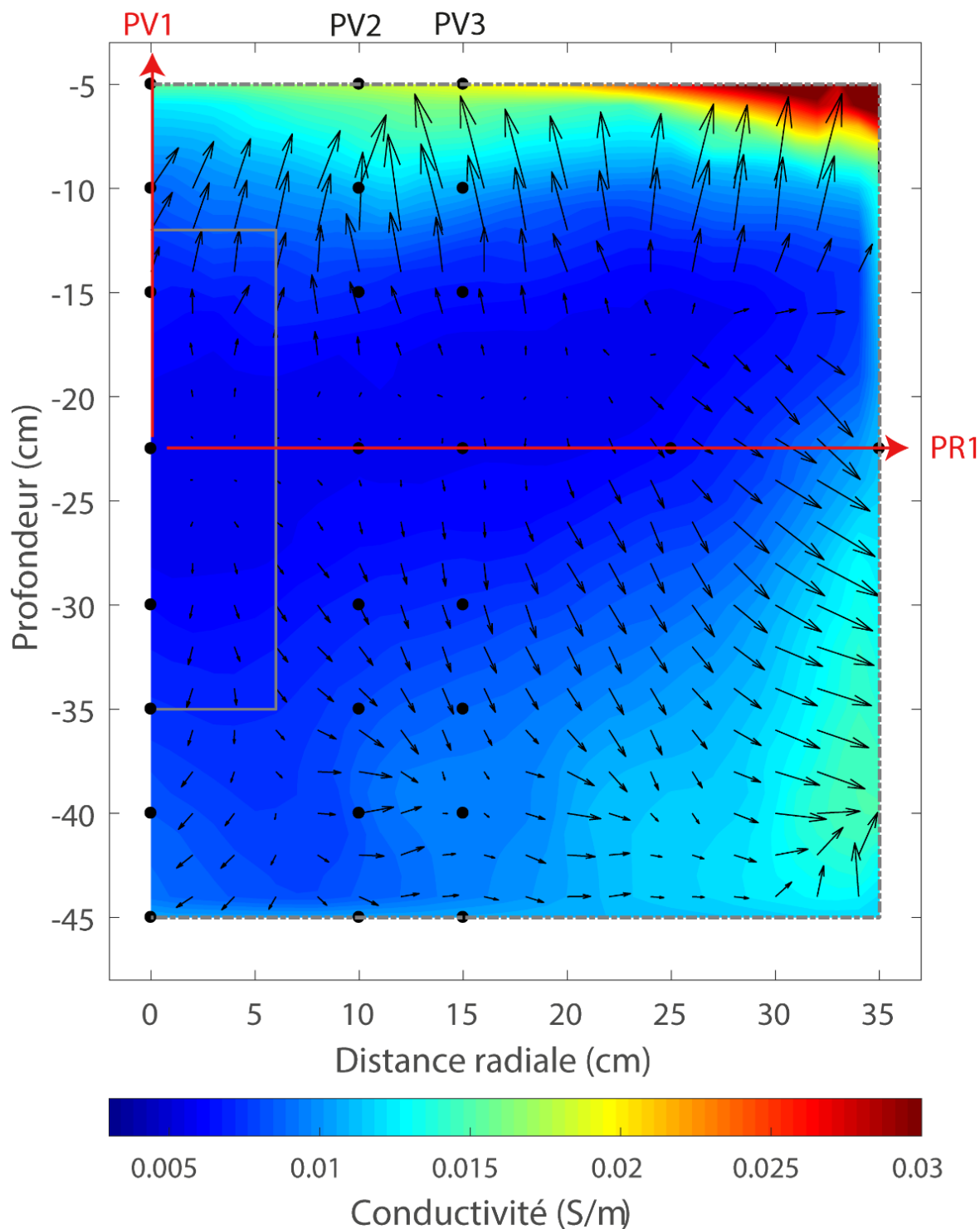


Figure 163. Distribution du gradient spatial de conductivité au temps 649 h.

Les flèches rouges correspondent aux profils radial (PR1) et vertical (PV1) analysés par la suite. Les gradients spatiaux de conductivité sont indiqués par les flèches noires. La dimension des flèches est définie par le gradient maximal. Ici, ce maximum est situé à la position (-5, 35 cm) et vaut 0.54 S.m^{-2} pour le gradient radial et 0.24 S.m^{-2} pour le gradient vertical. Les gradients spatiaux sont principalement influencés par les hétérogénéités de conductivité, notamment liées aux anomalies proches du système d'acquisition géophysique. Labels : PR Profil radial, PV Profil vertical.

La distribution spatiale des gradients de conductivité est principalement influencée par les anomalies en bordure de cuve, qui provoquent localement des gradients importants (par exemple Figure 163, au temps 649h). L'analyse de l'évolution temporelle de ce gradient spatial est réalisée selon deux profils : un profil radial au centre et un profil vertical suivant l'axe de symétrie de la cuve (notés respectivement PR1 et PV1 dans la Figure 163).

Les gradients spatiaux calculés durant le dernier cycle de fonctionnement de la corbeille sont présents en Figure 164. Un gradient radial positif signifie que la conductivité augmente avec la distance au centre de la cuve. Un gradient vertical positif signifie que la conductivité augmente vers le haut.

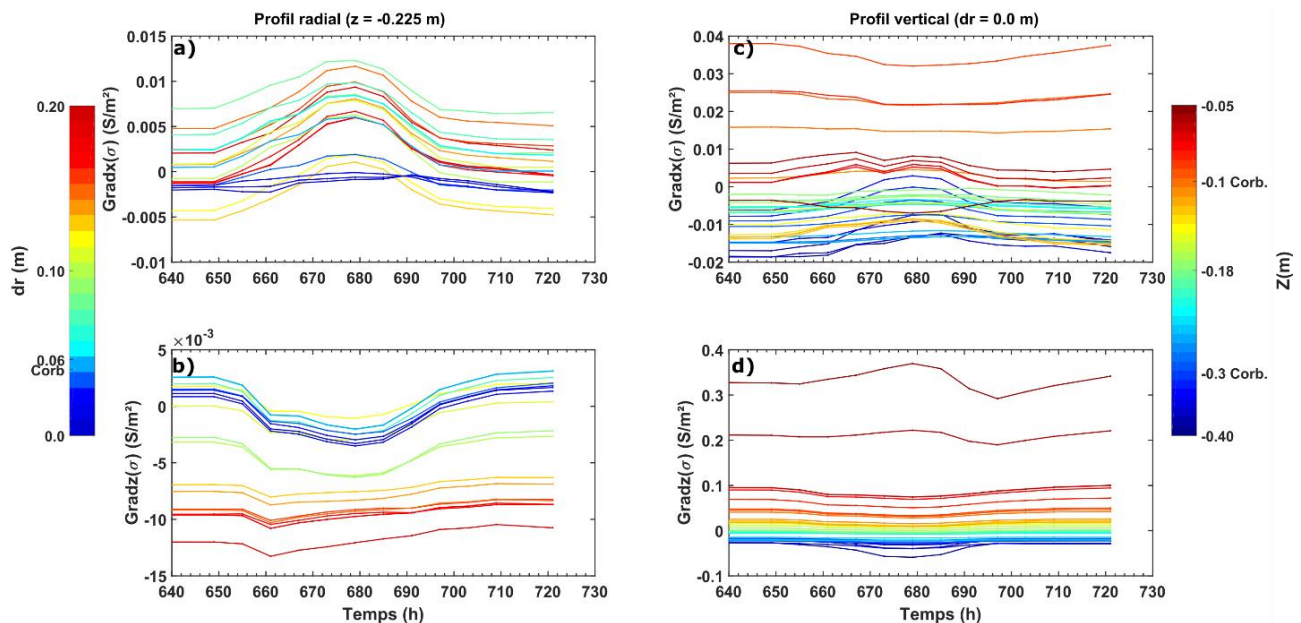


Figure 164. Evolution temporelle des gradients spatiaux entre 640 et 721h.

Gradient radial (a) et vertical (b) en fonction du temps, le long du profil radial. Gradient radial (c) et vertical (d) en fonction du temps, le long du profil vertical. Les couleurs indiquent la position le long du profil à laquelle le gradient a été calculé. Le profil radial se situe à la profondeur $z = -0.225$ m et le profil vertical se situe dans l'axe de symétrie de la cuve ($dr = 0.0$ m).

Les gradients latéraux et verticaux le long de ces deux profils sont déterminés au premier ordre par les variations spatiales de la conductivité, notamment par les anomalies conductrices en périphérie puis au deuxième ordre, par les variations thermiques liées au fonctionnement de la corbeille. Ainsi, pour mieux analyser la perturbation due à la corbeille et éventuellement délimiter le noyau de glace, nous devons retirer l'influence de la distribution spatiale de conductivité. Ainsi, pour la suite, la valeur du gradient au temps 649h est choisie comme référence et soustraite afin de s'affranchir de cette hétérogénéité spatiale initiale (Figure 165).

➤ Evolution temporelle des gradients de conductivité par rapport à l'acquisition au temps 649 h

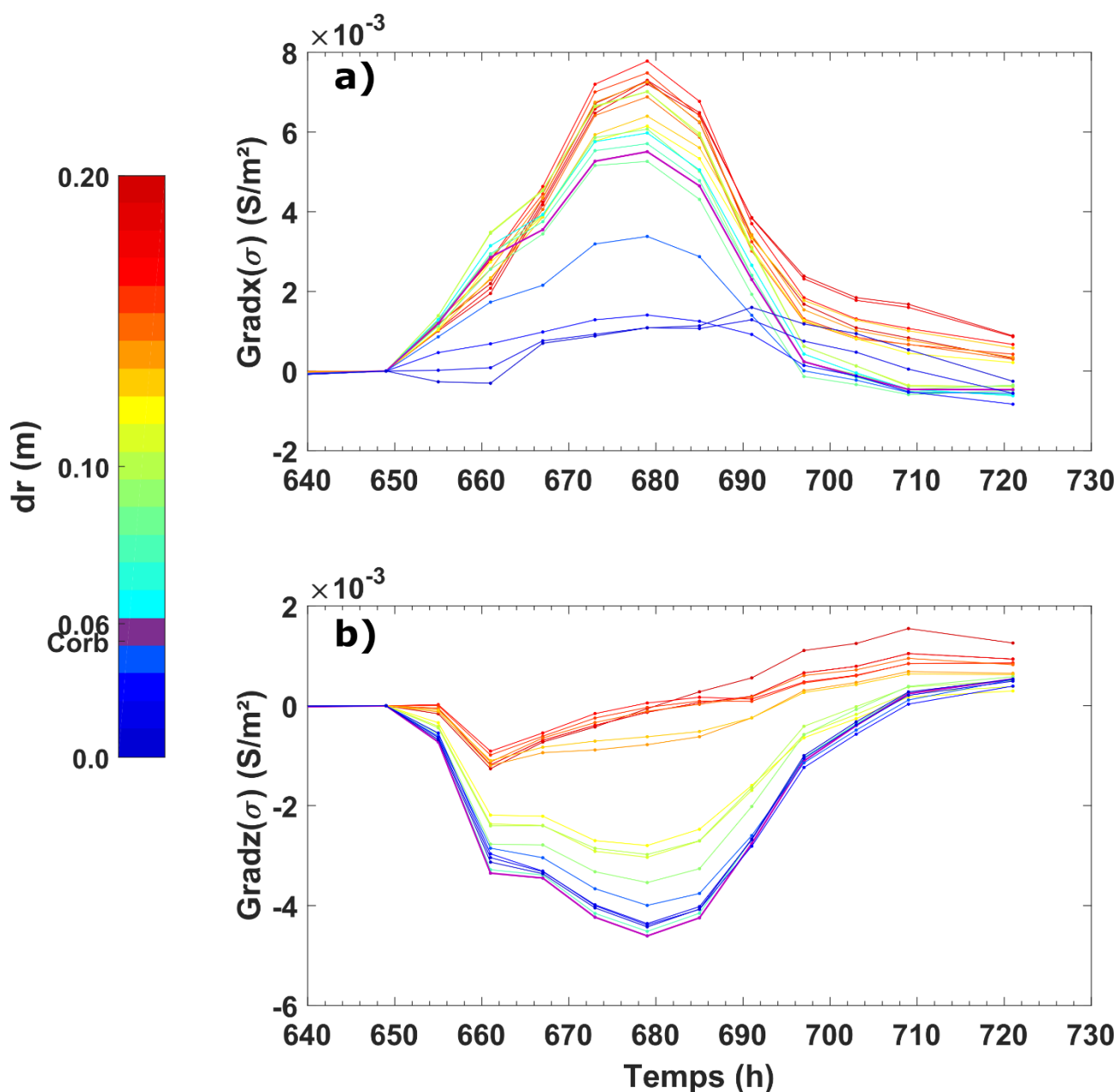


Figure 165. Evolution temporelle du gradient de conductivité le long du profil radial, calculée par rapport à l'acquisition de référence de 649 h.

a) Gradient radial en fonction du temps. b) Gradient vertical en fonction du temps. Les couleurs indiquent la position le long du profil à laquelle le gradient a été calculé. Le profil radial se situe à la profondeur $z = -0.225$ m. La valeur du gradient au temps 649 h est soustraite permettant de minimiser l'influence des hétérogénéités spatiales de conductivité.

Profil radial : gradient selon la direction x

Le long du profil radial, les gradients latéraux montrent une évolution sous forme de cloche centrée sur le temps 679h, temps à partir duquel la puissance prélevée décroît jusqu'à redevenir nulle à 697h (Figure 165a). Au sein de cette figure, la courbe violette correspond à la distance radiale ($dr = 0.06$ m) et donc la position de l'alignement des spires. A cette position, le prélèvement de chaleur s'initie selon l'axe vertical à $dr = 0.06$ m (Figure 165b).

Phase 1 : augmentation de la puissance prélevée (apparition du noyau de glace)

La puissance prélevée provoque une diminution de la température du sol de part et d'autre des spires ce qui initie un gradient de conductivité latéral autour de ces dernières. Au cours de l'essai, la puissance prélevée augmente, ainsi l'augmentation du gradient latéral de conductivité se propage vers le centre et vers l'extérieur de la cuve. Une symétrie plane se dessine d'un point de vue thermique. D'un point de vue géo-électrique, le gradient de conductivité est le plus fort au plus près des spires, d'où une pente initiale forte des courbes violette, bleues et cyan au sein de la Figure 165a ($0.03 \leq dr \leq 0.09$ m). Après la rupture de surfusion, le changement de phase s'initie, expliquant la rupture de pente observée dans l'évolution temporelle des gradients entre les temps 661 et 667h. Après le changement de phase, la majeure partie de l'énergie qui est prélevée provient de la zone périphérique du noyau de la glace (libération de la chaleur latente) et de la zone externe de la corbeille (prélèvement de la chaleur sensible et augmentation spatiale de l'anomalie thermique). Il en résulte que les gradients thermiques et de conductivité latéraux de la zone externe augmentent conjointement (Figure 165a). Cette augmentation explique l'augmentation des pentes des courbes rouges ($dr \geq 0.12$ m) après 667h dans la Figure 165a.

Phase 2 : diminution de la puissance prélevée (fonte du noyau de glace)

Entre 679 et 685h, la puissance de la corbeille décroît progressivement pour devenir nulle après 697h. D'un point de vue thermique, cette diminution permet de réduire l'écart de température entre le centre de la cuve et son bord. Après l'arrêt de la corbeille, cette diminution suit un régime différent puisqu'il y a la disparition du front thermique à caractère cylindrique lié à la corbeille. Il reste uniquement une anomalie thermique qui va se combler à l'aide des apports de chaleur liés aux flux thermiques de surface et latéraux.

L'atténuation de l'anomalie thermique se traduit par une diminution des gradients latéraux de conductivité. Globalement, cette baisse est rapide durant la phase de diminution de la puissance de la corbeille puis ralentie, comme il est possible de le voir pour les gradients des distances radiales comprises entre 0.03 et 0.2m (i.e courbes bleues à rouges de la Figure 165a).

Au centre de la cuve, le gradient latéral aux distances radiales $dr = 0.01$ et $dr = 0.02$ m suit une évolution spécifique. En effet, jusqu'à 691h le gradient radial de conductivité reste relativement constant car la zone interne de la corbeille est toujours occupée par le noyau de glace qui fond lentement. Puis, à partir de 691h ce gradient radial devient négatif indiquant la fonte du noyau de glace et la diminution des gradients thermiques entre le centre et la bordure de la cuve.

Profil radial : gradient selon la direction z

Phase 1 : augmentation de la puissance prélevée (apparition du noyau de glace)

Les observations que nous pouvons formuler à propos de l'évolution temporelle du gradient vertical le long d'un profil radial sont à prendre avec précautions puisque ces gradients ont de faibles valeurs de l'ordre de 10^{-3} S.m⁻² (Figure 164b) et donc un rapport signal sur bruit plus faible.

Le gradient selon z est globalement négatif et il devient encore plus négatif au cours du fonctionnement de la corbeille (Figure 164b et Figure 164b). Un gradient négatif signifie que la conductivité augmente avec la profondeur, cela va à l'encontre de la dynamique thermique de l'essai, puisque le fluide froid entre dans la corbeille à une profondeur de ≈ -0.35 m. L'explication plausible est que l'inversion focalise l'anomalie légèrement au-dessus du centre de la cuve (z environ -21 cm) comme le montrent les distributions de conductivité (Figure 145 à Figure 147) alors que la zone la plus froide et donc la plus résistive se situe à la profondeur de la première spire (z = -0.35). Par contre latéralement, l'inversion semble bien focaliser le prélèvement de chaleur au niveau des spires puisque que le gradient vertical de conductivité à l'aplomb des spires ($dr = 0.06$ m, courbe violette en Figure 164b) correspond au gradient enregistrant le maximum de variation.

En valeur absolue, les gradients verticaux calculés pour les nœuds dont la distance radiale est inférieure à $dr < 0.12$ m (courbes bleues à jaune) augmentent depuis l'allumage de la corbeille jusqu'à 661h, lié à l'augmentation des gradients thermiques au sein du milieu. Puis, entre 661 et 667h, l'augmentation des gradients verticaux se stabilise liée à la formation du noyau de glace, homogénéisant le milieu. Après 667 h, le prélèvement de chaleur provoque de nouveau une baisse de la température générant de nouveau une augmentation des gradients thermiques et donc une nouvelle augmentation de la valeur absolue des gradients verticaux de conductivité.

Les gradients verticaux de conductivité calculés pour les distances radiales supérieures à $dr > 0.12$ m (courbes oranges, rouges) sont faibles ($< 10^{-3}$ S.m⁻²) indiquant une verticalisation des iso-conductivités. Leur évolution ne sera donc pas interprétée.

Phase 2 : diminution de la puissance prélevée (fonte du noyau de glace)

Après 679 h, la puissance de la corbeille diminue, l'anomalie thermique et donc les gradients thermiques se résorbent, ce qui implique une diminution du gradient vertical de conductivité. La rupture de pente observée à partir du temps 697 h s'explique par l'arrêt de la corbeille. A noter que là encore, le gradient vertical situé à l'aplomb de la spire (courbe violette) présente la plus grande pente puisque c'est à cette position que la température est imposée par le fluide.

Profil vertical : gradient selon la direction z

Nous choisissons d'analyser d'abord, les gradients selon la direction z car ils sont supérieurs aux gradients selon x (Figure 164c,d). Après l'allumage de la corbeille, les gradients verticaux situés sous la première spire ($z < -0.35$ m) deviennent plus fortement négatifs (courbes bleues dans la Figure 166b). Ces gradients sont ceux qui réagissent le plus fortement puisque le gradient de température est localement important. En effet, la spire ayant la température la plus basse est situé à $z = -0.35$ (fluide entrant par le bas) et la température en profondeur est imposée constante à $\approx 10^\circ\text{C}$ à l'aide du refroidisseur basal.

Les gradients verticaux superficiels sont positifs (Figure 164d) et diminuent après l'allumage de la corbeille (Figure 166b). Ce comportement s'explique par une réduction des gradients thermiques par un effet conjoint de la diminution de la température du sol due au prélèvement de chaleur et par une diminution de la température imposée en surface par la veine d'air. Entre 661 et 667 h, l'évolution des gradients est moins marquée, ce qui peut être dû à la formation du noyau de glace dont la température reste globalement constante. Les gradients verticaux au centre de la corbeille sont faibles puisque les gradients thermiques verticaux entre deux nœuds sont relativement faibles. A partir de 679h, la diminution de la puissance prélevée provoque l'atténuation des gradients thermiques et des gradients de conductivité verticaux en profondeur (Figure 166b). Par contre, cette diminution du prélèvement se matérialise en surface par le rétablissement des gradients thermiques verticaux liés à la pénétration du front thermique de surface.

Profil vertical : gradient selon la direction x

Les gradients radiaux au niveau et sous la corbeille sont globalement faible et majoritairement négatifs au niveau de la corbeille (Figure 164c), ce qui signifie que la conductivité augmente vers l'intérieur de la cuve (Figure 164c). Avec la mise en route de la corbeille, l'intensité des gradients radiaux diminue (Figure 166a) en lien avec l'établissement de l'anomalie thermique qui tend à horizontaliser les isothermes. Là encore, les gradients radiaux situés sous la première spire sont ceux dont la variation est maximale. Les gradients radiaux calculés au-dessus de la corbeille sont positifs (Figure 164c). Par contre, il n'y a pas de ruptures de pente assez franche qui permettrait de détecter la formation du noyau de glace. Enfin avec la diminution de la puissance de la corbeille, les gradients radiaux tendent vers leurs valeurs initiales.

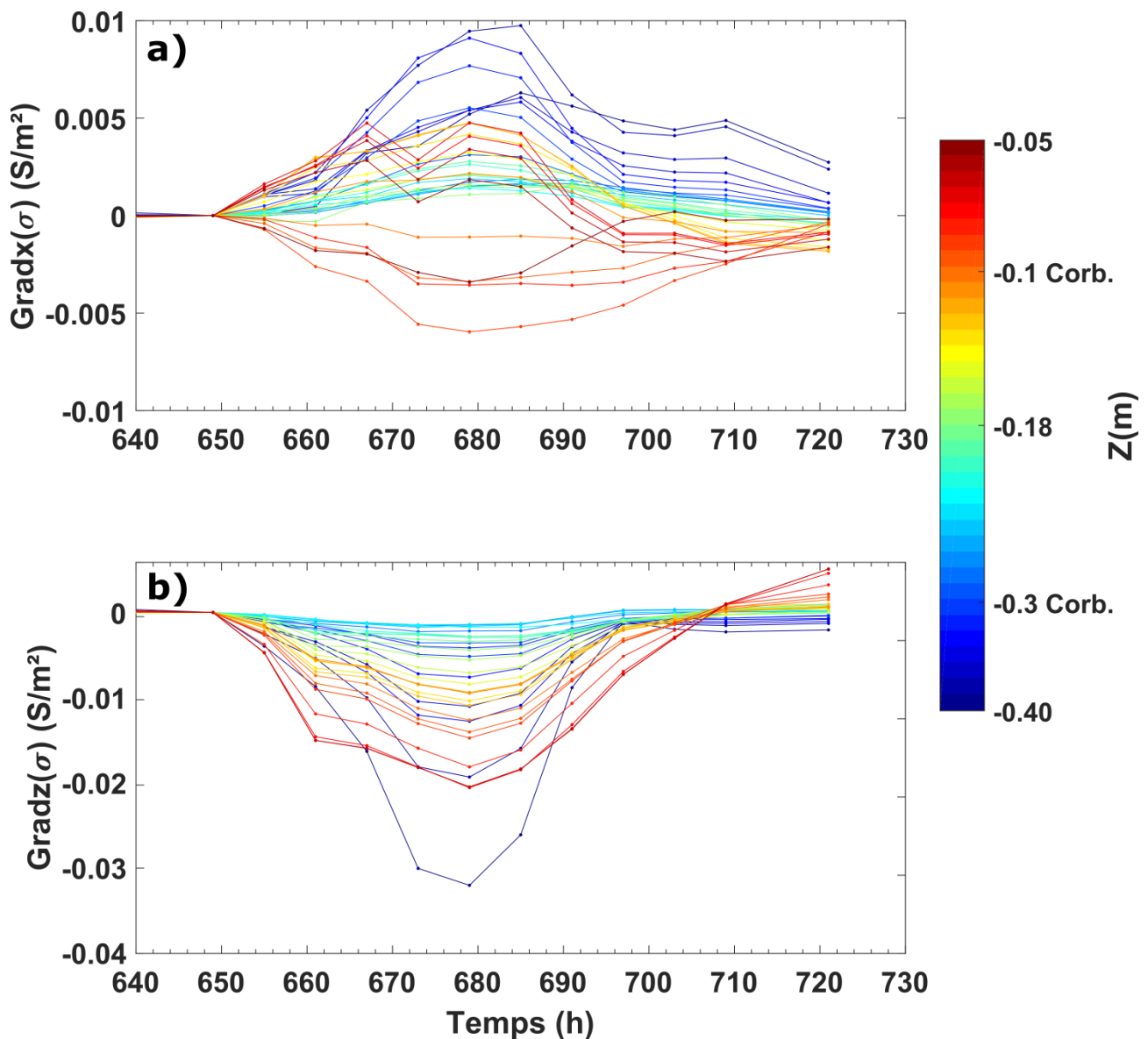


Figure 166. Evolution temporelle du gradient de conductivité le long du profil vertical, calculée par rapport à l'acquisition de référence à 649 h

a) Gradient radial en fonction du temps. b) Gradient vertical en fonction du temps. Les couleurs indiquent la position le long du profil à laquelle le gradient a été calculé. Le profil radial se situe à la profondeur $z = -0.225$ m. La valeur du gradient au temps 649 h est soustraite permettant de minimiser l'influence des hétérogénéités spatiales de conductivité.

Conclusion sur l'évolution temporelle des gradients

Cette dernière méthode portant sur le calcul des gradients spatiaux de conductivité n'a pas permis de délimiter l'extension du noyau de glace à partir des distributions. En effet, les gradients sont principalement influencés par les hétérogénéités initiales de conductivité. Afin de palier à ce problème, nous avons donc analysé l'évolution des gradients spatio-temporels sur un profil radial au centre de la corbeille ($z = -0.225$ m) et un profil vertical dans l'axe de la cuve. L'évolution temporelle des gradients spatiaux permet d'identifier les différentes phases de l'essai (Figure 167). Globalement, avec l'augmentation de la puissance prélevée par la corbeille, le gradient spatial de conductivité se renforce (phase 1, Figure 167). Puis le changement de phase influence l'évolution du gradient de

conductivité en provoquant une rupture de pente (phase 2, Figure 167). Cette influence n'est pas assez marquée pour permettre de délimiter précisément un volume de sol englacé. La formation du noyau de glace provoque l'établissement progressivement d'une nouvelle dynamique thermique en raison notamment de la libération de la chaleur latente (phase 3, Figure 167). Enfin, la diminution de la puissance prélevée, la fonte du noyau de glace et l'arrêt de la corbeille provoquent la diminution des gradients de conductivité (phases 4 et 5 de la Figure 167). A la fin de l'essai, les gradients des Figure 165 à Figure 167 n'ont pas encore retrouvé leurs valeurs de référence du temps 649h. Autrement dit, l'état thermique de la cuve à l'acquisition 721 h n'est pas tout à fait identique à l'état thermique de l'acquisition 649 h. En effet, l'acquisition 649 h correspond à la rentrée dans la « saison hivernale » c'est-à-dire avec des températures de l'air variant entre 10 et 0°C alors que l'acquisition 721 h correspond à la rentrée dans « la saison estivale » avec des températures d'air comprises entre 10 et 20°C. Cela est aussi confirmé par les températures moyennes de la cuve qui sont respectivement de 10.41°C à 649 h et 9.95°C à 721 h (Table 29).

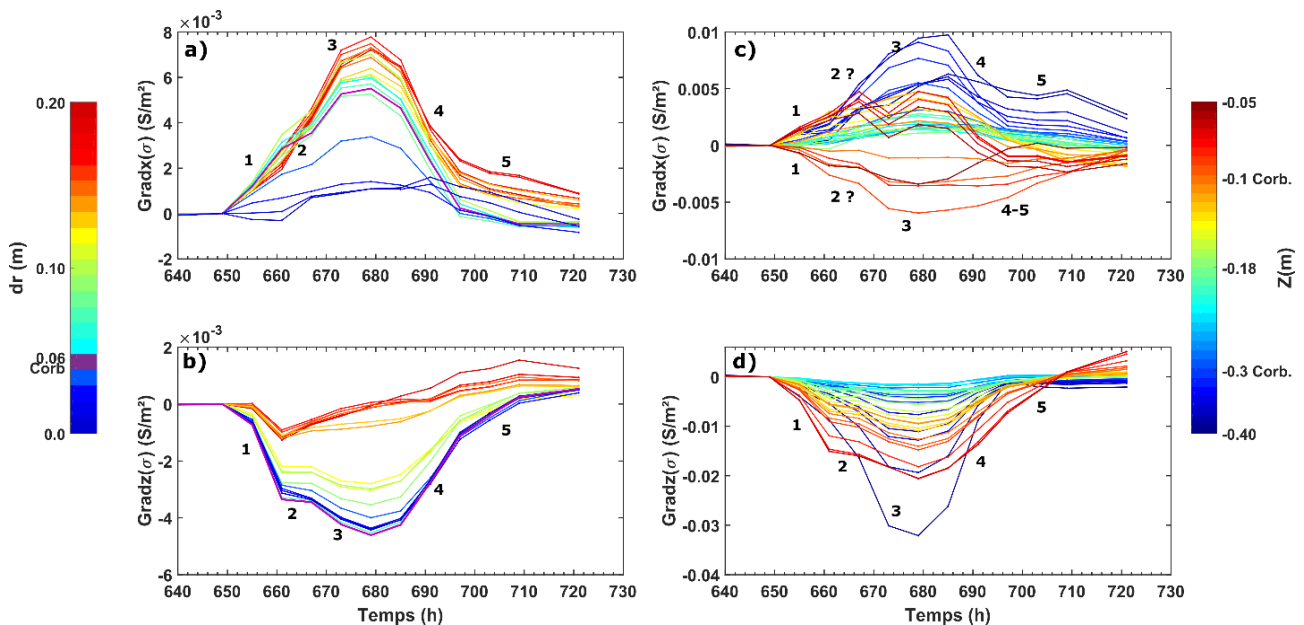


Figure 167. Evolution temporelle des gradients le long des profils vertical et radial.

Gradients latéraux **a**) et verticaux **b**) au cours du temps, le long du profil radial. Gradients latéraux **c**) et verticaux **d**) au cours du temps, le long du profil vertical. Gradients verticaux au cours du temps, le long du profil radial et du profil vertical. Les couleurs indiquent la position à laquelle le gradient a été calculé. Le profil radial se situe à la profondeur $z = -0.225$ m alors que le profil vertical se situe dans l'axe de symétrie de la cuve ($dr = 0.0$ m). Légende : 1-Augmentation de la puissance prélevée provoquant une baisse de la température du milieu poreux (sans changement de phase), 2-Formation du noyau de glace, 3-Extension du noyau et renforcement des gradients thermiques et de conductivité, 4-Baisse de la puissance prélevée et fonte du noyau de glace, 5-Arrêt de la corbeille et atténuation progressive de l'anomalie thermique.

7.6. Discussion

7.6.1. Estimation du volume du noyau de glace

Nous avons comparé les volumes du noyau de glace déterminés à partir des approches utilisant un seuil de conductivité avec ceux estimés avec les données de température (Table 31). L'estimation du volume du noyau de glace a été effectuée en considérant une isotherme à 0°C, une isotherme à -0.5°C, un seuil de -0.15 de variation de conductivité par rapport à une valeur théorique (voir partie 7.5.1) et un seuil à 6% de la conductivité théorique à 0°C (méthode 2, voir partie 7.5.2). Le choix de l'isotherme influence le volume de glace estimé surtout durant la formation et la fonte du noyau de glace (Table 31). Le volume de glace maximum est estimé au temps 679h, il est de $6.04 \cdot 10^{-3}$ et $4.07 \cdot 10^{-3} \text{ m}^{-3}$ respectivement pour les isothermes 0.0 et -0.5°C. Le volume de glace maximal déterminé grâce aux données géophysiques est supérieur aux volumes estimés avec les données de température (méthode 1 : $8.82 \cdot 10^{-3} \text{ m}^{-3}$, méthode 2 : $17.73 \cdot 10^{-3} \text{ m}^{-3}$). Ainsi, en considérant la valeur maximale estimée avec l'isotherme 0.0°C, nous avons des erreurs de 46% (méthode 1) et de 193 % (méthode 2). Une autre manière de quantifier notre erreur sur le volume de glace est d'estimer un rayon équivalent. Pour cela, nous considérons que le noyau de glace a une forme cylindrique et que sa hauteur est comprise entre 0.1 et 0.15 m. Ainsi à partir du volume maximal du noyau de glace, nous calculons un rayon équivalent pour le cylindre (Table 32). Lorsque l'extension du noyau de glace est maximale, sa hauteur peut être estimée à environ 0.15 m. Les rayons équivalents ainsi trouvés sont compris entre 0.09 et 0.19 cm. Autrement dit, nos erreurs peuvent se traduire en une imprécision d'environ 10 cm sur le rayon du noyau de glace. Ces erreurs pourraient être réduites en améliorant le dispositif de mesure et l'inversion des données géophysiques (voir les parties suivantes).

Il est difficile d'intégrer les erreurs liées aux mesures de température aux erreurs portant sur le volume de glace. En effet, les erreurs liées aux mesures de températures provoquent deux biais : un biais sur le volume de glace pris comme référence et estimé à partir des isothermes de température et un biais lié à l'utilisation des températures dans les méthodes de détection du noyau de glace (méthodes 1 et 2). En effet, dans ces deux méthodes, nous utilisons la température pour calculer une conductivité théorique. En considérant une conductivité globale de la cuve de $0.01 \text{ S} \cdot \text{m}^{-1}$ pour une température moyenne de 10°C, une erreur de 0.1 et de 0.5°C sur la température provoque respectivement un écart sur la conductivité d'environ $2 \cdot 10^{-4}$ et de $1 \cdot 10^{-3} \text{ S} \cdot \text{m}^{-1}$ (soit environ 2 et 10%). La gamme d'erreur sur la température a été estimée, en calculant l'écart-type d'une série de 60 mesures pour une température constante.

Table 31. Estimation du volume du noyau de glace.

Pour chaque acquisition géophysique, un volume de glace a été estimé à l'aide de différents critères et à partir des données de température et de conductivité. À partir des distributions de température deux volumes du noyau de glace ont été calculés en considérant les isothermes à 0.0 et à -0.5°C. Puis un volume a été estimé avec la première approche, c'est-à-dire en considérant un critère de -0.15 portant sur la variation de conductivité par rapport à la conductivité théorique (notée dans le tableau Seuil de conductivité théorique). Enfin, un autre volume a été calculé à partir de la deuxième approche, c'est-à-dire en considérant un seuil de -6% par rapport à la conductivité estimée à 0.0°C (notée Seuil de conductivité à 0°C dans le tableau).

ID acquisition (h)	Estimation du volume du noyau de glace ($\cdot 10^{-3} \text{ m}^3$)			
	Isotherme 0°C	Isotherme -0.5°C	Seuil de conductivité théorique (méthode 1)	Seuil de conductivité à 0°C (méthode 2)
336	0.00	0.00	0.00	0.00
348	0.00	0.00	0.00	0.00
360	0.00	0.00	0.00	0.00
372	0.00	0.00	0.00	0.00
385	0.00	0.00	0.00	0.00
649	0.00	0.00	0.00	0.00
655	0.00	0.00	0.00	0.00
661	0.08	0.00	0.00	0.00
667	2.90	1.63	0.00	0.33
673	5.59	4.01	4.30	11.66
679	6.04	4.07	8.82	17.73
685	2.35	0.40	5.96	14.69
691	0.07	0.00	0.00	0.65
697	0.00	0.00	0.00	0.00
703	0.00	0.00	0.00	0.00
709	0.00	0.00	0.00	0.00
721	0.00	0.00	0.00	0.00
Moyenne	2.84	2.53	6.36	9.01
Maximum	6.04	4.07	8.82	17.73

Table 32. Rayon équivalent du noyau de glace calculé à partir des volumes maximaux.

L'extension maximale du noyau de glace a été estimée au temps 679 h (Table 31). Le volume du noyau de glace a été calculé à partir des distributions de température et de conductivité et avec différents critères : un isotherme à 0 et -0.5°C, un seuil de -0.15 portant sur la variation de conductivité par rapport à la conductivité théorique (méthode 1) et un seuil de -6% par rapport à la conductivité estimée à 0.0°C (méthode 2). A partir de ces volumes et en considérant un noyau de glace cylindrique de hauteur 0.1 et 0.15m, un rayon équivalent a été calculé.

	Volume maximal ($\cdot 10^{-3} \text{ m}^3$)	Cylindre de 0.1 m de haut Rayon (m)	Cylindre de 0.15 m de haut Rayon (m)
Isotherme 0°C	6.04	0.14	0.113
Isotherme -0.5°C	4.07	0.11	0.093
Méthode 1	8.82	0.17	0.137
Méthode 2	17.73	0.24	0.194

7.6.2. Intérêt du suivi temporel de la conductivité électrique

Le suivi de la température du sable de la cuve n'est pas suffisamment précis pour déterminer l'extension du noyau de glace. En effet, comme le changement de phase s'effectue à température constante, il n'est pas possible de savoir si pour une température négative et proche de 0°C, le sol est gelé ou non. Par contre, la conductivité électrique est sensible aussi bien à la température qu'à l'état de l'eau. Ainsi, il est possible pour ces températures proches de 0°C de savoir si le sol est gelé ou non comme nous l'avons montré avec l'analyse des courbes 2D (partie 7.4).

A partir de ce constat, nous avons souhaité tester des méthodes de détection du noyau de glace de la plus simple à la plus complexe dans le but de pouvoir utiliser ces méthodes pour mieux gérer la ressource géothermique en temps réel et sans avoir besoin d'importantes ressources en termes d'instrumentation et d'analyse de données. Des plus, utiliser les méthodes intégrant le moins de données externes (autres que les observables géophysiques) permet aussi de mieux cerner la capacité de la tomographie de résistivité électrique à suivre l'évolution de la conductivité électrique du milieu et aussi mieux déterminer les futurs axes de développement.

Nous avons donc testé cinq méthodes pour déterminer l'extension du noyau de glace à partir des distribution 2D de conductivité et de température : un seuil sur la conductivité (partie 7.3.5), un seuil de conductivité théorique (partie 7.5.1), un seuil basé sur la conductivité théorique à 0°C (partie 7.5.2), une méthode sur les gradient spatiaux (7.5.3) et une méthode sur la dérivée temporelle (Annexe R). Bien que les premiers résultats de l'analyse de la dérivée temporelle de la conductivité soient prometteurs, nous avons préféré la présenter en annexe puisqu'il faudrait augmenter la fréquence d'acquisition du suivi temporel de la conductivité électrique pour aboutir à des résultats plus probants. A l'exception de la méthode sur le seuil de conductivité, l'ensemble des autres approches ont montré des résultats prometteurs pour la détection et l'estimation de l'extension du noyau de glace. En effet, utiliser un seuil de conductivité pour l'ensemble du milieu n'a de sens que si la conductivité du milieu est initialement homogène, ce qui n'est pas le cas in-situ, ni dans notre cuve d'après les résultats des inversions. Nous avons donc dû développer des approches prenant en compte les variations locales de conductivité.

Ainsi, la première approche basée sur un seuil de conductivité théorique (méthode 1, partie 7.5.1) est la technique estimant un volume de glace le plus proche du volume de glace maximal déterminé à partir des données de température. L'inconvénient de cette méthode est qu'elle nécessite de connaître la distribution de la température du sol pour chaque inversion et que cette distribution peut déterminer le résultat final. Cela est notamment le cas lorsque le suivi de température et de conductivité n'indique pas la même perturbation aux mêmes positions, typiquement le fait d'imposer la température au droit des spires a un fort impact alors que le suivi temporel de conductivité focalise une perturbation au centre de la cuve.

La deuxième méthode basée sur l'écart de conductivité par rapport à la conductivité théorique à 0°C est intéressante puisqu'elle nécessite uniquement un couple de référence de distribution de température et de conductivité. Dans notre cas, le résultat dépend peu du choix de ce couple de référence puisque la variation de conductivité du milieu est liée uniquement à la température (Figure 219).

Enfin, la méthode basée sur le calcul du gradient spatial de la conductivité a l'avantage de se passer totalement de la distribution de température. La distribution spatiale de ces gradients est influencée au premier ordre par les hétérogénéités locales du milieu puis au deuxième ordre par l'effet de la température. Il est possible de réduire l'influence des hétérogénéités locales en soustrayant un gradient de référence. Cette technique a été testée le long de deux profils et a permis de faire ressortir l'effet de la température et du changement de phase. Une amélioration du monitoring géophysique rendra possible la détection du noyau de glace sur l'ensemble du demi-plan (voir paragraphe 7.6.3).

Dans tous les cas, comme les corbeilles géothermiques sont mises en place dans des matériaux hétérogènes, il faut prendre en compte les variations locales de conductivité dans les méthodes d'analyse pour obtenir le meilleur résultat.

7.6.3. Limites et améliorations du suivi temporel de la conductivité

L'analyse de l'évolution temporelle de la conductivité électrique du milieu a permis de détecter la formation et la fonte du noyau de glace. Cependant les déterminations de sa localisation et de son extension doivent être améliorées.

➤ Identifier les variations de conductivité au sein d'un corps résistant

Après l'apparition du noyau de glace, aucune variation significative de conductivité au sein de ce noyau de glace n'a pu être mise en évidence. Cela est dû à la dynamique de l'essai réalisé où le noyau de glace descend peu en température après sa formation. Cependant, il est difficile avec la tomographie de résistivité électrique de sonder l'intérieur d'un corps résistif au sein d'un milieu conducteur et donc de sonder le noyau de glace pour identifier des variations locales de conductivité en son sein. Ce type de problème nécessite un dispositif géophysique optimal en termes de nombre d'électrodes, de leurs positions, du nombre de mesures et d'un paramétrage adapté de l'inversion.

➤ Dispositif de mesure adapté

Tout d'abord, le problème thermique lié aux corbeilles géothermiques est axisymétrique. Il est donc nécessaire d'acquérir les données et d'effectuer l'inversion en trois dimensions puisque le problème n'est pas 2.5D. Ce type de problème nécessite le développement de protocoles spécifiques qui prennent aussi en compte les conditions frontières isolantes de la cuve (partie 6.2.5 § Dispositif géophysique). De plus, la forme de ce noyau peut être complexe lorsqu'il apparaît à proximité des spires et son apparition peut être instantanée lors de la rupture de surfusion. Il est donc nécessaire d'avoir des mesures avec une résolution spatiale et temporelle suffisante mais aussi un processus d'inversion capable de retrouver cette complexité.

➤ Résolution temporelle

Les méthodes se basant sur le calcul de la dérivée temporelle et sur le gradient spatial de la conductivité ont montré que ces paramètres sont sensibles aux variations de température. Mais leur utilisation pour suivre le développement et la fonte du noyau de glace n'est pas possible à cause des hétérogénéités locales de conductivité mais aussi à cause d'une résolution temporelle insuffisante du suivi temporel de conductivité électrique. La résolution temporelle est limitée :

- par la mise à l'échelle de la cuve. Les processus thermiques sont plus rapides qu'à l'échelle réelle, or l'instrumentation géophysique n'est pas plus rapide. L'augmentation de la fréquence d'acquisition est possible mais demande de développer une instrumentation spécifique.
- par le manque d'un code optimisé pour traiter une série temporelle de tomographie 3D de conductivité électrique et par le manque de ressources informatiques qui nous ont amené à inverser uniquement une acquisition sur deux (soit toutes les 3h).

➤ Résolution spatiale

La mauvaise localisation surtout en profondeur du noyau de glace, nous indique que nous avons un problème de résolution spatiale. Au vu du problème thermique la résolution spatiale qui doit être atteinte au centre de la cuve est d'environ 2 à 5cm. L'amélioration de la résolution spatiale peut s'effectuer en modifiant la géométrie dispositif géophysique, le protocole de mesures ou l'inversion.

Le dispositif de mesure décrit en partie 6.2.6 se compose de 64 électrodes (nombre fixé par le résistivimètre) encadrant la corbeille géothermique. L'un des premiers moyens pour améliorer la résolution est de placer des électrodes au centre de la cuve. Lors de la conception du dispositif géophysique, nous avons préféré ne pas disposer d'électrodes sur l'axe de symétrie de la cuve puisqu'il y avait déjà les thermocouples et que l'ajout d'électrodes aurait potentiellement impacté la

formation du noyau de glace et augmenté localement la conductivité du milieu. De plus, la formation du noyau de glace provoque une augmentation de la résistance de contact rendant les électrodes inutilisables, ce qui a été le cas pour les électrodes en surface situées au centre de la cuve dans les essais G4 et G5 (voir Figure 115 et parties 6.2.6 à 6.2.7). A noter que l'effet joule lié à la mesure est négligeable au vue des puissances des systèmes de régulation.

Finalement, le dispositif utilisé dans ces travaux semble être plutôt adapté aux problèmes thermiques et aux différents types d'expériences réalisées. Les pistes d'amélioration consisteraient à rapprocher les profils verticaux d'électrodes du centre de la cuve ou à répartir ces profils verticaux en deux cercles concentriques pour sonder plus homogènement le milieu puisque la sensibilité est plus forte proche des électrodes (Marescot, 2008; Roy and Apparao, 1971).

La résolution spatiale peut être améliorée en augmentant le nombre de mesure et en déterminant les quadripôles apportant le plus d'informations sur le milieu. Dans cet essai, le nombre de mesures acquises est limité car il faut s'assurer que pour une acquisition l'état thermique du milieu peut être considéré stable (voir § résolution temporelle, ci-dessus). La limitation du nombre de mesure est moins pertinente pour les expériences in-situ.

La détermination des quadripôles de mesure a été effectuée en visualisant les lignes du champ électrique au sein du milieu et en privilégiant les mesures sondant le centre de la cuve (voir partie 6.2.6). La deuxième contrainte est d'utiliser les quatre anneaux de mesure du résistivimètre pour un couple d'injection afin de rentabiliser au maximum le temps de mesure. Cependant, le protocole de mesure peut être amélioré pour augmenter la résolution spatiale. L'optimisation du protocole de mesure est un problème complexe requérant une étude numérique spécifique (voir les paragraphes suivants).

La résolution spatiale peut être améliorée en adaptant l'inversion à notre problématique. Dans notre inversion, le paramètre W_m est assimilé à une matrice de lissage. Cette matrice de lissage doit autoriser des fortes variations de conductivité entre deux mailles du modèle afin de pouvoir modéliser la frontière entre un milieu glacé et non-glacé.

Finalement, l'amélioration et l'estimation de la résolution spatiale de notre méthode doit passer par un processus complexe d'optimisation du dispositif de mesures puis par une phase de validation. Le processus d'optimisation devra déterminer : le nombre d'électrodes à mettre en place, leurs positions (x, y, z), le nombre de mesures, les quadripôles tout en optimisant le temps d'acquisition. Bien que certains de ces paramètres peuvent être fixés comme par exemple, le nombre d'électrodes (64 électrodes) et le temps d'acquisition (< 30 min), ce processus d'optimisation demande des outils

numériques spécifiques. Une fois cette étape effectuée, il reste à estimer la résolution spatiale en élaborant des synthétiques plus complexes que ceux effectués (partie 6.2.6) comme par exemple en implantant une perturbation du modèle de conductivité en quelques localisations ou en modélisant une distribution de conductivité en damier.

➤ Inversion

A notre connaissance il n'existe pas d'études sur l'utilisation de tomographie de résistivité électrique pour suivre l'évolution temporelle de la température et du changement de phase au sein d'une expérience analogique. Pour cette raison, nous avons choisi de commencer en utilisant une inversion classique, où chaque acquisition est inversée indépendamment. L'inversion des différents temps tend vers la même distribution de conductivité, ce qui est cohérent avec l'évolution temporelle des températures au sein de la cuve. Cependant, d'autres stratégies d'inversion plus adaptées à notre problème peuvent être utilisées.

Tout d'abord, nous pouvons mieux estimer les différents paramètres de notre inversion, par exemple en utilisant une matrice de covariance du modèle \mathbf{C}_m et non une matrice de lissage \mathbf{W}_m , ce qui permet de donner un sens plus physique à l'inversion. Le deuxième paramètre pouvant être mieux adapté est le paramètre d'hyper-régularisation λ . Dans notre cas, ce paramètre est choisi grand à la première itération puis est divisé par deux à chaque itération. Une autre technique consiste à déterminer la valeur de ce paramètre à l'aide des « L-curves ». Nous n'avons pas opté pour cette technique car elle est chronophage, sans pour autant garantir un meilleur résultat. De plus, le paramètre d'hyper-régularisation optimal déterminé par cette technique n'est pas forcément identique pour chaque acquisition à inverser. En effet, l'apparition du noyau de glace peut amener à faire varier cette valeur optimale.

Il est aussi possible d'utiliser d'autres techniques d'inversion dans le but de minimiser les hétérogénéités spatiales. L'une de ces techniques est d'inverser la différence de conductivité entre chaque acquisition au lieu de la conductivité mesurée. Pour une première méthode d'inversion, nous avons préféré choisir une technique classique d'inversion car elle nous paraît plus prometteuse et que la conductivité inversée n'est pas relative. Une autre technique est d'inverser ce jeu de données avec une régularisation spatio-temporelle dite 4D. Cette technique a déjà été utilisée pour l'expérience *in-situ* (Chapitre 5). Nous n'avons pas pu mettre en œuvre cette technique à cause de la géométrie 3D du dispositif de mesure et des conceptions frontières isolantes. De plus, cette technique est aussi chronophage en temps de calcul puisque pour estimer la matrice de régularisation temporelle, il est nécessaire d'inverser une première fois toutes les acquisitions indépendamment (Karaoulis et al., 2013).

La problématique développée dans cette partie est le suivi des transferts thermiques et de la formation du noyau de glace en utilisant le moins de données de température. Une autre problématique consisterait à chercher comment utiliser l'ensemble des données acquises (température et observables géophysiques) lors de l'expérience pour intégrer des a priori et des contraintes dans le processus d'inversion. L'inversion jointe des données est possible puisque le modèle pétrophysique développé au cours de cette thèse peut être utilisé pour définir le problème direct. L'inversion jointe est la solution à privilégier notamment pour déterminer l'extension du noyau et ainsi améliorer le calcul du flux lié à la chaleur latente lors du calcul du bilan thermique (partie 6.3.3).

En conclusion, les différentes pistes d'amélioration du suivi temporel sont implicitement toutes liées et ne peuvent être menées indépendamment. L'amélioration du monitoring géophysique nécessite de trouver le bon compromis entre la configuration géométrique du dispositif de mesure, le nombre de mesures, la fréquence d'acquisition, la méthode d'inversion et le paramétrage de l'inversion.

7.7. Conclusions et perspectives

L'expérience analogique a été développée dans le but de mieux comprendre les transferts thermo-hydriques lors du prélèvement de chaleur lié au fonctionnement de corbeilles géothermiques, également afin d'étudier les potentiels offerts par la tomographie de résistivité électrique pour l'étude des transferts de masse et de chaleur des sols sollicités thermiquement par des échangeurs géothermiques.

Des mesures de résistivité apparentes issues d'une expérimentation à échelle réduite simulant le comportement annuel de sols perturbés ont été inversés afin de suivre l'évolution de la conductivité électrique du sol. Les valeurs des conductivités du milieu modèle sont similaires avec celles mesurées en laboratoire sur des prélèvements (partie 7.3). Les variations de conductivités avec la température observées au droit des thermocouples sont également cohérentes avec les résultats du modèle pétrophysique développé en laboratoire à partir des échantillons prélevés (partie 7.4). Différentes méthodes ont été mises en œuvre pour déterminer l'extension du noyau de glace. Ces méthodes permettent d'identifier le moment d'apparition du noyau de glace détecté par les mesures de température. Cependant, les contours du noyau de glace estimés à partir du suivi temporel géophysique sont bien plus étendus que les limites estimées à partir des isothermes de température. Les méthodes les plus précises correspondent aux méthodes utilisant conjointement les données de conductivité inversée et les données de températures (approches 1 et 2). En conclusion, le suivi des variations de température et du changement de phase peut être effectué à partir d'un monitoring géophysique d'un point de vue semi-quantitatif. Mais la résolution de méthode n'est pas suffisante pour déterminer l'extension du noyau de glace, il faudrait pour cela optimiser le dispositif de mesures et surtout la procédure d'inversion pour l'adapter au problème posé.

Par manque de temps, nous avons choisi de ne traiter le suivi temporel géophysique que pour un essai (essai E). L'exploitation des autres essais permettrait d'appliquer notre modèle à d'autres expériences et ainsi de vérifier la validité de nos conclusions.

Il serait intéressant d'effectuer des essais avec de plus fortes puissances de prélèvement pour permettre un développement accru du noyau de glace et d'atteindre des températures plus basses en son centre. L'intérêt de cet essai est de pouvoir considérer au centre de la cuve une zone où toute l'eau qui pouvait l'être soit transformée en glace. Cet essai permettrait de maximiser la variation de la conductivité et de mieux déterminer les paramètres du modèle pétrophysique appliqué (Figure 154).

Les résultats du monitoring géophysique ont permis d'identifier l'apparition et le développement du noyau de glace mais ne permettent pas sa localisation ni la mesure de son volume. Cela peut venir soit de la résolution du dispositif de mesure soit du processus d'inversion. Un travail important a été mené pour adapter le dispositif de mesures. La résolution du dispositif est suffisante pour détecter le noyau de glace, étant donné la taille de ce noyau (plusieurs centimètres) et les caractéristiques géométriques du dispositif (espacement entre électrodes de quelques centimètres) et le nombre de mesures réalisées. Cependant, obtenir la résolution nécessaire pour suivre finement les variations de ce volume de glace dans le temps et l'espace nécessite d'augmenter la densité de capteurs ou le nombre de mesures et d'améliorer le processus d'inversion pour récupérer le maximum d'informations de ces mesures. Nous proposons plusieurs pistes : i) d'optimiser le dispositif de mesure, ii) réduire le lissage ou introduire une matrice de covariance du modèle, iii) modifier la stratégie d'inversion (e.g. inversion en 4D), iv) ajouter des connaissances à priori. L'introduction de connaissance a priori pourrait s'effectuer en utilisant les données de température et le modèle pétrophysique trouvé, ce qui permettrait de limiter la variation de la conductivité en définissant un modèle moyen de conductivité, et un écart-type dans la matrice de covariance du modèle. Cet écart-type est un paramètre important de la régularisation de l'inversion. La longueur de corrélation est le second paramètre de cette régularisation.

C'est en faisant varier ces deux paramètres, en utilisant une stratégie (par exemple, L-curve) que l'on réalise l'optimisation de la fonction coût (ou objective) et que l'on peut trouver à la fois le modèle optimal et une régularisation optimale.

Le modèle de dépendance de conductivité vis-à-vis de la température et du changement de phase, développé dans les chapitres précédents s'applique à notre expérience analogique. Pour l'instant, nous avons analysé uniquement les données de conductivité. Il serait aussi intéressant d'inverser les données de chargeabilité afin de vérifier notre modèle pour ce paramètre et pour déterminer si ce paramètre a un intérêt pour délimiter le noyau de glace. Dans notre cas, l'inversion des données de chargeabilité peut être difficile puisque le milieu poreux est peu polarisable et que le changement de phase provoque en théorie une diminution de la polarisation.

Enfin, d'autres méthodes géophysiques pourraient apporter des informations complémentaires afin de mieux comprendre les transferts thermiques et mieux délimiter le noyau de glace. Au cours du dernier essai (essai G6, Table 18), nous avons effectué deux acquisitions en Polarisation Spontanée avant et après l'apparition du noyau de glace. Mais nous n'avons pas vu de modification significative du signal liée à la présence d'un noyau de glace.

La première méthode qui pourrait être envisagée est la tomographie sismique par bruit ambiant. Le principe est d'effectuer une tomographie des vitesses sismiques au cours du temps afin de repérer le changement de vitesse lié à l'apparition du noyau de glace. Les signaux sismiques enregistrés par les différentes stations sont inter-corrélés, ce qui permet de calculer les vitesses apparentes correspondantes. Cette opération est réalisée dans différentes bandes de fréquences et permet d'obtenir des courbes de dispersion qui sont elles-mêmes inversées pour estimer la vitesse des ondes de cisaillement en fonction de la profondeur (modèle 1D). Nous pouvons alors réaliser une reconstruction des vitesses en 3D. Cette méthode est largement appliquée pour suivre les variations de vitesses sismiques dans la croûte terrestre, notamment dans les volcans (voir par exemple, Brenguier et al., 2016; Lecocq et al., 2014). Dans notre cas, cette méthode pourrait s'appliquer pour des essais sous forme d'échelon car il faut des enregistrements assez longs pour inter-corréler les signaux. De plus, l'impact des conditions frontières sur cette méthode reste à déterminer.

Enfin, la deuxième méthode éventuellement utilisable est le géoradar. Cette méthode a été testée sur l'expérience *in-situ* mais sans succès sans doute parce que le volume de glace formé était trop faible et trop profond pour être détecté avec une prospection classique (Annexe K). Dans le cas de l'expérience analogique, cela est différent puisque l'anomalie est à faible profondeur et dans un milieu homogène. Ainsi, il devrait être possible d'utiliser un géo-radar de structure de haute fréquence (2 à 3 GHz) ayant une profondeur d'investigation suffisante tout en ayant une résolution spatiale permettant de détecter le noyau de glace. Les deux seules vérifications à effectuer au préalable sont que la corbeille en inox ne bloque pas la pénétration du signal et que la présence de la nappe n'atténue pas trop rapidement l'onde radar.

Chapitre 8. Conclusions générales

Lors du commencement de cette thèse, nous nous sommes fixés trois principaux objectifs :

1. Développer des méthodes géo-électriques non intrusives pour l'étude des perturbations thermo-hydriques induites par les corbeilles géothermiques dans le sol.
2. Caractériser les performances de ces méthodes en les confrontant aux mesures de températures et au travers d'essais en conditions contrôlées.
3. Etudier le développement de noyau de glace autour des corbeilles et leur impact sur le fonctionnement du système.

Ces objectifs visent à mieux comprendre les interactions entre les corbeilles et le sol afin de mieux gérer la ressource géothermique et d'optimiser le dimensionnement du système. Compte tenu de la complexité du problème et du temps imparti pour la thèse, les transferts hydriques n'ont pu être abordés. Dans le but de répondre à ces problématiques, nous avons mis en œuvre trois expérimentations à trois échelles différentes :

- caractérisation des propriétés pétrophysiques et électriques d'échantillons de sols.
- études des perturbations thermiques induites par des corbeilles en conditions contrôlées et à échelle réduite.
- études des perturbations thermiques induites par des corbeilles en conditions réelles.

8.1. Conclusions géothermiques

La problématique liée à l'utilisation des corbeilles géothermiques et des transferts thermo-hydriques a demandé le développement d'un dispositif expérimental à échelle réduite et en conditions contrôlées (Chapitre 6). Ce dispositif vise à reproduire les conditions environnementales et le prélèvement de chaleur dans le sol dû au fonctionnement des corbeilles géothermiques. D'un point de vue thermique, l'expérience revient à surimposer un front de diffusion thermique à caractère cylindrique provenant de la corbeille à un front de diffusion thermique plan venant de la surface. Elle permet aussi de simuler les précipitations, les variations saisonnières de la température de l'air, les variations spatio-temporelles de la température au sein du sol, la perturbation thermique et le gel du sol lié au fonctionnement d'une corbeille géothermique dans différents états de saturation du sol.

Le suivi des transferts thermiques a été effectué à l'aide d'une quarantaine de thermocouples disposés dans le milieu modèle. L'analyse des différents essais a été réalisée au travers de bilans thermiques mettant en œuvre la chaleur sensible, la chaleur latente de changement de phase, et analysant les apports thermiques périphériques.

Avec la mise en marche de la corbeille, la température du sol proche de l'échangeur diminue rapidement (prélèvement de chaleur sous forme de chaleur sensible). Cette diminution de la température du sol à proximité de la corbeille conduit à une augmentation du flux de chaleur périphérique, le flux latéral constituant l'essentiel des apports. Le changement de phase, limite sensiblement la baisse de température du sol à proximité de la corbeille en imposant une température de 0°C à l'interface liquide – glace. Il réduit aussi les gradients thermiques dans les zones englacées en améliorant sensiblement la conductivité thermique du milieu. La chaleur latente de changement de phase contribue également à l'apport d'énergie pour la corbeille. Son amplitude est sensiblement supérieure à la chaleur sensible lorsque le milieu est saturé et limite le flux de chaleur périphérique bien que ce dernier reste majoritaire.

A partir des différents essais de l'expérience analogique et du calcul des bilans thermiques, nous pouvons conclure que :

- i) L'énergie prélevée par la corbeille provient principalement de l'extérieur du système c'est-à-dire de la zone située en dehors de l'échangeur. Cette conclusion est cohérente avec la recommandation de disposer les corbeilles assez loin les unes des autres afin d'éviter toute interférence (Moch, 2013).
- ii) La chaleur sensible dégagée par le sol proche de l'échangeur lors de son refroidissement est globalement faible comparée aux apports de chaleur périphériques Augmenter cette source de chaleur nécessiterait de mettre en œuvre un matériau à capacité calorifique volumique (ρC_p) plus importante. Cela nécessiterait de transporter d'importantes quantités de matériaux lors de la mise en place des corbeilles et impacterait sensiblement le prix de revient des installations.
- iii) La libération d'énergie sous forme de chaleur latente est un processus favorable et non négligeable. Le gel du sol est donc à privilégier tant pour la chaleur supplémentaire dégagée par le sol lors de la prise en glace que pour l'amélioration des propriétés thermiques de ce dernier.
- iv) L'augmentation de la teneur en eau du sol permet d'augmenter l'énergie stockée dans le sol sous forme de chaleur sensible (i.e. ρC_p) et de chaleur latente. Elle permet également d'améliorer la conductivité thermique du milieu, favorisant ainsi les transferts périphériques

Certaines problématiques nécessitent des travaux complémentaires, notamment en ce qui concerne les impacts négatifs de la prise en gel du sol, comme le blocage des écoulements d'eau dans le sol qui peut être une source d'apport d'énergie. Pour estimer l'importance de cette source d'énergie,

il nous faudrait réaliser une série d'essais avec un cycle de précipitations et analyser l'impact sur les transferts thermiques. Un autre problème, non abordé dans ce manuscrit, est la morphologie de la glace qui se forme. Dans ce manuscrit, nous avons considéré que la formation de la glace augmente la conductivité thermique du milieu permettant ainsi un meilleur transfert de chaleur. Or, il est possible que la formation de la glace provoque un remaniement local du sol et/ou de sa teneur locale en eau, (par exemple, Lawler (1988) et Outcalt (1971) observent la glace sous forme d'aiguilles), faisant apparaître des zones asséchées en périphérie du noyau de glace lorsque le milieu n'est pas saturé. Dans les deux cas, le gel du sol pourrait impacter défavorablement les performances du système, en diminuant la conductivité thermique du milieu.

La principale difficulté pour calculer plus précisément le bilan thermique est l'estimation à chaque instant du volume de glace et du volume de glace en cours de formation. Comme nous l'avons déjà mentionné dans la partie 6.4, l'utilisation des données de température ne suffit pas puisque pour une même température (e.g. 0.0°C), l'eau peut être soit sous forme liquide soit gelée. Ainsi, pour mieux quantifier ces volumes, il est nécessaire d'avoir recours à d'autres types d'observables, par exemple des observables géophysiques.

D'un point de vue thermique, la dernière problématique qui nécessite une série d'expériences est liée à la saturation du milieu poreux. En effet, dans ce manuscrit, la plupart des expériences ont été réalisées soit dans un milieu sec soit totalement saturé, excepté pour l'expérience in-situ. La saturation du milieu poreux peut être prise en compte en indexant les paramètres thermiques du milieu sur la saturation. Mais en réalité, l'utilisation d'un milieu poreux partiellement saturé complexifie le problème puisque le milieu devient « hétérogène » et qu'un gradient de saturation existe. Dans ce cas, l'utilisation conjointe des données de température et des observables géophysiques est nécessaire pour analyser ce type d'essai. C'est pour cette raison que nous avons choisi d'explorer l'intérêt d'un suivi géophysique.

Enfin, même si des modélisations numériques des systèmes géothermiques ont déjà été effectuées (voir Moch 2013 et références), une modélisation numérique de l'expérience analogique permettrait d'ajuster les valeurs des paramètres thermiques en comparant l'évolution des températures du sol et d'améliorer l'analyse physique des phénomènes.

8.2. Suivi temporel géophysique

Notre deuxième problématique consiste à développer un monitoring géophysique pour suivre les transferts thermo-hydriques et déterminer l'intérêt d'un tel suivi. Les méthodes que nous avons souhaité développer sont la tomographie de résistivité/conductivité électrique et la méthode de Tomographie en Polarisation Provoquée. Ces deux méthodes sont complémentaires et sont effectuées en même temps sur le terrain. Bien que ces méthodes aient déjà été appliquées dans le but de suivre une anomalie thermique, elles ont été assez peu appliquées pour le suivi d'un changement de phase et encore moins pour suivre les transferts thermiques générés par des corbeilles géothermiques. Ainsi, appliquer ces méthodes au suivi des corbeilles géothermiques a demandé au préalable de compléter les modèles pétrophysiques existants.

Au cours du Chapitre 1, nous avons vu que lorsqu'un courant électrique traverse le sol, il provoque des déplacements de charges à travers le milieu (conduction) et des polarisations correspondant à l'accumulation réversible de porteurs de charges. Ces processus dépendent des paramètres pétrophysiques du milieu, et différents modèles sont disponibles pour décrire les propriétés électriques. Nous avons choisi d'utiliser le modèle de la couche de Stern dynamique puisque ce modèle a déjà été validé pour de nombreux milieux (voir partie 2.1) et qu'il intègre de nombreux paramètres pétrophysiques.

Ensuite, nous avons dû valider ce modèle pour des sols plus ou moins argileux et pour le milieu modèle de l'expérience analogique. A l'issue de ces premiers travaux (Chapitre 2), nous avons caractérisé les propriétés électriques des sols en fonction de la Capacité d'Echange Cationique (Annexe E et Annexe F) et de la salinité de l'eau porale.

Ensuite, nous avons complété le modèle de la couche de Stern dynamique en ajoutant la dépendance en température et le changement de phase. Il a été nécessaire de développer une expérience et un protocole de mesure spécifique. Le protocole de mesure en Polarisation Provoquée Spectrale en fonction de la température a d'abord été validé sur des milieux contenant des semi-conducteurs (Annexe G et Annexe H). Nous avons choisi de tester notre protocole de mesure avec ce type de milieu car la réponse liée à la polarisation de l'échantillon est beaucoup plus forte, permettant d'adapter facilement notre protocole. Par la suite, nous avons appliqué notre protocole de mesure sur des échantillons de sols, sur des roches prélevées en contexte de permafrost, sur des mélanges sables-argiles (Chapitre 3).

A l'issue de ces deux chapitres, l'évolution de la conductivité électrique en fonction de la température peut être résumée par la Figure 168 et les principales conclusions sont les suivantes :

- Le modèle de la couche de Stern, prenant en compte la CEC, la température et le changement de phase permet de reproduire les données expérimentales. Il a été validé sur des échantillons de sol, sur des roches et sur des mélanges sable-argile en cours de gel.
- La chargeabilité normalisée dépend de la CEC (Figure 41) et donc majoritairement de l'argilosité (Figure 29).

$$M_n = \left(\frac{1}{F\phi} \right) \rho_g \beta_{(+)}^s f CEC \quad 8.1$$

- La chargeabilité normalisée peut être considérée comme un proxy de la conductivité en quadrature pour des échantillons de sol (Figure 35, Figure 36) et même en condition gelée (Figure 56). Cette relation permet de relier les mesures de Polarisation Provoquée en domaine spectral effectuées en laboratoire aux mesures *in-situ* effectuées en domaine temporel à l'aide du paramètre α issu du modèle de Drake.

$$\sigma'' \approx -\frac{M_n}{\alpha} \quad 8.2$$

- La température influe sur la viscosité de l'eau qui elle-même modifie la mobilité des porteurs de charges et donc la conductivité (σ). Le coefficient de sensibilité généralement retenu est de $\alpha_T \approx 0.02/^\circ\text{C}$. En moyenne, nous avons un coefficient de sensibilité de $\alpha_T \approx 0.021 \pm 0.003/^\circ\text{C}$ pour la partie réelle de la conductivité et de $\alpha_T \approx 0.022 \pm 0.004/^\circ\text{C}$ pour la chargeabilité normalisée.

$$\theta(T) = \theta(T_0) [1 + \alpha_T (T - T_0)] \quad 8.3$$

- Le changement de phase (i.e. le gel) a été intégré au modèle de la couche de Stern dynamique (Figure 48). Dans une première approche, le gel du sol est similaire à une désaturation du milieu. Dans les équations du modèle, la variation de la saturation en fonction de la température est modélisée à l'aide d'une courbe de gel des sols. L'impact de la ségrégation du sel lors de la formation de la glace a aussi été pris en compte.

$$\theta(T) = \begin{cases} (\phi - \theta_r) \exp\left(-\frac{T - T_F}{T_C}\right) + \theta_r, & T \leq T_F \\ \phi, & T > T_F \end{cases} \quad 8.4$$

- A partir des mesures effectuées à différentes salinités et températures, une teneur en eau résiduelle a été calculée au cours de la descente en température. L'évolution de la teneur en eau est cohérente avec le modèle de changement de phase (*soil freezing curve*) (Figure 67).

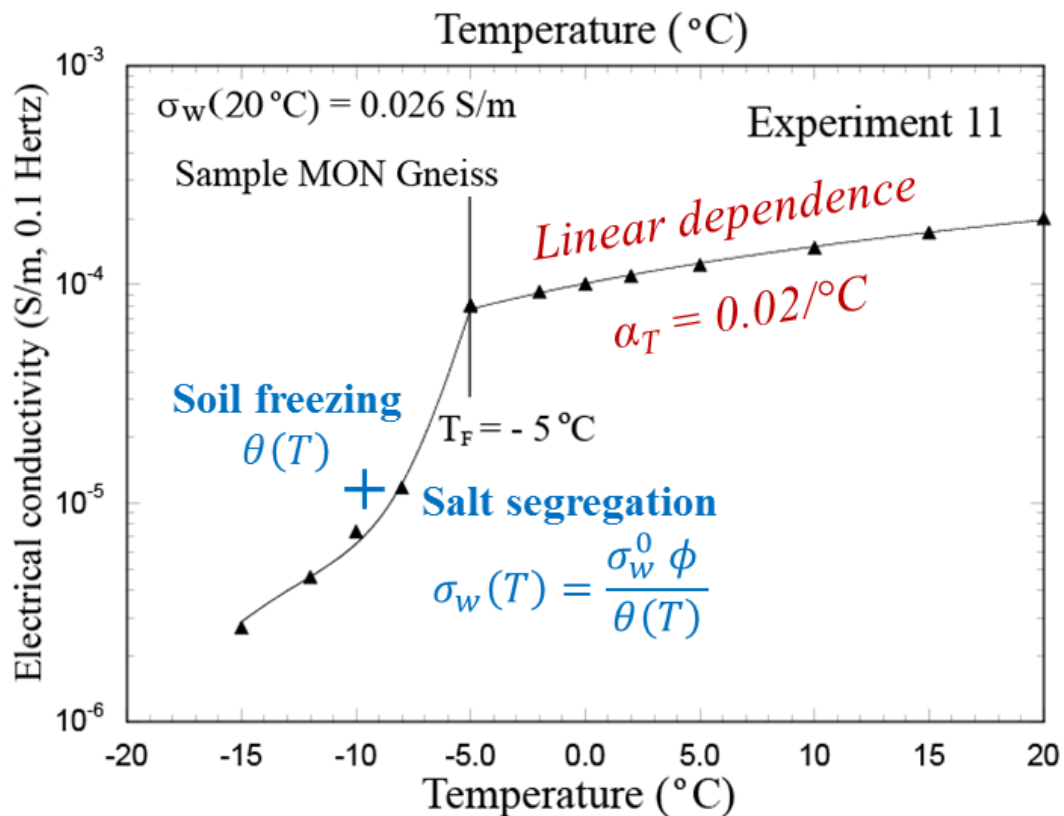


Figure 168. Résumé de la dépendance en température et au changement de phase de la conductivité électrique.

Cette figure provient du Chapitre 3, expérience 11. Au-dessus du point de gel, la conductivité varie linéairement avec la température avec un coefficient de sensibilité aux alentours de $0.02/^\circ\text{C}$, alors qu'en dessous de ce point, la conductivité décroît beaucoup plus rapidement à cause de la transformation de l'eau en glace décrite à l'aide d'une courbe de gel.

Lors du développement du modèle, nous avons choisi de nous concentrer uniquement sur la polarisation basse fréquence (<10 Hz), puisque nous n'avons pas assez d'informations pour comprendre la polarisation à plus haute fréquence vraisemblablement liée à la glace. Les cycles d'hystérèse identifiés peuvent s'expliquer par une cinématique différente de solidification et de fusion de l'eau porale. Nous avons donc voulu explorer la capacité et l'intérêt d'effectuer des mesures en spectroscopie large bande. En effet, cette technique permet de caractériser les propriétés diélectriques du milieu à plus haute fréquence, en lien avec la présence d'eau libre et liée dans l'espace poral. Bien que les conditions expérimentales soient perfectibles, nos résultats préliminaires montrent l'intérêt de la méthode, puisque nous enregistrons une fluctuation des propriétés diélectriques du milieu au cours du gel. Par exemple, la partie imaginaire de la permittivité relative à haute fréquence (≈ 6 GHz) diminue au cours de la transformation de l'eau libre en glace (Figure 78). Un modèle de dépendance en température pour la permittivité relative à 1.0 GHz a été appliqué et ajuste relativement bien les données. La prochaine étape sera l'intégration des paramètres pétrophysiques (e.g. le facteur de formation) déterminés à basse fréquence dans les modèles de polarisation haute fréquence afin de mieux paramétrer les modèles.

Ensuite, nous avons appliqué le monitoring géophysique à une expérience *in-situ* (Chapitre 5). Cette expérience consistait à faire fonctionner pendant 584 h et en continu une corbeille géothermique afin de générer une anomalie thermique et un noyau de glace. Durant cette expérience, neuf acquisitions géophysiques ont été effectuées à l'aide d'un dispositif classique, composé de 64 électrodes avec un espacement d'un mètre. Les données de conductivité et de polarisation provoquée en domaine temporel ont été inversées (Annexe K). Mais seules les données de conductivité ont permis de détecter l'anomalie thermique et le changement de phase. Le modèle développé à partir des essais en laboratoire a aussi été appliqué à cette expérience, ce qui a permis de confirmer la validité de notre modèle. Cependant, la localisation de l'anomalie ne correspond pas parfaitement à la localisation de la corbeille géothermique ce qui peut s'expliquer par un problème de résolution spatiale de notre dispositif et par l'utilisation d'une acquisition 2D. Pour résoudre ces problèmes, nous avons mis en place un nouveau dispositif géophysique en 3D avec des électrodes en forage (Annexe L). Une nouvelle expérience a été effectuée durant l'hiver 2018-2019 afin de réaliser le suivi temporel des corbeilles géothermiques ; les données n'ont pas été traitées dans le cadre de cette thèse.

Le monitoring géophysique a aussi été appliqué aux essais en milieu saturé de l'expérience analogique (Chapitre 7 et Chapitre 8). Le modèle développé dans les chapitres précédents est cohérent avec les observables géophysiques. Ce modèle peut être utilisé pour améliorer la détection d'un noyau de glace. La tomographie de résistivité électrique réalisée n'a pas réussi à délimiter précisément le noyau de glace indiquant que le processus d'inversion doit être amélioré. Pour cette expérience, les données de polarisation provoquée doivent encore être inversées.

Pour conclure, le modèle pétrophysique de la couche de Stern dynamique a été étendu pour prendre en compte la dépendance en température et au changement de phase des propriétés électriques du milieu poreux. Il a été validé aussi bien sur l'expérience analogique que sur l'expérience *in-situ*.

Le suivi des transferts thermo-hydrauliques induits par les corbeilles géothermiques à l'aide d'un monitoring géophysique présente bien un intérêt puisqu'il permet d'apporter une information complémentaire par rapport aux mesures de température, notamment durant le changement de phase pendant lequel la température est constante. Cependant, l'application du monitoring géophysique au suivi des corbeilles géothermiques est complexe par la nature de l'anomalie. En effet, l'anomalie thermique est de faible ampleur puisque la variation de température du sol est au maximum d'environ 15°C (≈ 12 à -3 °C) entre le cœur du noyau de glace et le sol non perturbé et de quelques degrés entre le sol gelé et le sol non gelé. De plus, cette anomalie thermique est spatialement peu étendue (quelques mètres) et localisée autour de la corbeille géothermique dans un environnement perturbé en raison de

l'installation de cette dernière. En d'autres termes, le suivi géophysique des corbeilles géothermiques demande le développement de dispositifs de mesure spécifiques, notamment avec l'emploi d'un dispositif en 3D à cause de l'aspect axisymétrique des processus thermiques (par exemple Annexe L).

Un autre aspect important est la stratégie d'acquisition. Plus précisément, il faut optimiser la résolution spatiale et temporelle en prenant en compte le nombre de mesures, la géométrie du dispositif, la durée et la fréquence d'acquisition en lien avec le processus thermique à suivre. Dans le cas de l'expérience analogique, les processus thermiques sont si rapides que la durée de l'acquisition a été l'une des principales contraintes. Actuellement, il n'y a pas ou peu d'outils permettant de traiter et d'analyser « rapidement » les données issues d'un suivi géophysique en 4D avec un dispositif de mesure en 3D, particulièrement avec les conditions frontières isolantes de l'expérience analogique. Ainsi, l'absence d'outil efficace est un frein dans l'application de la méthode et nous a imposé de choisir les acquisitions à inverser.

Enfin, le dernier aspect concerne la stratégie d'inversion qui conditionne la capacité du monitoring à suivre une évolution temporelle. Plus précisément, un suivi temporel géophysique nécessite une inversion avec une régularisation spatio-temporelle (4D) adaptée, ce qui est un processus lourd. Il est aussi nécessaire d'améliorer l'inversion notamment en introduisant la connaissance a priori des paramètres du modèle, qui peuvent être déduits de la distribution des températures.

Bibliographie

- Abdul Samad, F., 2017. Polarisation provoquée : expérimentation, modélisation et applications géophysiques (PhD Thesis).
- ADEME, 2020. RT 2012 : Construire sa maison selon les exigences réglementaires et contractuelles.
- ADEME, 2017. Bâtiments à énergie positive [WWW Document]. ADEME. URL <https://www.ademe.fr/expertises/batiment/quoi-parle-t/batiments-a-energie-positive> (accessed 10.18.19).
- ADEME, AFPG, 2017. La Géothermie - Pour chauffer et rafraîchir sa maison, ADEME. ed.
- ADEME, BRGM, 2010. La géothermie et les réseaux de chaleur : guide du maître d'ouvrage : guide technique. ADEME ; BRGM éd., Angers; Orléans.
- Agbossou, A., Souyri, B., Stutz, B., 2018. Modelling of helical coil heat exchangers for heat pump applications: Analysis of operating modes and distance between heat exchangers. *Appl. Therm. Eng.* 129, 1068–1078. <https://doi.org/10.1016/j.applthermaleng.2017.10.089>
- Ahmadi, A., Neyshabouri, M.-R., Rouhipour, H., Asadi, H., 2011. Fractal dimension of soil aggregates as an index of soil erodibility. *J. Hydrol.* 400, 305–311.
- Ahmed, A.S., Revil, A., 2017. 3D time-domain induced polarization tomography: a new approach based on a source current density formulation. *Geophys. J. Int.* <https://doi.org/10.1093/gji/ggx547>
- Amiri, E.A., Craig, J.R., Kurylyk, B.L., 2018. A theoretical extension of the soil freezing curve paradigm. *Adv. Water Resour.* 111, 319–328. <https://doi.org/10.1016/j.advwatres.2017.11.021>
- Anderson, D.M., Tice, A.R., 1972. Predicting unfrozen water contents in frozen soils from surface area measurements. *Highw. Res. Rec.* 393, 12–18.
- Anderson, R., Tohidi, B., Webber, J., 2009. Gas hydrate growth and dissociation in narrow pore networks. *Sediment-Hosted Gas Hydrates New Insights Nat. Synth. Syst.* 144.
- Aran, D., Maul, A., Masfaraud, J.-F., 2008. A spectrophotometric measurement of soil cation exchange capacity based on cobaltihexamine chloride absorbance. *Comptes Rendus Geosci.* 340, 865–871. <https://doi.org/10.1016/j.crte.2008.07.015>
- Archie, G.E., 1942. The Electrical Resistivity Log as an Aid in Determining Some Reservoir Characteristics. SPE-942054-G. <https://doi.org/10.2118/942054-G>
- Atam, E., Helsen, L., 2016. Ground-coupled heat pumps: Part 1 – Literature review and research challenges in modeling and optimal control. *Renew. Sustain. Energy Rev.* 54, 1653–1667. <https://doi.org/10.1016/j.rser.2015.10.007>
- Becmeur, P.C., 2011. Etude du comportement thermique d'un échangeur géothermique compact de type corbeille 50.
- Bejan, A., Kraus, A.D., 2003. Heat transfer handbook. J. Wiley, New York.
- Benderitter, Y., Tabbagh, J., 1982. Heat storage in a shallow confined aquifer: geophysical tests to detect the resulting anomaly and its evolution with time. *J. Hydrol.* 56, 85–98. [https://doi.org/10.1016/0022-1694\(82\)90058-0](https://doi.org/10.1016/0022-1694(82)90058-0)
- Beniston, M., Farinotti, D., Stoffel, M., Andreassen, L.M., Coppola, E., Eckert, N., Fantini, A., Giacomoni, F., Hauck, C., Huss, M., Huwald, H., Lehning, M., López-Moreno, J.-I., Magnusson, J., Marty, C., Morán-Tejeda, E., Morin, S., Naaim, M., Provenzale, A., Rabatel, A., Six, D., Stötter, J., Strasser, U., Terzago, S., Vincent, C., 2018. The European mountain cryosphere: a review of its current state, trends, and future challenges. *The Cryosphere* 12, 759–794. <https://doi.org/10.5194/tc-12-759-2018>
- Beres Jr, M., Haeni, F.P., 1991. Application of ground-penetrating-radar Methods in Hydrogeologie Studies. *Groundwater* 29, 375–386.
- Bernabé, Y., Revil, A., 1995. Pore-scale heterogeneity, energy dissipation and the transport properties of rocks. *Geophys. Res. Lett.* 22, 1529–1532.
- Bernabé, Y., Zamora, M., Li, M., Mainault, A., Tang, Y., 2011. Pore connectivity, permeability, and electrical formation factor: a new model and comparison to experimental data. *J. Geophys. Res. Solid Earth* 116.
- Bertermann, D., Bernardi, A., Pockelé, L., Galgaro, A., Cultrera, M., de Carli, M., Müller, J., 2018. European project “Cheap-GSHPs”: installation and monitoring of newly designed helicoidal ground source heat exchanger on the German test site. *Environ. Earth Sci.* 77. <https://doi.org/10.1007/s12665-018-7343-4>
- Bing, Z., Greenhalgh, S.A., 2000. Cross-hole resistivity tomography using different electrode configurations. *Geophys. Prospect.* 48, 887–912. <https://doi.org/10.1046/j.1365-2478.2000.00220.x>
- Binley, A., Hubbard, S.S., Huisman, J.A., Revil, A., Robinson, D.A., Singha, K., Slater, L.D., 2015. The emergence of hydrogeophysics for improved understanding of subsurface processes over multiple scales: The Emergence of Hydrogeophysics. *Water Resour. Res.* 51, 3837–3866. <https://doi.org/10.1002/2015WR017016>
- Binley, A., Kemna, A., 2005. DC Resistivity and Induced Polarization Methods, in: Rubin, Y., Hubbard, S.S. (Eds.), *Hydrogeophysics*. Springer Netherlands, Dordrecht, pp. 129–156. https://doi.org/10.1007/1-4020-3102-5_5
- Binley, A., Kruschwitz, S., Lesmes, D., Kettridge, N., 2010. Exploiting the temperature effects on low frequency electrical spectra of sandstone: A comparison of effective diffusion path lengths. *Geophysics* 75, A43–A46. <https://doi.org/10.1190/1.3483815>
- Binley, A., Slater, L.D., Fukes, M., Cassiani, G., 2005. Relationship between spectral induced polarization and hydraulic properties of saturated and unsaturated sandstone. *Water Resour. Res.* 41. <https://doi.org/10.1029/2005WR004202>

- Bittelli, M., Flury, M., Campbell, G.S., 2003. A thermodielectric analyzer to measure the freezing and moisture characteristic of porous media: MEASURING SOIL FREEZING CHARACTERISTICS. *Water Resour. Res.* 39. <https://doi.org/10.1029/2001WR000930>
- Bjerrum, N., 1952. Structure and Properties of Ice 6.
- Bleil, D.F., 1953. Induced Polarization: A Method of Geophysical Prospecting. *Geophysics* 18, 636–661.
- Bohleber, P., Wagner, N., Eisen, O., 2012a. Permittivity of ice at radio frequencies: Part I. Coaxial transmission line cell. *Cold Reg. Sci. Technol.* 82, 56–67. <https://doi.org/10.1016/j.coldregions.2012.05.011>
- Bohleber, P., Wagner, N., Eisen, O., 2012b. Permittivity of ice at radio frequencies: Part II. Artificial and natural polycrystalline ice. *Cold Reg. Sci. Technol.* 83–84, 13–19. <https://doi.org/10.1016/j.coldregions.2012.05.010>
- Bohren, C.F., 2010. What did Kramers and Kronig do and how did they do it? *Eur. J. Phys.* 31, 573.
- Bore, T., 2011. Amélioration du diagnostic de l'endommagement des gaines de précontrainte extérieure par sonde capacitive. CNAM, Paris.
- Bore, T., Schwing, M., Llano Serna, M., Speer, J., Scheuermann, A., Wagner, N., 2018. A New Broadband Dielectric Model for Simultaneous Determination of Water Saturation and Porosity. *IEEE Trans. Geosci. Remote Sens.* 56, 4702–4713. <https://doi.org/10.1109/TGRS.2018.2835447>
- Börner, F., 1992. Complex conductivity measurements of reservoir properties. *Adv. Core Eval. III Reserv. Manag.* Gordon Breach Sci. Publ. Lond.
- Borner, F.D., Schopper, J.R., Weller, A., 1996. Evaluation of transport and storage properties in the soil and groundwater zone from induced polarization measurements I. *Geophys. Prospect.* 44, 583–601. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2478.1996.tb00167.x>
- Boughanmi, H., Lazaar, M., Guizani, A., 2018. A performance of a heat pump system connected a new conic helicoidal geothermal heat exchanger for a greenhouse heating in the north of Tunisia. *Sol. Energy* 171, 343–353. <https://doi.org/10.1016/j.solener.2018.06.054>
- Bower, C.A., Hatcher, J.T., 1966. Simultaneous Determination of Surface Area and Cation-Exchange Capacity I. *Soil Sci. Soc. Am. J.* 30, 525. <https://doi.org/10.2136/sssaj1966.03615995003000040035x>
- Boyarskii, D.A., Tikhonov, V.V., Komarova, N.Yu., 2002. Model of Dielectric Constant of Bound Water in Soil for Applications of Microwave Remote Sensing. *Prog. Electromagn. Res.* 35, 251–269. <https://doi.org/10.2528/PIER01042403>
- Brenguier, F., Rivet, D., Obermann, A., Nakata, N., Boué, P., Lecocq, T., Campillo, M., Shapiro, N., 2016. 4-D noise-based seismology at volcanoes: Ongoing efforts and perspectives. *J. Volcanol. Geotherm. Res.* 321, 182–195. <https://doi.org/10.1016/j.jvolgeores.2016.04.036>
- BRGM, 2019a. Échangeurs géothermiques compacts. Plate-forme Géothermie.
- BRGM, 2019b. Dossier de Presse : Plateforme géothermie : 10 ans d'innovation et de collaborations au BRGM.
- BRGM, ADEME, 2015. Plateforme digitale de dimensionnement [WWW Document]. Plateforme-Geothermiebrgmfr. URL <https://plateforme-geothermie.brgm.fr/fr/page/plateforme-digitale-dimensionnement> (accessed 6.1.20).
- Bristow, K.L., 2002. 5.3 Thermal Conductivity. *Methods Soil Anal. Part 4 Phys. Methods* 5, 1209–1226.
- Brooks, R., Corey, A., 1964. Hydraulic properties of porous media, hydrology papers, no. 3, colorado state university, ft. Collins Colo.
- Brown, R.J., 1970. Permafrost in Canada: its influence on northern development. University of Toronto Press.
- Brunauer, S., Emmett, P., Teller, E., 1938. Absorption of gases in multimolecular layers *J Am Chem Soc* 60: 309–319. Find This Artic. Online.
- Buchanan, S., Ingham, M., Gouws, G., 2011. The low frequency electrical properties of sea ice. *J. Appl. Phys.* 110, 074908. <https://doi.org/10.1063/1.3647778>
- Bücker, M., Hördt, A., 2013a. Long and short narrow pore models for membrane polarization. *Geophysics* 78, E299–E314. <https://doi.org/10.1190/geo2012-0548.1>
- Bücker, M., Hördt, A., 2013b. Analytical modelling of membrane polarization with explicit parametrization of pore radii and the electrical double layer. *Geophys. J. Int.* 194, 804–813. <https://doi.org/10.1093/gji/ggt136>
- Carroll, D., 1959. Ion exchange in clays and other minerals. *Geol. Soc. Am. Bull.* 70, 749. [https://doi.org/10.1130/0016-7606\(1959\)70\[749:IEICAO\]2.0.CO;2](https://doi.org/10.1130/0016-7606(1959)70[749:IEICAO]2.0.CO;2)
- Chapman, D.L., 1913. LI. A contribution to the theory of electrocapillarity. *Lond. Edinb. Dublin Philos. Mag. J. Sci.* 25, 475–481.
- Chelidze, T.L., Gueguen, Y., Ruffet, C., 1999. Electrical spectroscopy of porous rocks: a review-II. Experimental results and interpretation. *Geophys. J. Int.* 137, 16–34. <https://doi.org/10.1046/j.1365-246x.1999.00800.x>
- Chen, J., Hubbard, S.S., Williams, K.H., 2013. Data-driven approach to identify field-scale biogeochemical transitions using geochemical and geophysical data and hidden Markov models: Development and application at a uranium-contaminated aquifer. *Water Resour. Res.* 49, 6412–6424.
- Chen, Y., Or, D., 2006a. Effects of Maxwell-Wagner polarization on soil complex dielectric permittivity under variable temperature and electrical conductivity. *Water Resour. Res.* 42. <https://doi.org/10.1029/2005wr004590>
- Chen, Y., Or, D., 2006b. Geometrical factors and interfacial processes affecting complex dielectric permittivity of partially saturated porous media: COMPLEX DIELECTRIC PERMITTIVITY OF POROUS MEDIA. *Water Resour. Res.* 42. <https://doi.org/10.1029/2005WR004744>

- Chong, C.S.A., Gan, G., Verhoef, A., Garcia, R.G., Vidale, P.L., 2013. Simulation of thermal performance of horizontal slinky-loop heat exchangers for ground source heat pumps. *Appl. Energy* 104, 603–610. <https://doi.org/10.1016/j.apenergy.2012.11.069>
- Christenson, H.K., 2001. Confinement effects on freezing and melting. *J. Phys. Condens. Matter* 13, R95–R133. <https://doi.org/10.1088/0953-8984/13/11/201>
- Christodoulides, P., Aresti, L., Florides, G., 2019. Air-conditioning of a typical house in moderate climates with Ground Source Heat Pumps and cost comparison with Air Source Heat Pumps. *Appl. Therm. Eng.* 158, 113772. <https://doi.org/10.1016/j.applthermaleng.2019.113772>
- Ciesielski, H., Sterckeman, T., Santerne, M., Willery, J.P., 1997. Determination of cation exchange capacity and exchangeable cations in soils by means of cobalt hexamine trichloride. Effects of experimental conditions. *Agron.-Sci. Prod. Veg. Environ.* 17, 1–8.
- Claesson, J., 1983. Heat extraction from the ground by horizontal pipes: a mathematical analysis, Document / Swedish Council for Building Research ; D1:1983. Swedish Council for Building Research, Stockholm.
- Clausen, L., Fabricius, I., 2000. BET measurements: outgassing of minerals. *J. Colloid Interface Sci.* 227, 7–15.
- Clavier, C., Coates, G., Dumanoir, J., 1984. Theoretical and Experimental Bases for the Dual-Water Model for Interpretation of Shaly Sands. *Soc. Pet. Eng. J.* 24, 153–168. <https://doi.org/10.2118/6859-PA>
- Climate-Data.org, OpenStreetMap contributors, 2018. Climat Chambéry.
- Cole, K.S., Cole, R.H., 1941. Dispersion and Absorption in Dielectrics I. Alternating Current Characteristics. *J. Chem. Phys.* 9, 341–351. <https://doi.org/10.1063/1.1750906>
- Coperey, A., Revil, A., Stutz, B., 2019. Electrical Conductivity Versus Temperature in Freezing Conditions: A Field Experiment Using a Basket Geothermal Heat Exchanger. *Geophys. Res. Lett.* 46, 14531–14538. <https://doi.org/10.1029/2019GL084962>
- Corwin, R.F., Hoover, D.B., 1979. The self-potential method in geothermal exploration. *GEOPHYSICS* 44, 226–245. <https://doi.org/10.1190/1.1440964>
- Cui, P., Li, X., Man, Y., Fang, Z., 2011. Heat transfer analysis of pile geothermal heat exchangers with spiral coils. *Appl. Energy* 88, 4113–4119. <https://doi.org/10.1016/j.apenergy.2011.03.045>
- Curtin, D., Smillie, G.W., 1976. Estimation of Components of Soil Cation Exchange Capacity from Measurements of Specific Surface and Organic Matter1. *Soil Sci. Soc. Am. J.* 40, 461. <https://doi.org/10.2136/sssaj1976.03615995004000030041x>
- Dafflon, B., Hubbard, S.S., Ulrich, C., Peterson, J.E., 2013. Electrical Conductivity Imaging of Active Layer and Permafrost in an Arctic Ecosystem, through Advanced Inversion of Electromagnetic Induction Data. *Vadose Zone J.* 12, 0. <https://doi.org/10.2136/vzj2012.0161>
- Dahlin, T., Leroux, V., Nissen, J., 2002. Measuring techniques in induced polarisation imaging. *J. Appl. Geophys.* 50, 279–298. [https://doi.org/10.1016/S0926-9851\(02\)00148-9](https://doi.org/10.1016/S0926-9851(02)00148-9)
- Daniilidis, A., Alpsoy, B., Herber, R., 2017. Impact of technical and economic uncertainties on the economic performance of a deep geothermal heat system. *Renew. Energy* 114, 805–816. <https://doi.org/10.1016/j.renene.2017.07.090>
- Das, B.M., 2008. *Advanced soil mechanics*, 3rd ed. ed. Taylor & Francis, London ; New York.
- Dash, J., Fu, H., Wettlaufer, J., 1995. The premelting of ice and its environmental consequences. *Rep. Prog. Phys.* 58, 115.
- Davidson, D.W., Cole, R.H., 1951. Dielectric Relaxation in Glycerol, Propylene Glycol, and *n*-Propanol. *J. Chem. Phys.* 19, 1484–1490. <https://doi.org/10.1063/1.1748105>
- de Kronig, R., 1942. Algemeene theorie der dielectrische en magnetische verliezen (General theory of dielectric and magnetic losses). *Ned Tijdschr Natuurkd* 9, 402–409.
- De Louw, P.G., Eeman, S., Siemon, B., Voortman, B.R., Gunnink, J., Van Baaren, E.S., Oude Essink, G., 2011. Shallow rainwater lenses in deltaic areas with saline seepage. *Hydrol. Earth Syst. Sci.* 15, 3659–3678.
- Debye, P.J.W., 1929. *Polar molecules*. Chemical Catalog Company, Incorporated.
- Dehghan, B., Sisman, A., Aydin, M., 2016. Parametric investigation of helical ground heat exchangers for heat pump applications. *Energy Build.* 127, 999–1007. <https://doi.org/10.1016/j.enbuild.2016.06.064>
- Dejou, J., 1987. La surface spécifique des argiles, sa mesure, relation avec la CEC et son importance agronomique. *Capacité D'échange Cationique Fertil. Sols* 72–83.
- Dinnis, E.R., 1994. *Soil science: Methods & applications* D. L. Rowell, Longman Scientific & Technical, Longman Group UK Ltd, Harlow, Essex, UK (co-published in the USA with John Wiley & Sons Inc. New York), 1994, x + 350 pp £19.99 ISBN 0-592-087848. *J. Sci. Food Agric.* 66, 573–574. <https://doi.org/10.1002/jsfa.2740660423>
- Dobson, M., Ulaby, F., Hallikainen, M., El-rayes, M., 1985. Microwave Dielectric Behavior of Wet Soil-Part II: Dielectric Mixing Models. *IEEE Trans. Geosci. Remote Sens.* GE-23, 35–46. <https://doi.org/10.1109/TGRS.1985.289498>
- Doetsch, J., Ingeman-Nielsen, T., Christiansen, A.V., Fiandaca, G., Auken, E., Elberling, B., 2015. Direct current (DC) resistivity and induced polarization (IP) monitoring of active layer dynamics at high temporal resolution. *Cold Reg. Sci. Technol.* 119, 16–28. <https://doi.org/10.1016/j.coldregions.2015.07.002>
- Doughty, C., Nir, A., Tsang, C.-F., 1991. *Seasonal thermal energy storage in unsaturated soils: Model development and field validation*. Lawrence Berkeley Lab., CA (United States).
- Drzymala, J., Sadowski, Z., Holysz, L., Chibowski, E., 1999. Ice/Water Interface: Zeta Potential, Point of Zero Charge, and Hydrophobicity. *J. Colloid Interface Sci.* 220, 229–234. <https://doi.org/10.1006/jcis.1999.6528>

- Dukhin, S.S., Shilov, V.N., Bikerman, J.J., 1974. Dielectric Phenomena and Double Layer in Disperse Systems and Polyelectrolytes. *J. Electrochem. Soc.* 121, 154C. <https://doi.org/10.1149/1.2402374>
- Duvillard, P.A., Revil, A., Qi, Y., Soueid Ahmed, A., Coperey, A., Ravel, L., 2018. Three-Dimensional Electrical Conductivity and Induced Polarization Tomography of a Rock Glacier. *J. Geophys. Res. Solid Earth* 123, 9528–9554. <https://doi.org/10.1029/2018JB015965>
- Esence, T., Bruch, A., Molina, S., Stutz, B., Fourmigué, J.-F., 2017. A review on experience feedback and numerical modeling of packed-bed thermal energy storage systems. *Sol. Energy* 153, 628–654. <https://doi.org/10.1016/j.solener.2017.03.032>
- Eskilson, P., 1987. Thermal analysis of heat extraction boreholes [Ph. D. thesis]. Lund Swed. Univ. Lund.
- Eslami-Nejad, P., Bernier, M., 2012. Freezing of geothermal borehole surroundings: A numerical and experimental assessment with applications. *Appl. Energy* 98, 333–345. <https://doi.org/10.1016/j.apenergy.2012.03.047>
- Fabbri, A., Fen-Chong, T., Coussy, O., 2006. Dielectric capacity, liquid water content, and pore structure of thawing–freezing materials. *Cold Reg. Sci. Technol.* 44, 52–66. <https://doi.org/10.1016/j.coldregions.2005.07.001>
- Fan, L., Khodadadi, J.M., 2011. Thermal conductivity enhancement of phase change materials for thermal energy storage: A review. *Renew. Sustain. Energy Rev.* 15, 24–46. <https://doi.org/10.1016/j.rser.2010.08.007>
- Fan, R., Jiang, Y., Yao, Y., Ma, Z., 2008. Theoretical study on the performance of an integrated ground-source heat pump system in a whole year. *Energy* 33, 1671–1679. <https://doi.org/10.1016/j.energy.2008.07.017>
- Farouki, O.T., 1981. Thermal properties of soils. COLD REGIONS RESEARCH AND ENGINEERING LAB HANOVER NH.
- Farzanehkhameh, P., Soltani, M., Moradi Kashkooli, F., Ziabasharhagh, M., 2020. Optimization and energy-economic assessment of a geothermal heat pump system. *Renew. Sustain. Energy Rev.* 133, 110282. <https://doi.org/10.1016/j.rser.2020.110282>
- Federer, C., Turcotte, D., Smith, C., 1993. The organic fraction–bulk density relationship and the expression of nutrient content in forest soils. *Can. J. For. Res.* 23, 1026–1032.
- Fiandaca, G., Auken, E., Christiansen, A.V., Gazoty, A., 2012. Time-domain-induced polarization: Full-decay forward modeling and 1D laterally constrained inversion of Cole-Cole parameters. *GEOPHYSICS* 77, E213–E225. <https://doi.org/10.1190/geo2011-0217.1>
- Firmbach, L., Giordano, N., Comina, C., Mandrone, G., Kolditz, O., Vienken, T., Dietrich, P., others, 2013. Experimental heat flow propagation within porous media using electrical resistivity tomography (ERT), in: *Proceedings of the European Geothermal Congress*. pp. 3–7.
- Flores Orozco, A., Bucker, M., Steiner, M., Malet, J.-P., 2018. Complex-conductivity imaging for the understanding of landslide architecture. *Eng. Geol.* 243, 241–252. <https://doi.org/10.1016/j.enggeo.2018.07.009>
- Flores Orozco, A., Kemna, A., Oberdörster, C., Zschornack, L., Leven, C., Dietrich, P., Weiss, H., 2012. Delineation of subsurface hydrocarbon contamination at a former hydrogenation plant using spectral induced polarization imaging. *J. Contam. Hydrol.* 136–137, 131–144. <https://doi.org/10.1016/j.jconhyd.2012.06.001>
- Florsch, N., Llubes, M., Téreygeol, F., Ghorbani, A., Roblet, P., 2011. Quantification of slag heap volumes and masses through the use of induced polarization: application to the Castel-Minier site. *J. Archaeol. Sci.* 38, 438–451. <https://doi.org/10.1016/j.jas.2010.09.027>
- Fossa, M., Stutz, B., Priarone, A., Coperey, A., 2017. Thermal Response of helix ground heat exchangers.
- Friedman, S.P., 2005. Soil properties influencing apparent electrical conductivity: a review. *Comput. Electron. Agric.* 46, 45–70.
- Friedman, S.P., 1998. A saturation degree-dependent composite spheres model for describing the effective dielectric constant of unsaturated porous media. *Water Resour. Res.* 34, 2949–2961. <https://doi.org/10.1029/98WR01923>
- Gallistl, J., Orozco, A.F., Bucker, M., 2016. Characterization of Abandoned Mine Tailings by means of Time-and Frequency-Domain Induced Polarization Imaging.
- Gao, Z., Lenschow, D.H., Horton, R., Zhou, M., Wang, L., Wen, J., 2008. Comparison of two soil temperature algorithms for a bare ground site on the Loess Plateau in China. *J. Geophys. Res.* 113. <https://doi.org/10.1029/2008JD010285>
- Gauthier, C., Lacroix, M., Bernier, H., 1997. Numerical simulation of soil heat exchanger-storage systems for greenhouses. *Sol. Energy* 60, 333–346. [https://doi.org/10.1016/S0038-092X\(97\)00022-4](https://doi.org/10.1016/S0038-092X(97)00022-4)
- Georgsson, L.S., 2009. Geophysical methods used in geothermal exploration.
- Ghalmi, Z., 2013. Contribution à l'étude des mécanismes de l'adhésion de la glace à différents matériaux et application à l'évaluation des matériaux glaciophobes /. Université du Québec à Chicoutimi, Chicoutimi. <https://doi.org/10.1522/030584469>
- Ghorbani, A., 2007. Contribution au développement de la résistivité complexe et à ses applications en environnement. Mém. Thèse Dr. Univ. Pierre--Marie-Curie Paris Fr.
- Ghorbani, A., Revil, A., Coperey, A., Soueid Ahmed, A., Roque, S., Heap, M.J., Grandis, H., Viveiros, F., 2018. Complex conductivity of volcanic rocks and the geophysical mapping of alteration in volcanoes. *J. Volcanol. Geotherm. Res.* 357, 106–127. <https://doi.org/10.1016/j.jvolgeores.2018.04.014>
- Giordano, N., Arato, A., Comina, C., Mandrone, G., 2017. Time-lapse electrical resistivity imaging of the thermally affected zone of a Borehole Thermal Energy Storage system near Torino (Northern Italy). *J. Appl. Geophys.* 140, 123–134. <https://doi.org/10.1016/j.jappgeo.2017.03.015>

- Glover, P., 2009. What is the cementation exponent? A new interpretation. *Lead. Edge* 28, 82–85. <https://doi.org/10.1190/1.3064150>
- Glover, P.W.J., 2014. *Formation Evaluation*.
- Gouy, M., 1910. Sur la constitution de la charge électrique à la surface d'un électrolyte. *J. Phys. Théorique Appliquée* 9, 457–468. <https://doi.org/10.1051/jphystap:019100090045700>
- Grenelle Environnement, 2015. Pompes à chaleur géothermiques. Analyse de différentes techniques de capteurs enterrés, Règles de l'Art Grenelle Environnement 2012.
- Grim, R.E., 1953. *Clay Mineralogy* Mc-Graw-Hill Book Company Inc. Inc N. Y.
- Grimm, R.E., Stillman, D.E., 2015. Field Test of Detection and Characterisation of Subsurface Ice using Broadband Spectral-Induced Polarisation: Subsurface Ice Characterisation using Spectral-Induced Polarisation. *Permafr. Periglac. Process.* 26, 28–38. <https://doi.org/10.1002/ppp.1833>
- Grosse, C., 2009. Generalization of a Classic Thin Double Layer Polarization Theory of Colloidal Suspensions to Electrolyte Solutions with Different Ion Valences. *J. Phys. Chem. B* 113, 8911–8924. <https://doi.org/10.1021/jp8112057>
- Gruber, S., Hoelzle, M., Haeberli, W., 2004. Rock-wall temperatures in the Alps: modelling their topographic distribution and regional differences. *Permafr. Periglac. Process.* 15, 299–307. <https://doi.org/10.1002/ppp.501>
- Günther, T., Martin, T., 2016. Spectral two-dimensional inversion of frequency-domain induced polarization data from a mining slag heap. *J. Appl. Geophys.* 135, 436–448. <https://doi.org/10.1016/j.jappgeo.2016.01.008>
- Hamdhan, I.N., Clarke, B.G., 2010. Determination of Thermal Conductivity of Coarse and Fine Sand Soils 7.
- Han, C., Ellett, K.M., Naylor, S., Yu, X. (Bill), 2017. Influence of local geological data on the performance of horizontal ground-coupled heat pump system integrated with building thermal loads. *Renew. Energy* 113, 1046–1055. <https://doi.org/10.1016/j.renene.2017.06.025>
- Hao, N., Moyses, S.M., Powell, B.A., Ntarlagiannis, D., 2016. Comparison of the surface ion density of silica gel evaluated via spectral induced polarization versus acid–base titration. *J. Appl. Geophys.* 135, 427–435.
- Hauck, C., 2002. Frozen ground monitoring using DC resistivity tomography. *Geophys. Res. Lett.* 29. <https://doi.org/10.1029/2002GL014995>
- Hauck, C., Böttcher, M., Maurer, H., 2011. A new model for estimating subsurface ice content based on combined electrical and seismic data sets. *The Cryosphere* 5, 453–468. <https://doi.org/10.5194/tc-5-453-2011>
- Hauck, C., Kneisel, C., 2008. *Applied geophysics in periglacial environments*. Cambridge University Press.
- Hauck, C., Vonder Mühl, D., Maurer, H., 2003. Using DC resistivity tomography to detect and characterize mountain permafrost. *Geophys. Prospect.* 51, 273–284.
- Havriliak, S., Negami, S., 1966. A complex plane analysis of α -dispersions in some polymer systems. *J. Polym. Sci. Part C Polym. Symp.* 14, 99–117. <https://doi.org/10.1002/polc.5070140111>
- Hayashi, M., 2004. Temperature-Electrical Conductivity Relation of Water for Environmental Monitoring and Geophysical Data Inversion. *Environ. Monit. Assess.* 96, 119–128. <https://doi.org/10.1023/B:EMAS.0000031719.83065.68>
- Hayley, K., Bentley, L.R., Gharibi, M., Nightingale, M., 2007. Low temperature dependence of electrical resistivity: Implications for near surface geophysical monitoring. *Geophys. Res. Lett.* 34. <https://doi.org/10.1029/2007GL031124>
- Hermans, T., Nguyen, F., Robert, T., Revil, A., 2014. Geophysical Methods for Monitoring Temperature Changes in Shallow Low Enthalpy Geothermal Systems. *Energies* 7, 5083–5118. <https://doi.org/10.3390/en7085083>
- Hermans, T., Nguyen, F., Schepper, G.D., Lesparre, N., Robert, T., 2019. 10 Years of Temperature Monitoring Experiments Using Electrical Resistivity Tomography - What Have We Learned? Presented at the 1st Conference on Geophysics for Geothermal-Energy Utilization and Renewable-Energy Storage, European Association of Geoscientists & Engineers, pp. 1–5. <https://doi.org/10.3997/2214-4609.201902510>
- Hermans, T., Vandenbohede, A., Lebbe, L., Nguyen, F., 2012. A shallow geothermal experiment in a sandy aquifer monitored using electric resistivity tomography. *GEOPHYSICS* 77, B11–B21. <https://doi.org/10.1190/geo2011-0199.1>
- Hermans, T., Wildemeersch, S., Jamin, P., Orban, P., Brouyère, S., Dassargues, A., Nguyen, F., 2015. Quantitative temperature monitoring of a heat tracing experiment using cross-borehole ERT. *Geothermics* 53, 14–26. <https://doi.org/10.1016/j.geothermics.2014.03.013>
- Hersir, G.P., Bjornsson, A., 1991. *Geophysical Exploration for Geothermal Resources: Principles and Application*. United Nations University.
- Hilbich, C., Marescot, L., Hauck, C., Loke, M., Mäusbacher, R., 2009. Applicability of electrical resistivity tomography monitoring to coarse blocky and ice-rich permafrost landforms. *Permafr. Periglac. Process.* 20, 269–284.
- Hobbs, P.V., 2010. *Ice physics*. Oxford university press.
- Hoekstra, P., 1973. Electromagnetic probing of permafrost, in: *Proceedings of 2nd International Conference on Permafrost, Yakutsk, USSR, North American Contribution*. National Academy of Science, pp. 517–526.
- Hoekstra, P., 1965. Conductance of Frozen Bentonite Suspensions 1. *Soil Sci. Soc. Am. J.* 29, 519–522. <https://doi.org/10.2136/sssaj1965.03615995002900050015x>
- Hoekstra, P., Doyle, W.T., 1971. Dielectric relaxation of surface adsorbed water. *J. Colloid Interface Sci.* 36, 513–521. [https://doi.org/10.1016/0021-9797\(71\)90386-9](https://doi.org/10.1016/0021-9797(71)90386-9)

- HTI, 2007. Handbuch BetaTherm-Erdwärmekörbe.
- Hupfer, S., Martin, T., Weller, A., Günther, T., Kuhn, K., Djotsa Nguimeya Ngninjio, V., Noell, U., 2016. Polarization effects of unconsolidated sulphide-sand-mixtures. *J. Appl. Geophys.* 135, 456–465. <https://doi.org/10.1016/j.jappgeo.2015.12.003>
- Hyslip, J.P., Vallejo, L.E., 1997. Fractal analysis of the roughness and size distribution of granular materials. *Eng. Geol.* 48, 231–244.
- Illite Mineral Data [WWW Document], 2019. . Webmineral.com. URL <http://www.webmineral.com/data/Illite.shtml> (accessed 9.8.19).
- Incropera, F.P., Lavine, A.S., Bergman, T.L., DeWitt, D.P., 2007. Fundamentals of heat and mass transfer. Wiley.
- Ingersoll, L.R., Zabel, O.J., Ingersoll, A.C., 1954. Heat conduction with engineering, geological, and other applications.
- Ingham, M., Gouws, G., Buchanan, S., Brown, R., Haskell, T., 2012. In-situ measurements of the low frequency dielectric permittivity of first-year Antarctic sea ice. *Cold Reg. Sci. Technol.* 83–84, 139–146. <https://doi.org/10.1016/j.coldregions.2012.07.008>
- Instanes, A., Kokorev, V., Janowicz, R., Bruland, O., Sand, K., Prowse, T., 2016. Changes to freshwater systems affecting Arctic infrastructure and natural resources: CHANGES TO ARCTIC FRESHWATER SYSTEMS. *J. Geophys. Res. Biogeosciences* 121, 567–585. <https://doi.org/10.1002/2015JG003125>
- Israelachvili, J.N., 2011. Intermolecular and surface forces. Academic press.
- Jaafar, M.A., Rouse, D.R., Gibout, S., Bédécarrats, J.-P., 2017. A review of dendritic growth during solidification: Mathematical modeling and numerical simulations. *Renew. Sustain. Energy Rev.* 74, 1064–1079. <https://doi.org/10.1016/j.rser.2017.02.050>
- Jackson, M.L., Lim, C.H., Zelazny, L.W., 1986. Oxides, Hydroxides, and Aluminosilicates 1. Methods Soil Anal. Part 1—Physical Mineral. Methods 101–150.
- Jackson, R.D., Taylor, S.A., 1986. Thermal conductivity and diffusivity. Methods Soil Anal. Part 1 Phys. Mineral. Methods 5, 945–956.
- Jähnert, S., Vaca Chávez, F., Schaumann, G.E., Schreiber, A., Schönhoff, M., Findenegg, G.H., 2008. Melting and freezing of water in cylindrical silica nanopores. *Phys. Chem. Chem. Phys.* 10, 6039. <https://doi.org/10.1039/b809438c>
- Johnson, D.L., Plona, T., Kojima, H., 1986. Probing porous media with 1st sound, 2nd sound, 4th sound, and 3rd sound, in: AIP Conference Proceedings. AIP, pp. 243–277.
- Johnson, T., Versteeg, R., Ward, A., Day-Lewis, F., Revil, A., 2010. Improved hydrogeophysical characterization and monitoring through high performance electrical geophysical modeling and inversion. *Geophysics* 75, WA27–WA41.
- Jonscher, A., 1981. A new understanding of the dielectric relaxation of solids. *J. Mater. Sci.* 16, 2037–2060.
- Joseph, S., Ingham, M., Gouws, G., 2015. Spectral Induced Polarization measurements on New Zealand sands—dependence on fluid conductivity. *Surf. Geophys.* 13, 169–177.
- Jougnot, D., Ghorbani, A., Revil, A., Leroy, P., Cosenza, P., 2010. Spectral induced polarization of partially saturated clay-rocks: A mechanistic approach. *Geophys. J. Int.* 180, 210–224.
- Kaatze, U., 2005. Electromagnetic Wave Interactions with Water and Aqueous Solutions, in: Kupfer, K. (Ed.), *Electromagnetic Aquametry*. Springer-Verlag, Berlin/Heidelberg, pp. 15–37. https://doi.org/10.1007/3-540-26491-4_2
- Kallay, N., Čop, A., Chibowski, E., Holysz, L., 2003. Reversible charging of the ice–water interface. *J. Colloid Interface Sci.* 259, 89–96. [https://doi.org/10.1016/S0021-9797\(02\)00179-0](https://doi.org/10.1016/S0021-9797(02)00179-0)
- Karaoulis, M., Revil, A., Tsourlos, P., Werkema, D.D., Minsley, B.J., 2013. IP4DI: A software for time-lapse 2D/3D DC-resistivity and induced polarization tomography. *Comput. Geosci.* 54, 164–170. <https://doi.org/10.1016/j.cageo.2013.01.008>
- Karaoulis, M., Tsourlos, P., Kim, J.-H., Revil, A., 2014. 4D time-lapse ERT inversion: introducing combined time and space constraints. *Surf. Geophys.* 12. <https://doi.org/10.3997/1873-0604.2013004>
- Kellerer-Pirklbauer, A., Kaufmann, V., 2018. Deglaciation and its impact on permafrost and rock glacier evolution: New insight from two adjacent cirques in Austria. *Sci. Total Environ.* 621, 1397–1414. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2017.10.087>
- Kemna, A., 2019. Imaging the frozen subsurface: Geoelectrical signatures for the diagnosis of thawing permafrost systems.
- Kemna, A., Binley, A., Cassiani, G., Niederleithinger, E., Revil, A., Slater, L., Williams, K.H., Orozco, A.F., Haegel, F.-H., Hördt, A., Kruschwitz, S., Leroux, V., Titov, K., Zimmermann, E., 2012. An overview of the spectral induced polarization method for near-surface applications. *Surf. Geophys.* 10, 453–468. <https://doi.org/10.3997/1873-0604.2012027>
- Kirichek, A., Chassagne, C., Ghose, R., 2019. Predicting the Dielectric Response of Saturated Sandstones Using a 2-electrode Measuring System. *Front. Phys.* 6. <https://doi.org/10.3389/fphy.2018.00148>
- Kneisel, C., 2006. Assessment of subsurface lithology in mountain environments using 2D resistivity imaging. *Geomorphology* 80, 32–44. <https://doi.org/10.1016/j.geomorph.2005.09.012>
- Kneisel, C., Hauck, C., Fortier, R., Moorman, B., 2008. Advances in geophysical methods for permafrost investigations. *Permafr. Periglac. Process.* 19, 157–178. <https://doi.org/10.1002/ppp.616>

- Kramer, C.A., Ghasemi-Fare, O., Basu, P., 2015. Laboratory Thermal Performance Tests on a Model Heat Exchanger Pile in Sand. *Geotech. Geol. Eng.* 33, 253–271. <https://doi.org/10.1007/s10706-014-9786-z>
- Kramers, H.A., 1927. La diffusion de la lumière par les atomes, in: *Atti Cong. Intern. Fisica (Transactions of Volta Centenary Congress) Como*. pp. 545–557.
- Krautblatter, M., Funk, D., Günzel, F.K., 2013. Why permafrost rocks become unstable: a rock–ice–mechanical model in time and space. *Earth Surf. Process. Landf.* 38, 876–887. <https://doi.org/10.1002/esp.3374>
- Krautblatter, M., Huggel, C., Deline, P., Hasler, A., 2012. Research Perspectives on Unstable High-alpine Bedrock Permafrost: Measurement, Modelling and Process Understanding. *Permafr. Periglac. Process.* 23, 80–88. <https://doi.org/10.1002/ppp.740>
- Krautblatter, M., Verleysdonk, S., Flores-Orozco, A., Kemna, A., 2010. Temperature-calibrated imaging of seasonal changes in permafrost rock walls by quantitative electrical resistivity tomography (Zugspitze, German/Austrian Alps): QUANTITATIVE ERT OF PERMAFROST ROCKS. *J. Geophys. Res. Earth Surf.* 115. <https://doi.org/10.1029/2008JF001209>
- Kremer, F., Schönhals, A., 2012. *Broadband dielectric spectroscopy*. Springer Science & Business Media.
- Kremer, T., Schmutz, M., Leroy, P., Agrinier, P., Mainault, A., 2016. Modelling the spectral induced polarization response of water-saturated sands in the intermediate frequency range (10^2 – 10^5 Hz) using mechanistic and empirical approaches. *Geophys. J. Int.* 207, 1303–1312. <https://doi.org/10.1093/gji/ggw334>
- Kronig, R. de L., 1926. On the Theory of Dispersion of X-Rays. *JOSA* 12, 547–557. <https://doi.org/10.1364/JOSA.12.000547>
- Kulesa, B., Chandler, D., Revil, A., Essery, R., 2012. Theory and numerical modeling of electrical self-potential signatures of unsaturated flow in melting snow. *Water Resour. Res.* 48. <https://doi.org/10.1029/2012WR012048>
- LaBrecque, D.J., Yang, X., 2001. Difference inversion of ERT data: A fast inversion method for 3-D in situ monitoring. *J. Environ. Eng. Geophys.* 6, 83–89.
- LAUDA, 2008. *Liquides calopoteurs*.
- Leão, T.P., Tuller, M., 2014. Relating soil specific surface area, water film thickness, and water vapor adsorption. *Water Resour. Res.* 50, 7873–7885. <https://doi.org/10.1002/2013WR014941>
- Lecocq, T., Caudron, C., Brenguier, F., 2014. MSNoise, a python package for monitoring seismic velocity changes using ambient seismic noise. *Seismol. Res. Lett.* 85, 715–726.
- Lekmine, G., Auradou, H., Pessel, M., Rayner, J.L., 2017. Quantification of tracer plume transport parameters in 2D saturated porous media by cross-borehole ERT imaging. *J. Appl. Geophys.* 139, 291–305. <https://doi.org/10.1016/j.jappgeo.2017.02.024>
- Leroy, P., Revil, A., 2009. A mechanistic model for the spectral induced polarization of clay materials. *J. Geophys. Res.* 114. <https://doi.org/10.1029/2008JB006114>
- Leroy, P., Revil, A., Kemna, A., Cosenza, P., Ghorbani, A., 2008. Complex conductivity of water-saturated packs of glass beads. *J. Colloid Interface Sci.* 321, 103–117. <https://doi.org/10.1016/j.jcis.2007.12.031>
- Lesparre, N., Nguyen, F., Kemna, A., Robert, T., Hermans, T., Daoudi, M., Flores-Orozco, A., 2017. A new approach for time-lapse data weighting in electrical resistivity tomography. *GEOPHYSICS* 82, E325–E333. <https://doi.org/10.1190/geo2017-0024.1>
- Lesparre, N., Robert, T., Nguyen, F., Boyle, A., Hermans, T., 2019. 4D electrical resistivity tomography (ERT) for aquifer thermal energy storage monitoring. *Geothermics* 77, 368–382. <https://doi.org/10.1016/j.geothermics.2018.10.011>
- Linde, N., Binley, A., Tryggvason, A., Pedersen, L.B., Revil, A., 2006. Improved hydrogeophysical characterization using joint inversion of cross-hole electrical resistance and ground-penetrating radar traveltime data: JOINT INVERSION OF CROSS-HOLE ERT AND GPR. *Water Resour. Res.* 42. <https://doi.org/10.1029/2006WR005131>
- Magnin, F., Krautblatter, M., Deline, P., Ravel, L., Malet, E., Bevington, A., 2015. Determination of warm, sensitive permafrost areas in near-vertical rockwalls and evaluation of distributed models by electrical resistivity tomography: ERT IN NEAR-VERTICAL ROCK FACES. *J. Geophys. Res. Earth Surf.* 120, 745–762. <https://doi.org/10.1002/2014JF003351>
- Malcolm, R.L., Kennedy, V.C., 1970. Variation of cation exchange capacity and rate with particle size in stream sediment. *J. Water Pollut. Control Fed.* R153–R160.
- Malvault, G., 2013. Détermination expérimentale de la distribution de taille de pores d'un milieu poreux par l'injection d'un fluide à seuil ou par analyse fréquentielle (PhD Thesis). PhD thesis, Arts et Métiers ParisTech.
- Man, Y., Yang, H., Diao, N., Liu, J., Fang, Z., 2010. A new model and analytical solutions for borehole and pile ground heat exchangers. *Int. J. Heat Mass Transf.* 53, 2593–2601. <https://doi.org/10.1016/j.ijheatmasstransfer.2010.03.001>
- Manceau, J.-P., 2008. Etude du phénomène de relaxation diélectrique dans les capacités Métal-Isolant-Métal. 190.
- Mansoor, N., Slater, L., 2006. On the relationship between iron concentration and induced polarization in marsh soils. *Geophysics* 72, A1–A5.
- Mao, D., Revil, A., 2016. Induced polarization response of porous media with metallic particles — Part 3: A new approach to time-domain induced polarization tomography. *Geophysics* 81, D345–D357. <https://doi.org/10.1190/geo2015-0283.1>

- Mao, D., Revil, A., Hinton, J., 2016. Induced polarization response of porous media with metallic particles — Part 4: Detection of metallic and nonmetallic targets in time-domain induced polarization tomography. *Geophysics* 81, D359–D375. <https://doi.org/10.1190/geo2015-0480.1>
- Marescot, D.L., 2008. Imagerie électrique pour géologues.
- Marshall, D.J., Madden, T.R., 1959. INDUCED POLARIZATION, A STUDY OF ITS CAUSES. *Geophysics* 24, 790–816. <https://doi.org/10.1190/1.1438659>
- Mason, G., 1988. Determination of the Pore-Size Distributions and Pore-Space Interconnectivity of Vycor Porous Glass from Adsorption-Desorption Hysteresis Capillary Condensation Isotherms. *Proc. R. Soc. Math. Phys. Eng. Sci.* 415, 453–486. <https://doi.org/10.1098/rspa.1988.0023>
- McCann, D.M., Jackson, P.D., Fenning, P.J., 1988. Comparison of the seismic and ground probing radar methods in geological surveying. *IEE Proc. F Commun. Radar Signal Process.* 135, 380. <https://doi.org/10.1049/ip-f-1.1988.0045>
- McKenzie, J.M., Voss, C.I., Siegel, D.I., 2007. Groundwater flow with energy transport and water–ice phase change: Numerical simulations, benchmarks, and application to freezing in peat bogs. *Adv. Water Resour.* 30, 966–983. <https://doi.org/10.1016/j.advwatres.2006.08.008>
- Melnikov, V., Sneqirev, A., Lyakhov, L., 1971. Polyarizuemosti verkhih gorizontov tolshchi mnogoletnernerzlykh gornyx porod (Polarizability of the upper horizons of permafrost layers): *Geol. Goof. Geol Geophys* 7.
- METEO FRANCE, 2018. Donnees climatiques de la station de Chambéry.
- Mewafy, F.M., Werkema Jr, D.D., Atekwana, E.A., Slater, L.D., Aal, G.A., Revil, A., Ntarlagiannis, D., 2013. Evidence that bio-metallic mineral precipitation enhances the complex conductivity response at a hydrocarbon contaminated site. *J. Appl. Geophys.* 98, 113–123.
- Mewes, B., Hilbich, C., Delaloye, R., Hauck, C., 2017. Resolution capacity of geophysical monitoring regarding permafrost degradation induced by hydrological processes. *The Cryosphere* 11, 2957–2974.
- Miller, C.R., Routh, P.S., Brosten, T.R., McNamara, J.P., 2008. Application of time-lapse ERT imaging to watershed characterization. *Geophysics* 73, G7–G17. <https://doi.org/10.1190/1.2907156>
- Minsley, B.J., Wellman, T.P., Walvoord, M.A., Revil, A., 2015. Sensitivity of airborne geophysical data to sublacustrine and near-surface permafrost thaw. *The Cryosphere* 9, 781–794. <https://doi.org/10.5194/tc-9-781-2015>
- Moch, X., 2013. Etude théorique et expérimentale d'échangeurs géothermiques hélicoïdaux - Production de chaud et de froid par pompe à chaleur, et dimensionnement d'installations. Université de Grenoble.
- Moch, X., Palomares, M., Claudon, F., Souyri, B., Stutz, B., 2015. Geothermal helical heat exchangers: Coupling with a reversible heat pump in western Europe. *Appl. Therm. Eng.* 81, 368–375. <https://doi.org/10.1016/j.applthermaleng.2015.01.072>
- Moch, X., Palomares, M., Claudon, F., Souyri, B., Stutz, B., 2014. Geothermal helical heat exchangers: Comparison and use of two-dimensional axisymmetric models. *Appl. Therm. Eng.* 73, 691–698. <https://doi.org/10.1016/j.applthermaleng.2014.06.051>
- Mollaret, C., Hilbich, C., Pellet, C., Flores-Orozco, A., Delaloye, R., Hauck, C., 2018. Mountain permafrost degradation documented through a network of permanent electrical resistivity tomography sites. *Cryosphere Discuss.* 1–34. <https://doi.org/10.5194/tc-2018-272>
- Montmorillonite Mineral Data [WWW Document], 2019. . Webmineral.com. URL <http://webmineral.com/data/Montmorillonite.shtml> (accessed 9.9.19).
- Moore, G.A., Agriculture Western Australia, National Landcare Program (W.A.), 1998. Soilguide: a handbook for understanding and managing agricultural soils. Agriculture Western Australia, South Perth, W.A.
- Murrmann, R.P., 1973. Ionic mobility in permafrost, in: *Proceedings of the Second International Conference on Permafrost, Yakutsk*. pp. 352–359.
- Mustafa Omer, A., 2008. Ground-source heat pumps systems and applications. *Renew. Sustain. Energy Rev.* 12, 344–371. <https://doi.org/10.1016/j.rser.2006.10.003>
- Naasz, R., Michel, J.-C., Charpentier, S., 2005. Measuring Hysteretic Hydraulic Properties of Peat and Pine Bark using a Transient Method. *Soil Sci. Soc. Am. J.* 69, 13. <https://doi.org/10.2136/sssaj2005.0013>
- Nieto, I.M., Martín, A.F., Blázquez, C.S., Aguilera, D.G., García, P.C., Vasco, E.F., García, J.C., 2019. Use of 3D electrical resistivity tomography to improve the design of low enthalpy geothermal systems. *Geothermics* 79, 1–13. <https://doi.org/10.1016/j.geothermics.2019.01.007>
- Nir, A., Doughty, C., Tsang, C.F., 1992. Validation of design procedure and performance modeling of a heat and fluid transport field experiment in the unsaturated zone. *Adv. Water Resour.* 15, 153–166.
- Niu, Q., Revil, A., Saidian, M., 2016. Salinity dependence of the complex surface conductivity of the Portland sandstone. *Geophysics* 81, D125–D140. <https://doi.org/10.1190/geo2015-0426.1>
- Nordsiek, S., Diamantopoulos, E., Hördt, A., Durner, W., 2016. Relationships between soil hydraulic parameters and induced polarization spectra. *Surf. Geophys.* 14, 23–37.
- Ogilvy, A., 1967. GEOPHYSICAL STUDIES IN PERMAFROST REGIONS IN THE U. S. S. R.
- Okay, G., Cosenza, P., Ghorbani, A., Camerlynck, C., Cabrera, J., Florsch, N., Revil, A., 2013. Characterization of macroscopic heterogeneities in clay-rocks using induced polarization: Field tests at the experimental underground research laboratory of Tournemire (Aveyron, France). *Geophys. Prospect.* 61, 134–152.

- Okay, G., Leroy, P., Ghorbani, A., Cosenza, P., Camerlynck, C., Cabrera, J., Florsch, N., Revil, A., 2014. Spectral induced polarization of clay-sand mixtures: Experiments and modeling. *Geophysics* 79, E353–E375.
- Oldenburg, D.W., Jones, F., Heagy, L., Cockett, R., Astic, T., Devriese, T., Seogi, K., 2020. Physical Properties — GPG 0.0.1 documentation [WWW Document]. URL https://gpg.geosci.xyz/content/physical_properties/index.html (accessed 10.11.20).
- Oldenburg, D.W., Li, Y., 1994. Inversion of induced polarization data. *Geophysics* 59, 1327–1341.
- Olhoeft, G.R., 1977. Electrical properties of natural clay permafrost. *Can. J. Earth Sci.* 14, 16–24. <https://doi.org/10.1139/e77-002>
- Or, D., Tuller, M., 1999. Liquid retention and interfacial area in variably saturated porous media: Upscaling from single-pore to sample-scale model. *Water Resour. Res.* 35, 3591–3605. <https://doi.org/10.1029/1999WR900262>
- Or, D., Wraith, J.M., 1999. Temperature effects on soil bulk dielectric permittivity measured by time domain reflectometry: A physical model. *Water Resour. Res.* 35, 371–383. <https://doi.org/10.1029/1998WR900008>
- O'Sadnick, M., Ingham, M., Eicken, H., Pettit, E., 2016. In situ field measurements of the temporal evolution of low-frequency sea-ice dielectric properties in relation to temperature, salinity, and microstructure. *The Cryosphere* 10, 2923–2940. <https://doi.org/10.5194/tc-10-2923-2016>
- Pahud, D., 2002. Geothermal energy and heat storage. *Laboratorio di Energia, Ecologia ed Economia, Scuola Universitaria Professionale della Svizzera Italiana.*
- Parkhomenko, E.I., Keller, G.V., 1967. *Electrical Properties of Rocks.*
- Pasternack Enterprises, 2013. RG402U Coax Cable with Copper Outer Conductor.
- Pelton, W.H., Ward, S.H., Hallof, P.G., Sill, W.R., Nelson, P.H., 1978. Mineral discrimination and removal of inductive coupling with multifrequency IP. *Geophysics* 43, 588–609.
- Percebois, J.-M., 2011. *Le Guide du Chauffage Géothermique, 2ème édition*, Eyrolles. ed, *Les Guides de l'habitat durable.*
- Petersen, L.W., Moldrup, P., Jacobsen, O.H., Rolston, D.E., 1996. Relations between specific surface area and soil physical and chemical properties. *Soil Sci.* 161, 9–21. <https://doi.org/10.1097/00010694-199601000-00003>
- Petrenko, V.F., 1993. *Electrical properties of ice.* Cold Regions Research and Engineering Lab Hanover NH.
- Petrenko, V.F., Ryzhkin, I.A., 1997. Surface States of Charge Carriers and Electrical Properties of the Surface Layer of Ice. *J. Phys. Chem. B* 101, 6285–6289. <https://doi.org/10.1021/jp963216p>
- Petrenko, V.F., Whitworth, R.W., 2006. *Physics of ice, 1.* paperback issue; repr. 2006. ed. Oxford University Press, Oxford.
- Philippe, M., Bernier, M., Marchio, D., Lopez, S., 2011. A semi-analytical model for serpentine horizontal ground heat exchangers. *HVACR Res.* 17, 1044–1058.
- Potter, R.W., Clynne, M.A., Brown, D.L., 1978. Freezing point depression of aqueous sodium chloride solutions. *Econ. Geol.* 73, 284–285. <https://doi.org/10.2113/gsecongeo.73.2.284>
- Presley, M.A., Christensen, P.R., 1997. Thermal conductivity measurements of particulate materials 1. A review. *J. Geophys. Res. Planets* 102, 6535–6549. <https://doi.org/10.1029/96JE03302>
- Qi, Y., Soueid Ahmed, A., Revil, A., Ghorbani, A., Abdulsamad, F., Florsch, N., Bonnenfant, J., 2018. Induced polarization response of porous media with metallic particles — Part 7: Detection and quantification of buried slag heaps. *GEOPHYSICS* 83, E277–E291. <https://doi.org/10.1190/geo2017-0760.1>
- Rabin, Y., Korin, E., 1996. Thermal analysis of a helical heat exchanger for ground thermal energy storage in arid zones. *Int. J. Heat Mass Transf.* 39, 1051–1065. [https://doi.org/10.1016/0017-9310\(95\)00184-0](https://doi.org/10.1016/0017-9310(95)00184-0)
- Ravikovitch, P.I., Neimark, A.V., 2002. Experimental Confirmation of Different Mechanisms of Evaporation from Ink-Bottle Type Pores: Equilibrium, Pore Blocking, and Cavitation. *Langmuir* 18, 9830–9837. <https://doi.org/10.1021/la026140z>
- Regalado, C.M., 2006. A geometrical model of bound water permittivity based on weighted averages: the allophane analogue. *J. Hydrol.* 316, 98–107. <https://doi.org/10.1016/j.jhydrol.2005.04.014>
- REHAU, 2010. RAUGEO Helix Probe PE-Xa -The alternative to probes and horizontal collector.
- Ren, Z., Kalscheuer, T., 2019. Uncertainty and Resolution Analysis of 2D and 3D Inversion Models Computed from Geophysical Electromagnetic Data. *Surv. Geophys.* <https://doi.org/10.1007/s10712-019-09567-3>
- Revil, A., 2013a. Effective conductivity and permittivity of unsaturated porous materials in the frequency range 1 mHz–1GHz. *Water Resour. Res.* 49, 306–327. <https://doi.org/10.1029/2012WR012700>
- Revil, A., 2013b. On charge accumulation in heterogeneous porous rocks under the influence of an external electric field. *Geophysics* 78, D271–D291. <https://doi.org/10.1190/geo2012-0503.1>
- Revil, A., 2012. Spectral induced polarization of shaly sands: Influence of the electrical double layer: INDUCED POLARIZATION OF SHALY SANDS. *Water Resour. Res.* 48. <https://doi.org/10.1029/2011WR011260>
- Revil, A., Abdel Aal, G.Z., Atekwana, E.A., Mao, D., Florsch, N., 2015a. Induced polarization response of porous media with metallic particles — Part 2: Comparison with a broad database of experimental data. *GEOPHYSICS* 80, D539–D552. <https://doi.org/10.1190/geo2014-0578.1>
- Revil A., Binley A., Mejus L., Kessouri P., 2015. Predicting permeability from the characteristic relaxation time and intrinsic formation factor of complex conductivity spectra. *Water Resour. Res.* 51, 6672–6700. <https://doi.org/10.1002/2015WR017074>
- Revil, A., Breton, M.L., Niu, Q., Wallin, E., Haskins, E., Thomas, D.M., 2017a. Induced polarization of volcanic rocks. 2. Influence of pore size and permeability. *Geophys. J. Int.* 208, 814–825. <https://doi.org/10.1093/gji/ggw382>

- Revil, A., Cathles, L.M., Losh, S., Nunn, J.A., 1998. Electrical conductivity in shaly sands with geophysical applications. *J. Geophys. Res. Solid Earth* 103, 23925–23936. <https://doi.org/10.1029/98JB02125>
- Revil, A., Coperey, A., Deng, Y., Cerepi, A., Seleznev, N., 2018a. Complex conductivity of tight sandstones. *Geophysics* 83, E55–E74. <https://doi.org/10.1190/geo2017-0096.1>
- Revil, André, Coperey, A., Mao, D., Abdulsamad, F., Ghorbani, A., Rossi, M., Gasquet, D., 2018. Induced polarization response of porous media with metallic particles — Part 8: Influence of temperature and salinity. *Geophysics* 83, E435–E456. <https://doi.org/10.1190/geo2018-0089.1>
- Revil, A., Coperey, A., Shao, Z., Florsch, N., Fabricius, I.L., Deng, Y., Delsman, J.R., Pauw, P.S., Karaoulis, M., de Louw, P.G.B., van Baaren, E.S., Dabekaussen, W., Menkovic, A., Gunnink, J.L., 2017b. Complex conductivity of soils. *Water Resour. Res.* 53, 7121–7147. <https://doi.org/10.1002/2017WR020655>
- Revil, A., Eppheimer, J., Skold, M., Karaoulis, M., Godinez, L., Prasad, M., 2013. Low-frequency complex conductivity of sandy and clayey materials. *J. Colloid Interface Sci.* 398, 193–209.
- Revil, A., Finizola, A., Ricci, T., Delcher, E., Peltier, A., Barde-Cabusson, S., Avard, G., Bailly, T., Bennati, L., Byrdina, S., Colonge, J., Di Gangi, F., Douillet, G., Lupi, M., Letort, J., Tsang Hin Sun, E., 2011. Hydrogeology of Stromboli volcano, Aeolian Islands (Italy) from the interpretation of resistivity tomograms, self-potential, soil temperature and soil CO₂ concentration measurements: Hydrogeology of Stromboli volcano. *Geophys. J. Int.* 186, 1078–1094. <https://doi.org/10.1111/j.1365-246X.2011.05112.x>
- Revil, A., Florsch, N., 2010. Determination of permeability from spectral induced polarization in granular media. *Geophys. J. Int.* <https://doi.org/10.1111/j.1365-246X.2010.04573.x>
- Revil, A., Florsch, N., Camerlynck, C., 2014. Spectral induced polarization porosimetry. *Geophys. J. Int.* 198, 1016–1033.
- Revil, A., Florsch, N., Mao, D., 2015b. Induced polarization response of porous media with metallic particles — Part 1: A theory for disseminated semiconductors. *GEOPHYSICS* 80, D525–D538. <https://doi.org/10.1190/geo2014-0577.1>
- Revil, A., Ghorbani, A., Gailler, L.S., Gresse, M., Cluzel, N., Panwar, N., Sharma, R., 2018b. Electrical conductivity and induced polarization investigations at Kilauea volcano, Hawai'i. *J. Volcanol. Geotherm. Res.* 368, 31–50. <https://doi.org/10.1016/j.jvolgeores.2018.10.014>
- Revil, André, Jardani, A., Sava, P., Haas, A., 2015. *The Seismoelectric Method: Theory and Applications*. John Wiley & Sons.
- Revil, A., Karaoulis, M., Johnson, T., Kemna, A., 2012a. Review: Some low-frequency electrical methods for subsurface characterization and monitoring in hydrogeology. *Hydrogeol. J.* 20, 617–658. <https://doi.org/10.1007/s10040-011-0819-x>
- Revil, André, Kessouri, P., Torres-Verdín, C., 2014. Electrical conductivity, induced polarization, and permeability of the Fontainebleau sandstone. *Geophysics* 79, D301–D318. <https://doi.org/10.1190/geo2014-0036.1>
- Revil, A., Koch, K., Holliger, K., 2012b. Is it the grain size or the characteristic pore size that controls the induced polarization relaxation time of clean sands and sandstones?: TECHNICAL NOTE. *Water Resour. Res.* 48. <https://doi.org/10.1029/2011WR011561>
- Revil, A., Le Breton, M., Niu, Q., Wallin, E., Haskins, E., Thomas, D.M., 2017c. Induced polarization of volcanic rocks – 1. Surface versus quadrature conductivity. *Geophys. J. Int.* 208, 826–844. <https://doi.org/10.1093/gji/ggw444>
- Revil, A., Mao, D., Shao, Z., Sleeve, M.F., Wang, D., 2017d. Induced polarization response of porous media with metallic particles — Part 6: The case of metals and semimetals. *Geophysics* 82, E97–E110. <https://doi.org/10.1190/geo2016-0389.1>
- Revil, A., Murugesu, M., Prasad, M., Le Breton, M., 2017e. Alteration of volcanic rocks: A new non-intrusive indicator based on induced polarization measurements. *J. Volcanol. Geotherm. Res.* 341, 351–362. <https://doi.org/10.1016/j.jvolgeores.2017.06.016>
- Revil, A., Qi, Y., Ghorbani, A., Coperey, A., Ahmed, A.S., Finizola, A., Ricci, T., 2019. Induced polarization of volcanic rocks. 3. Imaging clay cap properties in geothermal fields. *Geophys. J. Int.* <https://doi.org/10.1093/gji/ggz207>
- Revil, A., Razdan, M., Julien, S., Coperey, A., Abdulsamad, F., Ghorbani, A., Gasquet, D., Sharma, R., Rossi, M., 2019. Induced polarization response of porous media with metallic particles – Part 9. Influence of permafrost. *GEOPHYSICS* 1–73. <https://doi.org/10.1190/geo2019-0013.1>
- Revil, A., Skold, M., 2011. Salinity dependence of spectral induced polarization in sands and sandstones: Salinity dependence of induced polarization. *Geophys. J. Int.* 187, 813–824. <https://doi.org/10.1111/j.1365-246X.2011.05181.x>
- Revil, A., Sleeve, M.F., Mao, D., 2017f. Induced polarization response of porous media with metallic particles — Part 5: Influence of the background polarization. *Geophysics* 82, E77–E96. <https://doi.org/10.1190/geo2016-0388.1>
- Revil, A., Soueid Ahmed, A., 2017. Comment on ‘Electrical conductance of a sandstone partially saturated with varying concentrations of NaCl solutions’ by R. Umezawa, N. Nishiyama, M. Katsura and S. Nakashima. *Geophys. J. Int.* 211, 1099–1103. <https://doi.org/10.1093/gji/ggx352>
- Revil, A., Soueid Ahmed, A., Matthai, S., 2018. Transport of water and ions in partially water-saturated porous media. Part 3. Electrical conductivity. *Adv. Water Resour.* 121, 97–111. <https://doi.org/10.1016/j.advwatres.2018.08.007>

- Revil, A., Tartrat, T., Abdulsamad, F., Ghorbani, A., Coperey, A., 2018c. Chargeability of Porous Rocks With or Without Metallic Particles. *Petrophysics – SPWLA J. Form. Eval. Reserv. Descr.* 59, 543–552. <https://doi.org/10.30632/PJV59V4-2018a8>
- Rhoades, J., 1982. Cation Exchange Capacity 1. *Methods Soil Anal. Part 2 Chem. Microbiol. Prop.* 149–157.
- Rhoades, J.D., Raats, P.A.C., Prather, R.J., 1976. Effects of Liquid-phase Electrical Conductivity, Water Content, and Surface Conductivity on Bulk Soil Electrical Conductivity1. *Soil Sci. Soc. Am. J.* 40, 651. <https://doi.org/10.2136/sssaj1976.03615995004000050017x>
- Riederer, P., 2012. *Pompe a chaleur géothermique*, CSTB. ed.
- Robert, T., Caterina, D., Deceuster, J., Kaufmann, O., Nguyen, F., 2012. A salt tracer test monitored with surface ERT to detect preferential flow and transport paths in fractured/karstified limestones. *GEOPHYSICS* 77, B55–B67. <https://doi.org/10.1190/geo2011-0313.1>
- Robert, T., Hermans, T., Dumont, G., Nguyen, F., Rwabuhungu, D., 2013. Reliability of ERT-derived Temperature-Insights from Laboratory Measurements, in: *Near Surface Geoscience 2013-19th EAGE European Meeting of Environmental and Engineering Geophysics*.
- Robert, T., Paulus, C., Bolly, P.-Y., Koo Seen Lin, E., Hermans, T., 2019. Heat as a Proxy to Image Dynamic Processes with 4D Electrical Resistivity Tomography. *Geosciences* 9, 414. <https://doi.org/10.3390/geosciences9100414>
- Rosen, L., Saville, D., 1991. Dielectric spectroscopy of colloidal dispersions: Comparisons between experiment and theory. *Langmuir* 7, 36–42.
- Roy, A., Apparao, A., 1971. DEPTH OF INVESTIGATION IN DIRECT CURRENT METHODS. *Geophysics* 36, 943–959. <https://doi.org/10.1190/1.1440226>
- Ryb Terra, 2016. *Manuel technique. Système de capteurs géothermie*.
- Saidi, D., 2012. Importance and role of cation exchange capacity on the physicals properties of the Cheliff saline soils (Algeria). *Procedia Eng.* 33, 435–449.
- Sarbu, I., Sebarchievici, C., 2014. General review of ground-source heat pump systems for heating and cooling of buildings. *Energy Build.* 70, 441–454. <https://doi.org/10.1016/j.enbuild.2013.11.068>
- Sass, O., 2004. Rock moisture fluctuations during freeze-thaw cycles: Preliminary results from electrical resistivity measurements. *Polar Geogr.* 28, 13–31.
- Schaefer, K., Lantuit, H., Romanovsky, V.E., Schuur, E.A., Witt, R., 2014. The impact of the permafrost carbon feedback on global climate. *Environ. Res. Lett.* 9, 085003. <https://doi.org/10.1088/1748-9326/9/8/085003>
- Schlumberger, C., 1920. *Study of underground electrical prospecting*. Paris.
- Schmutz, M., Blondel, A., Revil, A., 2012. Saturation dependence of the quadrature conductivity of oil-bearing sands. *Geophys. Res. Lett.* 39.
- Schmutz, M., Ghorbani, A., Vaudelet, P., Blondel, A., 2014. Cable arrangement to reduce electromagnetic coupling effects in spectral-induced polarization studies. *GEOPHYSICS* 79, A1–A5. <https://doi.org/10.1190/geo2013-0301.1>
- Schwan, H.P., 1992. Linear and nonlinear electrode polarization and biological materials. *Ann. Biomed. Eng.* 20, 269–288. <https://doi.org/10.1007/BF02368531>
- Schwartz, N., Furman, A., 2012. Spectral induced polarization signature of soil contaminated by organic pollutant: Experiment and modeling. *J. Geophys. Res. Solid Earth* 117.
- Schwarz, G., 1962. A theory of the low-frequency dielectric dispersion of colloidal particles in electrolyte solution1, 2. *J. Phys. Chem.* 66, 2636–2642.
- Schwing, M., 2015. *Mechanical, hydraulic, and dielectric characterisation of fine-grained soils during densification*. University of Queensland.
- Scott, W.J., Kay, A.E., 1988. Earth resistivities of Canadian soils.
- Scott, W.J., Sellmann, P., Hunter, J.A., 1990. Geophysics in the study of permafrost. *Geotech. Environ. Geophys.* 1, 355–384.
- Seigel, H., 1959. MATHEMATICAL FORMULATION AND TYPE CURVES FOR INDUCED POLARIZATION. *GEOPHYSICS* 24, 547–565. <https://doi.org/10.1190/1.1438625>
- Seigel, H., Nabighian, M., Parasnis, D.S., Vozoff, K., 2007. The early history of the induced polarization method. *Lead. Edge* 26, 312–321. <https://doi.org/10.1190/1.2715054>
- Self, S.J., Reddy, B.V., Rosen, M.A., 2013. Geothermal heat pump systems: Status review and comparison with other heating options. *Appl. Energy* 101, 341–348. <https://doi.org/10.1016/j.apenergy.2012.01.048>
- Sen, P., Scala, C., Cohen, M., 1981. A self-similar model for sedimentary rocks with application to the dielectric constant of fused glass beads. *Geophysics* 46, 781–795.
- Sen, P.N., Goode, P.A., 1992. Influence of temperature on electrical conductivity on shaly sands. *Geophysics* 57, 89–96. <https://doi.org/10.1190/1.1443191>
- Shainberg, I., Rhoades, J.D., Prather, R.J., 1980. Effect of Exchangeable Sodium Percentage, Cation Exchange Capacity, and Soil Solution Concentration on Soil Electrical Conductivity1. *Soil Sci. Soc. Am. J.* 44, 469. <https://doi.org/10.2136/sssaj1980.03615995004400030006x>
- Shao, Z., Revil, A., Mao, D., Wang, D., 2017. Induced polarization signature of coal seam fires. *Geophys. J. Int.* 208, 1313–1331. <https://doi.org/10.1093/gji/ggw452>
- Sharma, P.V., 1997. *Environmental and engineering geophysics*. Cambridge university press.

- Shevnin, V., Delgado Rodríguez, O., Mousatov, A., Flores Hernández, D., Zegarra Martínez, H., Ryjov, A., 2006. Estimation of soil petrophysical parameters from resistivity data: Application to oil-contaminated site characterization. *Geofísica Int.* 45, 179–193.
- Shuey, R., Johnson, M., 1973. On the phenomenology of electrical relaxation in rocks. *Geophysics* 38, 37–48.
- Sibille, L., 2018. Bases de la Géotechnique Module MXG4 IUT Génie Civil et Construction Durable.
- Slack, G.A., 1980. Thermal conductivity of ice. *Phys. Rev. B* 22, 3065–3071. <https://doi.org/10.1103/PhysRevB.22.3065>
- Slater, L., Glaser, D., 2003. Controls on induced polarization in sandy unconsolidated sediments and application to aquifer characterization. *Geophysics* 68, 1547–1558.
- Sogade, J.A., Scira-Scappuzzo, F., Vichabian, Y., Shi, W., Rodi, W., Lesmes, D.P., Morgan, F.D., 2006. Induced-polarization detection and mapping of contaminant plumes. *Geophysics* 71, B75–B84.
- Soueid Ahmed, A., Revil, A., Byrdina, S., Coperey, A., Gailler, L., Grobde, N., Viveiros, F., Silva, C., Jougnot, D., Ghorbani, A., Hogg, C., Kiyani, D., Rath, V., Heap, M.J., Grandis, H., Humaida, H., 2018. 3D electrical conductivity tomography of volcanoes. *J. Volcanol. Geotherm. Res.* <https://doi.org/10.1016/j.jvolgeores.2018.03.017>
- Spaans, E.J.A., Baker, J.M., 1996. The Soil Freezing Characteristic: Its Measurement and Similarity to the Soil Moisture Characteristic. *Soil Sci. Soc. Am. J.* 60, 13. <https://doi.org/10.2136/sssaj1996.03615995006000010005x>
- Stafleu, J., Maljers, D., Gunnink, J., Menkovic, A., Busschers, F., 2011. 3D modelling of the shallow subsurface of Zeeland, the Netherlands. *Neth. J. Geosci.* 90, 293–310.
- Supper, R., Ottowitz, D., Jochum, B., Römer, A., Pfeiler, S., Kauer, S., Keuschnig, M., Ita, A., 2014. Geoelectrical monitoring of frozen ground and permafrost in alpine areas: field studies and considerations towards an improved measuring technology. *Surf. Geophys.* 12, 93–115. <https://doi.org/10.3997/1873-0604.2013057>
- Teschke, O., Ceotto, G., de Souza, E.F., 2001. Interfacial water dielectric-permittivity-profile measurements using atomic force microscopy. *Phys. Rev. E* 64. <https://doi.org/10.1103/PhysRevE.64.011605>
- Thibaut, R., Kremer, T., Royen, A., Kim Ngun, B., Nguyen, F., Hermans, T., 2021. A new workflow to incorporate prior information in minimum gradient support (MGS) inversion of electrical resistivity and induced polarization data. *J. Appl. Geophys.* 187, 104286. <https://doi.org/10.1016/j.jappgeo.2021.104286>
- Tian, H., Wei, C., Wei, H., Zhou, J., 2014. Freezing and thawing characteristics of frozen soils: Bound water content and hysteresis phenomenon. *Cold Reg. Sci. Technol.* 103, 74–81. <https://doi.org/10.1016/j.coldregions.2014.03.007>
- Titov, K., Kemna, A., Tarasov, A., Vereecken, H., 2004. Induced polarization of unsaturated sands determined through time domain measurements. *Vadose Zone J.* 3, 1160–1168.
- Titov, K., Komarov, V., Tarasov, V., Levitski, A., 2002. Theoretical and experimental study of time domain-induced polarization in water-saturated sands. *J. Appl. Geophys.* 50, 417–433.
- Tombs, J.M.C., 1981. The feasibility of making spectral IP measurements in the time domain. *Geoexploration* 19, 91–102. [https://doi.org/10.1016/0016-7142\(81\)90022-3](https://doi.org/10.1016/0016-7142(81)90022-3)
- Tournassat, C., Greneche, J.-M., Tisserand, D., Charlet, L., 2004. The titration of clay minerals. *J. Colloid Interface Sci.* 273, 224–233. <https://doi.org/10.1016/j.jcis.2003.11.021>
- Tremblay, S., Ouimet, R., Houle, D., 2002. Prediction of organic carbon content in upland forest soils of Quebec, Canada. *Can. J. For. Res.* 32, 903–914.
- Vacquier, V., Holmes, C.R., Kintzinger, P.R., Lavergne, M., 1957. Prospecting for ground water by induced electrical polarization. *Geophysics* 22, 660–687.
- van Antwerpen, W., du Toit, C.G., Rousseau, P.G., 2010. A review of correlations to model the packing structure and effective thermal conductivity in packed beds of mono-sized spherical particles. *Nucl. Eng. Des.* 240, 1803–1818. <https://doi.org/10.1016/j.nucengdes.2010.03.009>
- Van Voorhis, G., Nelson, P., Drake, T., 1973. Complex resistivity spectra of porphyry copper mineralization. *Geophysics* 38, 49–60.
- Vanhala, H., 1997. Mapping oil-contaminated sand and till with the spectral induced polarization (SIP) method. *Geophys. Prospect.* 45, 303–326. <https://doi.org/10.1046/j.1365-2478.1997.00338.x>
- Vaudelet, P., Revil, A., Schmutz, M., Franceschi, M., Bégassat, P., 2011a. Induced polarization signatures of cations exhibiting differential sorption behaviors in saturated sands. *Water Resour. Res.* 47.
- Vaudelet, P., Revil, A., Schmutz, M., Franceschi, M., Bégassat, P., 2011b. Changes in induced polarization associated with the sorption of sodium, lead, and zinc on silica sands. *J. Colloid Interface Sci.* 360, 739–752.
- VDI, 2010. VDI 4640 Thermal Use of the Underground. VDI-Gesellschaft Energie und Umwelt (GEU), Berlin.
- Vinegar, H.J., Waxman, M.H., 1984. Induced polarization of shaly sands. *Geophysics* 49, 1267–1287.
- Vogt, C., Iwanowski-Strahser, K., Marquart, G., Arnold, J., Mottaghy, D., Pechnig, R., Gnjezda, D., Clauser, C., 2013. Modeling contribution to risk assessment of thermal production power for geothermal reservoirs. *Renew. Energy* 53, 230–241. <https://doi.org/10.1016/j.renene.2012.11.026>
- Volkman, J., Klitzsch, N., 2015. Wideband impedance spectroscopy from 1mHz to 10MHz by combination of four- and two-electrode methods. *J. Appl. Geophys.* 114, 191–201. <https://doi.org/10.1016/j.jappgeo.2015.01.012>
- Von Hippel, A.R., 1954. Dielectrics and waves.
- Vu, B., 2007. Choisir une energie renouvelable adaptee à sa maison, Eyrolles. ed.

- Wagner, N., Bore, T., Robinet, J.-C., Coelho, D., Taillade, F., Delepine-Lesoille, S., 2013. Dielectric relaxation behavior of Callovo-Oxfordian clay rock: A hydraulic-mechanical-electromagnetic coupling approach: DIELECTRIC RELAXATION BEHAVIOR OF COX. *J. Geophys. Res. Solid Earth* 118, 4729–4744. <https://doi.org/10.1002/jgrb.50343>
- Wagner, N., Emmerich, K., Bonitz, F., Kupfer, K., 2011. Experimental Investigations on the Frequency- and Temperature-Dependent Dielectric Material Properties of Soil. *IEEE Trans. Geosci. Remote Sens.* 49, 2518–2530. <https://doi.org/10.1109/TGRS.2011.2108303>
- Wagner, N., Scheuermann, A., 2014. Electromagnetic techniques in geoenvironmental engineering. *Environ. Geotech.* 4, 3–8. <https://doi.org/10.1680/envgeo.13.00104>
- Wagner, N., Scheuermann, A., 2009. On the relationship between matric potential and dielectric properties of organic free soils: a sensitivity study. *Can. Geotech. J.* 46, 1202–1215. <https://doi.org/10.1139/T09-055>
- Wagner, N., Schwing, M., Scheuermann, A., 2014. Numerical 3-D FEM and Experimental Analysis of the Open-Ended Coaxial Line Technique for Microwave Dielectric Spectroscopy on Soil. *IEEE Trans. Geosci. Remote Sens.* 52, 880–893. <https://doi.org/10.1109/TGRS.2013.2245138>
- Watanabe, K., Mizoguchi, M., 2002. Amount of unfrozen water in frozen porous media saturated with solution. *Cold Reg. Sci. Technol.* 34, 103–110. [https://doi.org/10.1016/s0165-232x\(01\)00063-5](https://doi.org/10.1016/s0165-232x(01)00063-5)
- Waxman, M.H., Smits, L.J.M., 1968. Electrical Conductivities in Oil-Bearing Shaly Sands. SPE-1863-A. <https://doi.org/10.2118/1863-A>
- Way, J.T., 1850. On the power of soils to absorb manure.
- Weil, R.R., Brady, N.C., 2017. The nature and properties of soils, Fifteenth edition, global edition. ed. Pearson Prentice Hall, Harlow London New York NY.
- Weller, A., Nordsiek, S., Debschütz, W., 2010. Estimating permeability of sandstone samples by nuclear magnetic resonance and spectral-induced polarization. *GEOPHYSICS* 75, E215–E226. <https://doi.org/10.1190/1.3507304>
- Weller, A., Seichter, M., Kampke, A., 1996. Induced-polarization modelling using complex electrical conductivities. *Geophys. J. Int.* 127, 387–398. <https://doi.org/10.1111/j.1365-246X.1996.tb04728.x>
- Weller, A., Slater, L., 2012. Salinity dependence of complex conductivity of unconsolidated and consolidated materials: Comparisons with electrical double layer models. *GEOPHYSICS* 77, D185–D198. <https://doi.org/10.1190/geo2012-0030.1>
- Weller, A., Slater, L., Nordsiek, S., 2013. On the relationship between induced polarization and surface conductivity: Implications for petrophysical interpretation of electrical measurements. *GEOPHYSICS* 78, D315–D325. <https://doi.org/10.1190/geo2013-0076.1>
- Wong, J., 1979. An electrochemical model of the induced-polarization phenomenon in disseminated sulfide ores. *GEOPHYSICS* 44, 1245–1265. <https://doi.org/10.1190/1.1441005>
- Wood, C.J., Liu, H., Riffat, S.B., 2009. Use of energy piles in a residential building, and effects on ground temperature and heat pump efficiency. *Géotechnique* 59, 287–290. <https://doi.org/10.1680/geot.2009.59.3.287>
- Woodruff, W.F., Revil, A., Torres-Verdín, C., 2014. Laboratory determination of the complex conductivity tensor of unconventional anisotropic shales. *Geophysics* 79, E183–E200. <https://doi.org/10.1190/geo2013-0367.1>
- Wu, Y., Hubbard, S.S., Ulrich, C., Wulschleger, S.D., 2013. Remote Monitoring of Freeze–Thaw Transitions in Arctic Soils Using the Complex Resistivity Method. *Vadose Zone J.* 12, 0. <https://doi.org/10.2136/vzj2012.0062>
- Wu, Y., Nakagawa, S., Kneafsey, T.J., Dafflon, B., Hubbard, S., 2017. Electrical and seismic response of saline permafrost soil during freeze - Thaw transition. *J. Appl. Geophys.* 146, 16–26. <https://doi.org/10.1016/j.jappgeo.2017.08.008>
- Yang, H., Cui, P., Fang, Z., 2010. Vertical-borehole ground-coupled heat pumps: A review of models and systems. *Appl. Energy* 87, 16–27. <https://doi.org/10.1016/j.apenergy.2009.04.038>
- Yang, W., Kong, L., Chen, Y., 2015. Numerical evaluation on the effects of soil freezing on underground temperature variations of soil around ground heat exchangers. *Appl. Therm. Eng.* 75, 259–269. <https://doi.org/10.1016/j.applthermaleng.2014.09.049>
- Yu, Y., Ma, Z., Li, X., 2008. A new integrated system with cooling storage in soil and ground-coupled heat pump. *Appl. Therm. Eng.* 28, 1450–1462. <https://doi.org/10.1016/j.applthermaleng.2007.09.006>
- Yuval, Oldenburg, D.W., 1997. Computation of Cole-Cole parameters from IP data. *GEOPHYSICS* 62, 436–448. <https://doi.org/10.1190/1.1444154>
- Zarrella, A., Capozza, A., De Carli, M., 2013. Performance analysis of short helical borehole heat exchangers via integrated modelling of a borefield and a heat pump: A case study. *Appl. Therm. Eng.* 61, 36–47. <https://doi.org/10.1016/j.applthermaleng.2013.07.021>
- Zarrella, A., Emmi, G., De Carli, M., 2015. Analysis of operating modes of a ground source heat pump with short helical heat exchangers. *Energy Convers. Manag.* 97, 351–361. <https://doi.org/10.1016/j.enconman.2015.03.059>
- Zehner, P., Schlünder, E.U., 1970. Wärmeleitfähigkeit von Schüttungen bei mäßigen Temperaturen. *Chem. Ing. Tech.* 42, 933–941.
- Zhang, N., Wang, Z., 2017. Review of soil thermal conductivity and predictive models. *Int. J. Therm. Sci.* 117, 172–183. <https://doi.org/10.1016/j.ijthermalsci.2017.03.013>

- Zimmermann, E., Kemna, A., Berwix, J., Glaas, W., Münch, H.M., Huisman, J.A., 2008. A high-accuracy impedance spectrometer for measuring sediments with low polarizability. *Meas. Sci. Technol.* 19, 105603. <https://doi.org/10.1088/0957-0233/19/10/105603>
- Zukoski, C.F., Saville, D.A., 1986a. The Interpretation of Electrokinetic Measurements Using a Dynamic Model of the Stern Layer. *J. Colloid Interface Sci.* 114, 13.
- Zukoski, C.F., Saville, D.A., 1986b. The Interpretation of Electrokinetic Measurements Using a Dynamic Model of the Stern Layer. *J. Colloid Interface Sci.* 114, 9.

Annexe A. Polarisation d'électrode

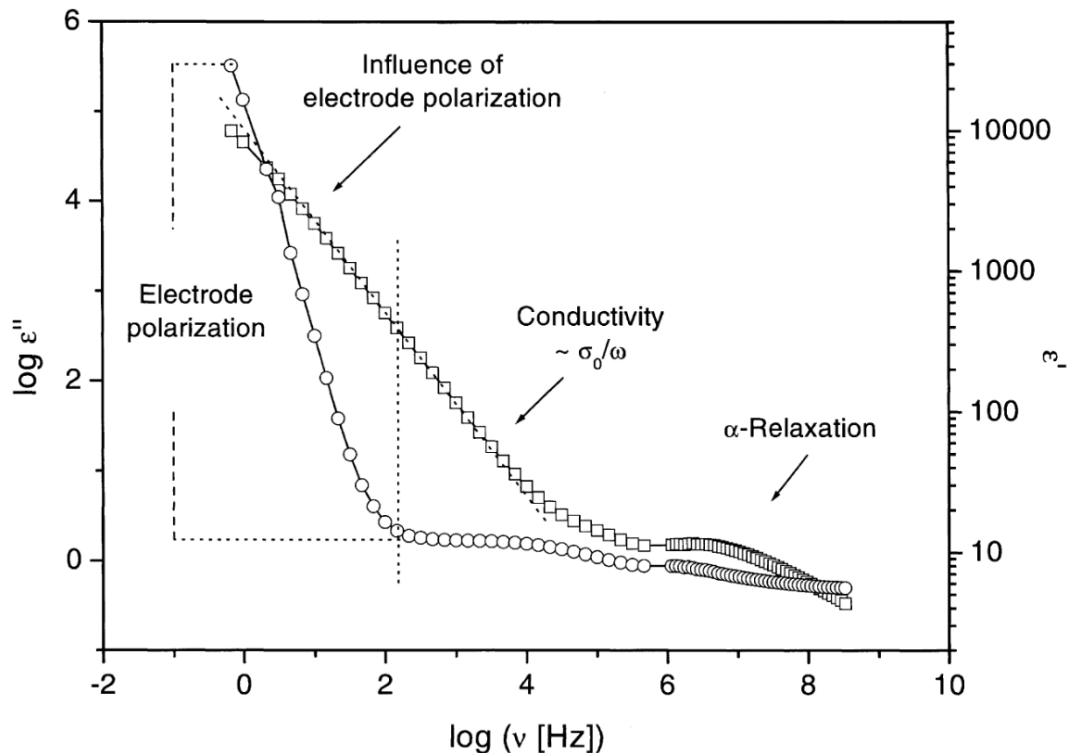


Figure 169. Influence de la polarisation d'électrode.

Figure d'après Kremer & Schönhals (2012). Partie réelle (cercles) et partie imaginaire (carrés) de la permittivité complexe pour une solution de polypropylène glycol.

La polarisation d'électrode est considérée comme une polarisation parasite puisqu'elle masque la réponse de l'échantillon notamment lors de mesures avec un dispositif à deux électrodes. Généralement, cette polarisation est plus importante pour des milieux présentant des conductivités fortes. La polarisation d'électrode a pour effet, que la partie réelle de la permittivité complexe augmente lorsque la fréquence décroît. La polarisation moléculaire ne permet pas d'expliquer ce type de comportement.

La polarisation d'électrode correspond à un blocage des porteurs de charges au niveau de l'interface échantillon / électrode. Il y a donc une séparation des charges selon leur polarité. Cette séparation de charge induit une polarisation. Kremer and Schönhals (2012) propose comme première approche de modéliser ce type de polarisation à l'aide d'une double couche électrique associée à une longueur de Debye et à un temps caractéristique.

Un moyen simple pour identifier, si une polarisation d'électrode est notable, consiste à remplacer changer le type d'électrode ou modifier le temps caractéristique (modification de la configuration géométrique du porte-échantillon, e.g. épaisseur de l'échantillon). Certains travaux essaient de corriger les mesures. La plupart des corrections se basent sur des modèles (des circuits équivalents). Pour plus de détail, voir Schwab (1992), et ses références.

Annexe B. Historique de la méthode de Polarisation Provoquée.

- *Bref historique*

Le développement de la Polarisation Provoquée a un caractère buissonnant, liant l'élaboration de théories sur les phénomènes physico-chimiques relatifs aux processus de polarisation, les applications de cette méthode sur le terrain ou en laboratoire, et le développement instrumental. Ainsi, chaque grande avancée a été possible uniquement lors de développements dans ces trois champs de recherches. Si nous devons décomposer l'histoire de cette méthode, nous le ferons en trois grandes phases :

i) *une phase précoce*, du début du XX^{ème} siècle jusqu'à la fin de la seconde guerre mondiale. Cette phase correspond à l'observation du phénomène de polarisation au cours de mesures de conductivité classique sur le terrain (Schlumberger, 1920). Ce phénomène de polarisation est vu comme un indice permettant dans certains cas d'aider à déterminer le type de formation géologique. La recherche en PP est principalement effectuée en France par Conrad Schlumberger, et en Russie. Les Etats-Unis ne s'intéressent que tardivement à cette méthode (pendant la deuxième guerre mondiale). Cette phase précoce consiste exclusivement en des mesures sur le terrain en domaine temporel dans un cadre de prospection minière.

ii) *une phase de développement de modèles*, à partir de la fin de la deuxième guerre mondiale jusqu'au début des années 90 : la recherche en PP est dominée par les Etats-Unis et l'URSS.

Tout d'abord les scientifiques américains rattrapent leur retard dans ce domaine avec les travaux précurseurs de Bleil (1953) et de Siegel Seigel (1959) dans les années 50-60. Ces travaux préliminaires s'intéressent à la détection d'amas métallifères et à la compréhension du phénomène. En effet, dans les environnements contenant des particules métalliques, le phénomène de polarisation est bien plus important que dans des milieux sans particules métalliques. Puis, progressivement la recherche s'étend à des milieux plus classiques et à des applications environnementales, mêlant aussi bien des mesures sur terrain qu'en laboratoire. Vers le début des années 60, les scientifiques américains commencent à élaborer des modèles pétrophysiques pour expliquer les phénomènes de polarisation. Nous pouvons citer les travaux de Marshall & Madden dans le cas de milieux sans particules métalliques et ceux de Schwarz dans le cas de suspensions colloïdales. Progressivement, les modèles se complexifient afin de mieux modéliser les données spectrales acquises en laboratoire, par exemple, avec les modèles de Pelton et al. (1978) et de Wong (1979) pour les milieux à particules métalliques et le modèle de Vinegar et Waxman (1984).

Du côté de l'Union Soviétique, la recherche en PP continue avec les travaux de Komarov jusque dans les années 80 et par le développement d'un modèle pétrophysique : le modèle standard de Dukhin et Shilov (Dukhin et al., 1974).

iii) *une phase tardive* à partir des années 90. Cette phase commence par la poursuite du développement du modèle de la couche de Stern dynamique (*Dynamic Stern layer model*), initié dans les années 85 (Zukoski and Saville, 1986a, 1986b). Puis à partir des années 2000, la PP est appliquée de plus en plus à des problématiques environnementales (hydrogéologie, permafrost) tout en essayant de déterminer la distribution des paramètres pétrophysiques des milieux investigués (saturation, perméabilité hydraulique, température).

- *Phase précoce*

Au début du XX^{ème} siècle, dans le cadre de la prospection minière et pétrolière, Conrad Schlumberger a décrit pour la première fois le phénomène de « polarisation provoquée ». En effet, il constata que la différence de potentiel entre deux électrodes décroît lentement après l'arrêt de l'injection d'un courant électrique dans le sol (Schlumberger, 1920). Il suspecte que cet effet est lié à un mécanisme électrochimique et est un indicateur qualitatif du type de roches. Il quantifia l'intensité de ce phénomène à l'aide du rapport entre le voltage secondaire et le voltage primaire.

Une dizaine d'années plus tard, des études soviétiques se sont intéressées à la polarisation d'amas de sulfures (en fonction du temps d'injection, de la composition minéralogique et de la nature de l'électrolyte) mais aussi à la polarisation de roches sans particules métalliques (Seigel et al., 2007). Jusque dans les années 1960, la PP est couramment utilisée en URSS en prospection minière.

- *Phase de développement de modèles*

Parallèlement, les premières études américaines sont confidentielles et militaires. Elles s'initient durant la deuxième guerre et ont pour but la détection de mines (Seigel et al., 2007). A la sortie de la guerre, durant sa thèse Bleil conduit des expériences en laboratoire sur la PP et l'applique à des sites contenant notamment de la magnétite et des sulfures de fer. Il conclut que la décroissance du voltage secondaire est gouvernée par un processus de diffusion ionique au niveau de surfaces polarisables (e.g. particules métallique au sens large) (Bleil, 1953).

A partir des années 1950, Seigel effectue de nombreuses mesures de terrain (avec ou sans la présence de particules métalliques) et conclue que l'un des paramètres clés est le ratio du champ secondaire sur le champ primaire (semblable à la notion développée par Schlumberger). Il définit ainsi la chargeabilité M comme étant une propriété du milieu intégrant l'ensemble des effets de polarisation (Seigel, 1959). Ces études ont été effectuées dans le domaine temporel, à causes des limitations instrumentales de l'époque. Il faut aussi noter que dans les années 50, Collet et Seigel ont réalisé quelques mesures spectrales en laboratoire montrant une dépendance fréquentielle du « phénomène de polarisation » (Seigel et al., 2007).

Dans le même temps, Marshall & Madden (1959) introduisent plusieurs notions comme la polarisation de membrane et la polarisation d'électrodes. Ils définissent le paramètre de facteur métallique (*metal factor MF*) qui est le ratio entre la chargeabilité et la résistivité. Le MF permet d'identifier plus facilement certaines minéralisations (comme le graphite). Dans cet article, ils introduisent aussi le pourcentage d'effet fréquence (*percent frequency effect PFE*) qui décrit la variation de la résistivité (implicitement son amplitude) en fonction de la fréquence.

A la même époque, Vacquier et al. (1957) sortent de l'application classique de la PP (i.e. prospection minière) puisqu'ils utilisent cette méthode pour la recherche d'eau dans la vallée du Rio Grande. Au cours de cette étude, ils mettent en évidence par des expériences en laboratoire l'importance du type de minéraux, de solvants et de la salinité.

Peu de temps après, Schwarz (1962) s'intéresse à la dispersion diélectrique de colloïdes dans une solution électrolytique. Il met en évidence une double couche présente à la surface des colloïdes. Lors de l'application d'un champ électrique, un déplacement de contre-ions dans ces couches apparaît. Ce déplacement est lié à un temps de caractéristique, dit de relaxation. Il estime aussi les mobilités ioniques des contre-ions.

Suit une période (années 70 à 90) où la PP en domaine spectral se développe mais reste limitée par les phénomènes de couplage électromagnétique. A ce sujet, Pelton et al. (1978) élaborent un modèle de relaxation de la résistivité complexe afin de corriger les effets de couplage lors de mesures avec des particules métalliques. Ce modèle est basé sur un modèle Cole-Cole (Cole and Cole, 1941).

Durant cette période, la PP est principalement utilisée pour la prospection des hydrocarbures. Par exemple, Waxman & Smits (1968) développent un modèle de conductivité électrique liée à la Capacité d'Echange Cationique CEC (*Cation Exchange Capacity*), à la saturation et la salinité de l'eau. Ce modèle a été développé pour améliorer l'interprétation des données géophysiques dans le cadre d'études pétrolières. Puis Vinegar & Waxman (1984) étendent ce modèle en l'appliquant à des données de PP spectrale pour des sables argileux. Clavier et al. (1984) transforment ce précédent modèle pour prendre en compte l'effet d'une couche de molécules d'eau à la surface des minéraux que les contre-ions ne peuvent pas pénétrer (i.e. zone d'exclusion). Ce modèle appelé *Dual-Water Model* puisqu'il distingue une eau proche, liée aux « argiles (*clay water*) » et une eau éloignée de la surface minérale correspondant à l'eau porale (*far water or bulk water*). Ce modèle implique un terme correctif qui devient sensible pour les minéraux à forte CEC.

Enfin, pour les milieux avec particules métalliques disséminées, Van Voorhis et al. (1973) développent un modèle empirique, nommé le modèle de Drake (*Drake's model*) ou modèle à déphasage constant. Il décrit la variation de la conductivité complexe à l'aide d'une relation linéaire en fonction du logarithme de la fréquence. Puis Wong (1979) développe un modèle pétrophysique pour une sphère métallique dispersée dans un milieu.

En URSS, à la suite de Schwarz (1962), Dukhin et al. (1974) élaborent un modèle de polarisation pour une particule immergée dans un électrolyte. Ce modèle considère une double couche électrique (*Electrical Double Layer*) entourant la particule. Cette double couche se compose d'une couche de Stern (*Stern Layer*) et d'une couche diffuse (*Diffuse Layer*). Mais ils considèrent que la couche de Stern ne se polarise pas. Ce modèle est appelé le modèle standard. Ce modèle standard bien que largement utilisé ne permet pas d'expliquer l'ensemble des résultats expérimentaux (Revil et al., 2012a).

- *Phase tardive*

La prochaine étape a été le développement du modèle de la couche de Stern dynamique (*Dynamic Stern layer model*) initié par les travaux de (Zukoski and Saville, 1986b, 1986a). Ce modèle donne un rôle prépondérant à la polarisation de la couche de Stern. Ce modèle a été repris par Revil et ses collègues depuis le début des années 2010 (par exemple, Leroy et al., 2008; Revil et al., 2012; Revil & Florsch, 2010).

Par ailleurs, un autre modèle a été élaboré mettant l'accent sur la polarisation de membranes, initié par Titov et al. (2002) et repris récemment par Bucker & Hördt (2013b, 2013a).

D'un point de vue application, la PP est maintenant appliquée dans divers environnements ou pour diverses applications : déchets miniers (Günther and Martin, 2016) ; détection de veines de charbons en combustion (Shao et al., 2017) ; pollutions de sol (Flores Orozco et al., 2012; Vanhala, 1997) ; reconnaissance de permafrost (Dafflon et al., 2013; Wu et al., 2017) ; glissement de terrain (Flores Orozco et al., 2018). De plus, depuis peu, la PP spectrale commence à être pratiquée sur le terrain (Gallistl et al., 2016; Günther and Martin, 2016). Actuellement, les travaux de recherche en PP se concentrent :

- sur la compréhension des temps de relaxation,
- sur le développement d'instruments de terrain spectral (ou temporel mais avec des temps d'injection plus étendus),
- sur l'application des relations pétrophysiques afin de prédire des distributions de paramètres pétrophysiques comme la perméabilité hydraulique (Binley et al., 2005; Borner et al., 1996), la Capacité d'Echange Cationique CEC (A Revil et al., 2019).

Un historique de la méthode est détaillé dans Seigel et al. (2007), tandis que Revil et al. (2012) présentent plus de développements successifs des modèles.

Annexe C. Modèles de Polarisation

Modèles empiriques

Les spectres de conductivité complexe ou de permittivité complexe peuvent être modélisés à partir de modèles développés à l'origine pour décrire les phénomènes de relaxation diélectrique dans des fluides, notamment pour des fluides glycolés.

➤ Modèle de Debye, 1929

Debye (1929) a constaté que si toutes les espèces chimiques ont le même temps caractéristique (i.e. temps de relaxation) et n'interfèrent pas entre elles, la permittivité complexe du milieu ε^* peut être décrite par :

$$\varepsilon^*(\omega) = \varepsilon'(\omega) - i\varepsilon''(\omega) = \varepsilon_\infty + \frac{\varepsilon_0 - \varepsilon_\infty}{1 + i\omega\tau_{debye}} \quad C.1$$

où, ε' la partie réelle et ε'' la partie imaginaire de la permittivité complexe ; ε_0 la permittivité diélectrique à basse fréquence ; ε_∞ la permittivité diélectrique à haute fréquence ; ω la pulsation $\omega = 2\pi f$ (rad.s⁻¹) ; τ_{debye} le temps caractéristique (s) ; i l'unité imaginaire.

Le temps caractéristique de relaxation est défini par :

$$\tau_{debye} = \frac{4\pi\eta a^3}{kT} \quad C.2$$

où, η est la viscosité dynamique du liquide (Pa.s) ; a le rayon de la particule (m) ; k la constante de Boltzmann ($1,38064852 \times 10^{-23}$ m² kg s⁻² K⁻¹) ; T la température (K).

➤ Modèle Cole-Cole, 1941

Dans le cas où les particules n'ont pas toutes le même temps de relaxation, elles engendrent une distribution de temps de relaxation, généralement notée $h(\tau)$. Cole and Cole (1941) ont modifié le modèle de Debye en intégrant un facteur α . Ainsi, la permittivité complexe s'exprime par :

$$\varepsilon^*(\omega) = \varepsilon'(\omega) - i\varepsilon''(\omega) = \varepsilon_\infty + \frac{\varepsilon_0 - \varepsilon_\infty}{1 + (i\omega\tau_{CC})^{1-\alpha}} \quad C.3$$

Avec, τ_{CC} le temps de relaxation (s) médian ou central de $h(\tau)$; ce temps de relaxation détermine la position du pic de phase ; $0 < \alpha < 1$ le facteur de largeur de distribution lié à la distribution des temps de relaxation (-). Si α est nul, le modèle Cole-Cole correspond à un modèle de Debye avec un unique temps de relaxation. A l'opposé, α proche de 1 signifie que la distribution des temps de relaxation est étendue.

➤ **Modèle de Davidson-Cole, 1951**

Le modèle Cole-Cole implique une symétrie dans la réponse fréquentielle qui n'est pas effective dans certains milieux (e.g. glycérol à basse température). Ainsi, Davidson and Cole (1951) ont ajouté un facteur permettant de prendre en compte la dissymétrie observée :

$$\varepsilon^*(\omega) = \varepsilon'(\omega) - i\varepsilon''(\omega) = \varepsilon_\infty + \frac{\varepsilon_0 - \varepsilon_\infty}{(1 + i\omega\tau_{CC})^\beta} \quad C.4$$

où, $0 < \beta < 1$ est la constante de Davidson-Cole (-).

➤ **Modèle de Havriliak-Negami, 1966**

Havriliak and Negami (1966) proposent une formulation (équation C.5) combinant le facteur de largeur de distribution (α) et la constante de Davidson-Cole (β). Cette formulation généralisée permet d'ajuster les réponses basse et haute fréquence indépendamment. Elle permet aussi de retrouver la configuration de Debye, avec $\alpha = 0$ et $\beta = 1$:

$$\varepsilon^*(\omega) = \varepsilon'(\omega) - i\varepsilon''(\omega) = \varepsilon_\infty + \frac{\varepsilon_0 - \varepsilon_\infty}{(1 + (i\omega\tau_{CC})^{1-\alpha})^{-\beta}} \quad C.5$$

➤ **Modèle de Pelton, 1978**

Pelton et al. (1978) ont transposé le modèle Cole-Cole décrivant la dispersion de la permittivité complexe en un modèle décrivant la dispersion de la résistivité complexe :

$$\rho^*(\omega) = \rho_0 \left[1 - m \left(1 - \frac{1}{1 + (i\omega\tau_{CC})^c} \right) \right] \quad C.6$$

où, ρ_0 est la résistivité à basse fréquence i.e. DC ($\Omega.m$) ; ρ_∞ la résistivité haute fréquence ($\Omega.m$) ; τ_{CC} le temps de relaxation principal (s) ; c l'exposant du modèle Cole-Cole (-). Cet exposant appelé c dans le modèle de Pelton, est en réalité similaire à l'exposant α .

m (-) est la chargeabilité définie par :

$$m = \frac{\rho_0 - \rho_\infty}{\rho_0} \quad C.7$$

Le modèle de résistivité complexe de Pelton (équation C.6) peut être récrit en conductivité :

formulation de Abdul Samad (2017)

$$\sigma^*(\omega) = \sigma_0 \left[1 + m \left(\frac{(i\omega\tau_{CC})^c}{1 + (i\omega\tau_{CC})^c(1 - m)} \right) \right] \quad C.8$$

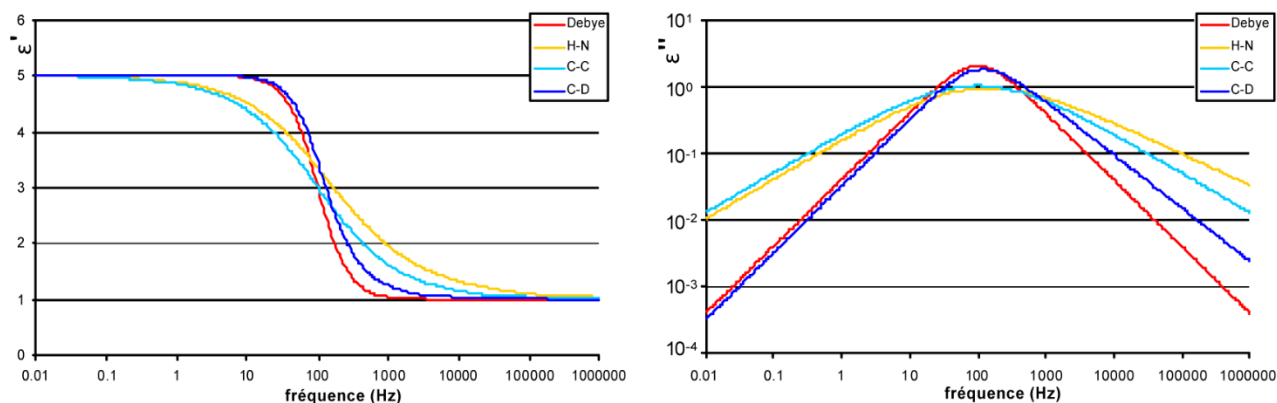


Figure 170. Comparaison des modèles Debye, Cole-Cole, Davidson-Cole et Havriliak-Negami. Figure modifiée d'après Mançeau (2008). Spectres de permittivité, parties réelle (gauche) et imaginaire dit aussi des pertes diélectriques (droite) pour différents modèles empiriques avec comme paramètres : $\varepsilon_0 = 5$; $\varepsilon_\infty = 1$; $\tau = 1.6 \cdot 10^{-3}$ s, $\alpha = 0.6$; $\beta = 0.8$.

Modèles pétrophysiques liés à la polarisation de membrane ou de semi-conducteurs

Des modèles ont été spécifiquement développés pour décrire la polarisation de membrane et celle des semi-conducteurs. Ils seront sommairement décrits dans ce manuscrit. En effet, nous travaillons dans des milieux poreux sans ou avec une teneur négligeable en semi-conducteur et ces polarisations peuvent être négligées en première approche (Revil et al., 2012a).

➤ Modèle pour la polarisation de membrane

La polarisation de membrane est liée à des gradients de concentration locaux. Le premier modèle à décrire cette polarisation est celui de Marshall and Madden (1959), repris récemment par Titov et al. (2002) puis par Bücker and Hördt (2013a, 2013b). Pour rappel, le milieu poreux est vu comme une succession de pores larges et étroits (rétrécissements), définissant des zones dites actives (dites zones ion-sélectives) et d'autres passives (zones non-sélectives). Ces zones ont des nombres de transport différents pour les cations et les anions, ce qui implique l'établissement de différences de concentration dans la double couche électrique des larges et petits pores. De plus, dans les petits pores, la double couche électrique pénètre plus l'espace poral. Il en résulte que sous l'effet d'un champ électrique, un surplus de cations et un déficit d'anions s'initie à l'interface des pores de différentes tailles, impliquant un phénomène de polarisation (voir la figure 2 dans Titov et al. (2002)). D'après la théorie, la polarisation de membrane diminue avec l'augmentation de la salinité et s'explique par une diminution de l'épaisseur de la double couche électrique (Ghorbani, 2007). Excepté le modèle de Vinegar and Waxman (1984), il n'existe pas de modèle unifié intégrant les polarisations de la couche de Stern et de membrane. La polarisation de membrane à elle seule n'est pas capable de reproduire l'ensemble des mesures spectrales. Ainsi, pour des fréquences du millihertz au kilohertz, le processus de polarisation majoritaire semble être la polarisation induite par la couche de Stern (Revil, 2012).

➤ Modèle pour la polarisation des particules métalliques, semi-conductrices

La polarisation liée aux particules métalliques au sens large peut être modélisée à partir de modèles de type Cole-Cole où le pic de phase peut être relié à la taille des particules. Un modèle pétrophysique a été développé par Revil et collaborateurs dans une série d'articles (Revil et al., 2015b). Cette polarisation est le processus majoritaire par rapport à la polarisation liée à la double couche électrique des grains dans les milieux contenant ce type de particules. Ce modèle est basé sur un modèle Cole-Cole en conductivité complexe prenant en compte la teneur volumique des particules métalliques. Les principales équations définissant la conductivité complexe σ^* sont les suivantes :

$$\sigma^* = \sigma_\infty + \left(1 - \frac{M}{1 + (i \omega \tau_0)^c}\right) \quad C.9$$

$$M \approx \frac{9}{2} \varphi_m + M_b \quad C.10$$

où, c est l'exposant Cole-Cole (-) ; τ_0 le temps de relaxation Cole-Cole (s) ; σ_∞ la conductivité instantanée ou haute fréquence ($S.m^{-1}$) ; ω la pulsation ($rad.s^{-1}$) ; M la chargeabilité totale du milieu (-) ; φ_m la teneur volumique en particules métalliques (-) ; M_b la chargeabilité du milieu sans particule métallique, dite *background*, liée à la polarisation de la double couche électrique (-).

Il est peu probable que des corbeilles géothermiques soient implantées dans des milieux où la teneur en particules métalliques soit suffisante pour nécessiter l'utilisation de ce modèle. Néanmoins, l'influence de la température et du changement de phase ont été intégrés dans ce modèle, respectivement dans [Revil et al. \(2015\)](#) et dans [Revil et al. \(2019\)](#) (voir aussi Annexe H).

Annexe D. Platine de mesure SIP, de type « Wenner »

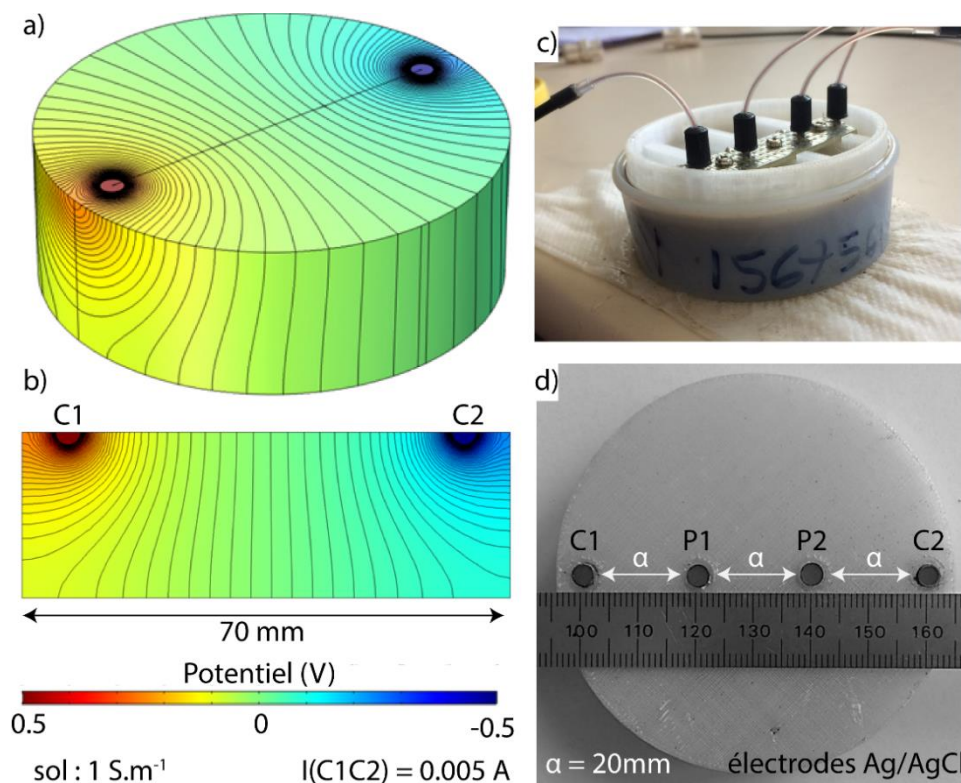


Figure 171. Platine de mesure SIP.

a) vue 3D et b) vue en coupe verticale. Modélisation directe effectuée sous Comsol Multiphysics. Distribution du potentiel pour une injection au niveau des électrodes C1 et C2. Les équipotentielles (lignes noires) sont espacées tous les 0.01 V. c) vue 3D de la platine en cours de mesure et d) vue de la face inférieure (face de contact). La platine a été réalisée à l'aide d'une imprimante 3D en PLA et les électrodes sont des électrodes médicales Ag/AgCl en pastille (\varnothing 4.0 mm).

Le calcul du coefficient géométrique pour ce type de dispositif peut s'effectuer suivant deux approches : i) à partir de mesures de conductivité sur des solutions salines, ii) par une modélisation directe. Au total, nous avons effectué 8 mesures sur des solutions salines et obtenu un facteur géométrique moyen de $16.6 \pm 0.5 \text{ m}^{-1}$. Le coefficient géométrique obtenu à partir de la modélisation Comsol est de $16.6 \pm 0.1 \text{ m}^{-1}$.

Table 33. Mesure de conductivité sur des solutions salines pour déterminer le coefficient géométrique du dispositif de mesure.

σ_w (S/m)	R (Ω)	Phase	G' (S)	G'' (S)	K (m^{-1})
0.00914	1832.18	-8.31 E-4	5.46 E-4	4.54 E-7	16.74
0.01	1591.26	0.3	6.28 E-4	1.99 E-7	15.91
0.05	321.08	-1.0	3.11 E-3	3.02 E-6	16.05
0.1	165.61	-1.7	6.04 E-3	9.96 E-6	16.56
0.1371	120.72	1.07 E-3	8.28 E-3	-8.85 E-6	16.55
0.5	34.42	-1.2	2.91 E-2	3.47 E-5	17.21
1	16.75	-1.3	5.97 E-2	8.02 E-5	16.74
1.28	13.59	1.22 E-3	7.36 E-2	-1.07 E-4	17.39

Annexe E. Protocole de CEC

➤ Définition

La Capacité d'Echange Cationique (CEC) est une propriété pétrophysique des minéraux, des sols et des roches. La CEC est la somme des ions pouvant être adsorbés à la surface des minéraux. Autrement dit, la CEC est le nombre de moles adsorbées à la surface des minéraux par unité de masse. Traditionnellement, la CEC est exprimée en meq/100g (en unité SI, $1 \text{ meq}/100\text{g} = 963.20 \text{ C.kg}^{-1}$). Comme le montre la Figure 172, la CEC peut être aussi reliée à la surface spécifique (SSA) avec une relation linéaire (Bower and Hatcher, 1966; Curtin and Smillie, 1976; Petersen et al., 1996). La CEC est principalement utilisée en agronomie comme un indicateur de fertilité des sols (Moore et al., 1998). Dernièrement, la CEC a été aussi utilisée comme un indicateur de l'altération (Ghorbani et al., 2018).

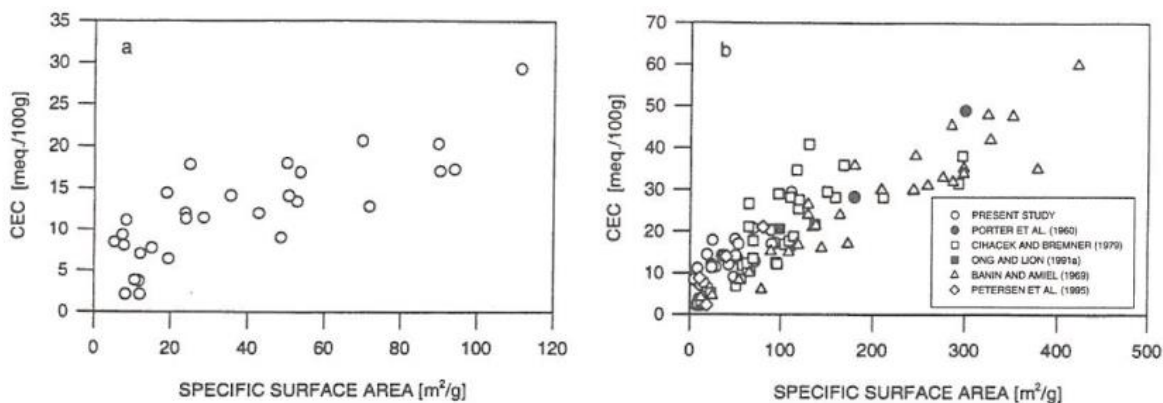


Figure 172. Corrélation entre la Capacité d'Echange Cationique (CEC) et la Surface Spécifique (SSA).

Figure extraite de Petersen et al. (1996). **a**) Mesures réalisées au cours de l'étude de Petersen et al. (1996), **b**) Comparaison avec les données issues de la littérature. Selon les études, la corrélation entre la surface spécifique et la CEC est plus ou moins bonne ce qui pourrait être expliqué par la forte dépendance de la CEC vis-à-vis du type d'argile (Jackson et al., 1986).

➤ Méthodes de détermination

Dès le milieu du dix-neuvième siècle, la détermination de la CEC était cruciale pour apprécier la fertilité des sols (Way, 1850). Actuellement, il existe de nombreuses méthodes pour déterminer la CEC (Rhoades, 1982). Ces méthodes varient par le type d'extraction, de titration et l'utilisation de solution tampon pour le pH.

La première méthode consiste à titrer les ions extraits de la surface des colloïdes. Ce protocole s'effectue en quatre étapes : (Voir la figure 8.27 dans Weil & Brady, 2017).

- 1) Une solution concentrée lessive le sol pour remplacer les cations adsorbés sur la surface minérale.
- 2) Le sol est lavé pour éliminer l'excès d'ions situé dans les pores.
- 3) Une nouvelle solution concentrée permet de libérer les ions précédemment adsorbés.
- 4) Une titration des ions relâchés est réalisée.

La deuxième méthode est beaucoup plus simple puisqu'elle consiste à titrer les ions adsorbés par le sol par différence. Un volume d'une solution concentrée est mélangé avec le sol. Les ions présents dans la solution vont s'adsorber. La titration consiste à mesurer la quantité restante d'ions dans la solution et ainsi, déterminer la CEC par différence.

La titration s'effectue soit par spectro-colorimétrie dans le cas de solutions colorées soit par spectrométrie d'absorption atomique, soit par spectrométrie d'émission pour la titration des cations Ca, Mg et K (Ciesielski et al., 1997).

Enfin, l'utilisation d'une solution pH lors de l'extraction peut conduire à une surestimation de la CEC par rapport à la CEC in-situ (au pH du sol), cela est d'autant plus vrai dans le cas de sols acides (Weil and Brady, 2017).

➤ Méthode au chlorure de cobaltihexamine (III)

Dans le cadre de cette thèse, nous avons choisi d'utiliser la deuxième méthode pour sa simplicité de mise en œuvre avec une solution concentrée de cobaltihexamine. Les ions cobalts restant dans la solution sont titrés par spectro-colorimétrie (les ions cobalts ont une forte affinité avec les sites d'échange) et sans tamponner le pH. Cette méthode a été décrite et validé par Ciesielski et al. (1997) puis par Aran et al. (2008). La détermination de la CEC s'effectue en plusieurs étapes :

- 1) Préparation de la solution de chlorure de cobaltihexamine (III) à 0.05N soit 4.4580 g de chlorure de cobaltihexamine en poudre diluée dans un litre d'eau osmosée.
- 2) Tamisage/broyage de l'échantillon pour récupérer uniquement la fraction inférieure à 2mm.
- 3) Séchage de l'échantillon pendant 24h à des températures comprises entre 80 et 105°C. Il est généralement admis qu'au-delà de 105°C, l'eau liée et l'eau de cristallisation de certains minéraux (e.g. gypse) commencent à être éliminées. De plus, 105°C est aussi la température utilisée par de nombreuses normes d'essais géotechniques.
- 4) Mise en solution du sol avec la solution de chlorure de cobaltihexamine (III). Pour des sols, généralement, nous mélangeons environ 2 g de sol sec avec 40 ml de solution. Lorsque les CEC attendues sont faibles, la masse de sol mise en solution peut être augmentée jusqu'à 15 g au maximum. Pour plus de détails, voir Table 38 et Annexe F.
- 5) Agitation rotationnelle (Multi-purpose Tube Rotator, Fischerbrand) entre 15 et 60tour.min⁻¹ au minimum pendant une heure afin que l'adsorption d'ions soit optimale.
- 6) Centrifugation (Centrifugeuse 3K 10, Sigma). Les échantillons sont ensuite centrifugés pendant 10 min à 4 500 tour/min⁻¹.
- 7) Filtration. Le surnageant présent dans les tubes est prélevé et filtré à l'aide de filtres de 0.22 µm (Millex GP filters).
- 8) Mesure du pH et de la température dans le reste du surnageant.

9) Mesures d'absorbance à l'aide d'un spectrophotomètre (Bibby Scientific™ Jenway™ 6320D). Pour chaque échantillon, deux mesures d'absorbance sont réalisées : absorbance témoin (i.e. solution de chlorure de cobaltihexamine à 0.05N) et absorbance de la solution filtrée. L'absorbance est mesurée à 472 nm (ou à 475 nm selon certains auteurs). Cette longueur d'onde correspond à l'absorbance maximale de l'ion cobalt.

10) Détermination de la CEC à l'aide de la formule suivante : (Aran et al., 2008)

Pour une solution avec une normalité de 0.05 N

$$CEC_{A472} = \left[\frac{(A472_{0.05N} - A472_{ech})}{A472_{0.05N}} \right] \times 50 \times \frac{V}{m} \times 100 \quad E.1$$

Variables et dimensions

CEC_{A472}	$meq.100g^{-1}$	<i>CEC déterminée avec la méthode du chlorure de cobaltihexamine.</i>
$A472_{0.05N}$	-	<i>Absorbance de la solution témoin (de base).</i>
$A472_{0ech}$	-	<i>Absorbance de la solution de l'échantillon.</i>
V	l	<i>Volume de solution de chlorure de cobaltihexamine ($V = 0.04l$)</i>
m	g	<i>Masse sèche mise en solution.</i>

Remarque : pour la détermination de la CEC avec des solutions de chlorure de cobaltihexamine à plus basse normalité se référer à la prochaine annexe (expérience #2) et utiliser l'équation F.1.

➤ Règles de sécurité

La solution de chlorure de cobaltihexamine est photosensible ce qui implique de l'utiliser rapidement et de la stocker préférentiellement à l'abri de la lumière. De plus, cette solution est CMR (Cancérogènes, mutagènes et reprotoxiques) et son utilisation nécessite de respecter des règles de sécurité particulières.

Annexe F. Développement méthodologique pour la détermination de la CEC avec la méthode au chlorure de cobaltihexamine (III)

➤ Développement méthodologique et expérimentations

A notre connaissance, la CEC est avant tout une mesure agronomique ; elle a donc été déterminée principalement pour des sols. Au cours de cette thèse, nous nous sommes intéressés à étendre la détermination de la CEC par la méthode du chlorure de cobaltihexamine à des roches volcaniques (Ghorbani et al., 2018), à des grès (A. Revil et al., 2018a), à des sables siliceux et à des nodules métalliques. En effet, connaître la CEC des échantillons permet de mieux paramétrer les modèles de polarisation provoquée. Lors de nos premiers tests sur des roches volcaniques ou sur des sables siliceux, la CEC trouvée était nulle voire négative. En effet, nous avons utilisé un protocole mis au point pour mesurer la CEC de sols contenant une fraction argileuse. Avec ces échantillons trop peu d'ions cobalt sont adsorbés pour générer un changement significatif de la couleur de la solution. Nous avons donc voulu explorer deux démarches pour adapter le protocole de mesures à nos échantillons : i) modifier la normalité de la solution témoin, ii) modifier la masse mise en solution. De plus, nous souhaitons aussi quantifier la répétabilité de nos mesures pour un échantillon à forte CEC (e.g. argile) et pour un sable siliceux. Nous avons donc mené trois expériences :

Exp. #1 – Variation de la masse mise en solution ;

Exp. #2 – Variation de la normalité de la solution de base ;

Exp. #3 – Quantification de la répétabilité de nos mesures.

Lors de ces expériences, nous avons aussi mesuré le pH, la conductivité et la température dans le surnageant pour chaque échantillon et dans les solutions témoins dites aussi de base (Table 39).

➤ Expérience #1 – Influence de la masse.

En théorie, le nombre d'ions cobalt adsorbés par un échantillon dépend de sa masse, une masse plus importante en solution devrait absorber plus d'ions cobalt. Cependant, d'après l'équation E.1 la CEC maximale pouvant être titrée est obtenue en annulant le terme $A_{472_{ech}}$, le rapport d'absorbance devient alors égal à 1 et une augmentation de la masse de l'échantillon entraîne alors une diminution de la limite maximale de détection (Figure 173a). Nous avons sélectionné trois types d'échantillons : une argile verte (i.e. montmorillonite en poudre et purifiée), un kaolin (argile naturelle, non traitée) et un sable siliceux (purifié, $D_{50} = 184 \mu\text{m}$). Nous avons graduellement augmenté la masse mise en solution de 1 g jusqu'à 5 g pour les argiles et jusqu'à 12 g pour le sable (Table 34), et nous avons mesuré la CEC.

La CEC de la montmorillonite est stable pour les trois premières masses puis commence à décroître (Figure 173). Les déterminations pour les deux dernières masses sont légèrement plus basses que la valeur retenue (= 44.4 +/- 0.25 meq/100g) dans l'expérience #3 : 39.9 meq/100g pour 4g et 35.7 meq/100g pour 5 g.

Cette différence peut s'expliquer par une ou plusieurs des raisons suivantes :

- la quasi-totalité ou la totalité des ions disponibles en solution est adsorbée ;
- la mesure pour les faibles absorbances est moins précise, ainsi, pour des solutions totalement vidées d'ions cobalt, l'absorbance n'est pas exactement égale à zéro en raison des limitations instrumentales.

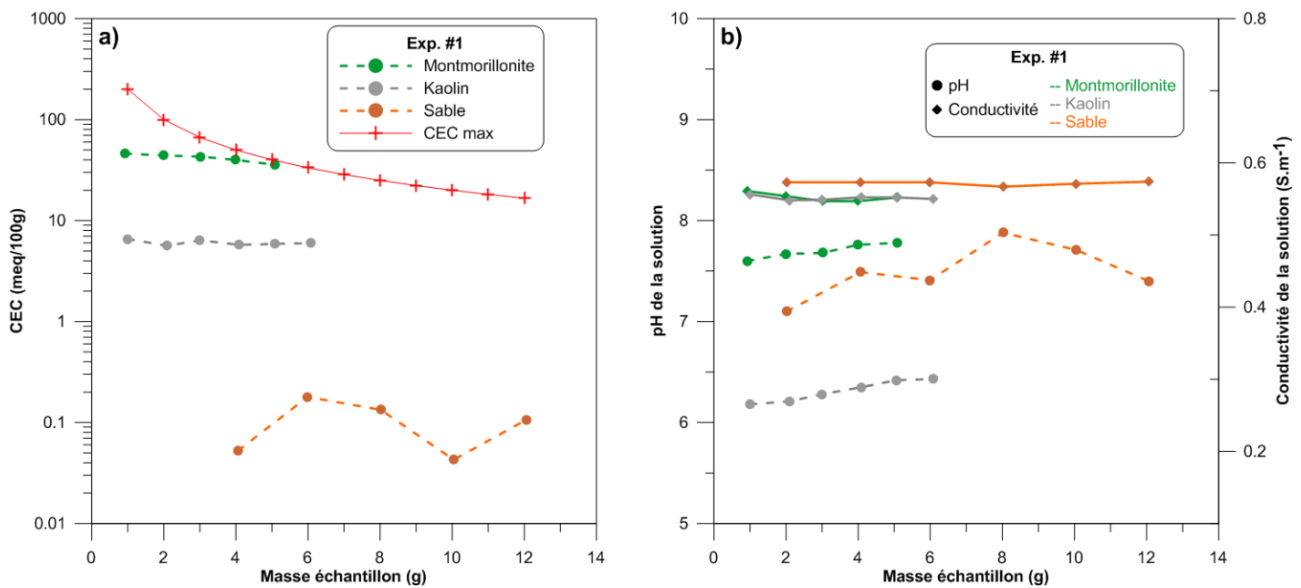


Figure 173. Exp. #1 – Influence de la masse mise en solution sur la détermination de la CEC.

(a) CEC en fonction de la masse mise en solution en échelle log, (b) Evolution du pH et de la conductivité dans le surnageant en fonction de la masse. Le nombre de grammes mis en solution a peu d'impact sur le pH et la conductivité du surnageant. La ligne rouge, libellée CEC_{max} correspond à la CEC maximale qui peut être titrer.

La CEC du kaolin est relativement constante quelle que soit la masse mise en solution. La CEC moyenne est de 6.04 meq/100 g avec un écart-type de 0.4 meq/100 g. Pour le sable siliceux, la CEC est faible, inférieure à l'unité, quelle que soit la masse mise en jeu, mais aucune valeur ne peut être retenue. En effet, les différences d'absorbance entre la solution témoin et la solution de l'échantillon ne sont pas significativement différentes car trop peu d'ions cobalt sont adsorbés.

Pour conclure, le protocole couramment utilisé recommande de mettre 2 g d'échantillon sec en solution. Cette masse recommandée est suffisante pour des sols contenant des argiles mais elle est insuffisante pour des échantillons de type sable ou des roches peu altérées.

Table 34. Détermination de la CEC, influence de la masse.

Abréviations : Echant. - Echantillon (labels : Mont. - Montmorillonite ; Kaol. - kaolin ; Sable - Sable siliceux de 184 μm) ; Masse – Masse échantillon mise en solution ; Sol. – Identifiant de la solution (voir Table 39) ; Mol. – Molarité de la solution de chlorure de cobaltihexamine ; pH et Cond. – pH et conductivité mesurées dans le surnageant ; Temp.pH / σ – Températures indiquées par respectivement, les sondes ph-métrique et de conductivité ; $A_{0.05N} / A_{\text{échant}}$ – Absorbances de la solution témoin et de la solution de l'échantillon ; CEC – Capacité d'Echange Cationique (1 meq/100g = 963.20 C/kg). La montmorillonite et le sable sont des échantillons quasiment purs, considérés homogènes. Le kaolin n'a pas subi de traitement et présente quelques hétérogénéités (e.g. taille de grains), pouvant expliquer les variations de CEC.

* correspondent aux CEC négatives ou nulles. Cela signifie qu'il n'y a pas eu assez d'ions cobalt adsorbés pour provoquer un changement significatif de l'absorbance de la solution détectable par le spectro-photomètre.

** correspondent aux absorbances proches de zéros. La mesure doit être prise avec précaution. En effet, cela peut signifier que la limite maximale de CEC titrable a été dépassée ($A_{\text{échant.}} = 0.000$) et donc que l'absorbance théorique est égale à 0.000 mais que le bruit sur la mesure donne une absorbance positive et différente de 0.000. Par exemple, pour la montmorillonite à 4g et 5g, l'absorbance de l'échantillon est respectivement de 0.190 et 0.086 alors que la limite maximale de CEC titrable est quasiment atteinte.

Echant. -	Masse (g)	Sol. -	Mol. N (-)	pH (-)	Cond. σ (S.m ⁻¹)	Temp. T(°C) pH / σ	$A_{0.05N} / A_{\text{échant.}}$ (-)	CEC (meq/100g)
Mont.	0.926	S1	0.05	7.60	0.561	29.2/28.9	0.933/0.734	46.07
Mont.	1.9853	S1	0.05	7.67	0.554	29.2/28.8	0.933/0.524	44.16
Mont.	3.0156	S1	0.05	7.68	0.547	29.3/29	0.932/0.327	43.05
Mont.	3.9904	S1	0.05	7.76	0.547	29.4/29	0.933/0.190**	39.91
Mont.	5.081	S1	0.05	7.78	0.552	29.5/29.2	0.933/0.086**	35.73
Kaol.	1.0046	S2	0.05	6.18	0.5564	31.5/31.3	0.937/0.906	6.59
Kaol.	2.0897	S2	0.05	6.21	0.5481	31.6/31.5	0.936/0.881	5.62
Kaol.	2.9961	S2	0.05	6.28	0.5488	31.7/31.5	0.939/0.849	6.40
Kaol.	4.0882	S2	0.05	6.35	0.5523	31.8/31.6	0.937/0.827	5.74
Kaol.	5.0692	S2	0.05	6.42	0.5521	31.7/31.4	0.939/0.799	5.88
Kaol.	6.0841	S2	0.05	6.43	0.55	32.6/32.7	0.938/0.767	5.99
Sable	2.0162	S1	0.05	7.10	0.573	29.3/29	0.931/0.931	0.00*
Sable	4.0627	S1	0.05	7.49	0.573	29.3/29.1	0.933/0.932	0.05
Sable	5.9883	S1	0.05	7.41	0.573	30.8/30.3	0.931/0.926	0.18
Sable	8.0164	S1	0.05	7.88	0.567	29.5/29.1	0.933/0.928	0.13
Sable	10.0397	S1	0.05	7.71	0.5711	30.6/30	0.931/0.929	0.04
Sable	12.0627	S1	0.05	7.40	0.574	30.4/30	0.931/0.925	0.11

➤ Expérience #2 – Influence de la normalité.

Cette expérience doit permettre de tester si une diminution de la normalité permet de mieux déterminer la CEC des échantillons de faible CEC, tout en identifiant l'impact de cette diminution sur la détermination d'échantillons standards (i.e. de sols).

Cette expérience consiste donc à déterminer la CEC pour quatre échantillons avec une solution de base préparée à différentes molarités (de 0.05 à 0.00625 N). Les échantillons sont identiques à l'expérience précédente. La mise en solution est de 2 g pour les argiles (montmorillonite et kaolin) et de 2 et 6 g pour le sable. Nous ne souhaitons pas augmenter davantage la masse de sable afin d'éviter l'adsorption totale des ions cobalts aux faibles normalités et aussi d'avoir une même référence

massique (ici 2 g). Les solutions utilisées correspondent à une dilution par 2, 4 et 8 de la solution standard à 0.05 N soit respectivement 0.025, 0.0125 et 0.00625 N.

Après analyse de l'équation E.1, issue de l'article d'Aran et al. (2008), les constantes numériques ne sont pas uniquement des paramètres issus d'une relation empirique. En effet, il n'est pas clairement dit que les constantes 50 et 100 sont homogènes à des meq.l^{-1} et à des g^{-1} . Ainsi, nous préférons noter l'équation F.1, sous la forme :

$$CEC_{A472} = \left[\frac{(A472_{0.05N} - A472_{ech})}{A472_{0.05N}} \right] \times C \times \frac{V}{m \times G} \quad F.1$$

Variables et dimensions

CEC_{A472}	meq.100g^{-1}	CEC déterminée avec la méthode du chlorure de cobaltihexamine.
$A472_{0.05N}$	-	Absorbance de la solution témoin (de base).
$A472_{0ech}$	-	Absorbance de la solution de l'échantillon.
C	meq.l^{-1}	Concentration de la solution ($C = N * 1000$)
V	l	Volume de solution de chlorure de cobaltihexamine ($V = 0.04l$).
m	g	Masse sèche mise en solution.
G	g	Facteur massique afin que la CEC soit en meq.100g^{-1} .
N	-	Normalité de la solution.

Nous avons donc calculé les CEC avec cette nouvelle relation. Les résultats sont présentés dans la Figure 174 et en Table 36, sous le champ libellé CEC_cor. Les CEC de nouveau calculées montrent une CEC constante pour les argiles jusqu'à la solution à 0.025 N. En dessous, la CEC calculée des argiles diminue puisque tous les ions sont adsorbés. En ce qui concerne les échantillons de sable, les mesures d'absorbance sont trop proches des mesures d'absorbances des témoins pour considérer que les valeurs de CEC soient fiables.

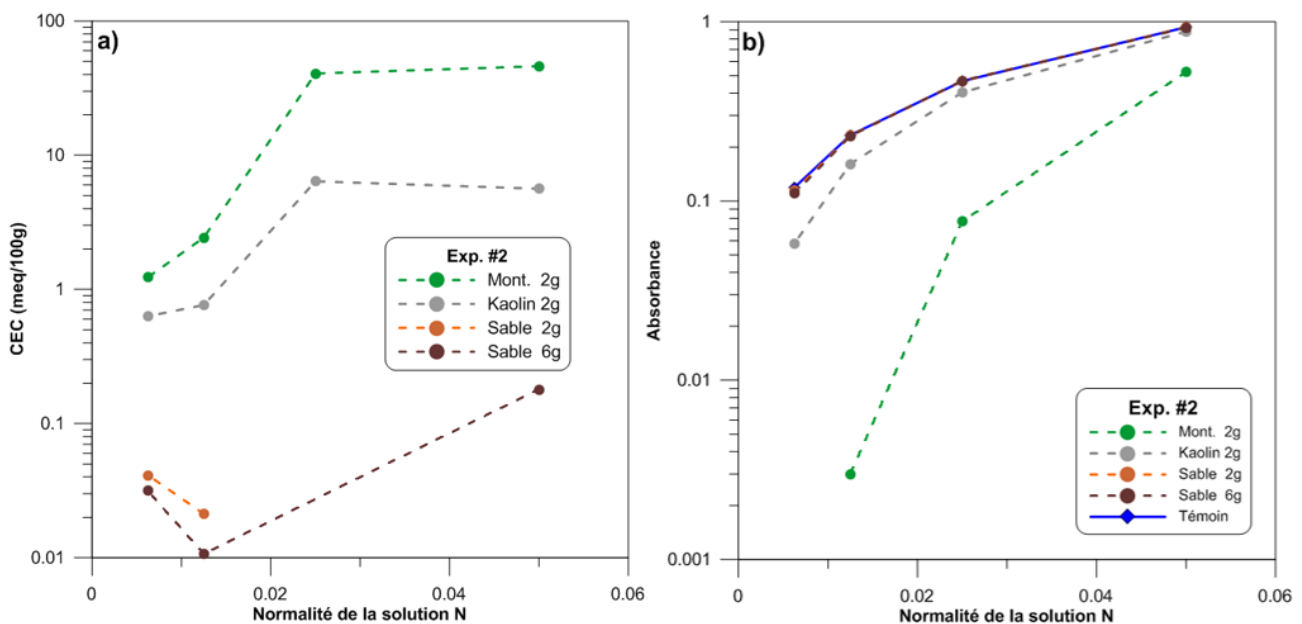


Figure 174. Exp. #2 – Influence de la normalité sur la détermination de la CEC, formule corrigée. a) CEC en fonction de la normalité de la solution de base, en échelle log. Les CEC calculées pour l'échantillon de sable à 2g et pour les solutions à 0.05 et 0.025 N sont négatives ou égales à zéro et ne sont pas représentées (échelle log). b) Evolution de l'absorbance des échantillons et de la solution témoins.

D'après la Figure 174b et la chaque dilution de la solution implique aussi une réduction par 2 de l'absorbance de la solution témoin. Le premier effet de la réduction de la normalité est de réduire la limite maximale de détection de CEC ce qui rend cette méthode inutilisable pour des sols argileux ou contenant de la matière organique (Figure 174a et Table 35).

En théorie (en l'absence de bruit de mesure), la plus faible normalité de la solution témoin devrait permettre d'améliorer la précision de la détermination de la CEC : on pourrait considérer que 2g de sol mis en solution provoquent une diminution de l'absorbance de 0.001 (résolution du spectrophotomètre) par rapport à l'absorbance témoin. Cela impliquerait une variation de CEC de 0.1703 meq/100 pour une solution à 0.05N et de 0.1050 meq/100g pour une solution à 0.00625 N. En pratique ce n'est pas le cas puisque pour des sables siliceux ou des échantillons à faible CEC, la réduction de la normalité ne permet pas de mieux déterminer la CEC. En effet, l'absorbance de l'échantillon n'est pas assez éloignée de l'absorbance du témoin par rapport au bruit sur les mesures. En conclusion, réduire la normalité de la solution titrante ne procure que peu d'avantages. L'ensemble des données sont présentées en Table 36.

*Table 35. Limite maximale de CEC titrable en fonction de la normalité et de la masse.
La limite maximale de CEC (CEC lim.) est calculée à partir de l'équation F.1.*

Dilution (-)	Normalité N (-)	A témoin (-)	Masse (g)	CEC lim. (meq/100g)	Masse (g)	CEC lim. (meq/100g)	Masse (g)	CEC lim. (meq/100g)
-	0.050	0.932	2	100.00	4	50.00	8	25.00
/2	0.025	0.466	2	50.00	4	25.00	8	12.50
/4	0.0125	0.233	2	25.00	4	12.50	8	6.25
/8	0.00625	0.119	2	12.50	4	6.25	8	3.13

Table 36. Détermination de la CEC : influence de la normalité.

Abréviations similaires à la Table 34. Les abréviations CEC_stand et CEC_cor font référence aux CEC calculées avec l'équation standard (E.1) et avec l'équation corrigée (F.1), respectivement.

** Valeur négative liée soit au bruit sur les mesures, soit à une résolution insuffisante de l'instrument. ** Valeur limite de CEC titrable atteinte (ce qui signifie que l'absorbance de l'échantillon est proche de 0).*

Echant. -	Masse (g)	Sol. -	Mol. N (-)	pH (-)	Cond. σ (S.m ⁻¹)	Temp. T(°C) pH / σ	A 0.05N / A échant. (-)	CEC_stand (meq/100g)	CEC_cor (meq/100g)
Mont.	1.9853	S1	0.05	7.67	0.554	29.2/28.8	0.933/0.524	44.16	44.16
Mont.	2.0542	S3	0.025	6.90	0.2981	29.7/29.4	0.466/0.077	81.27	40.64
Mont.	2.0331	S4	0.0125	6.76	0.1641	30/29.9	0.233/0.003**	97.11	2.43
Mont.	2.0303	S5	0.00625	7.80	0.09693	30.1/29.9	0.121/0.000**	98.51	1.23
Koal.	2.0897	S2	0.05	6.21	0.5481	31.6/31.5	0.936/0.881	5.62	5.62
Koal.	2.0255	S3	0.025	6.87	0.3065	30.1/29.8	0.464/0.404	12.77	6.38
Koal.	2.0219	S4	0.0125	6.72	0.159	30.2/29.9	0.233/0.161**	30.57	0.76
Koal.	2.0314	S5	0.00625	7.57	0.08369	30.3/30.1	0.119/0.058**	50.47	0.63
Sable	2.0162	S1	0.05	7.10	0.573	29.3/29	0.931/0.931	0.00*	0.00
Sable	2.0666	S3	0.025	7.24	0.3092	30.1/29.7	0.466/0.467	-0.21*	-0.1
Sable	2.0109	S4	0.0125	7.71	0.1667	30.4/30.1	0.234/0.232	0.85	0.02
Sable	2.0553	S5	0.00625	8.12	0.08982	30.5/30.3	0.118/0.114**	3.30	0.04
Sable	5.9883	S1	0.05	7.41	0.573	30.8/30.3	0.931/0.926	0.18	0.18
Sable	5.9878	S3	0.025	7.55	0.3018	30.1/29.7	0.465/0.469	-0.29*	-0.14
Sable	6.0012	S4	0.0125	7.80	0.1655	20.3/29.9	0.234/0.231	0.43	0.01
Sable	6.0067	S5	0.00625	8.21	0.09031	30.7/30.5	0.119/0.110**	2.52	0.03

➤ Expérience #3 – Répétabilité de nos mesures.

A partir de l'expérience #1, nous avons vu que nous pouvions augmenter la masse mise en solution afin d'avoir un meilleur écart d'absorbance entre le témoin et l'échantillon sans que cela n'impacte la valeur de la CEC. Ceci est correct tant que la limite maximale de CEC titrable n'est pas atteinte (voir Figure 173a, ligne rouge). L'expérience #2 a montré qu'une baisse de la normalité ne permet pas d'améliorer la détermination des échantillons ayant de faibles CEC. Avec l'expérience #3, nous souhaitons quantifier la répétabilité des mesures pour des échantillons ayant une CEC élevé (i.e. sols, argiles) et faible (i.e. sables, roches peu altérées.)

Nous avons déterminé la CEC pour 2g de montmorillonite et pour 10 et 15 g de sable mis en solution de normalité 0.05 N. Dans la Table 37, nous avons aussi reporté les mesures effectuées lors de la première expérience pour la montmorillonite à 2g et le sable à 10 g. Bien que ces mesures soient effectuées avec une autre solution de chlorure de cobaltihexamine à 0.05 N (une autre fiole jaugée),

nous les avons incluses dans les statistiques. Les mesures sont présentées en Figure 175, les CEC retenues sont les suivantes :

- Montmorillonite 2g : 44.42 +/- 0.25 meq/100g, statistique sur 7 déterminations ;
- Sable siliceux 10g : 0.18 +/- 0.08 meq/100 g, statistique sur 7 déterminations ;
- Sable siliceux 15g : 0.13 +/- 0.01 meq/100 g, statistique sur 6 déterminations.

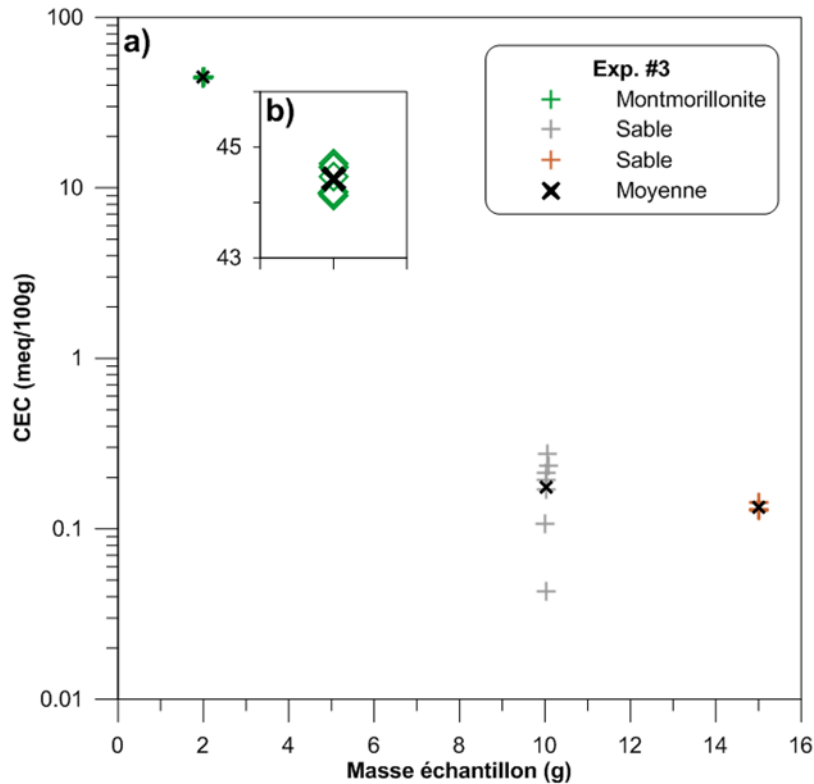


Figure 175. Exp. #3 – Quantification de la répétabilité pour la détermination de la CEC avec la méthode du chlorure de cobaltihexamine.

a) Détermination de la CEC pour une argile et un sable (pour 10 et 15g), b) agrandissement du graphique (a) pour l'échantillon d'argile.

Le premier constat est qu'une augmentation de la masse permet de réduire l'écart-type des mesures (tous échantillons confondus). Les écart-types sont raisonnables, aussi bien pour les échantillons à forte et à faible CEC à condition d'adapter la masse mise en solution.

Table 37. Quantification de la répétabilité des mesures CEC.

Abréviations similaires à celle de la Table 34. Pour rappel, la montmorillonite et le sable sont des échantillons quasiment purs, considérés comme homogènes. Les deux premières lignes du tableau sont mises à titre de comparaison car ces deux déterminations de CEC ont été préparées avec une autre fiole de solution à 0.05N que celle utilisée pour cette expérience.

Echant. -	Exp. -	Masse (g)	Sol. -	Mol. N (-)	pH (-)	Cond. σ (S.m ⁻¹)	Temp. T(°C) pH / σ	A _{0.05N} / A _{échant.} (-)	CEC (meq/100g)
Mont.	1	1.9853	S1	0.05	7.67	0.554	29.2/28.8	0.933/0.524	44.16
Sable	1	10.0397	S1	0.05	7.71	0.5711	30.6/30	0.931/0.929	0.04
Mont.	3	2.0125	S2	0.05	7.78	0.534	30.4/30.1	0.932/0.515	44.46
Mont.	3	1.9999	S2	0.05	7.71	0.534	30.5/30.1	0.932/0.516	44.64
Mont.	3	2.0019	S2	0.05	7.92	0.534	30.6/30.3	0.932/0.515	44.70
Mont.	3	2.0028	S2	0.05	7.92	0.533	31.4/31.1	0.931/0.519	44.19
Mont.	3	2.0043	S2	0.05	7.90	0.533	31.5/31.1	0.932/0.515	44.65
Mont.	3	2.0033	S2	0.05	7.91	0.533	31.4/31.1	0.932/0.520	44.13
Sable	3	10.0784	S2	0.05	8.02	0.5547	32.2/31.6	0.934/0.923	0.23
Sable	3	10.0153	S2	0.05	8.10	0.5422	32.3/31.7	0.934/0.925	0.19
Sable	3	10.0675	S2	0.05	8.16	0.5432	32.3/31.6	0.933/0.920	0.28
Sable	3	10.0221	S2	0.05	8.20	0.5418	32.2/31.6	0.934/0.924	0.21
Sable	3	10.0053	S2	0.05	8.23	0.5409	32.5/31.7	0.934/0.929	0.11
Sable	3	10.0176	S2	0.05	8.31	0.5432	32.4/31.8	0.934/0.926	0.17
Sable	3	14.9972	S2	0.05	8.54	0.5438	32.2/32	0.934/0.924	0.14
Sable	3	15.0068	S2	0.05	8.58	0.543	32.7/32.1	0.932/0.922	0.14
Sable	3	15.0076	S2	0.05	8.54	0.5411	34.4/33.5	0.933/0.924	0.13
Sable	3	15.0074	S2	0.05	8.54	0.5437	34.3/33.6	0.932/0.923	0.13
Sable	3	15.0018	S2	0.05	8.58	0.5447	33.6/33	0.933/0.924	0.13
Sable	3	15.0077	S2	0.05	8.55	0.5454	34/33.3	0.935/0.926	0.13

➤ Effet de la matière organique

Le sol et notamment les argiles peuvent contenir de la matière organique. Or, la matière organique a une forte CEC, généralement supérieure à 120 meq/100g (Carroll, 1959). Grim (1953) a même trouvé des CEC de 500 meq/100g pour des sols contenant de la matière organique. Il est possible de corriger cet effet, en effectuant une mesure à 380 nm. La matière organique soluble absorbe le faisceau lumineux. Dans le cas d'une solution d'eau pure, le rapport de l'absorbance mesurée à 380 nm et à 472 (ou 475 nm) est constant et égal à 0.2. Dans la solution de chlorure de cobaltihexamine, le rapport est égal à 8.13 (Ciesielski et al., 1997). La correction de l'effet de la matière organique sur

l'absorbance est effectuée avec l'équation F.2. Cette nouvelle valeur d'absorbance de l'échantillon est réinjectée dans les équations E.1 et F.1.

$$A_{\text{corrigée}} = \frac{A_{472} - 0.2 A_{380}}{8.13 - 0.2} \quad F.2$$

Variables et dimensions

$A_{\text{corrigée}}$	-	Absorbance corrigée de l'effet de la matière organique.
A_{472}	-	Absorbance mesurée à 472 nm.
A_{380}	-	Absorbance mesurée à 380 nm.

➤ Conclusion

- Le protocole standard (2 g de sol mis à réagir avec 40 ml de chlorure de cobaltihexamine à 0.05 N) est adapté pour des échantillons de sol et les argiles. Cependant, si un échantillon a une absorbance inférieure à 0.2 (autrement dit proche de la limite maximale détectable), il est préférable d'effectuer une nouvelle mesure en utilisant une masse plus petite. Comme nous l'avons montré, les mesures des faibles absorbances semblent être moins précises (voir légende de la Table 34).

Généralement, les échantillons dont les CEC dépassaient la limite maximale détectable pour 2 g d'échantillon contenaient des allophanes (argiles liées à l'altération de basaltes).

- Pour les échantillons de faible CEC (e.g. sable), une augmentation de la masse mise en solution permet généralement d'augmenter la quantité d'ions cobalt adsorbés rendant la détermination plus fiable. Ainsi, en fonction de la CEC attendue, nous avons adapté la masse mise en solution (Table 38). Diminuer la normalité de la solution témoin n'améliore pas la détermination des CEC.

Table 38. Exemple de préconisation sur la masse à mettre en solution en fonction de la gamme de CEC attendue.

Les masses mises en solution sont données ici à titre d'exemple. Le but est d'avoir une absorbance de l'échantillon assez éloignée de l'absorbance témoin pour éviter tout recouvrement avec le bruit sur la mesure, tout en ayant une absorbance supérieure à 0.2. En effet, d'après les premiers résultats, du bruit ou un biais peut être possible à partir de 0.2 A (voir légende Table 34). La gamme d'absorbance a été calculée à partir de l'équation E.1, pour une solution à 0.05 N dont l'absorbance témoin était de 0.932.

Gamme de CEC attendue (meq/100g)	Gamme d'Absorbances attendue (-)	Masse (g)	Gamme de CEC attendue (meq/100g)	Gamme d'Absorbances attendue (-)	Masse (g)
0.1 – 1.0	0.925 – 0.862	15	15 - 75	0.792 - 0.233	2
1.0 – 5.0	0.885 – 0.699	10	75 - 100	0.583 – 0.466	1
5.0 - 15	0.816 – 0.583	5	100 - 200	0.699 – 0.466	0.5

➤ Caractéristiques des solutions témoins.

Table 39. Caractéristiques des solutions témoins de chlorure de cobaltihexamine.

L'abréviation Temp. correspond aux températures indiquées par respectivement la sonde ph-métrique et la sonde de conductivité. L'eau osmosée a été utilisée pour dissoudre la poudre de cobaltihexamine. Les solutions S1 et S2 correspondent à la solution standard à 0.05N, classiquement utilisée. Les dilutions ont été réalisées à partir de 500 ml de la solution S1. Chaque dilution correspond à une dilution par deux de la précédente. Ainsi, par rapport à la solution standard, les dilutions sont de 2 pour S3 ($0.025 = 0.05/2$), de 4 pour S4 ($0.0125 = 0.05/4$) et de 8 pour S5 ($0.00625 = 0.05/8$).

Solution	Normalité N (-)	pH (-)	Conductivité σ (S.m⁻¹)	Temp. T(°C) pH / σ	Absorbance A (-)
Eau osmosée	0.0	6.54	9.55E-04	28.6/28.1	0.000
Sol. S1	0.050	5.41	5.39E-01	29.5/28.1	0.931
Sol. S2	0.050	5.41	5.59E-01	29.5/29.4	0.932
Sol. S3	0.025	6.13	3.12E-01	29.2/28.7	0.466
Sol. S4	0.0125	6.75	1.71E-01	29.2/28.7	0.233
Sol. S5	0.00625	7.10	8.91E-02	29.3/28.6	0.119

Annexe G. Dispositif de mesure de Polarisation Provoquée Spectrale en fonction de la température

➤ Monitoring en température et dispositif SIP

La fréquence d'échantillonnage de la CR1000 est paramétrée à 0.2 Hz (soit une mesure toutes les 5 sec). La centrale d'acquisition enregistre toutes les minutes : la température moyennée sur une minute (i.e. 12 points), l'erreur sur la mesure et une température « instantanée ». Généralement, deux thermocouples de types K sont placés dans l'échantillon et un thermocouple dans le fluide caloporteur. Les thermocouples n'ont pas été calibrés puisque nous utilisons la température interne de la centrale comme référence. Ainsi, notre système de mesure de la température est relatif ; cela n'est pas gênant pour les raisons suivantes :

- Nous nous servons des mesures de températures pour vérifier si l'état d'équilibre thermique est atteint dans l'échantillon.
- Les températures associées aux mesures SIP sont celles du fluide caloporteur indiqué par le capteur de température du bain (PT100 calibrée). Une fois que la température du fluide a atteint sa consigne, cette dernière change très peu ($\pm 0.1^\circ\text{C}$ pendant une trentaine de secondes).
- Il est possible de corriger les températures à posteriori, pour leur donner une référence correcte. En effet, nous avons plusieurs points de calage comme la rupture de surfusion (indicateur naturel du 0°C) et les températures du bain.

Le dispositif de mesure SIP est le Z-SIP de Zimmerman. La gamme de fréquence utilisée est de 10 mHz à 45 kHz, avec un temps d'attente au début de chaque fréquence, paramétré de 0.1 sec à 20 sec. La mesure à 10 Hz est régulièrement répétée au cours de la mesure afin de vérifier la stabilité de la mesure sur l'échantillon.

➤ Préparation de l'échantillon et pré-test :

Le porte-échantillon correspond à un tube en polypropylène, d'environ 50 ml (diamètre ≈ 2.5 cm, hauteur ≈ 10.2 cm). Aux extrémités se trouvent les électrodes d'injection et sur le fût du tube, deux fenêtres circulaires sont percées afin de coller les électrodes de mesures. Les électrodes sont de type film carbone médicale. Nous avons choisi les électrodes film carbone pour l'injection et la mesure pour les raisons suivantes :

- la présence d'un film de gel à la surface permet d'avoir une résistance de contact faible (de l'ordre du k Ω) et de sceller l'échantillon dans le tube en évitant les fuites ;

- une bonne tenue de l'électrode au cours du temps : une expérience s'effectue en moyenne sur 200 heures mais aucune oxydation n'a été relevée ;
- une bonne tenue dans la gamme température utilisée (de -24 à 80°C) i.e. peu de modifications de la viscosité, de la tenue du gel de l'électrode ont été observées.

Le sol préalablement saturé (pour la saturation, se référer à [Woodruff et al. \(2014\)](#)) est transvasé dans le porte-échantillon en chassant les bulles d'air ; le niveau d'eau est complété avec le surnageant si nécessaire. Préalablement, le porte-échantillon est équipé d'un ou deux thermocouples vernis entre les électrodes d'injection et de mesures. Cette disposition évite qu'il soit dans le champ des électrodes de mesure (Figure 49, soit Figure 5, avec la notation de l'article SE). Ensuite, l'échantillon sur son porte-échantillon est scellé dans un sac. Généralement, l'échantillon est préparé quelques heures avant le début de l'expérience (e.g. une nuit). Ce temps de repos est nécessaire afin de : i) s'assurer de l'absence de fuite, ii) laisser le temps nécessaire aux films des électrodes de gonfler légèrement et ainsi obtenir des résistances de contact constantes, iii) d'avoir un échantillon stable en termes de structure après son remaniement, en particulier en termes de répartition du fluide dans les pores avec une porosité constante.

Nous effectuons ensuite une première mesure, généralement entre 0.1Hz et 45kHz à différents voltages pour vérifier que les mesures sont correctes (déphasage et amplitude) et pour choisir la meilleure tension d'injection (Figure 176). A l'issue de ce test, l'échantillon est placé dans la cuve du bain. Une mesure est effectuée une dizaine de minutes après, avec le bain en fonctionnement afin de vérifier que le spectre n'a pas été modifié (fuite, phénomène d'induction). L'expérience en température peut alors commencer.

Exp #11 - sample MON.

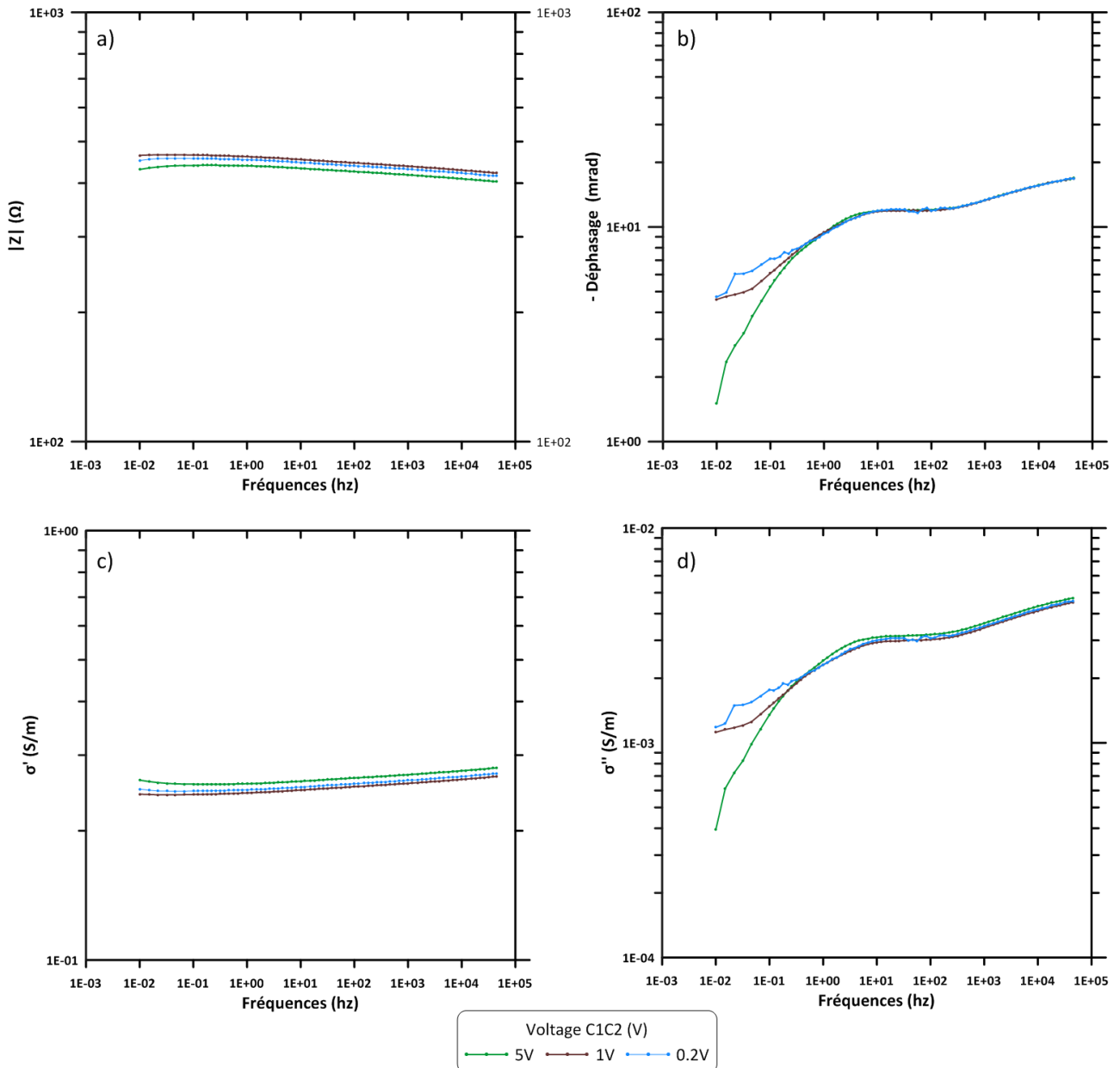


Figure 176: Spectres à multi-voltages (SIP) - Exp#11- sample MON.

Test multi-voltages pour l'échantillon MON., expérience #11 de la partie 3.2 (article Solid Earth). Mesures brutes : **a**) valeur absolue de l'impédance (Ω), **b**) – Déphasage (mrad) ; Calcul de la conductivité complexe : **c**) conductivité en phase ($S.m^{-1}$), **d**) conductivité en quadrature ($S.m^{-1}$). Trois spectres ont été effectués pour différents voltages d'injection : 5V en vert, 1V en marron, 0.2V en bleu. La partie réelle de la conductivité et l'impédance ont des valeurs proches pour ces trois voltages. Cependant, nous notons une légère différence à basse fréquence pour le voltage 5V. Pour le déphasage et la partie imaginaire de la conductivité, les spectres sont cohérents jusqu'à 0.1 Hz, puis divergent. Le spectre à 1V semble être le plus correct. En effet, le spectre à 0.2V est bruité entre 0.01 et 0.1 Hz mais rejoint sur les deux derniers points le spectre à 1V. Tandis que le spectre à 5V a une pente trop importante entre 0.01 et 0.1 Hz, impactant aussi la partie réelle de la conductivité.

➤ Acquisition des spectres, et température à l'équilibre

L'acquisition des spectres s'effectue lorsque l'échantillon est stable thermiquement. Pour vérifier, si cet équilibre est atteint, nous avons trois indicateurs :

- Suivi par monitoring des températures du fluide caloporteur et des échantillons. Le fluide caloporteur s'adapte vite aux nouvelles consignes de température (en moins de cinq minutes

environ). A l'opposé, les échantillons mettent plusieurs heures pour atteindre l'équilibre avec le fluide. En effet, le transfert thermique entre le fluide et l'échantillon peut être modélisé par un coefficient d'échange entre la surface du porte-échantillon et le fluide, puis par une série de résistances de conduction (paroi du porte-échantillon, échantillon). Ainsi, les temps d'équilibrage sont longs mais permettent d'atténuer, le cas échéant, les rapides fluctuations de températures. Nous considérons que l'échantillon est stable thermiquement, une fois que le plateau est atteint (Figure 177).

- Suivi de l'impédance mesurée à une fréquence donnée. En cas de doute, sur l'état thermique de l'échantillon, nous mesurons régulièrement, l'impédance à une fréquence fixée à 10 Hz pendant une dizaine de minutes. L'impédance doit être quasi-constante.
- Fréquence répétée pendant l'acquisition du spectre. La fréquence 10 Hz est aussi régulièrement répétée pendant l'acquisition du spectre. L'impédance à 10 Hz doit être quasi-constante pour considérer que l'état thermique de l'échantillon était stable pendant toute l'acquisition.

Quand l'échantillon est stable thermiquement, le système de suivi temporel de la température est débranché (batterie, et câble de connexion) afin d'éviter des courants de fuites dans l'échantillon pendant les mesures SIP. Un spectre 0.01Hz à 45 kHz s'acquiert en une vingtaine de minutes. A la fin du spectre, le système de suivi de la température est rebranché pendant une à deux minutes puis la nouvelle consigne est indiquée au bain.

Les temps d'équilibrage thermique sont de l'ordre au minimum de 2 à 4 heures sans changement de phase et dépendent du type de matériau. Un matériau argileux a un temps de diffusion thermique plus important qu'un sable contenant des semi-conducteurs.

En dessous de 0°C, les temps d'équilibrage sont généralement plus longs puisqu'il faut laisser le temps au processus de changement de phase de se réaliser et dissiper la chaleur latente générée.

➤ Remarque sur la rupture de surfusion

Un état métastable signifie que l'énergie caractérisant le système se trouve dans un minimum local et qu'une petite perturbation peut permettre de sortir de ce minimum et d'aller vers un état plus stable. Le phénomène de surfusion correspond à un état métastable de la matière où l'eau est en phase liquide, bien qu'elle soit en dessous de son point de solidification (point de gel). La transformation vers un état solide (gelé) plus stable est quasi-instantanée.

Dans nos expériences, la température de l'échantillon décroît en dessous de 0°C mais l'eau n'a pas commencé sa solidification, puis lorsqu'une nouvelle température de régulation est indiquée ;

cela perturbe le système entraînant la rupture de surfusion. Une partie de l'eau se transforme quasi-instantanément en glace libérant une quantité d'énergie sous forme de chaleur latente. La température de l'échantillon remonte à 0°C (indicateur naturel) (voir Figure 2 dans [Jaafar et al., 2017](#)). Cette rupture de surfusion est enregistrée par notre monitoring de température (Figure 177). La perturbation liée à la production de chaleur latente se résorbe en plusieurs heures.

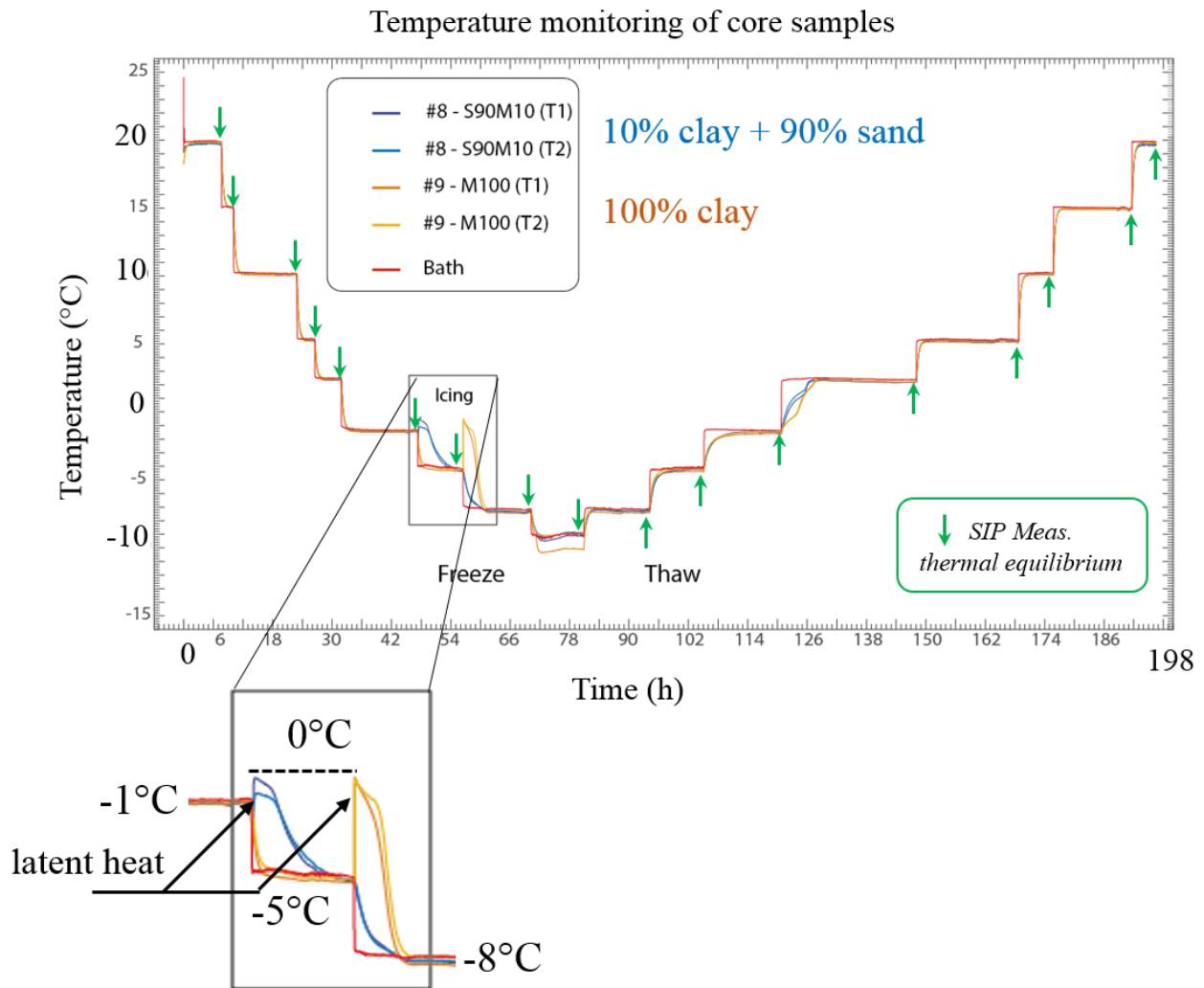


Figure 177. Suivi temporel de la température lors de mesures SIP en fonction de la température : surfusion et équilibre thermique.

Le monitoring de température, bien que relatif, permet de vérifier si l'échantillon est stable thermiquement. L'acquisition des spectres s'effectue uniquement lorsque la température de l'échantillon est stable (flèche verte). Ce monitoring enregistre aussi la rupture de surfusion. Ce processus libère de la chaleur latente et requiert du temps pour que ce dégagement de chaleur soit dissipé.

➤ Amélioration du système

Les possibles évolutions pour les mesures SIP en fonction de la température sont les suivantes :

- Calibrer les thermocouples K du système afin d'avoir directement les températures absolues et permettre une analyse des temps de diffusion et des températures de surfusion. Cette évolution permettra de vérifier si la rupture de surfusion se déclenche toujours au passage du même seuil de température ou si elle est corrélée au temps d'attente.
- Améliorer le transfert thermique entre le bain et l'échantillon afin de réduire les temps d'équilibrage, réduisant ainsi le temps total de l'expérience. Une réduction du temps d'expérience permet de réduire les dérives (dérive des électrodes, évolution de la structure de l'échantillon).
- Elaborer une chambre thermo-régulée : cette chambre permettra de s'affranchir de la dimension de la cuve du bain et du fluide. Il sera possible d'utiliser d'autre type de porte-échantillons (comme celui de l'Annexe D), ce qui facilitera les mesures en large bande avec la sonde coaxiale (Chapitre 4).

Annexe H. Influence de la température sur la réponse de Polarisation Provoquée pour un milieu contenant des particules métalliques

Revil, A., A. Coperey, D. Mao, F. Abdulsamad, A. Ghorbani, M. Rossi, and D. Gasquet. "Induced Polarization Response of Porous Media with Metallic Particles - Part 8: Influence of Temperature and Salinity." *Geophysics* 83, no. 6 (11/2018) E435–56. <https://doi.org/10.1190/geo2018-0089.1>.

➤ Résumé

Dans la série d'articles *Induced Polarization response of porous media with metallic particles* publié dans *Geophysics*, un modèle lié à la polarisation des semi-conducteurs a été développé (A. Revil et al., 2015a, 2015b). Ce modèle a aussi été appliqué à des données acquises sur site pour la recherche d'objets métalliques ou la quantification de résidus miniers (Mao et al., 2016, p. 4; Qi et al., 2018, p. 7; A Revil et al., 2018, p. 3). Actuellement, le modèle prend en compte le type de particules, i.e. semi-conducteur, semi-métal, métal (A. Revil et al., 2015b, p. 1; Revil et al., 2017d, p. 6) et l'influence du milieu/*background* (Revil et al., 2017f). Dans cet article, nous étendons le modèle en prenant en compte l'influence de la salinité et de la température. Pour cela, nous avons utilisé 10 d'échantillons dont des blocs minéralisés (galène, chalcopryrite), des semi-conducteurs (magnétite, graphite, des pyrites de différentes tailles), disséminés dans un milieu support (sable siliceux). Au total, 16 expériences ont été réalisées en SIP et 1 expérience en TIP. Ces expériences consistent à mesurer la conductivité complexe de l'échantillon à différentes températures (de 5 à 50°C) et entre 0.01 Hz et 45 kHz. Ce type d'expérience a aussi été réalisé à six salinités différentes (de 0.1 à 10 S.m⁻¹) pour l'un des échantillons de pyrite et à trois salinités pour l'échantillon de graphite. Le modèle Cole-Cole a été utilisé pour traiter les données et l'analyse pétrophysique des paramètres Cole-Cole a aussi été effectuée. L'exposant Cole-Cole et la chargeabilité (M) sont indépendants de la température et de la salinité alors que la conductivité haute fréquence et Direct Current (DC) dépendent de la salinité et de la température. La dépendance en température a été modélisée à l'aide d'une loi semi-empirique de type loi d'Arrhenius. L'énergie d'activation est de 15 +/- 1 kJ.Mol⁻¹. Cette valeur est cohérente avec l'énergie d'activation de la viscosité de l'eau libre (15.6 à 15.8 kJ.Mol⁻¹). En ce qui concerne le temps de relaxation issu du modèle Cole-Cole, ce dernier décroît avec la température et croît avec la salinité. L'énergie d'activation apparente est de 7 +/- 3kJ.mol⁻¹. Enfin, une modélisation éléments finis a été effectuée pour un grain de pyrite de 20µm ; elle reproduit les dépendances en salinité et en température.

Annexe I. Spectres de conductivité complexe (0.1 Hz -45 kHz) de la glace (tests préliminaires)

➤ Introduction

De nombreuses études portant sur les propriétés (di-)électriques de la glace ont été effectuées. Généralement, les études se concentrent sur l'étude de l'une des caractéristiques de la glace (e.g. conductivité de surface, densité de charges surfaciques, mobilités des porteurs de charges). Ces études ont abouti à l'établissement de modèles théoriques portant sur la structure de la glace, sur l'état thermodynamique, mais peu de modèles permettent une description globale des propriétés (di-)électriques de la glace et de sa surface (Petrenko and Ryzhkin, 1997). Décrire l'ensemble des propriétés (di-)électriques de la glace nécessite de comprendre les phénomènes de transport de charges à l'intérieur de la glace ainsi que les propriétés électriques de sa surface. Les propriétés électriques de la surface peuvent être traitées en considérant la glace comme un semi-conducteur (Petrenko, 1993; Petrenko and Ryzhkin, 1997).

Sous l'effet d'un champ électrique, trois processus se produisent à l'intérieur de la glace : i) des polarisations hautes fréquences : polarisations électronique, ionique ; ii) une polarisation d'orientation ; iii) une conduction liée à un flux de protons. Ces processus sont liés principalement à la présence de défauts.

Les cristaux de glace ont des défauts intrinsèques (défauts dit protoniques) et des défauts extrinsèques, liés à des impuretés prises dans la glace. Dans le premier cas (défauts intrinsèques), le passage d'un proton d'une molécule d'eau à une autre molécule d'eau crée une paire de défauts ioniques. Ainsi, les liaisons hydrogènes ont soit deux protons (*D defect*) soit aucun proton (*L defect*). Pour s'accommoder de ce phénomène, une molécule d'eau pivote autour de son atome d'oxygène afin de créer des liaisons d'hydrogène simple. Cette rotation produit un défaut rotationnel de Bjerrum et explique les principales propriétés électriques de la glace (Bjerrum, 1952; Ghalmi, 2013). Les défauts extrinsèques liés aux impuretés chimiques (ions) ou physiques (bulles d'air) sont accommodés par une augmentation du nombre de défauts dans le réseau moléculaire de la glace et impactent directement les propriétés électriques de la glace (Ghalmi, 2013).

A la surface de la glace, une couche d'eau liquide (*quasi-liquid layer*) est présente pour des températures supérieures à -25 / -30°C. Cette couche explique les fortes conductivités mesurées pour des cristaux de glace. L'épaisseur de cette couche d'eau diminue avec la température. Petrenko (1993) indique une épaisseur d'environ 1000 Å pour une glace à 0°C. Cette couche est similaire à une double couche électrique (Drzymala et al., 1999; Kallay et al., 2003; Kulesa et al., 2012) et provoque un excès de conduction et une polarisation.

Dans le Chapitre 30, nous avons identifié sur certains échantillons une polarisation haute fréquence potentiellement liée à la glace. Afin de mieux comprendre et d'identifier la polarisation haute fréquence liée aux cristaux de glaces, nous avons voulu explorer l'intérêt des mesures spectrales SIP sur de glace pure avec notre système actuel, i.e. Z-SIP (0.1 Hz - 45 kHz) et essayer d'acquérir des spectres référents. Au total, nous avons mené quatre types d'expériences distinctes : i) avec de l'eau liquide puis gelée, à trois salinités, ii) avec de la neige, iii) avec de la glace pilée, iv) avec des « germes » de nucléation.

Table 40. Liste des mesures SIP (0.1Hz – 45 kHz) effectuées sur des échantillons de glace pure. Disp. A correspond à un porte-échantillon cylindrique, avec quatre électrodes carbonées (dispositif semblable à la partie 3.2) ; Disp. B. correspond au porte-échantillon de type Wenner, avec quatre électrodes Ag/AgCl, (dispositif identique à la partie 2.2). Pour plus de détails sur la préparation des échantillons se reporter aux paragraphes des expériences.

Expérience #A – Glace supposée monocristalline				
Spectres	σ_w (S.m ⁻¹)	Temp. (°C)	Forme	Commentaires
#A1	0.1	24.6 / - 15	Liquide / Monocristal	Disp. A – 1.5 jours à -15°C
#A2	0.2	24.6/ -15	Liquide / Monocristal	Disp. A – 1.5 jours à -15°C
#A3	1.0	24.6 / - 15	Liquide / Monocristal	Disp. A – 1.5 jours à -15°C
Expérience #B - Neige				
#B1	0.065	-	Neige + eau de fonte	Disp. B – eau de fonte 0.065 S.m ⁻¹ à 5.6 °C
Expérience #C – Glace pilée				
Spectres	σ_w (S.m ⁻¹)	Temp. (°C)	Granulométrie	Commentaires
#C1	0.035	-	Grossier	Disp. B – échantillon saturé
#C2	0.035	-	Fin	Disp. B – échantillon saturé
#C4	0.1	-	Grossier	Disp. B – échantillon saturé
#C5	0.1	-	Fin	Disp. B – échantillon saturé
#C6	0.1	-	Fin - insaturé	Disp. B – échantillon insaturé
Expérience #D – Suivi de la formation de la glace				
Spectres	σ_w (S.m ⁻¹)	Temp. (°C)	Commentaires	
#D1	0.035	5/-5/5/25	Disp. A – glace pilée saturée mise à geler à -5°C puis fonte à 5°C et 25°C Impact de la présence des noyaux de nucléations.	

➤ Expériences #A #B – Glace supposée monocristalline et neige

Nous avons préparé trois solutions à différentes salinités en mélangeant une masse déterminée de sel NaCl pour un volume d'eau déminéralisée. Les solutions à faible salinité ont provoqué une légère dégradation (dissolution) du gel présent sur les électrodes carbonées. Les conductivités des solutions salines reportées dans la Table 40 correspondent aux mesures de conductivité effectuées en fin d'expérience (après fonte de la glace), à l'aide d'un conductimètre calibré. Afin de choisir le voltage pour nos expériences, nous avons préalablement effectué des mesures SIP à 4 tensions différentes sur

la solution saline à 0.1 S.m^{-1} . L'impédance et le déphasage sont présentés Figure 178, et indiquent que les mesures effectuées aux tensions 1.0 et 0.5V sont similaires. Pour la suite, l'ensemble des mesures a été effectué avec la tension de 1V.

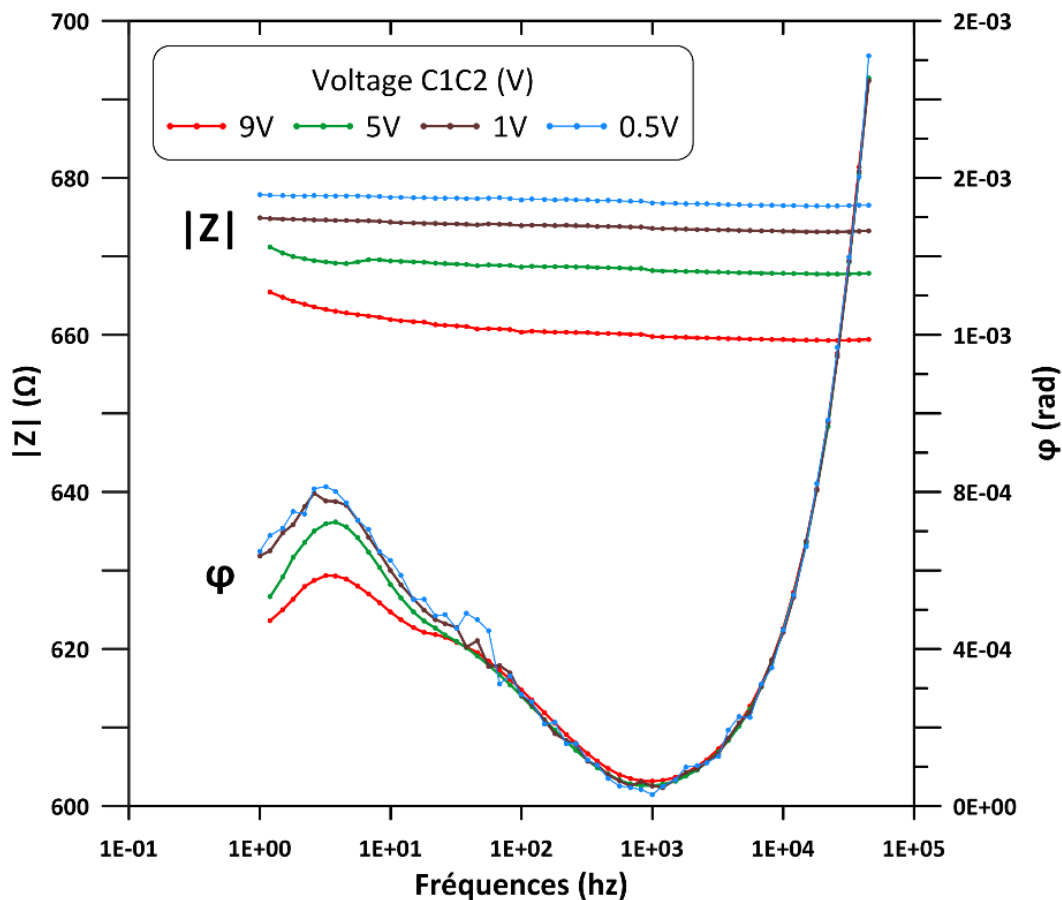


Figure 178. Impédance, déphasage entre 1Hz-45 kHz pour une solution NaCl à 0.1 S.m^{-1} .

Nous avons choisi de représenter l'impédance et le déphasage car pour des solutions salines, la partie réelle doit présenter peu de variations et la partie imaginaire doit être égale à zéro sauf pour les hautes fréquences (liée à la polarisation du Maxwell-Wagner). L'impédance est correcte pour toutes les tensions. Nous remarquons de légères variations à basse fréquence pour les spectres à 9.0 et 5.0V. Le déphasage devrait être négatif ou nul pour garantir une conductivité positive. Pour toutes les tensions, le déphasage est légèrement positif, indiquant que la mesure de déphasage est mauvaise (i.e. le signal est sous le seuil de résolution de l'instrument). En tout état de cause, nous considérons par la suite, que la mesure pour une tension de 1V est le meilleur choix pour la poursuite des expériences.

Chaque solution saline ($0.1, 0.2, 1.0 \text{ S.m}^{-1}$) a été mise dans un porte-échantillon cylindrique et scellée. Les mesures SIP à température ambiante (24.6°C) ont été effectuées (Figure 179) puis les échantillons ont été mis dans la cuve du bain thermostaté à -15°C pendant 1.5 jours afin que l'eau gèle. La procédure de préparation est similaire à celle décrite dans le Chapitre 3. Une inspection visuelle a permis de vérifier la morphologie de la glace. Nous n'avons pas discerné des cassures ou différents cristaux. Nous considérons que la glace est proche d'une structure monocristalline. Après cette inspection visuelle, les mesures SIP sur ces échantillons de glace ont été effectuées à -15°C .

A propos de la mesure de l'échantillon de neige : nous avons récupéré de la neige fraîche (tombée deux heures avant la mesure), puis elle a été compactée dans le porte-échantillon et saturée par sa propre eau (diminution des résistances de contact). La mesure a été effectuée avec la platine

type Wenner (Annexe D) avec une tension de 1.0V. A l'issue des mesures SIP, la conductivité de l'eau de fonte a été mesurée à 0.065 S.m^{-1} .

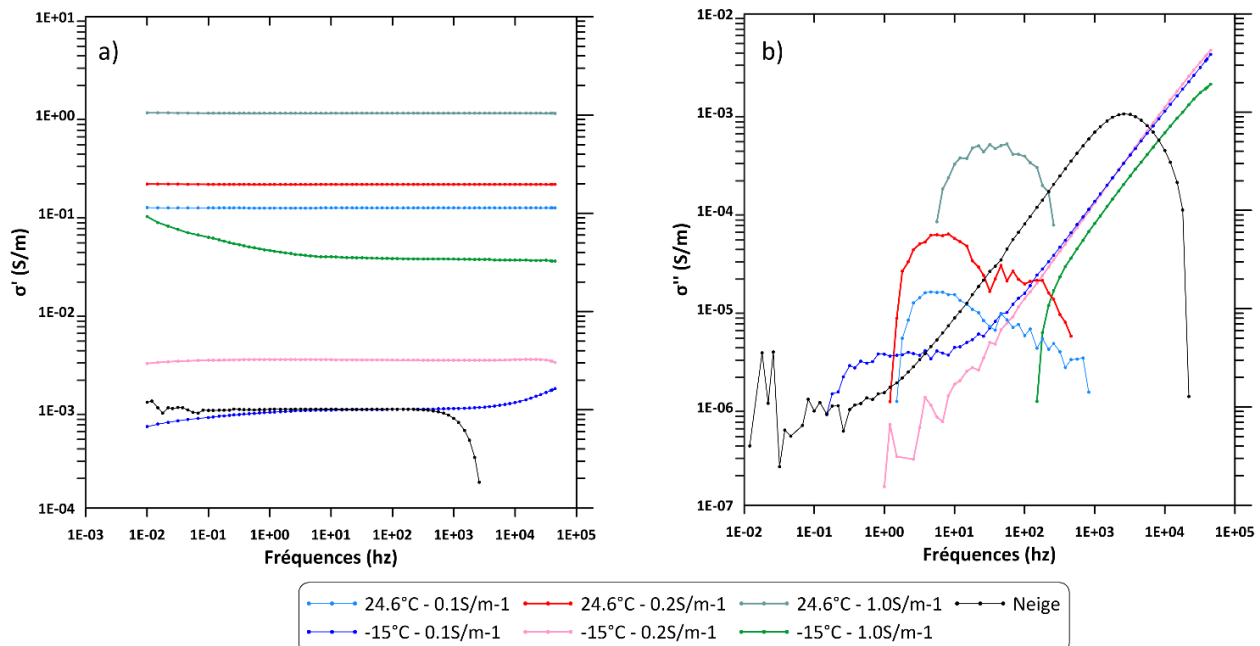


Figure 179. Spectres SIP entre 0.1Hz – 45kHz pour des échantillons de neige et de glace considérée mono-cristalline.

a) partie réelle, b) partie imaginaire.

Pour les mesures avec les solutions salines, la partie réelle de la conductivité est quasi-constante sur la gamme de fréquence mesurée, excepté pour la partie basse fréquence pour le spectre σ_w à 1.0 S.m^{-1} à -15°C et pour la partie haute fréquence pour le spectre σ_w à 0.1 S.m^{-1} à -15°C . La partie réelle pour l'échantillon de neige est similaire au spectre 0.1 S.m^{-1} à -15°C , sauf pour la partie haute fréquence ($> 1\text{kHz}$) où les mesures semblent être erronées. Les parties imaginaires des solutions salines (à 24.6°C) ne sont pas bonnes, cela s'explique par une polarisation quasi-inexistante et donc sous le seuil de détection de l'instrument. La partie imaginaire de 1Hz à 1kHz de ces spectres est due à des biais (bruits, polarisation d'électrodes ?). A l'opposé, les parties imaginaires des échantillons de glace et de neige montrent une polarisation à haute fréquence. Cette polarisation peut s'expliquer principalement par une polarisation d'interface de type Maxwell-Wagner ou par la polarisation liée à la glace. Cependant, la problématique est de savoir :

- si la formation de glace provoque l'apparition d'une polarisation de Maxwell-Wagner (e.g. liée aux discontinuités à l'intérieur de la glace ou aux interfaces avec les électrodes à cause d'une baisse de la conductivité du milieu),
- ou si la glace a son propre type de polarisation.

Il est intéressant de noter que plus le milieu est conducteur, plus cette polarisation se fait à haute fréquence. En effet, les spectres à -15°C avec σ_w à 0.1 et 0.2 S.m^{-1} et celui de la neige sont cohérents entre eux et la polarisation est visible à partir de 0.01 à 1Hz , alors que pour le spectre à -15°C avec σ_w

à $1.0 \text{ S}\cdot\text{m}^{-1}$, elle n'est visible qu'à partir de 100 Hz. Il faut aussi noter, que la partie imaginaire de la conductivité de la neige est légèrement bruitée à basse fréquence ($< 0.1\text{Hz}$) et est correcte jusqu'à 1 kHz. Au-delà de cette limite, la partie imaginaire chute brutalement, expliquant ainsi les mesures erronées sur la partie réelle.

➤ Expérience #C – Glace pilée

Les cristaux de glace ont une double couche électrique (Drzymala et al., 1999; Petrenko and Ryzhkin, 1997). Dans cette expérience, nous voulions vérifier d'un point de vue qualitatif si broyer un échantillon de glace provoque une augmentation de la conductivité. Deux solutions salines ont été gelées à -15°C puis pilées grossièrement d'une part et finement d'autre part. La glace pilée est mise dans un porte-échantillon puis saturée par la même solution saline. D'après les résultats, plus la glace est pilée finement, plus la conductivité est faible. Avec le dispositif actuel, nous ne voyons pas la signature de la glace ou l'effet de l'augmentation de la surface de glace.

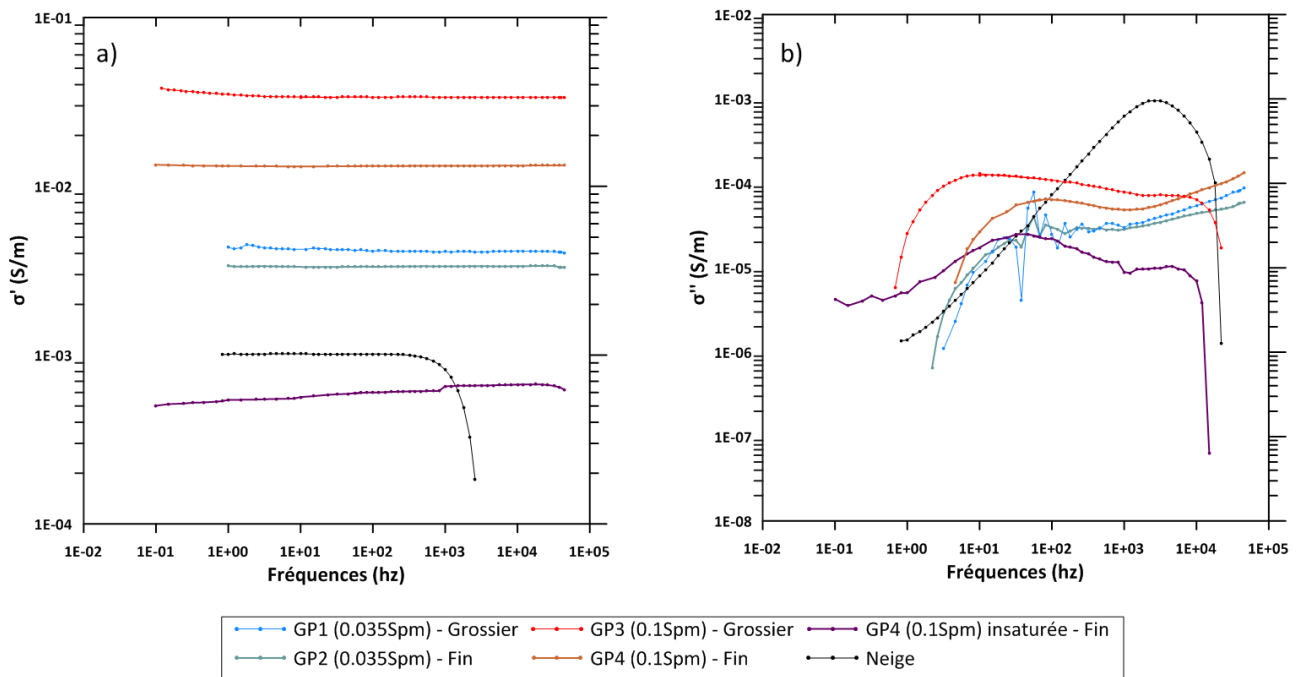


Figure 180. Spectres SIP entre 0.1Hz – 45kHz pour des échantillons de glace pilée.

a) Partie réelle et b) partie imaginaire d'échantillons de glace pilée saturée avec leur propre eau. Le spectre de la neige est montré à titre de comparaison.

➤ Expérience #D – Suivi de la formation de la glace

A l'issue de l'expérience #C2, l'échantillon de glace pilée est transféré dans le porte-échantillon de type A, puis scellé hermétiquement et mis dans la cuve du bain. Nous avons choisi de réutiliser l'échantillon de glace pilée afin d'avoir des germes de nucléation (i.e. différents cristaux de glace) et d'éviter les phénomènes de surfusion.

Après une étape de stabilisation à 5°C, un spectre est acquis. Ensuite, le bain est mis à -5°C et tous les 5 minutes, un spectre de 0.1 Hz à 45 kHz est calculé (durée d'acquisition : environ 3 min). Après 16h à -5°C, la consigne du bain est ramenée à 5°C puis 25°C pour s'assurer de la fonte totale de la glace. Les différentes consignes indiquées au bain sont présentées en Figure 181c.

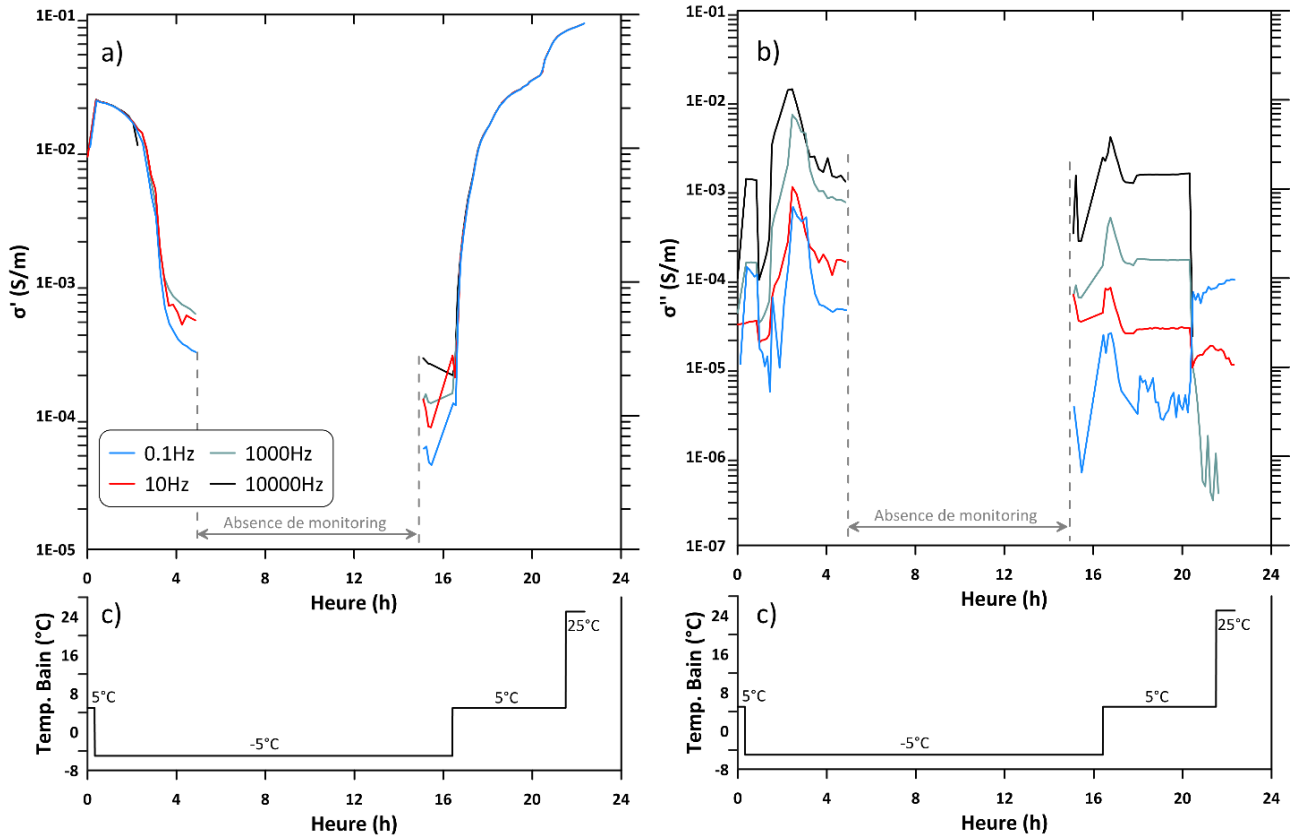


Figure 181. Evolution des parties réelles et imaginaires de la conductivité lors de la prise en glace d'un échantillon.

(a, b) Conductivité en phase et en quadrature en fonction du temps pour les fréquences 0.1, 10, 1000, 10000 Hz, c) Courbe de température des consignes du bain thermostaté. En moyenne, un spectre est acquis toutes les 5 minutes. Pour des raisons d'indisponibilité du matériel d'acquisition, le monitoring est repris une douzaine d'heures plus tard.

Le gel de l'échantillon provoque une diminution de la conductivité en phase (spectres à 4.9h et 15.4h dans la Figure 182). La conductivité en quadrature est plus bruitée et aucun signal n'est interprétable sur la Figure 181 et sur la Figure 182.

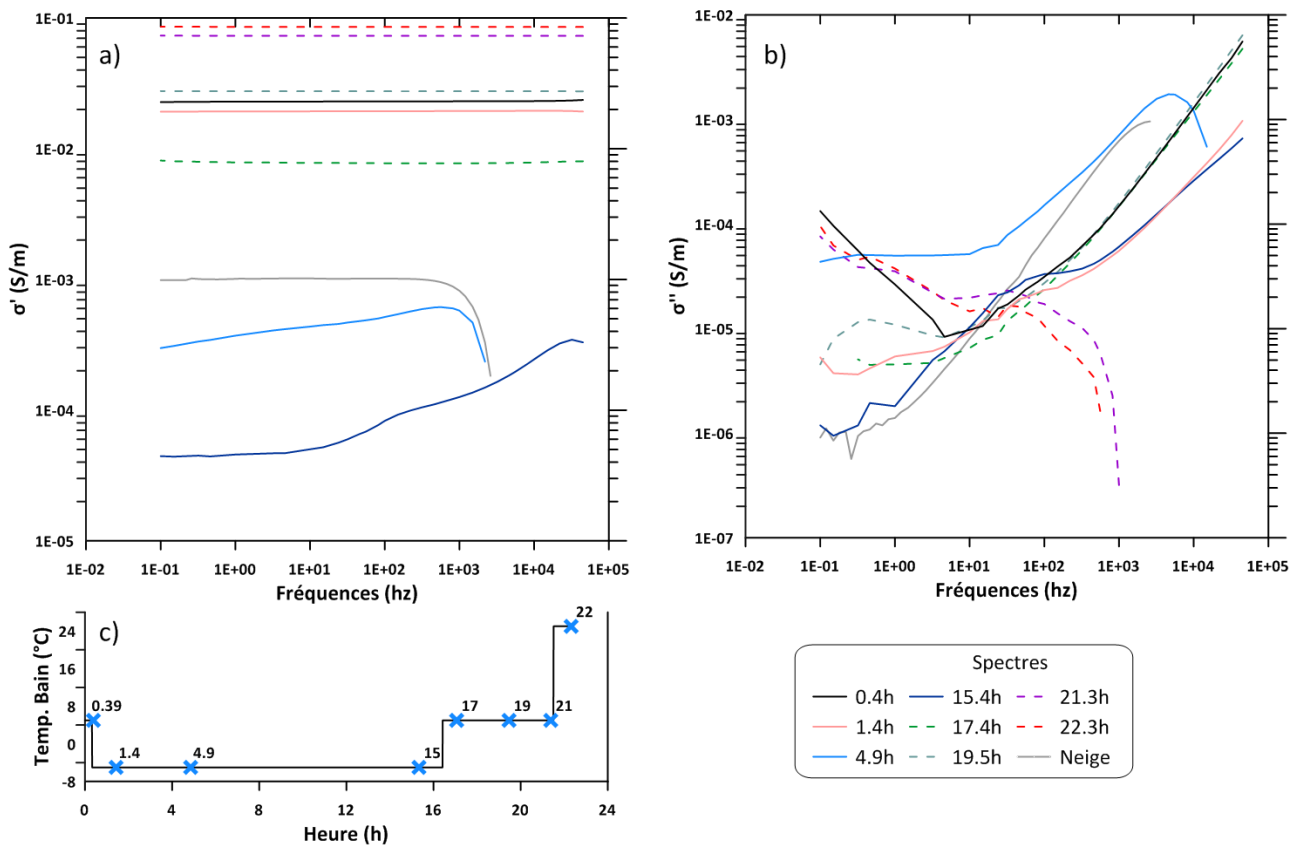


Figure 182. Spectres SIP au cours du gel/dégel d'un échantillon de glace pilée.

(a, b) Parties réelles et imaginaires de la conductivité entre 0.1 Hz et 45 kHz c) Courbes de température des consignes du bain thermostaté. Les croix bleues correspondent aux spectres présentés.

➤ Conclusions

Les mesures spectrales sur des échantillons de glace et de neige ont été réalisées entre les fréquences 0.1Hz et 45 kHz afin d'identifier la polarisation liée à la glace. Avec notre système actuel et notre protocole nous n'avons pas réussi à identifier la signature de la glace, ou de la glace pilée sur les spectres SIP entre 0.1 Hz et 45 kHz. Cela peut être expliqué par : i) la signature de la glace est à plus haute fréquence et demande d'effectuer de la spectroscopie (voir Chapitre 4), ii) le signal lié à la glace est sous le seuil de détection de notre instrument (en terme de déphasage et donc de partie imaginaire), iii) des problèmes liés à nos électrodes. Suite à ces mesures, la recherche bibliographique effectuée a montré que le type d'électrode et de dispositif utilisés sont clés pour effectuer de bonnes mesures. En effet, la conduction électrique dans la glace s'effectue par déplacement de protons, impliquant dans le cas d'électrodes métalliques l'initiation d'une électrolyse. De plus, il est recommandé pour effectuer des mesures supérieures à -30°C , de mettre en place des électrodes cylindriques de garde (*guard ring*) ou d'avoir un système d'amplification adapté. Pour plus de détails à propos des techniques de mesures et des électrodes voir [Petrenko and Whitworth \(2006\)](#), notamment les parties 5.2 et 5.5 ainsi que les références citées.

Annexe J. Compléments - Spectroscopie large bande

➤ Monitoring de température – Expérience #A

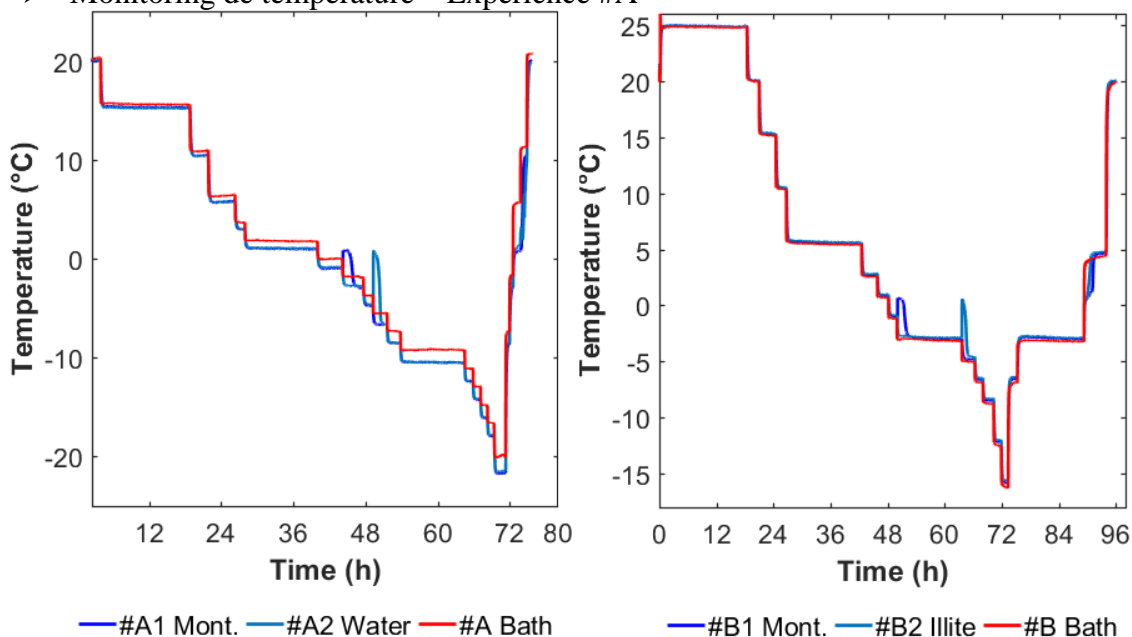


Figure 183. Spectroscopie Exp. #A et #B – Suivi de température.

La température des échantillons peut être plus basse que la température du bain car la calibration des thermocouples n'est pas assez précise. Le suivi de température permet de vérifier l'équilibre thermique des échantillons.

➤ Spectres pour la Montmorillonite et l'illite à la salinité de 0.1 S.m^{-1}

Montmorillonite ($\sigma \text{ } 0.1 \text{ S.m}^{-1}$)

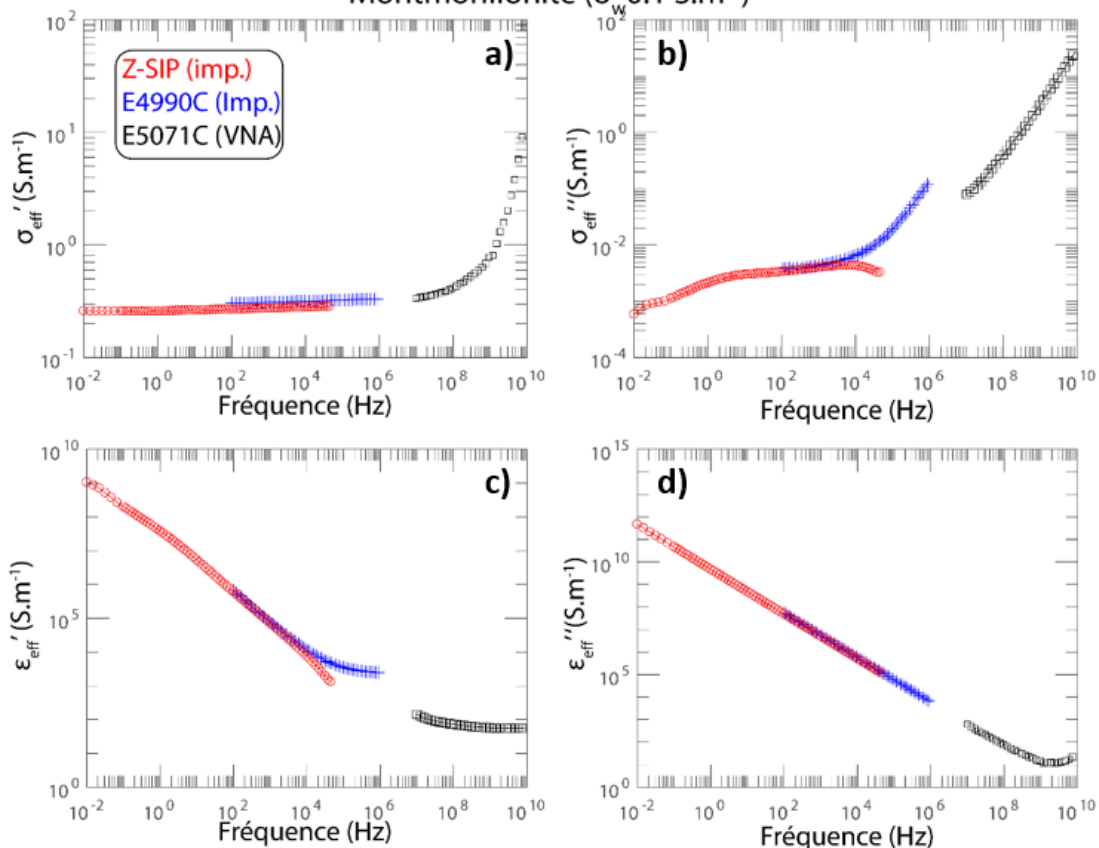


Figure 184. Spectres large bande pour la montmorillonite en statique.

Partie réelle (a) et imaginaire (b) de la conductivité et partie réelle (c) et imaginaire (d) de la permittivité. Les mesures à basse fréquence sont effectuées avec les impédancemètres Z-SIP (en rouge) et E4990C (en bleu). Les mesures à haute fréquence ont été réalisées avec le VNA E5071C (en noir) avec la sonde coaxiale en forme de coupe.

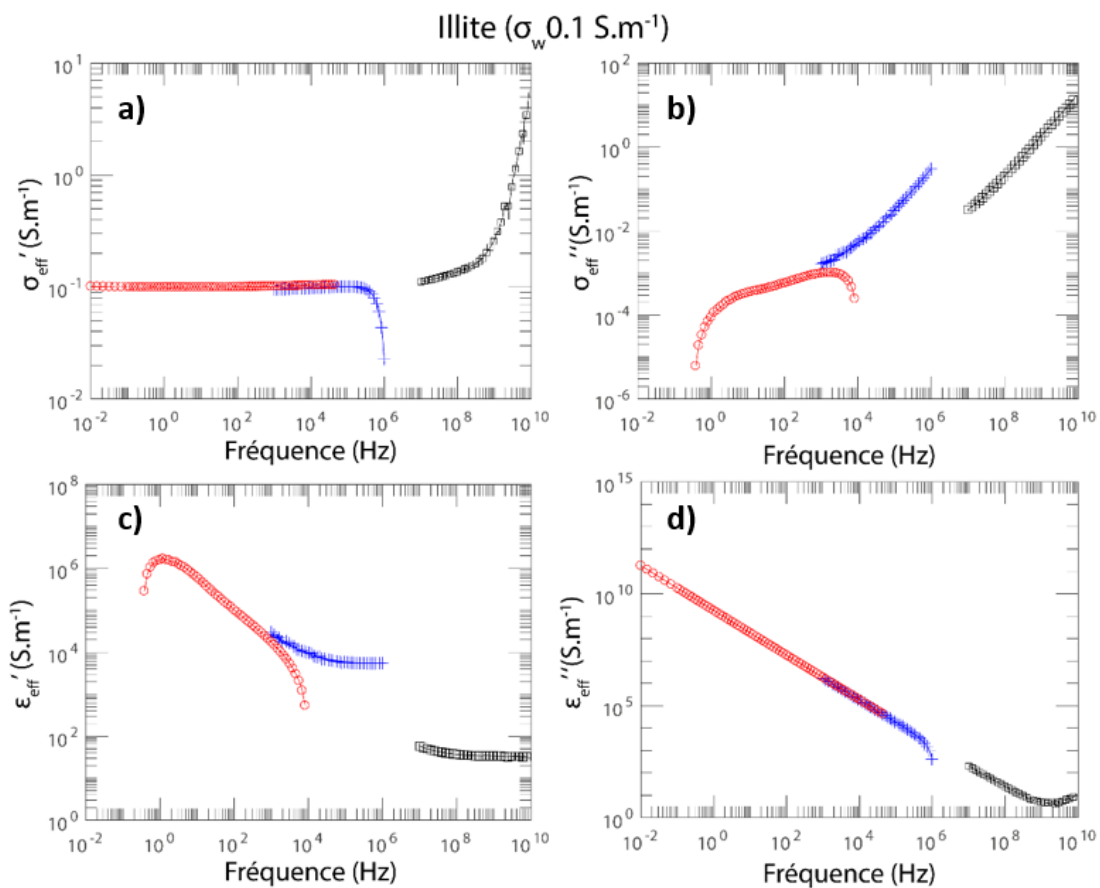


Figure 185. Exp #B2 – Spectres large bande pour l'illite en statique.
Légende similaire à la figure précédente.

➤ Continuité des spectres.

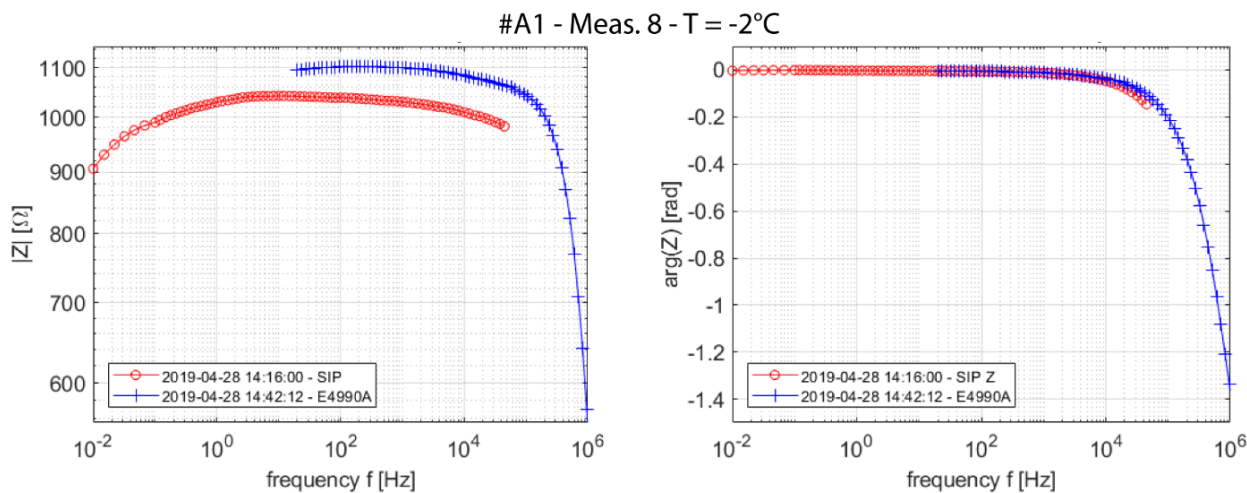


Figure 186. Spectroscopie Exp. #A1 (Montmorillonite) – Continuité des spectres ($T = -2^\circ\text{C}$).
Les figures de gauche et de droite correspondent respectivement aux spectres d'impédance et de déphasage mesurés par le Z-SIP (en rouge) et par E4990C (en bleu) à la température -2°C .

#B2 - Meas. 14 - T = -18°C

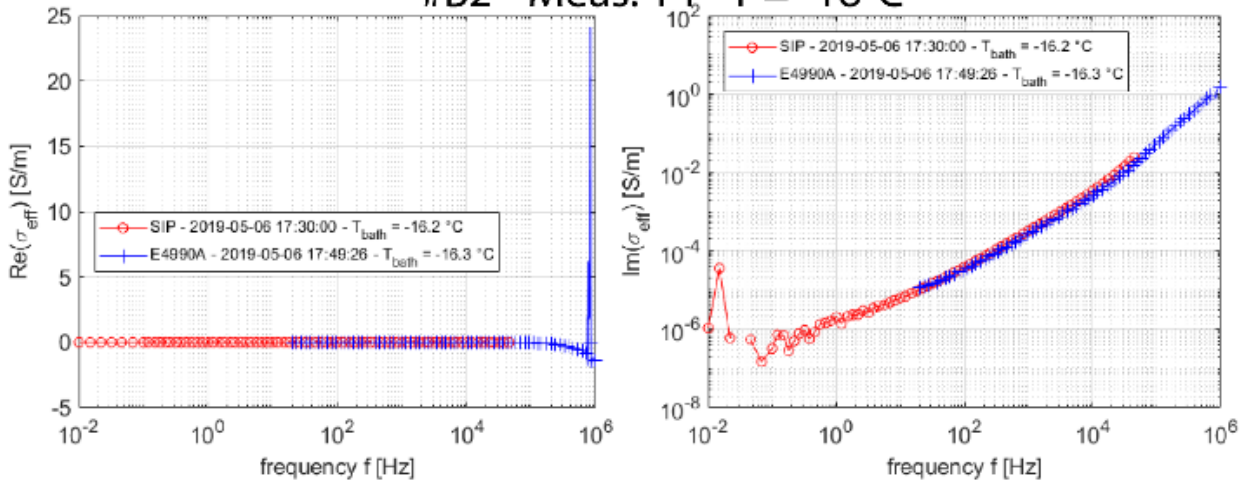


Figure 187. Spectroscopie Exp. #A1 (Montmorillonite) – Continuité des spectres ($T = -18^\circ\text{C}$). Les figures de gauche et de droite correspondent respectivement aux spectres d'impédance et de déphasage mesurés par le Z-SIP (en rouge) et par E4990C (en bleu) à la température -18°C .

➤ Spectres basse fréquence. #B1 – Montmorillonite et #B2 – Illite

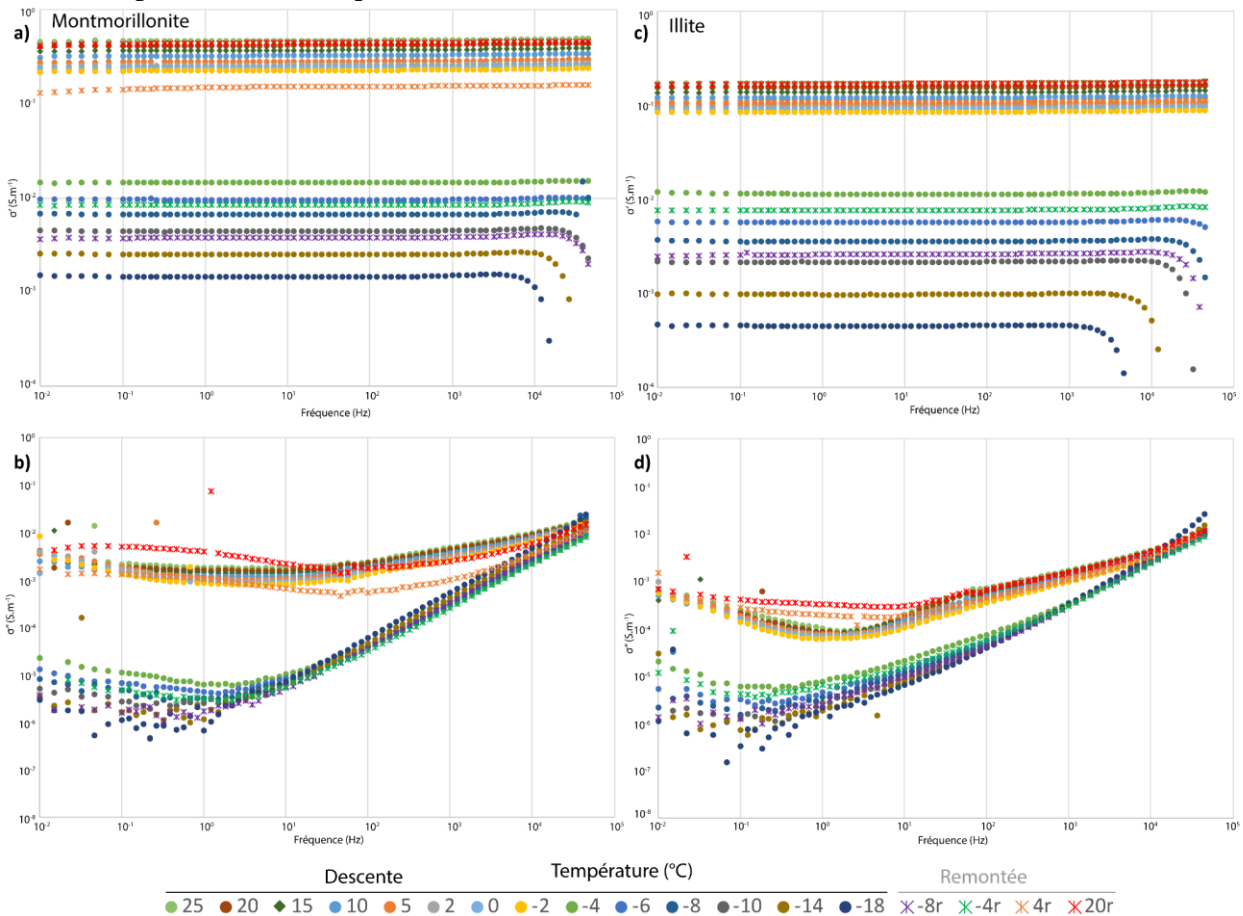


Figure 188. Spectroscopie Exp. #B – Parties réelle (a,c) et imaginaire (b, d) entre 0.01Hz et 45kHz (Z-SIP).

Les spectres de gauche et de droite correspondent respectivement aux échantillons de Montmorillonite et d'Illite. Les couleurs représentent la température. Les figurés ronds et les croix correspondent respectivement à la descente et à la remontée en température. Nous observons à basse fréquence un saut de plus de 2 décades dans la partie imaginaire de la conductivité lorsque le sol gèle.

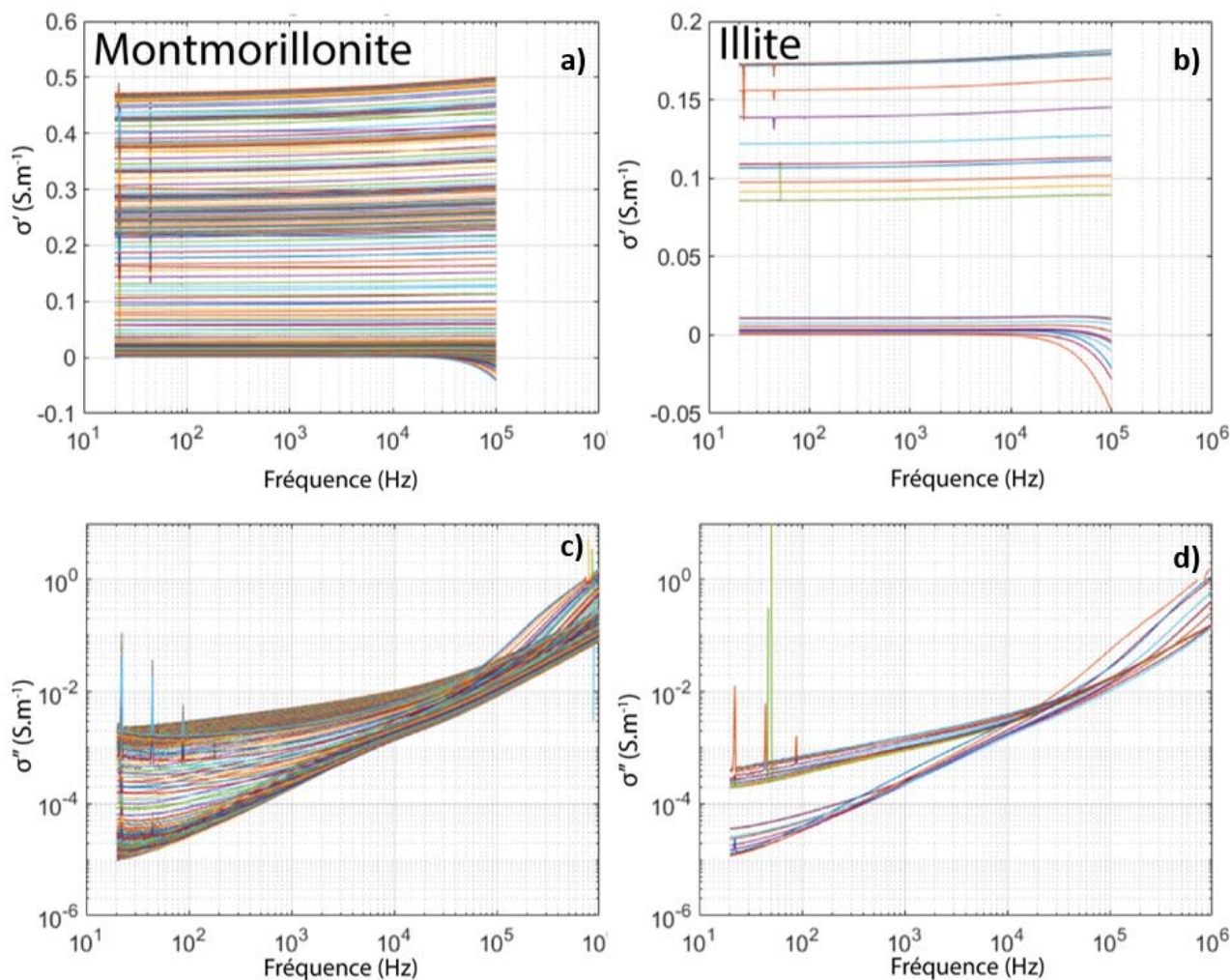


Figure 189. Spectroscopie Exp.#B – Parties réelle (a, b) et imaginaire (c, d) entre 2 et 1MHz (E4990C).

Les spectres de gauche et de droite correspondent respectivement aux échantillons de Montmorillonite et d'Illite. Les couleurs représentent la température de la mesure. La figure montre l'évolution de la conductivité complexe entre un état gelé et non gelé, avec notamment un saut dans les parties réelles et imaginaires entre les deux états. L'acquisition des spectres est effectuée en automatique, environ toutes les 12 minutes pour l'expérience #B1- Montmorillonite et en manuel pour l'expérience #B2-Illite (18 spectres).

➤ Expérience #B - Evolution de la conductivité en fonction de la température

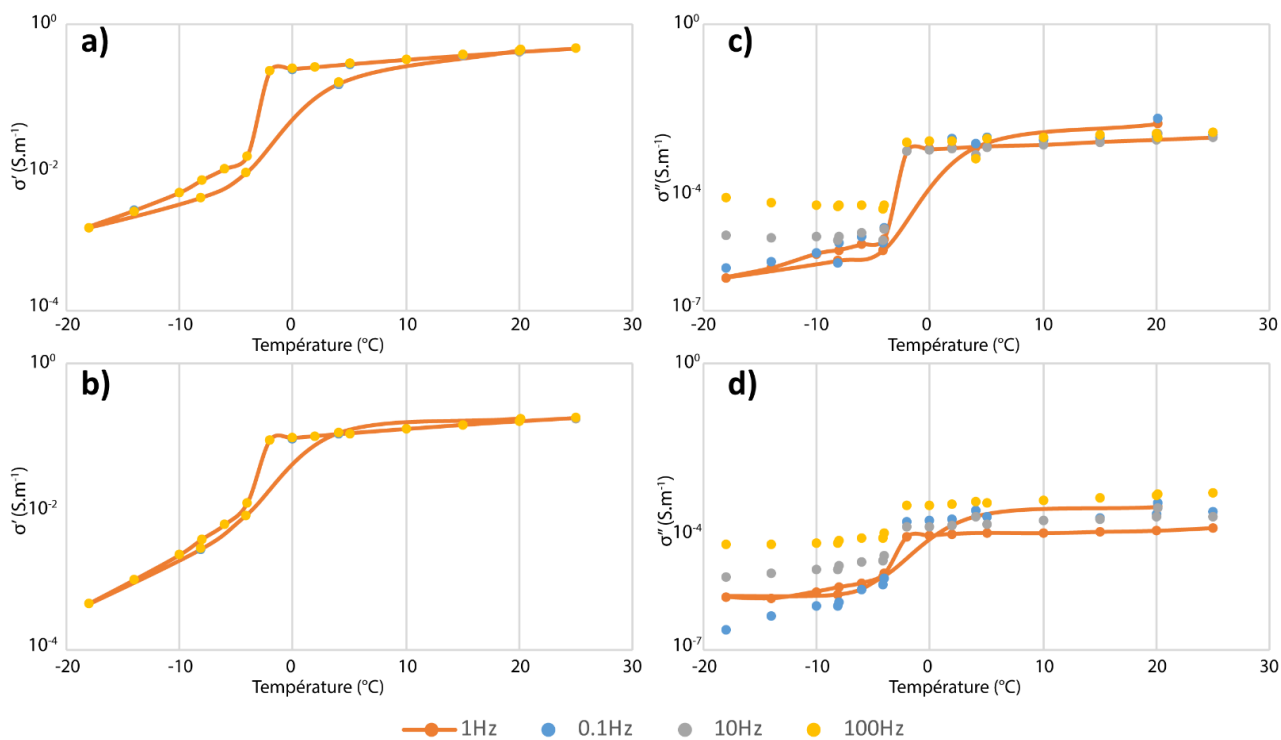


Figure 190. Spectroscopie Exp. #B – Partie réelle (a, b) et imaginaire (c, d) de la conductivité en fonction de la température.

Les figures du haut correspondent à l'échantillon de montmorillonite et les figures du bas à l'échantillon d'illite. Les couleurs représentent les fréquences. La courbe orange montre le comportement d'hystérèse, similaire à ceux observés dans le Chapitre 3.

Annexe K. Compléments - Chapitre 5

➤ Complément de l'article Coperey et al., (2019)

A partir des mesures in situ, nous avons souhaité analyser la relation entre la température mesurée et les résistivités/conductivités inversées en différentes localisations (Figure 191). Pour être plus correct et ne pas prendre en compte des biais potentiels d'interpolation sur la température, nous avons choisi des points correspondant à une mesure physique de la température avec des valeurs de résistivités prises au centre des mailles lors de l'inversion. Cette analyse est similaire à celle présentée dans la Figure 4 de l'article soit à la Figure 86 du manuscrit. Elle nous a permis de vérifier l'évolution de la résistivité en fonction de la distance au centre de la corbeille géothermique et de la perturbation thermique. En effet, les variations de résistivité électrique proches de l'échangeur sont liées aux variations thermiques dues à l'échangeur au moins jusqu'à 250 heures.

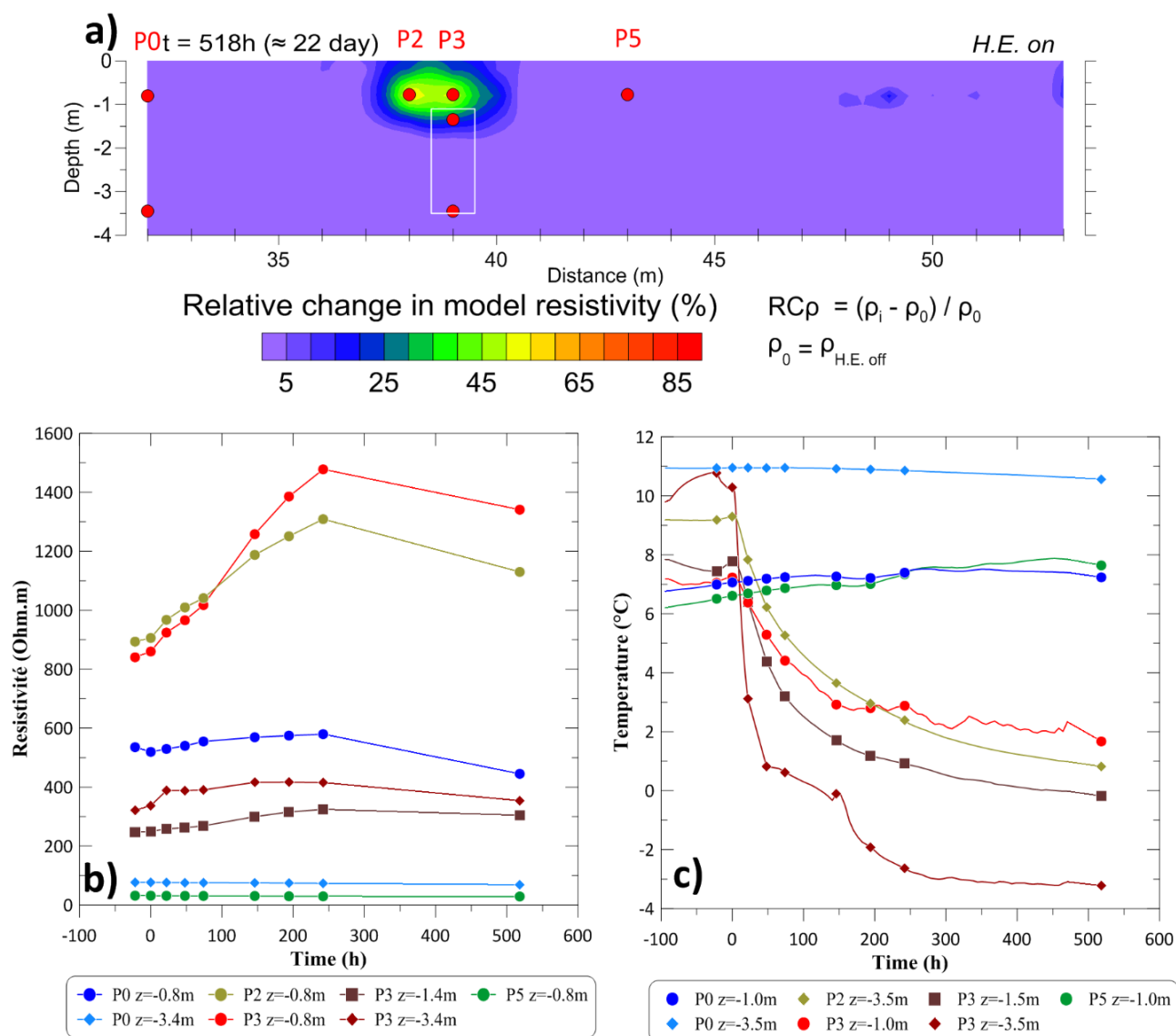


Figure 191. Evolution de la résistivité en fonction de la température à différentes localisations. **a)** Localisation des évolutions, **b)** Evolution de la résistivité au cours du temps, **c)** Evolution de la conductivité en fonction de la température du sol.

Dans l'article, seule l'évolution du point du profil P3 situé à $z = -0.8\text{m}$ a été ajustée avec le modèle de dépendance de la conductivité vis-à-vis de la température et du changement de phase (Figure 86). L'évolution du point P2 à $z = -0.8\text{ m}$ montre un comportement similaire mais il n'a pas été analysé puisque la variation de résistivité est plus faible. Les autres points indiquent aussi une variation des propriétés électriques du sol dues à la baisse en température du sol, mais sans changement de phase puisqu'aucune rupture dans l'évolution de la résistivité n'a été observée. Dans la Figure 191c, le capteur P3 à $z=-1.5\text{m}$ tend vers 0°C (comme d'autres capteurs) mais cela ne signifie pas que le noyau de glace ait atteint cette position. En effet, le capteur est à 0°C tant que le changement de phase à l'intérieur de la corbeille n'est pas terminé.

➤ Tomographie en Polarisation Provoquée en domaine temporel

Au cours de cette expérience, nous avons aussi enregistré la décroissance du voltage secondaire et ainsi obtenu des chargeabilités partielles (voir section 1.3.1). Ces données ont été inversées conjointement avec les données de résistivité sous le même code (voir la partie méthodologie (partie 5.2)). Les distributions de chargeabilité normalisée obtenues à l'issue de l'inversion sont présentées dans la Figure 192 et représentées en termes de variations.

Une anomalie proche de la corbeille est présente dès les premières acquisitions et sa valeur diminue au cours de l'essai jusqu'à 241h pour remonter ensuite lors de la dernière acquisition. L'effet de la température et du changement de phase n'est donc pas visible, masqué par un autre signal. Plusieurs causes peuvent expliquer cette observation comme :

- la polarisation d'électrode : le protocole utilisé est de type Wenner, classé selon les électrodes d'injections. Dans ce type de protocole, certains quadripôles emploient comme électrode de mesure, des électrodes utilisées quelques temps avant comme électrodes d'injection. Ainsi, la mesure de la décroissance du voltage secondaire peut être biaisée par la polarisation d'électrode.
- l'utilisation d'un câble simple : le dispositif de mesure se compose de deux câbles de 32 électrodes (espacement 1 m). Ce type de dispositif est susceptible de générer des effets de couplages électromagnétiques qui se surimposent au signal mesuré (Pelton et al., 1978). Dans notre cas, nous supposons que les effets de couplages électromagnétiques sont faibles puisque le courant injecté (maximum 100 mA) et la longueur des câbles (31 m) sont relativement faibles.
- le positionnement des électrodes : pour des questions de sécurité, le dispositif était démonté entre chaque acquisition. Ainsi, des erreurs dans le positionnement des électrodes sont possibles lors de la réinstallation du dispositif provoquant ainsi des biais lors du processus d'inversion.

- le bruit anthropique : le site expérimental est situé dans un environnement anthropique (campus universitaire). Les mesures en Potentiel Spontané (PS) peuvent ne pas être cohérentes à cause du bruit anthropique lié par exemple, à des prises de terre, ou à des câbles enterrés (voir paragraphe suivant). Dans notre cas, bien que le Terrameter SAS 1000 enregistre le signal Potentiel Spontané en début de mesure, il est possible que ce signal ne soit pas constant au cours de la mesure et soit mal compensé.

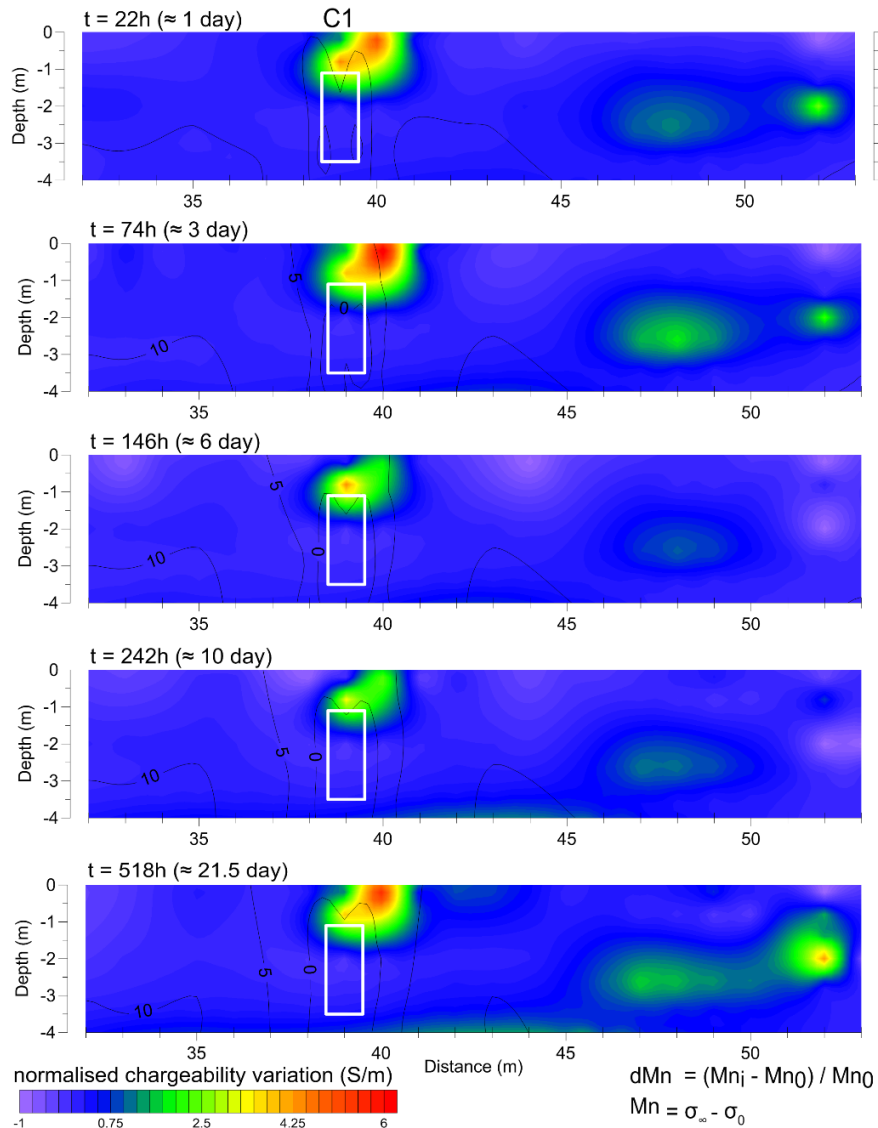


Figure 192. Distributions de la chargeabilité normalisée au cours de l'expérience in-situ.

La chargeabilité normalisée est représentée en termes de variations par rapport à la première acquisition. Le rectangle blanc représente la corbeille géothermique C1.

➤ Méthode Potentiel Spontanée

Nous avons aussi effectué des mesures en Potentiel Spontané (PS) sur la même ligne de prospection. Le premier objectif est de vérifier si l'anomalie thermique créée par la corbeille est suffisamment forte pour générer un potentiel électrothermique décelable. En effet, sous l'effet d'un gradient thermique, les différents ions diffusent différemment générant ainsi un potentiel électrique.

D'après Corwin and Hoover, 1979 les coefficients de couplage dans les zones géothermales sont de 0.1 à 0.5 mV.C⁻¹. Le deuxième objectif est de vérifier si l'apparition du noyau de glace va modifier localement le signal de Potentiel Spontané en réduisant le potentiel d'électrofiltration lié aux écoulements d'eau dans le sous-sol et/ou en défléchissant les lignes de courant à cause de la forte résistivité électrique du noyau de glace.

Les acquisitions PS ont été effectuées le même jour que les acquisitions de tomographie électrique. Une électrode de référence non-polarisable de type Petiau (PSM 9000 de SDEC) est enterrée dans un mélange eau-bentonite pendant quelques heures avant les mesures afin que le contact électrode-sol soit bon et que l'électrode soit à la température du sol. L'électrode de référence est située un mètre avant la première électrode du dispositif de tomographie. L'acquisition consiste à mesurer la différence de voltage entre l'électrode de référence et une deuxième électrode non polarisable qui est déplacée successivement aux différents points de mesure. Dans notre cas, les points de mesures sont situés au niveau des électrodes du dispositif de tomographie. Les premiers résultats ont montré un résultat peu cohérent vis-à-vis des distributions de température et de conductivité électrique (Figure 193). Pour essayer de faire ressortir le signal lié à notre expérience, nous avons calculé les différences de potentiel par rapport à une acquisition de référence (acquisition à t = 0 h), mais sans succès. Nous pensons que le signal est dominé par un bruit anthropique, lié à la présence des différents bâtiments à proximité et donc la présence de câbles et de prises de terre. La présence d'un bruit anthropique peut aussi expliquer les variations de quelques millivolts observées lors de la mesure du voltage sur une minute.

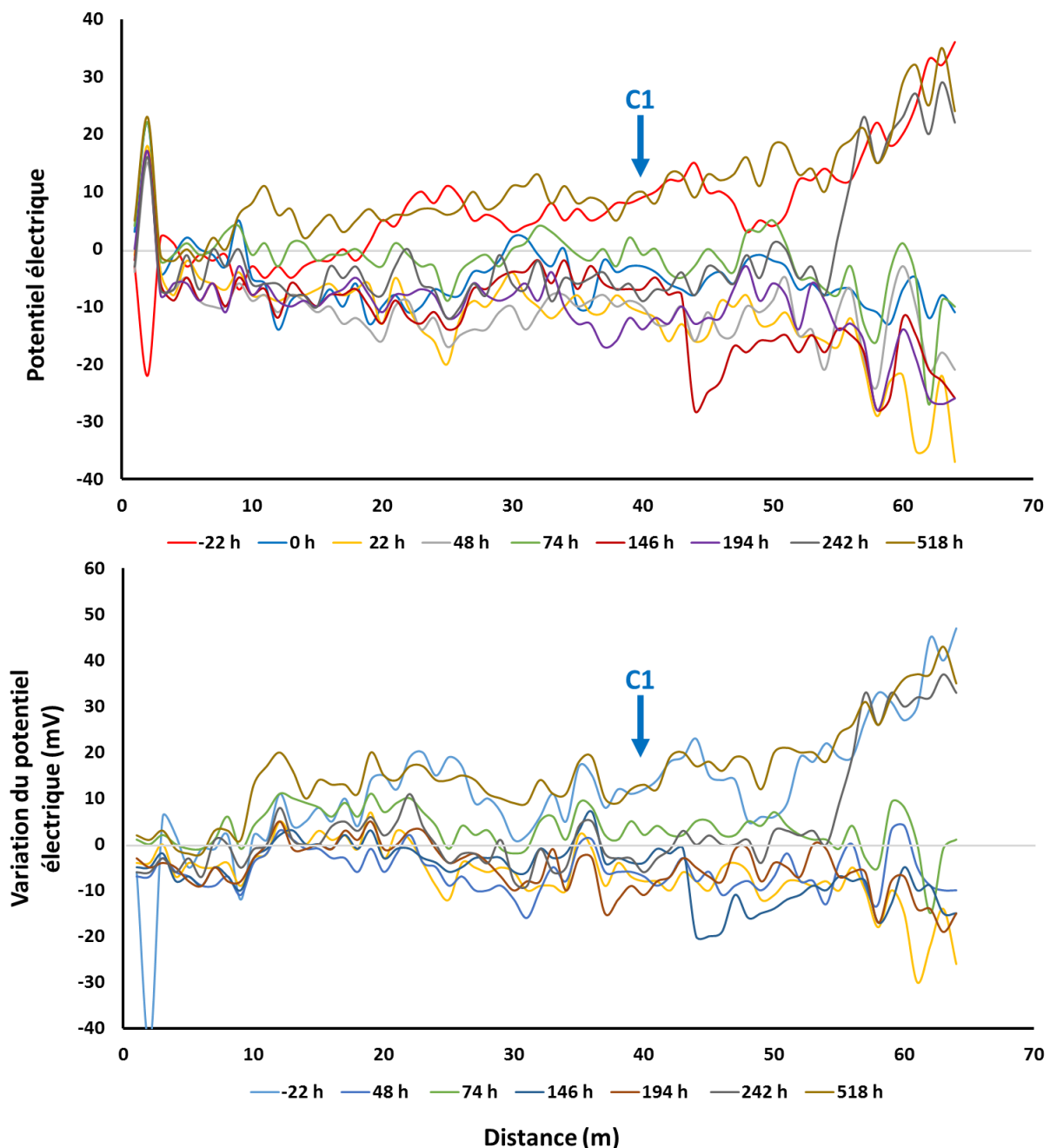


Figure 193. Monitoring en Potentiel Spontané durant l'expérience in-situ.

L'acquisition en PS est effectuée sur la même ligne que l'acquisition en tomographie électrique de résistivité. La corbeille est située entre 38.5 et 39.5 m. Le graphique du haut correspond au potentiel électrique mesuré alors que le graphique du bas correspond à la différence de potentiel par rapport à l'acquisition de référence de à $t = 0$ h.

➤ Méthode du Géoradar

Enfin, le géoradar est la dernière méthode que nous avons testée sur le site. En effet, nous souhaitons vérifier si l'apparition du noyau de glace impacte suffisamment la permittivité du milieu pour être décelable avec cette méthode et, si c'est le cas, si la résolution spatiale de cette méthode est suffisante pour délimiter précisément l'extension du noyau de glace. La permittivité relative du milieu de l'eau est de 81 et celle des sols se situe entre 6 et 30 (McCann et al., 1988). La permittivité des sols dépend essentiellement de la teneur en argiles et en eau. Généralement, les formations

superficielles ont une permittivité relative comprise entre 9 et 12. La permittivité de la glace est de l'ordre de 4 (Beres Jr and Haeni, 1991). Ainsi, la formation du noyau de glace doit être visible sur les radargrammes puisque le gel modifie la permittivité et la conductivité électrique globale du milieu

L'acquisition a été effectuée avec un géoradar SIR 3000 de GSSI couplé avec une antenne 400 MHz et une roue codeuse déclenchant les tirs. Deux types de prospection ont été menés : une prospection 2D le long du profil de tomographie (Figure 194) et une prospection 3D centrée sur la corbeille (Figure 195). Les sections 2D finales ont été obtenues après l'application de traitements standards : déplacement du temps zéro, filtres passe haut et passe bas en fréquence, filtre « *background removal* » (filtre spatial), application de gain et migration. Les sections ont été migrées avec une permittivité relative estimée à 12.41. Pour la prospection 3D, à la suite des traitements précédents, nous avons appliqué une transformée de Hilbert et une interpolation afin de construire un bloc 3D et de faire ressortir les signaux similaires.

Avec cette chaîne de traitement, la présence d'un noyau de glace n'est pas visible. Une des explications est que la teneur en eau initiale et la teneur en glace finale dans le sol sont faibles et la transformation de l'eau en glace ne modifie pas assez la permittivité diélectrique du milieu. Une faible teneur en eau et en glace du milieu ont été estimées à partir des mesures de conductivité électrique (partie 5.2). Les autres explications peuvent être que la glace est présente sous la forme d'aiguilles de givre (non détectable au géoradar) ou que le noyau de glace est localisé en bas de la corbeille en dessous de notre profondeur d'investigation.

Nous pouvons nous demander si le géoradar et la fréquence utilisés sont adaptés à notre problème. La fréquence de 400 MHz permet d'avoir une profondeur d'investigation suffisante pour investiguer la partie supérieure de la corbeille tout en ayant une résolution verticale correcte. Ainsi, utiliser un géoradar avec une plus haute fréquence aurait été au détriment de la profondeur d'investigation ce qui n'est pas judicieux. Par contre, un géoradar comportant plusieurs dipôles de mesures (gamme STREAM X chez IDS) aurait permis grandement d'améliorer la résolution spatiale et donc de mieux déceler le cas échéant le noyau de glace. Par exemple, le STREAM X 200 MHz permet d'acquérir 7 radargrammes espacés de 12 cm en un seul passage soit une largeur de détection de 80 cm.

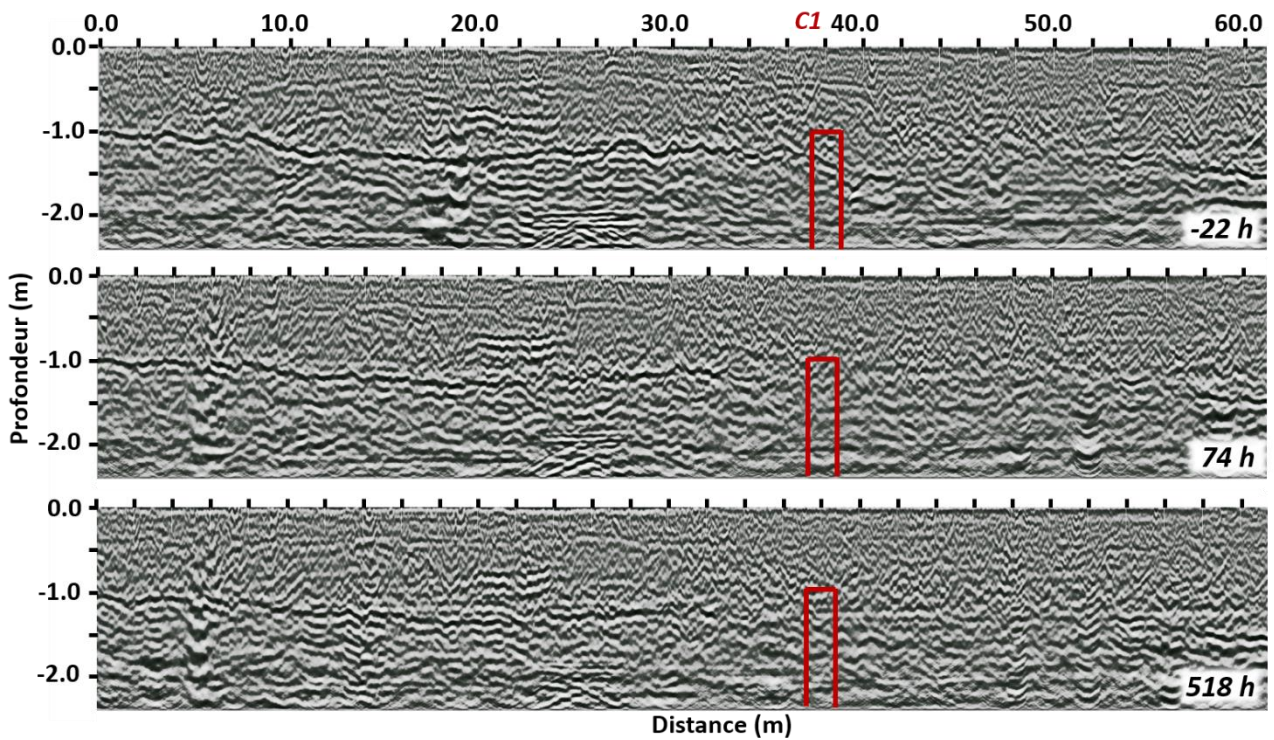


Figure 194. Radargrammes aux temps -22, 74 et 518 h pour l'expérience in-situ.

Les données radar ont été acquises avec un SIR 3000 avec une antenne de 400 MHz. Le traitement a été effectué sous Radan 7. Les sections sont migrées selon une constante diélectrique de 12.41. La profondeur d'investigation est de l'ordre de 2 mètres. Les bords de la corbeille sont représentés par les traits rouges.

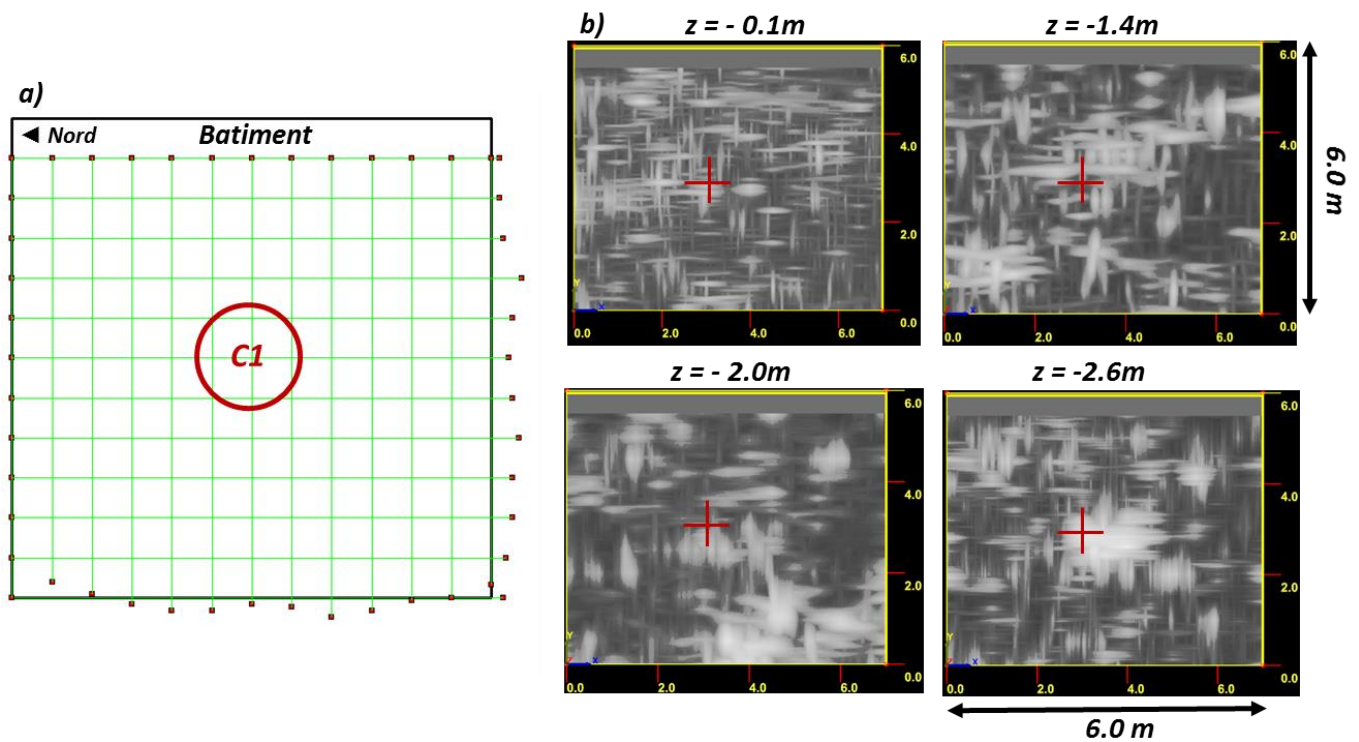


Figure 195. Acquisition géoradar 3D et bloc 3D à 518 h.

a) Plan de prospection 3D au géoradar, b) Coupe XY aux profondeurs -0.1, -1.4, -2.0 et -2.6 m. les profils radar ont été acquis selon une grille centrée sur la corbeille C1 (espacement entre profils 0.5 m). Le centre de la corbeille est représenté par une croix au niveau des coupes XY.

Annexe L. Nouveau dispositif géophysique en 3D pour le suivi géophysique in-situ

L'anomalie de conductivité issue de la tomographie de résistivité électrique est localisée au-dessus de la corbeille géothermique. L'inversion des données de polarisation provoquée n'a pas donné de résultats significatifs. Ces deux observations peuvent s'expliquer par un problème de résolution spatiale de la méthode, par l'utilisation d'un protocole Wenner où certaines électrodes de mesures étaient peu de temps avant utilisées comme électrodes d'injection et par l'utilisation d'un câble multibrins favorable aux phénomènes de couplage électromagnétique.

Ainsi, pour remédier à ces problèmes, nous avons mis en place notre propre dispositif de monitoring géophysique. Comme le dispositif est axisymétrique avec un axe vertical, nous avons choisi de mettre en place un dispositif 3D. En effet, utiliser un dispositif 2D pour réaliser une tomographie suppose un milieu 2,5D c'est-à-dire un milieu 2D dans un plan vertical, qui se réplique à l'infini de part et d'autre de ce plan - ce qui n'est pas le cas dans notre expérience. Nous avons aussi centré le dispositif autour de la corbeille C1 afin de maximiser la résolution spatiale de notre monitoring. Pour cela, notre dispositif se compose de quatre forages dont la profondeur varie entre 3.0 et 4.0 m. Chaque forage est placé à un mètre des spires de la corbeille soit à deux mètres de son centre. Chaque forage est équipé tous les 0.4 m d'une électrode (Figure 196). Au-dessous, deux profils d'électrodes relient en diagonale les têtes de forage avec une électrode tous les 0.3 m. Ces électrodes sont enterrées \approx 5cm dans le sol. Enfin de part et d'autre la corbeille, trois électrodes sont disposées tous les 5 mètres. Ces électrodes permettent d'avoir des électrodes éloignées de l'anomalie thermique et sont utilisées comme dipôle d'injection afin de s'assurer que le volume investigué va jusqu'en dessous de la base de la corbeille. Chaque section du dispositif (forage et demi-profil) a été disposée dans des fourreaux séparés afin de limiter les effets de couplage électromagnétique (Dahlin et al., 2002; Schmutz et al., 2014). Le dispositif est relié à un boîtier de connexion présent dans la halle technique. Un piézomètre a aussi été installé à quelques mètres de la corbeille. Les relevés ont montré que le bas de la corbeille touche la nappe.

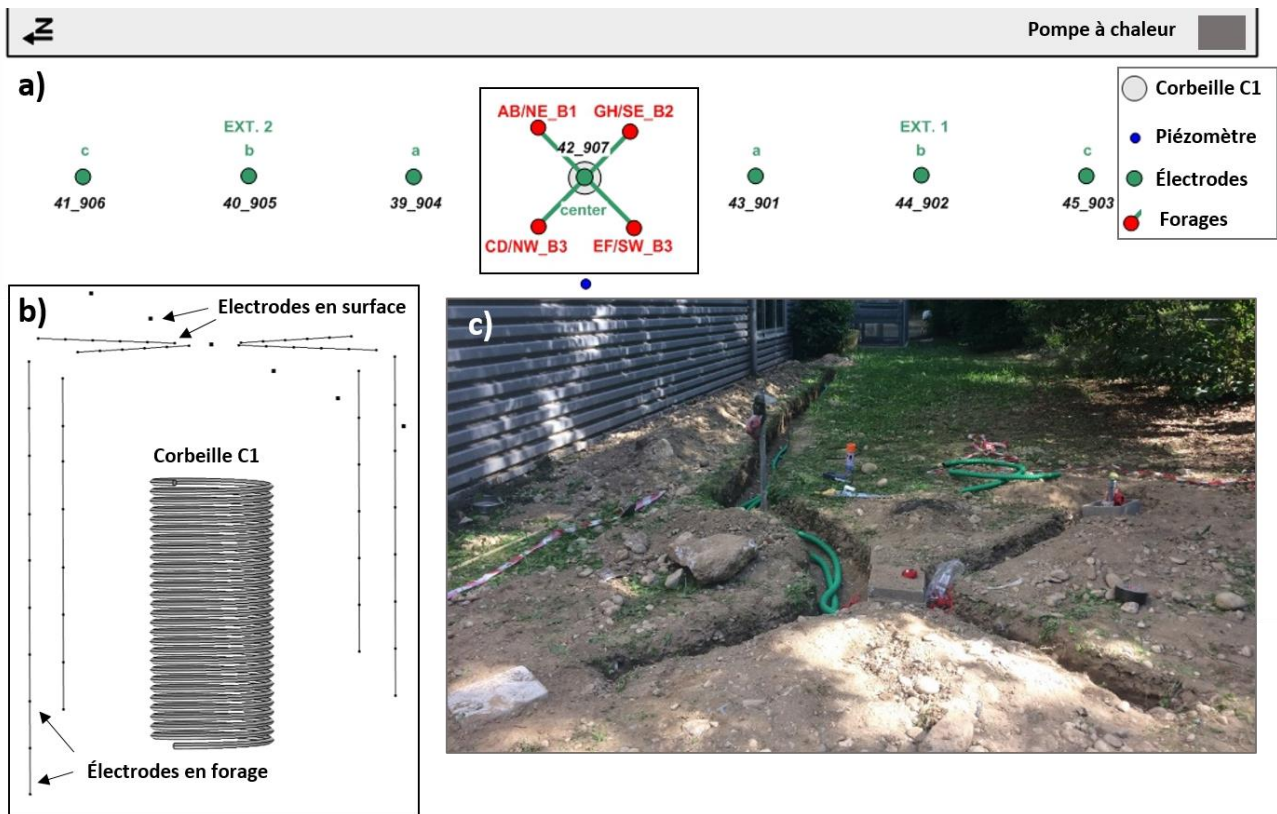


Figure 196. Nouveau dispositif de monitoring 3D pour l'expérience in-situ.

a) Vue en plan du dispositif de monitoring ; b) Vue 3D au niveau de la corbeille montrant les électrodes en fibrages ; c) Photographie du dispositif en cours d'installation.

Ensuite, nous avons créé notre propre protocole. Le protocole est classé afin d'éviter d'utiliser les électrodes d'injection comme électrodes de mesure peu de temps après l'injection (polarisation d'électrode). Nous avons aussi testé le protocole sur un cas synthétique (Figure 197).

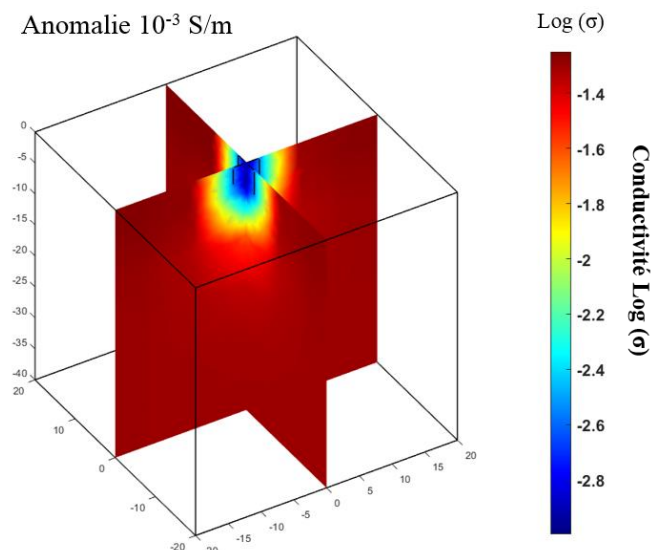


Figure 197. Distribution de conductivité pour un cas synthétique.

Une anomalie résistive de 10^{-3} S.m^{-1} est placée au niveau de la corbeille afin de simuler un noyau de glace. Le milieu a une conductivité de $5 \cdot 10^{-2} \text{ S.m}^{-1}$. Les dimensions du modèle sont indiquées en mètres.

Une nouvelle expérience a été réalisée avec ce dispositif durant l'hiver 2018-2019. Cette expérience consiste à suivre la formation du noyau durant la mise en marche de la corbeille puis la fonte de ce dernier et le retour à l'équilibre. La corbeille C1 est mise en route pendant 670 h et le retour à l'équilibre a été suivi pendant 839 h. Pour une question de bon fonctionnement de la pompe à chaleur, deux corbeilles supplémentaires sont aussi en route. Au total, le monitoring géophysique a duré 1545 h soit environ 64 jours. Il a été réalisé 33 acquisitions en Polarisation Provoquée et 27 acquisitions uniquement en résistivité (point bleu dans la Figure 198). Un première contrôle-qualité des données montre que la conductivité apparente diminue durant la formation du noyau de glace. Les données n'ont pas encore été inversées.

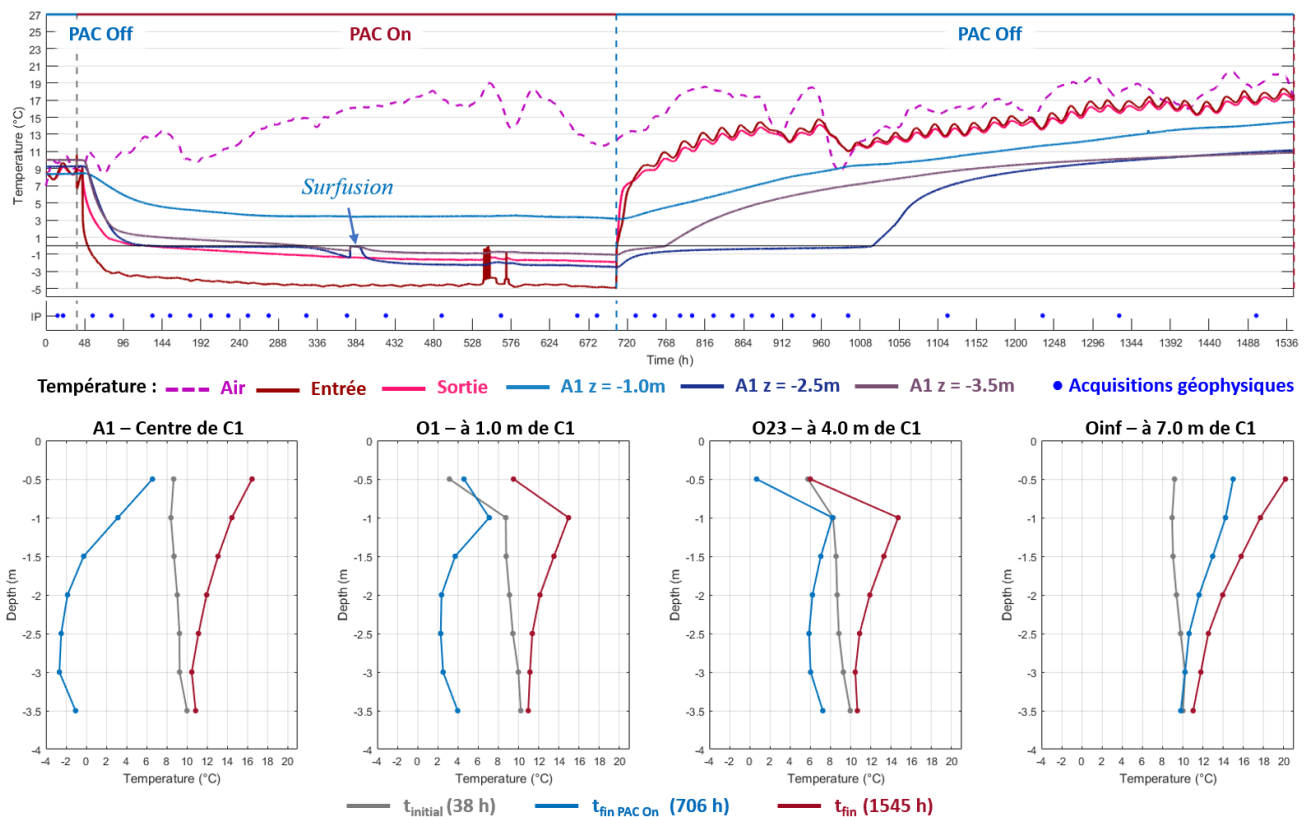


Figure 198. Suivi de température pour l'expérience in-situ.

Annexe M. Données techniques du sable siliceux

➤ Données du fournisseur



LABEL RESINE

Négoce de résines de maintenance, peinture et produits spéciaux
Epoxy, Polyuréthane, Acrylique, Métacrylate, Vinyl-ester
Industries – Collectivités – Particuliers

SABLE SILICEUX : TF 15

COMPOSITION CHIMIQUE

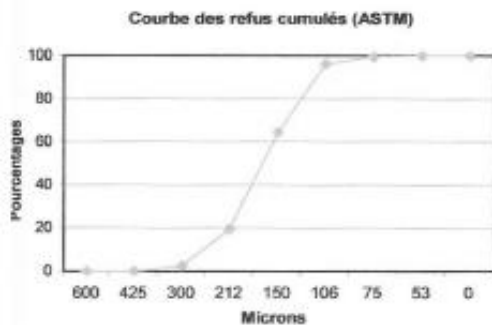
SiO₂ sup. à 98 %
Al₂O₃ inf. à 0,9 %
Fe₂O₃ inf. à 0,07 %
CaO inf. à 0,03 %
K₂O inf. à 0,5 %
TiO₂ inf. à 0,1 %

PROPRIETES PHYSIQUES

Densité apparente 1,4
Dureté (Mohs) 7
pH 7
Perte au feu inf. à 0,17 %
Humidité (sortie usine) inf. à 0,1 %

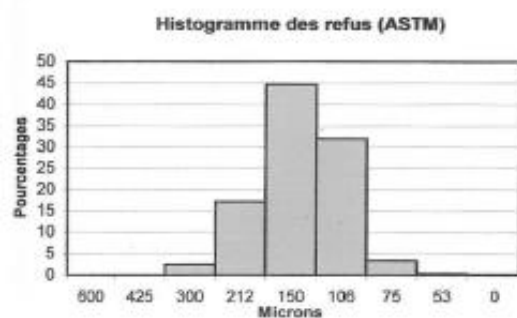
REPARTITION GRANULOMETRIQUE

Tamissage ASTM



n° de tamis	Ouv. de mailles en microns	Refus partiels %	Refus cumulés %	Tolérances refus cumulés %
30	600	0	0	0
40	425	0,04	0,04	0 - 1
50	300	2,37	2,41	0 - 3,5
70	212	17,14	19,55	12 - 29
100	150	44,80	64,35	56 - 75
140	106	31,94	96,29	93 - 100
200	75	3,30	99,59	98 - 100
270	53	0,32	99,91	99 - 100
Fond		0,09	100	100

Indice de finesse : 80 AFS
Tolérance : ± 5



Tamissage AFNOR (Valeurs indicatives)

Ouv. de mailles en microns	Refus partiels %	Refus cumulés %
400	0,03	0,03
315	1,51	1,54
250	4,71	6,25
200	14,93	21,19
160	21,64	42,83
125	38,83	81,66
100	16,08	97,74
80	1,92	99,66
Fond	0,34	100

LABEL RESINE Sarl – Z.I. Les Diguets – 27460 ALIZAY – Tel : 02.35.78.24.35 – Fax : 02.35.91.07.38.

RCS EVREUX – SIREN : 448 565 473 – Code APE : 4333 Z – N° TVA : FR08 448 565 473

Figure 199. Données du fournisseur du sable siliceux TF15.

➤ Analyse granulométrique

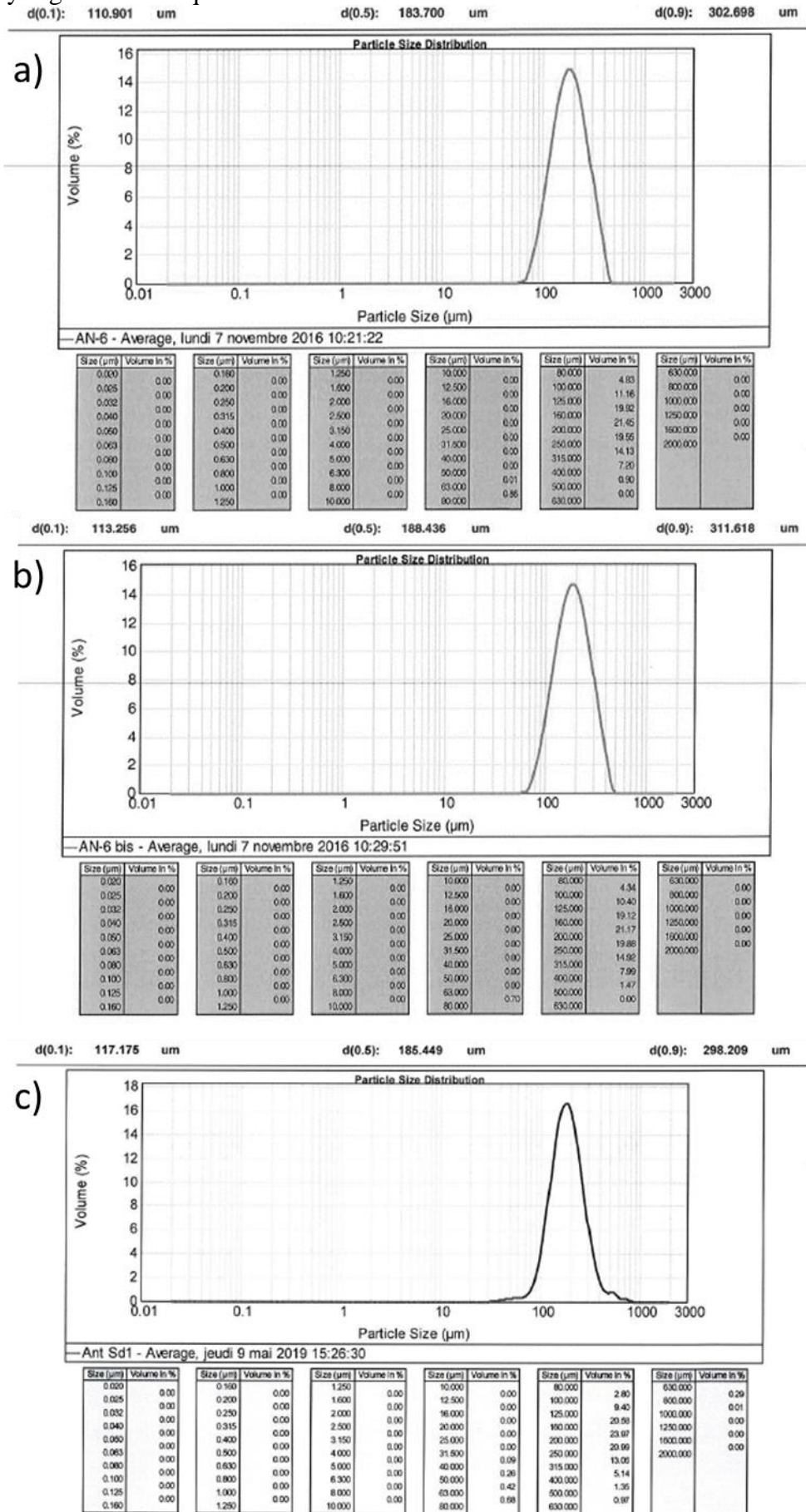


Figure 200. Analyses granulométriques par diffraction laser du sable silicieux TF15.

➤ Mesures en laboratoire de la conductivité thermique du sable Sd184

Table 41. Résumé des mesures de conductivité thermique pour chaque éprouvette.

Les valeurs correspondent à la moyenne des mesures pour chaque éprouvette. La porosité a été calculée à partir de mesure de masse et de volume. La diffusivité et la conductivité thermique ont été déterminées l'aide du capteur C-Therme TCi. La température ambiante correspond à la température du capteur. La température initiale correspond à la température de l'échantillon au début de la mesure et la température ΔT correspond à la variation de température liée à la chauffe de l'échantillon par le capteur.

Echantillon	ID. éprouvette	Porosité (-)	Diffusivité ($Ws^{1/2}.m^{-2}.K^{-1}$)	Conductivité ($W.m^{-1}K^{-1}$)	T initiale (°C)	T capteur (°C)	ΔT (°C)
Sable sec	1	39.5	1232.90 (± 18.66)	0.90 (± 0.02)	24.61 (± 0.03)	24.66 (± 0.03)	1.13 (± 0.01)
Sable sec	2	38.0	1139.90 (± 12.18)	0.79 (± 0.01)	25.18 (± 0.07)	25.27 (± 0.06)	1.16 (± 0.01)
Sable sec	9	36.53	1391.12 (± 4.54)	1.08 (± 0.01)	25.63 (± 0.00)	25.57 (± 0.01)	1.06 (± 0.00)
Sable sec	12	36.89	1363.38 (± 13.77)	1.04 (± 0.02)	22.34 (± 0.22)	22.43 (± 0.24)	1.10 (± 0.01)
Sable sec	13	36.61	1542.05 (± 17.55)	1.26 (± 0.02)	24.01 (± 0.17)	24.12 (± 0.17)	1.08 (± 0.01)
Sable saturé	3	33.2	2032.21 (± 13.84)	2.01 (± 0.12)	24.89 (± 2.01)	24.99 (± 0.03)	0.99 (± 0.00)
Sable saturé	4	33.8	2536.89 (± 42.00)	2.93 (± 0.14)	25.22 (± 2.93)	25.32 (± 0.04)	0.89 (± 0.00)
Sable saturé	5	33.18	2746.67 (± 45.56)	3.35 (± 0.17)	25.64 (± 3.35)	25.74 (± 0.05)	0.82 (± 0.00)
Sable saturé	14	35.72	2382.93 (± 4.22)	2.82 (± 0.01)	24.22 (± 2.82)	24.32 (± 0.15)	0.88 (± 0.00)
Sable saturé	15	35.26	2159.50 (± 34.67)	2.36 (± 0.07)	25.09 (± 2.36)	25.19 (± 0.09)	0.97 (± 0.01)
Sable saturé gelé	7	-	2850.72	3.30	0.55	0.71	0.90
Sable saturé gelé	8	-	2579.72 (± 244.52)	3.25 (± 0.53)	0.85 (± 1.58)	1.05 (± 1.56)	0.88 (± 0.07)
Sable saturé gelé	10	32.68	2503.99 (± 251.62)	2.96 (± 0.27)	1.10 (± 0.38)	1.26 (± 0.27)	0.93 (± 0.05)

Annexe N. Données techniques complémentaires pour l'expérience analogique

➤ Données climatiques pour la ville de Chambéry

Table 42. Données climatiques pour la ville de Chambéry.

Les données de la table a) proviennent de METEO FRANCE (2018), et celles de la table b) de Climate-Data.org (2018).

a)	Température minimale (°C)	Température maximale (°C)	Hauteur de précipitation (mm)	
Janvier	-1.4	5.8	102.6	
Février	-0.7	7.9	91.5	
Mars	2.1	12.6	100	
Avril	5.1	16.3	92.2	
Mai	9.7	20.8	104.2	
Juin	12.8	24.6	94.8	
Juillet	14.7	27.4	86.6	
Aout	14.2	26.6	91.7	
Septembre	11	22	111.8	
Octobre	7.4	16.7	122.6	
Novembre	2.5	10.1	105	
Décembre	-0.2	6.4	118	
Température minimale de 1981 à 2010 (°C)			6.5	
Température maximale de 1981 à 2010 (°C)			16.5	
Hauteur de précipitations de 1981 à 2010 (mm)			1221.0	
Nombre de jours avec des précipitations de 1981 à 2010 (j)			116.6	
Durée d'ensoleillement de 1991 à 2010 (h)			1870.3	

b)	Température minimale moyenne (°C)	Température maximale (°C)	Température moyenne (°C)	Hauteur de précipitation (mm)
Janvier	-2.5	5.1	1.3	62
Février	-1.3	7.5	3.1	69
Mars	1.7	12.6	7.1	74
Avril	5.2	16.2	10.7	68
Mai	8.8	20.2	14.5	79
Juin	12.1	23.8	17.9	78
Juillet	13.8	26.5	20.1	58
Août	13.3	25.6	19.4	77
Septembre	11.1	22.3	16.7	81
Octobre	6.7	16.2	11.4	75
Novembre	2.6	10.2	6.4	88
Décembre	-1.1	5.4	2.1	70

➤ Caractéristiques physico-thermiques du fluide glycolé

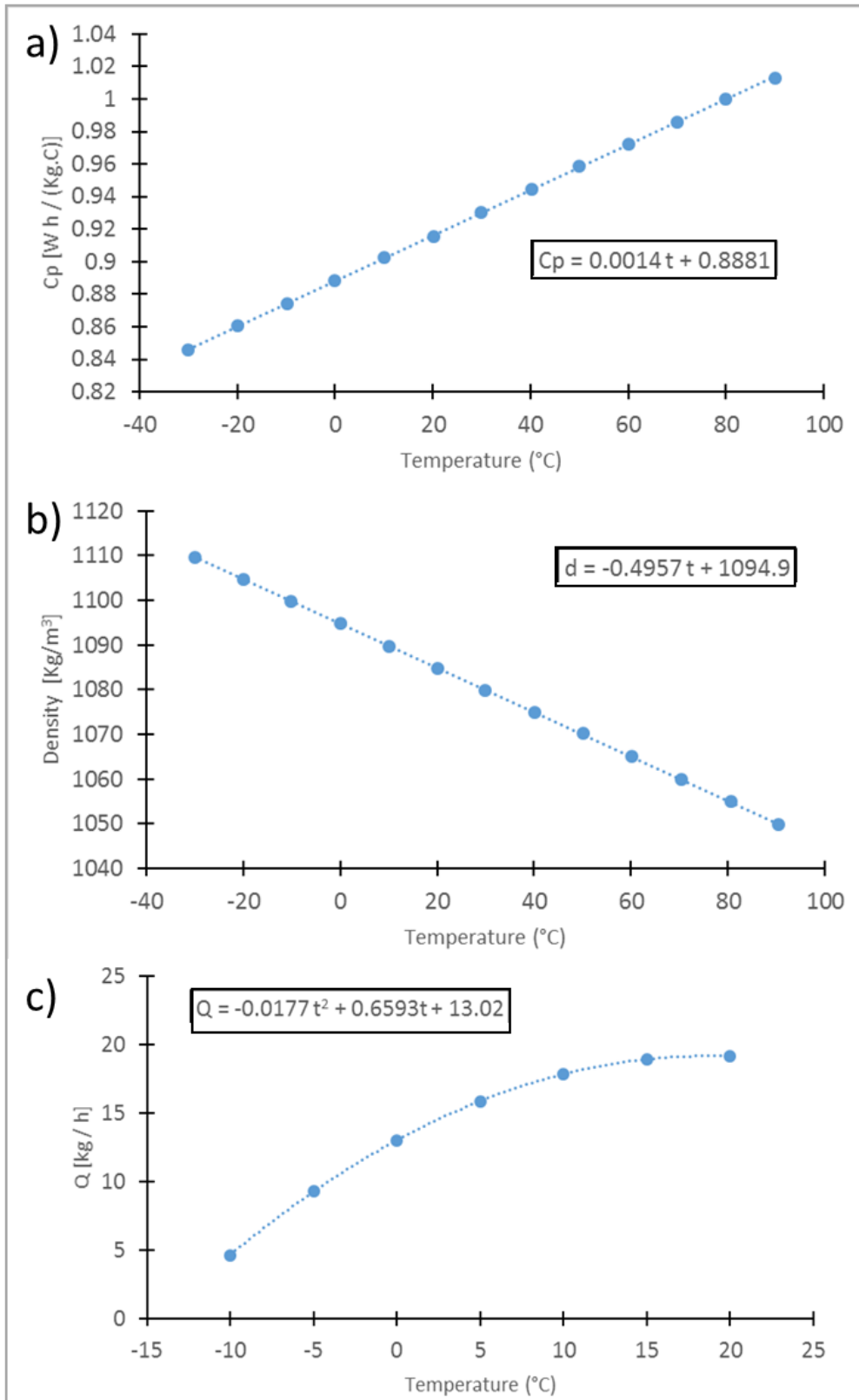


Figure 201. Caractéristiques thermiques du fluide KRYO 30.

a) Capacité calorifique, b) masse volumique, c) débit massique en fonction de la température. Le fluide circulant dans la corbeille géothermique est du KRYO 30. Les données pour les graphiques a) et b) sont extraites des spécifications techniques du fournisseur (LAUDA, 2008). Les tendances ont été ajustées à l'aide d'une fonction affine servant au programme Labview de régulation en puissance du bain. La tendance du débit volumique (graphique c) prend en compte l'effet de la température sur le débit volumique (lié à la viscosité) et sur la masse volumique. Elle sert au programme de régulation.

- Consigne de température des bains pour un cycle.

Table 43. Cycle en température : consignes pour la soufflerie et la corbeille géothermique.

Les paramètres $T_{\text{soufflerie}}$, $T_{\text{corbeille}}$ correspondent aux consignes en température indiquées pour les bains thermostatés de la soufflerie et la corbeille géothermique pour un cycle.

	T Soufflerie (°C)	T Corbeille (°C)	Durée (h)		T Soufflerie (°C)	T Corbeille (°C)	Durée (h)
1	10	9.8	0	17	8.69	7.79	1
2	12.16	9.8	3	18	6.58	4.16	3
3	14.23	9.8	3	19	4.63	1.13	3
4	16.09	9.8	3	20	2.93	-1.32	3
5	17.66	9.8	3	21	1.57	-3.17	3
6	18.87	9.8	3	22	0.6	-4.44	3
7	19.66	9.8	3	23	0.09	-5.11	3
8	19.99	9.8	3	24	0.04	-5.19	3
9	19.85	9.8	3	25	0.46	-4.69	3
10	19.24	9.8	3	26	1.34	-3.59	3
11	18.19	9.8	3	27	2.63	-1.91	3
12	16.76	9.8	3	28	4.26	0.37	3
13	15	9.8	3	29	6.17	3.24	3
14	13.01	9.8	3	30	8.26	6.69	3
15	10.87	9.8	3	31	10	9.8	2
16	10	9.8	1				

- Résumé des modifications des positions des thermocouples présents dans la cuve.

Table 44. Résumé des principales modifications du positionnement des capteurs de température.

Version	Date de modification	Nombre de thermocouples	Commentaires
1	2016/10/14	37	3 x PV ; 2 x PR ; 2 x Ex. ; 2 x VA ; 2 x Ref.
2	2016/12/20	43	3 x PV ; 3 x PR ; 2 x Ex. ; 2 x VA ; 2 x Ref.
3	2017/10/23	43	3 x PV ; 3 x PR ; 2 x Ex. ; 2 x VA ; 2 x Ref.
4	2017/12/29	54	3 x PV ; 3 x PR ; 2 x Ex. ; 6 x VA ; 2 x Ref.
5	2018/09/19	54	3 x PV ; 3 x PR ; 2 x Ex. ; 3 x VA ; 2 x Ref. + Isolation électrique de la corbeille géothermique
6	2018/10/24	54	3 x PV ; 3 x PR ; 3 x Ex. ; 2 x VA ; 2 x Ref.

- Calibration et vérification des thermocouples.

La calibration des thermocouples consiste à déterminer le polynôme du second degré ajustant les données à l'aide de la méthode des moindres carrés (Table 45). La vérification de la calibration consiste à comparer la température de référence (PT-100 dans le fluide glycolé) aux températures mesurées par nos thermocouples, pour différents paliers de température (gamme de température : -8 à 50°C).

Table 45. Polynômes de calibration pour les thermocouples.

Les voies 1 et 11 correspondent à la PT100 – 4 fils mesurant la température des soudures froides (boîtier en aluminium). La calibration permet de définir les coefficients *a*, *b* et *c* d'un polynôme du second degré. Les valeurs en bleu i.e. aux voies B3_5, B3_6, B3_7, B3_8 correspondent respectivement aux thermocouples mesurant la température du fluide glycolé à l'entrée de l'échangeur basal, à la sortie et à l'entrée de la corbeille et la sortie de la garde thermique.

	Boîtier 1			Boîtier 2			Boîtier 3		
Id THC	a	b	c	a	b	c	a	b	c
1	PT 100 – 4 fils								
2	-436637.544	26077.003	-0.620	-435663.245	26089.484	-0.609	-446774.093	26167.65	-0.69
3	-438987.827	26099.375	-0.637	-440776.947	26083.353	-0.585	-441523.902	26145.125	-0.672
4	-424839.816	26062.497	-0.621	-436865.755	26069.305	-0.574	-442077.645	26147.299	-0.668
5	-434442.684	26077.324	-0.617	-427200.698	26077.787	-0.594	-480831.497	26532.369	-1.039
6	-440519.553	26096.361	-0.623	-440521.260	26080.621	-0.574	-480013.159	26533.173	-1.041
7	-442540.983	26107.631	-0.631	-438955.940	26076.461	-0.576	-483621.448	26540.764	-1.057
8	-437915.668	26094.164	-0.624	-444010.022	26097.671	-0.592	-479274.927	26524.655	-1.039
9	-421734.309	26047.027	-0.608	-444361.247	26119.925	-0.620	-363157.151	25509.838	-0.132
10	-436411.401	26092.571	-0.634	-443661.661	26093.163	-0.608	-360718.58	25508.373	-0.137
Id THC	a	b	c	a	b	c	a	b	c
11	PT 100 – 4 fils								
12	-433951.814	26081.199	-0.620	-440106.994	26108.604	-0.621	-448814.842	26141.553	-0.667
13	-436561.336	26100.220	-0.634	-428455.979	26060.283	-0.596	-443498.783	26180.777	-0.715
14	-437003.248	26078.371	-0.616	-439314.254	26097.714	-0.615	-453675.261	26180.258	-0.705
15	-436208.866	26084.342	-0.630	-442808.337	26092.549	-0.615	-449802.643	26178.481	-0.702
16	-440671.923	26097.029	-0.636	-434210.695	26080.068	-0.610	-445344.311	26182.72	-0.713
17	-428418.450	26074.206	-0.627	-438407.392	26084.892	-0.622	-441069.712	26138.804	-0.675
18	-429483.555	26067.654	-0.618	-424209.484	26074.527	-0.640	-440337.315	26164.002	-0.706
19	-420013.767	26064.136	-0.627	-436636.190	26110.664	-0.632	-445323.646	26166.24	-0.706
20	-434443.473	26091.252	-0.629	-442064.666	26102.245	-0.610	-442391.501	26157.86	-0.701

➤ Acquisition des débits : système et calibration.

Le signal envoyé par les débitmètres est décrypté par les compteurs Red Lion PAXI. Les compteurs sortent un signal 4/20 mA qui est enregistré par la centrale d'acquisition au niveau des deux voies 4/20 mA de la dernière carte (carte 3). Une calibration par méthode volumétrique a été effectuée par ajustement linéaire (Table 46).

Table 46. Coefficient de calibration des débitmètres.

Le polynôme de premier degré a été obtenu avec 5 points calibration. L'unité des débits est le L/h.

	Coefficient a	Coefficient b	R ²
Débitmètre circuit corbeille	17529	-69.522	0.9982
Débitmètre circuit précipitations	17551	-69.63	0.9973

➤ Système de pesée :

$$m = a U$$

8.11

où, *m* est la masse de la cuve (kg) ; *a* le facteur de calibration (Kg.V⁻¹) ; *U* la tension renvoyée par les capteurs (V). Le facteur de calibration est de 300 Kg.V⁻¹.

Annexe O. Compléments d'informations sur les essais réalisés

➤ Compléments de l'essai A – milieu sec, échelon de température

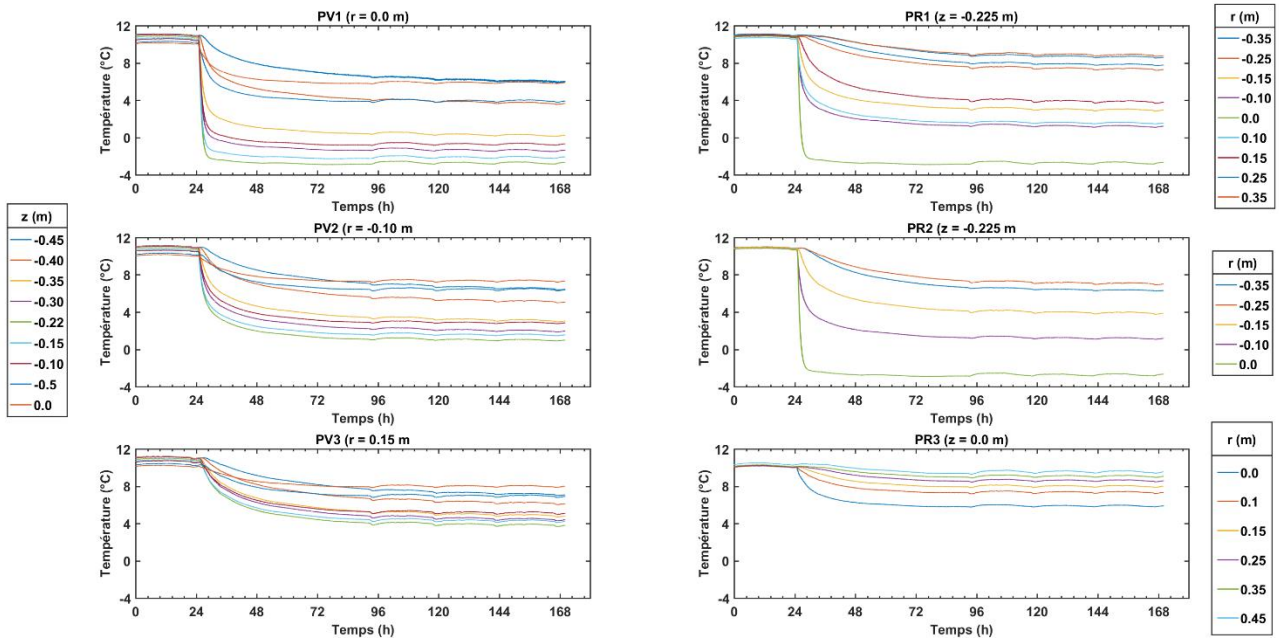


Figure 202. Evolution des températures du milieu modèle au cours de l'essai A.

Les figures de gauche présentent le suivi de température pour les profils verticaux, de haut en bas, le profil au centre de la cuve (PV1), puis les profils à 10 cm (PV2) et 15 cm (PV3) du centre de la cuve. Les couleurs indiquent la profondeur du thermocouple. Les figures de droite présentent le suivi de température des profils radiaux, où PR1 et PR2 sont dans le plan horizontal passant par le centre de la corbeille. Ces deux profils se croisent perpendiculairement. Le profil PR3 se situe à la surface. Les couleurs indiquent la distance du thermocouple par rapport au centre de la cuve.

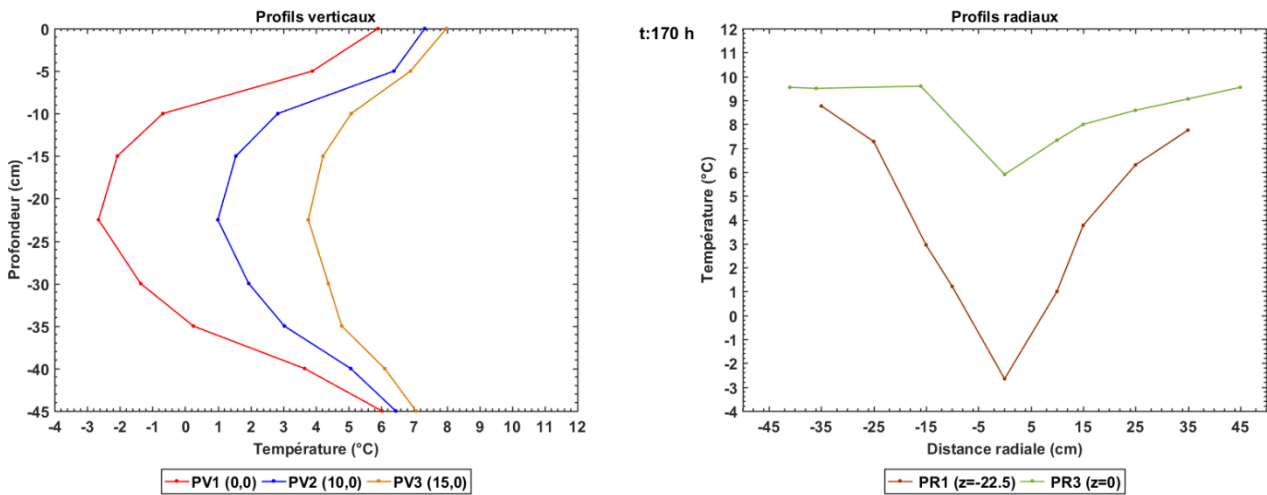


Figure 203. Profils de température en fin de l'essai A.

Les figures de gauche et de droite montrent respectivement les profils verticaux et radiaux de température à la fin de l'essai i.e. lorsque l'anomalie thermique est pleinement développée.

➤ Compléments de l'essai B – milieu sec, cycle de température

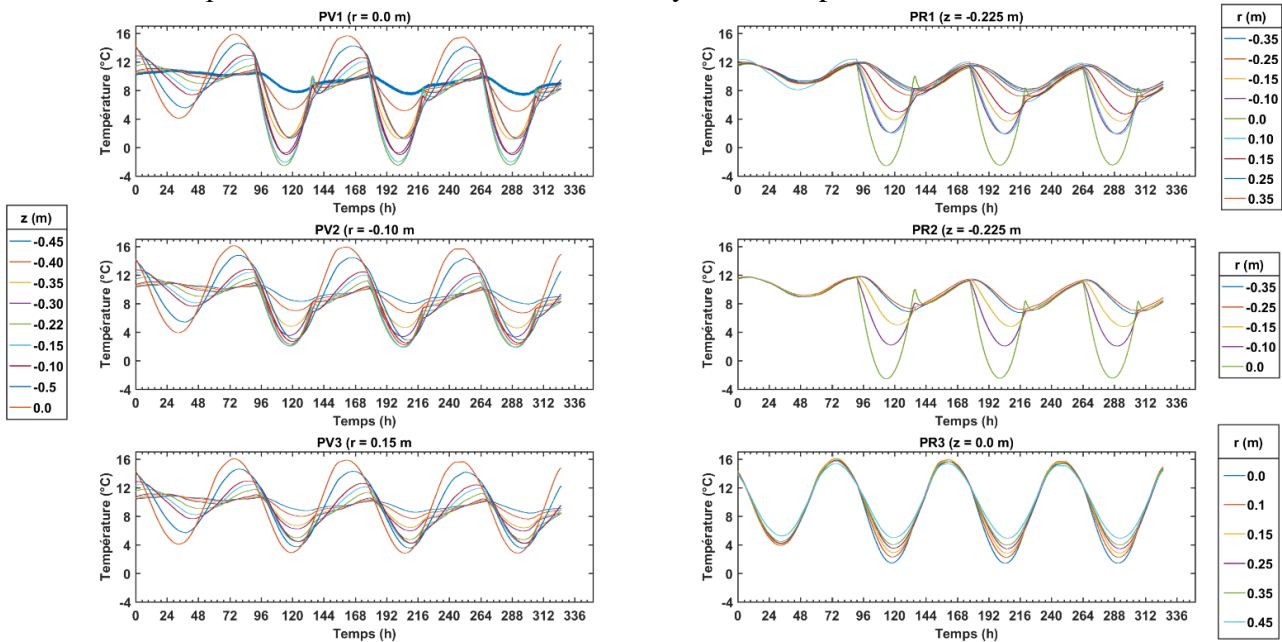


Figure 204. Evolution des températures du milieu modèle au cours de l'essai B.

Légende similaire à la Figure 202.

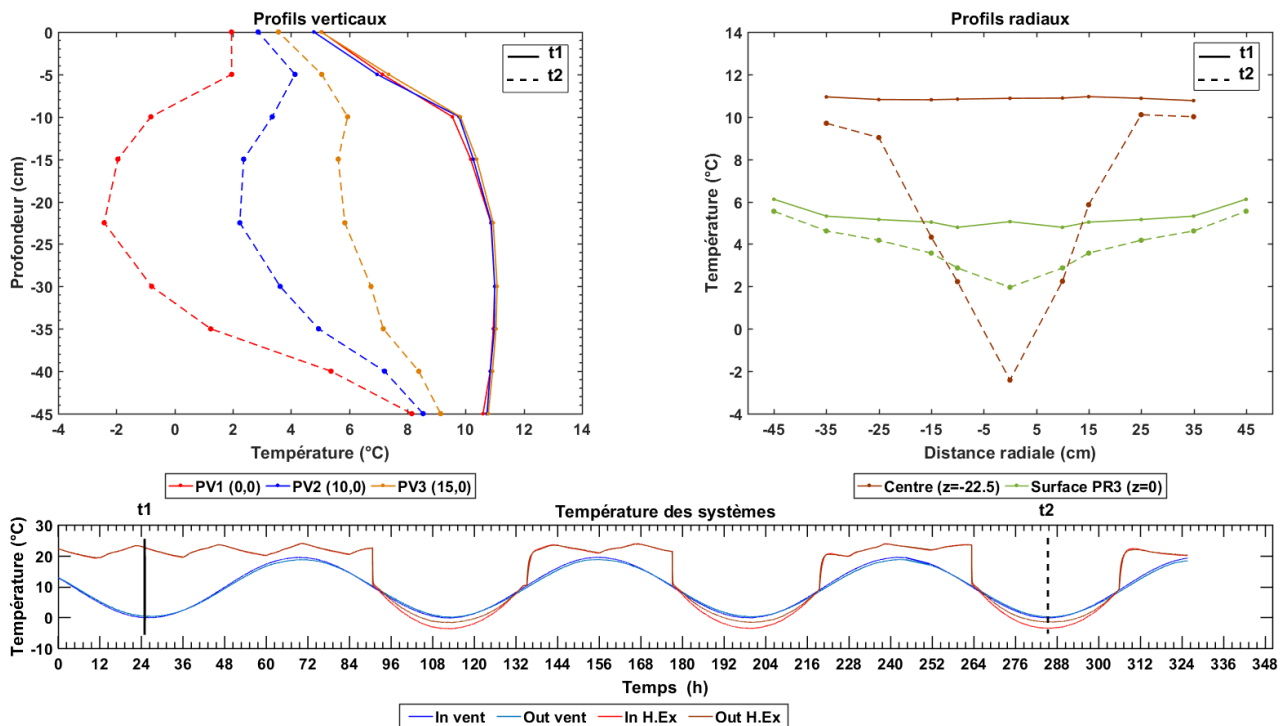


Figure 205. Profils caractéristiques de température au cours de l'essai B.

Les figures de gauche et de droite montrent respectivement les profils verticaux et radiaux de température aux temps les plus froids du cycle. Les courbes en trait plein correspondent au cycle sans corbeille et les courbes en pointillé au dernier cycle avec la corbeille en fonctionnement comme le montre la figure du bas. Sur cette dernière figure, les courbes en bleu correspondent aux températures de l'air entrant (In vent) et sortant (Out vent) de la cuve. Les courbes en rouge correspondent aux températures du fluide glycolé entrant (In. H.Ex) et sortant (Out H.Ex.) de la corbeille.

➤ Essai C – milieu saturé, échelon de température sans changement de phase

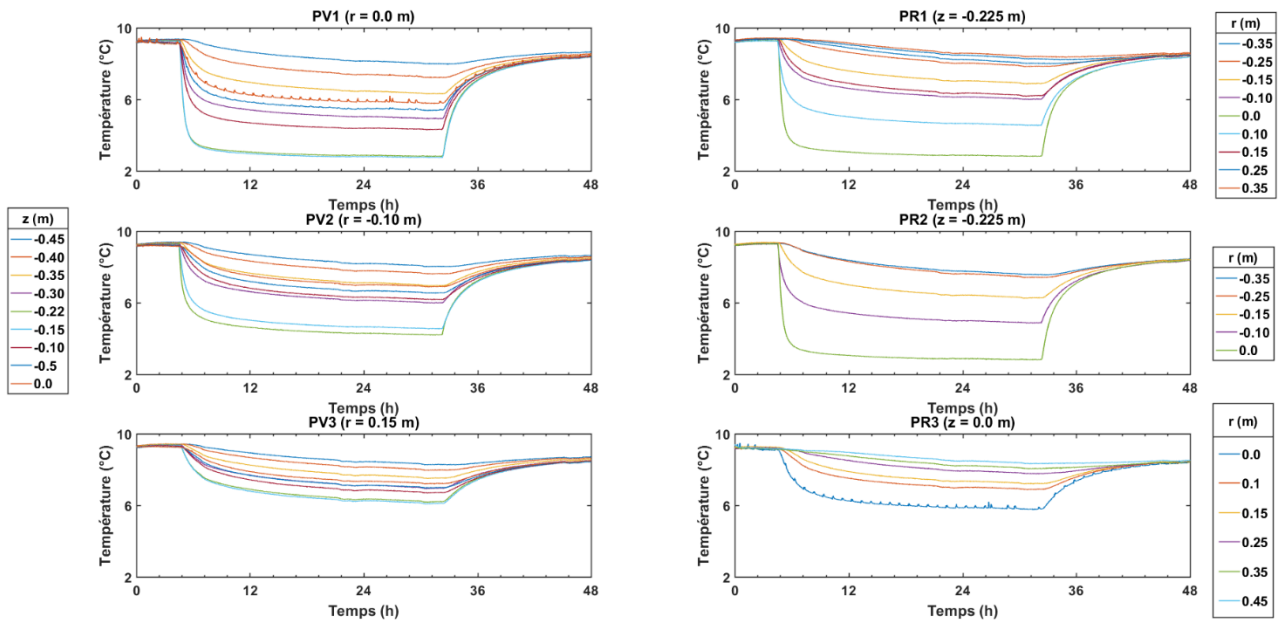


Figure 206. Evolution des températures du milieu modèle au cours de l'essai C.
Légende similaire à la Figure 202.

➤ Essai D – milieu saturé, échelon de température négative à -3.5°C

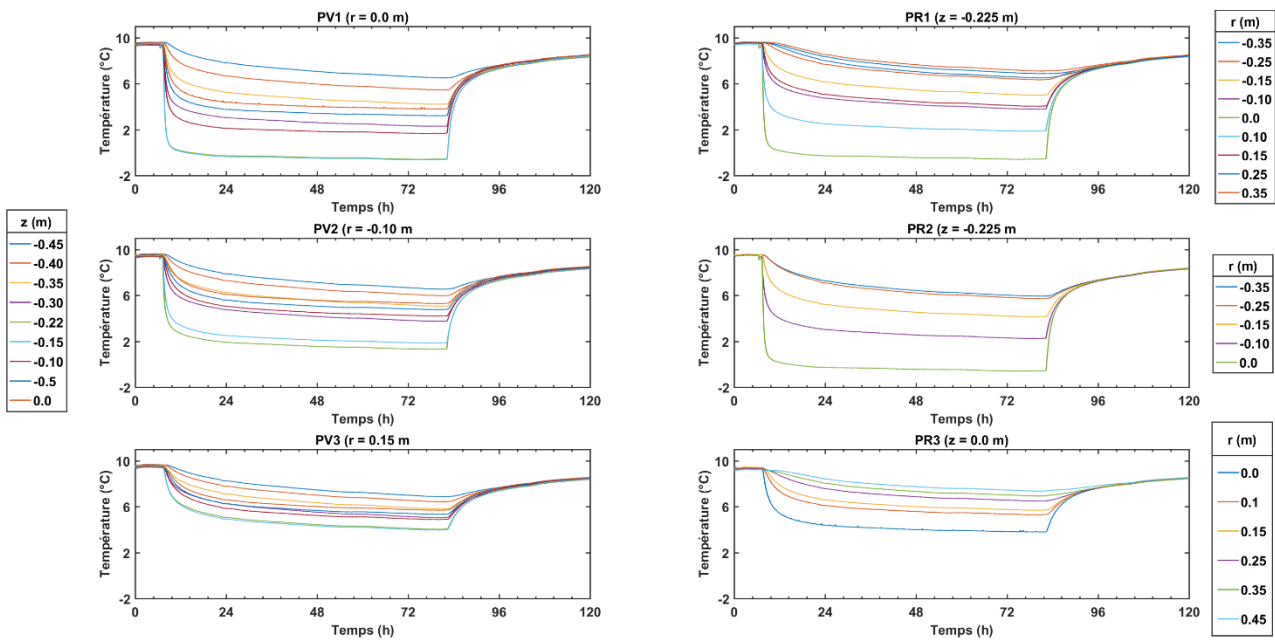


Figure 207. Evolution des températures du milieu modèle au cours de l'essai D.
Légende similaire à la Figure 202.

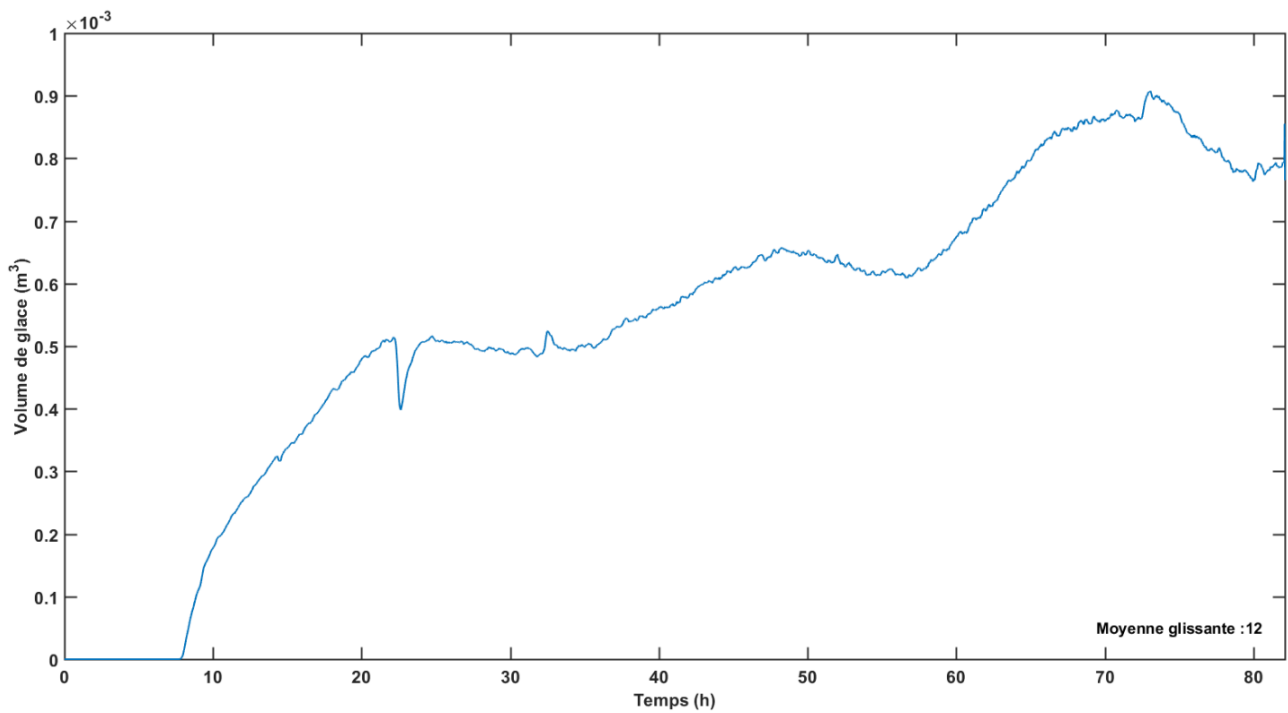


Figure 208. Evolution du volume de glace au cours de l'essai D.

Le volume de glace est estimé à partir des mesures de température (voir partie 6.3).

➤ Essai E – milieu saturé, cycle de prélèvement

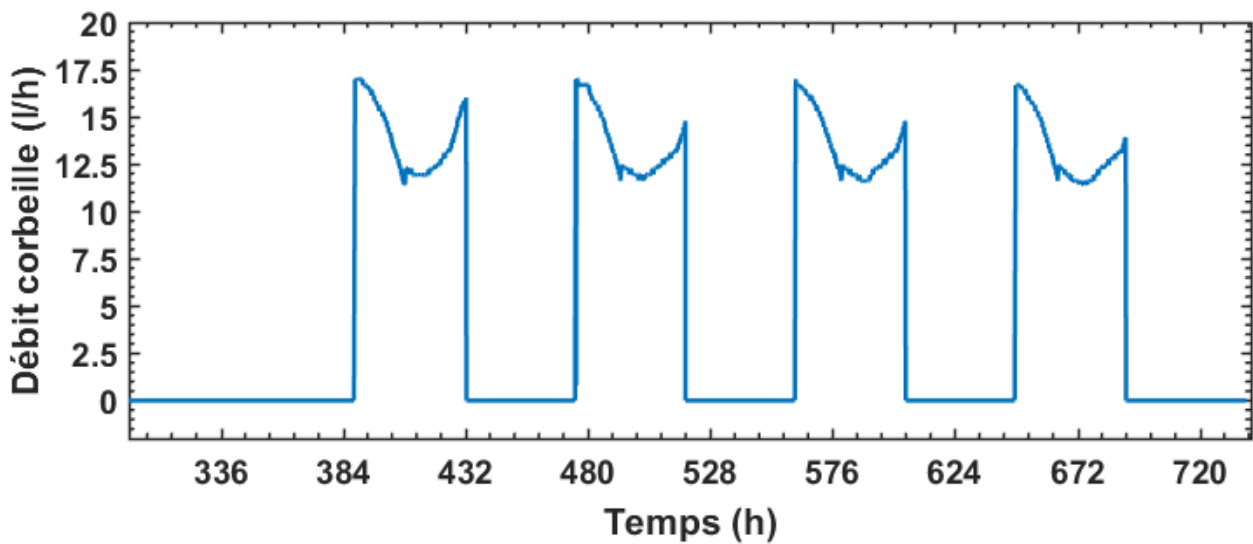


Figure 209. Evolution du débit de la corbeille au cours des cinq derniers cycles de l'essai E.

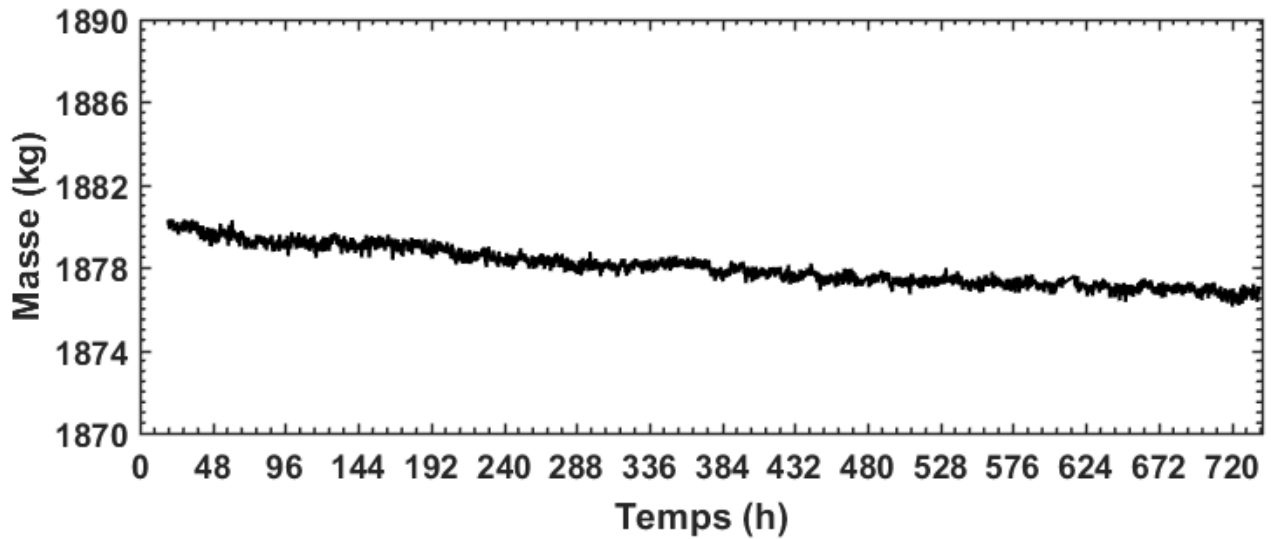


Figure 210. Evolution de la masse de la cuve au cours de l'essai E.
L'évolution de la masse a été lissée à l'aide d'une moyenne glissante sur 30 minutes.

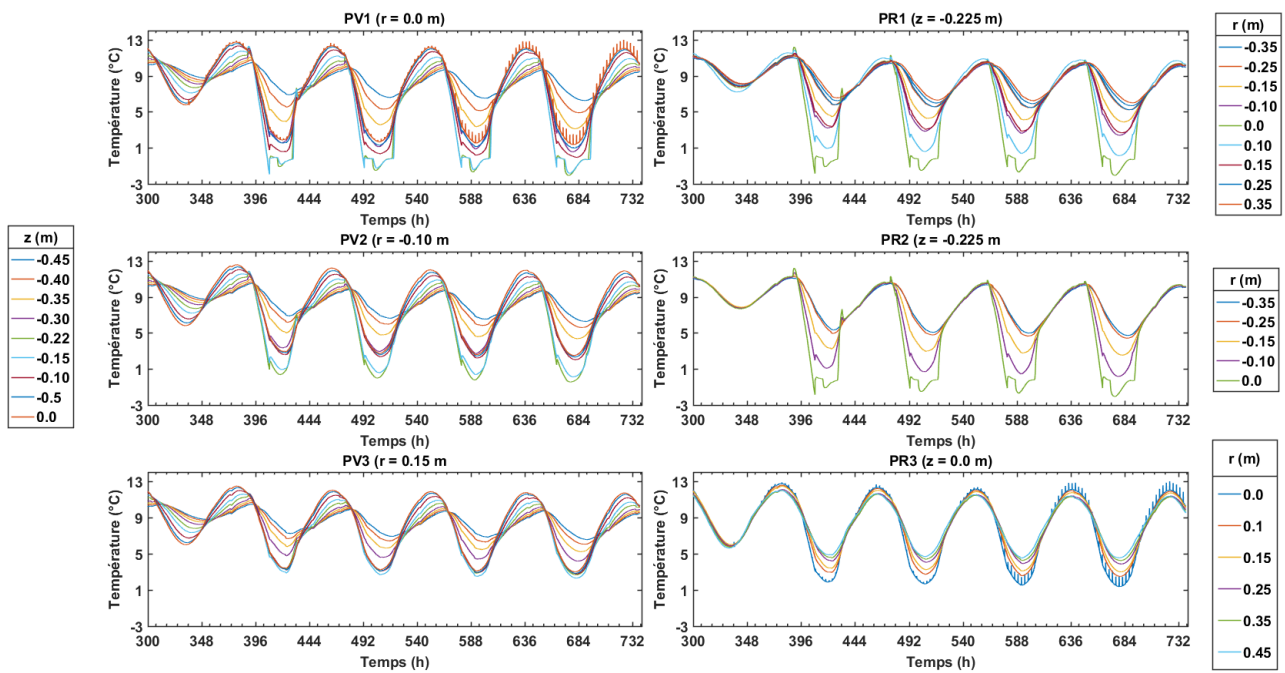


Figure 211. Evolution des températures du milieu poreux au cours des cinq derniers cycles de l'essai E.

Légende similaire à la Figure 202.

Annexe P. Suivi des acquisitions géophysiques pour l'essai E

Table 47. Carnet de suivi du monitoring géophysique.

Nom	Nombre acquisition	Date du fichier AMP	Date carnet/logiciel	Commentaires
LIACCI01 4D/3h	14	19/02/03 01:39:19	19/02/02 15:33:00 19/02/02 16:39:13	- Electrode exclue : aucune. - Départ direct.
LIACCI02 4D/3h	19	19/02/04 17:40:58	19/02/04 07:40:00 19/02/04 08:40:58	- Electrode exclue : aucune. - Départ différé : création à 7h40.
LIACCI03 4D/3h	15	19/02/07 03:11:47	19/02/06 17:15:00 19/02/06 18:11:47	- Electrode exclue : aucune. - Départ différé : création à 17h15.
LIACCI04 4D/3h	24	19/02/09 01:39:20	19/02/08 15:35:00 19/02/08 16:39:20	- Electrode exclue : aucune. - Départ direct.
LIACCI05 4D/3h	17	19/02/11 23:44:20	19/02/11 13:44:00 19/02/11 14:44:20	- Electrode exclue : aucune. - Départ différé : création à 13h44.
LIACCI07 4D/3h	13	19/02/14 04:50:43	19/02/13 19:50:00 19/02/13 19:50:43	- Electrode exclue : aucune. - Départ direct.
LIACCI08 4D/3h	33	19/02/15 17:30:46	19/02/15 07:30:00 19/02/15 08:30:46	- Electrode exclue : aucune. - Départ différé : création à 07h30. - Arrêt : 0.0L dans le bécher de la veine d'air.

Table 48. Résistance de contact des électrodes pour l'essai en sable saturé.

Le test de résistance est fait avec une intensité de 1 mA. Dans la table, les trois valeurs de résistance correspondent respectivement aux tests du 1^{er}, 5^{ème} et 8^{ème} fichiers, i.e. aux temps 336, 552, 645 h.

Id Electrode	Résistance (kΩ)	Id Electrode	Résistance (kΩ)	Id Electrode	Résistance (kΩ)	Id Electrode	Résistance (kΩ)
1	6.1/8.6/8.6	17	6.0/7.0/7.2	33	10.2/7.8/9.7	49	5.6/5.1/5.0
2	6.1/6.9/7.4	18	6.2/5.5/6.3	34	10.1/7.8/9.6	50	5.7/4.9/4.8
3	6.7/8.3/8.5	19	6.5/5.6/7.2	35	6.4/5.7/5.7	51	6.0/5.0/5.0
4	4.9/4.3/4.2	20	6.3/5.3/6.9	36	13.1/11.0/10.9	52	7.0/7.7/8.2
5	5.8/7.6/8.2	21	10.3/10.2/38.1	37	9.4/8.5/7.9	53	6.2/4.9/4.8
6	6.5/7.6/7.7	22	6.9/7.5/23.9	38	6.8/6.7/7.7	54	5.5/4.2/4.3
7	6.3/5.9/5.8	23	9.5/7.7/8.6	39	9.8/7.9/7.6	55	6.5/8.3/9.3
8	6.5/7.7/7.9	24	6.9/6.9/8.4	40	5.1/6.1/6.2	56	9.4/8.2/8.6
9	6.9/8.3/8.4	25	9.1/8.0/8.4	41	6.7/7.9/14.4	57	7.3/6.2/6.1
10	6.0/5.3/5.2	26	11.5/16.0/16.0	42	9.4/8.6/8.7	58	10.1/8.0/8.1
11	6.3/7.0/7.0	27	7.1/6.8/8.5	43	10.0/7.0/7.1	59	10.2/9.1/7.4
12	6.0/7.1/6.9	28	5.8/5.9/11.0	44	9.5/7.7/8.2	60	27.3/43.2/34.5
13	6.3/6.6/6.7	29	6.4/6.6/10.6	45	10.5/9.2/9.6	61	9.7/6.2/7.9
14	6.1/6.3/6.5	30	6.2/5.6/21.9	46	9.9/7.2/7.3	62	39.3/14.8/22.2
15	5.5/7.8/8.3	31	7.1/6.1/8.1	47	9.1/6.7/6.7		
16	9.7/10.2/10.3	32	6.4/6.1/8.1	48	10.9/8.5/8.5		

Annexe Q. Compléments - suivi géophysique de l'essai E

➤ Distributions de température et de conductivité électrique

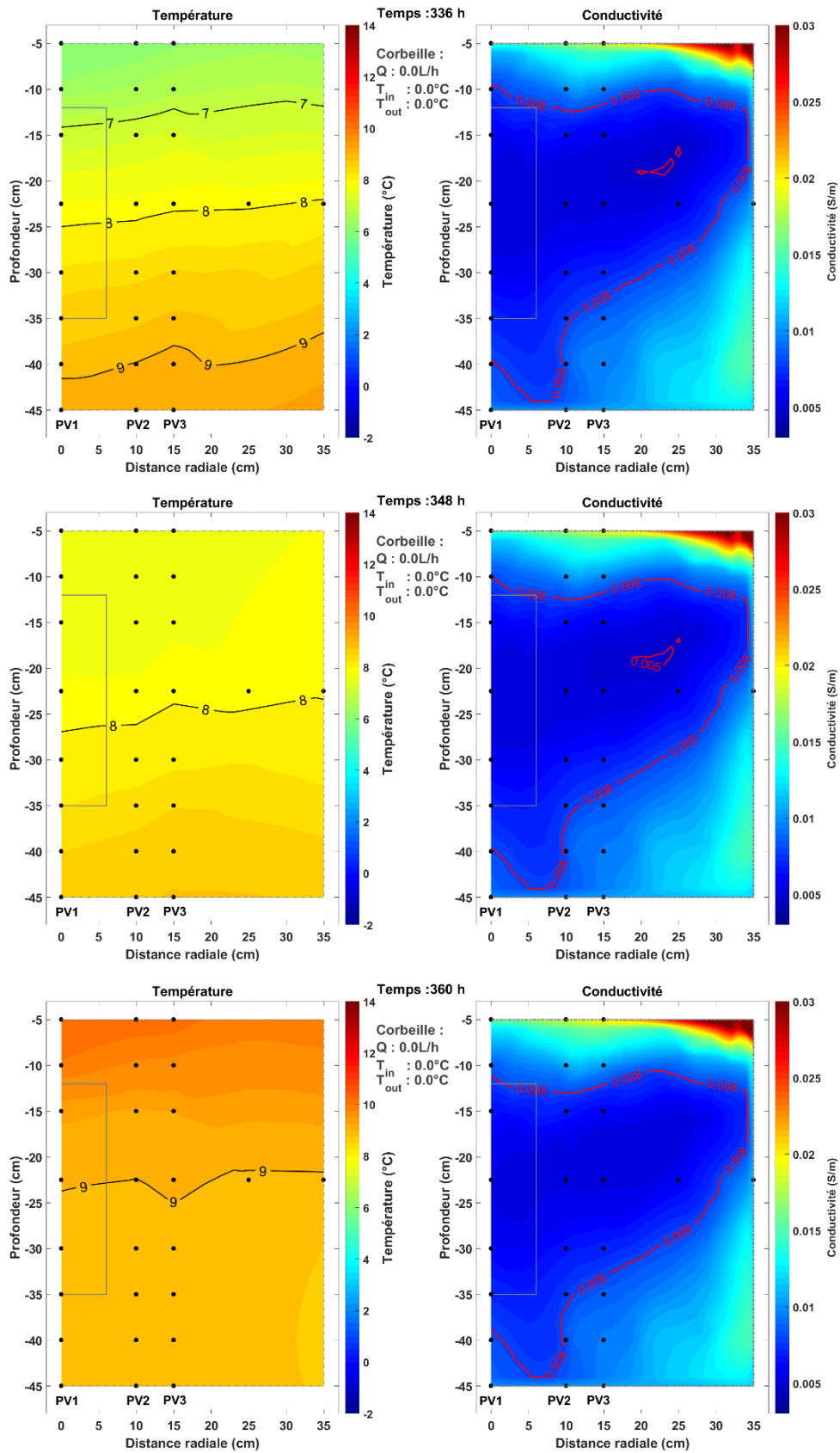


Figure 212. Distribution spatiale de température et de conductivité, pour les acquisitions aux temps 336, 348 et 360.

Légende : voir Figure 145.

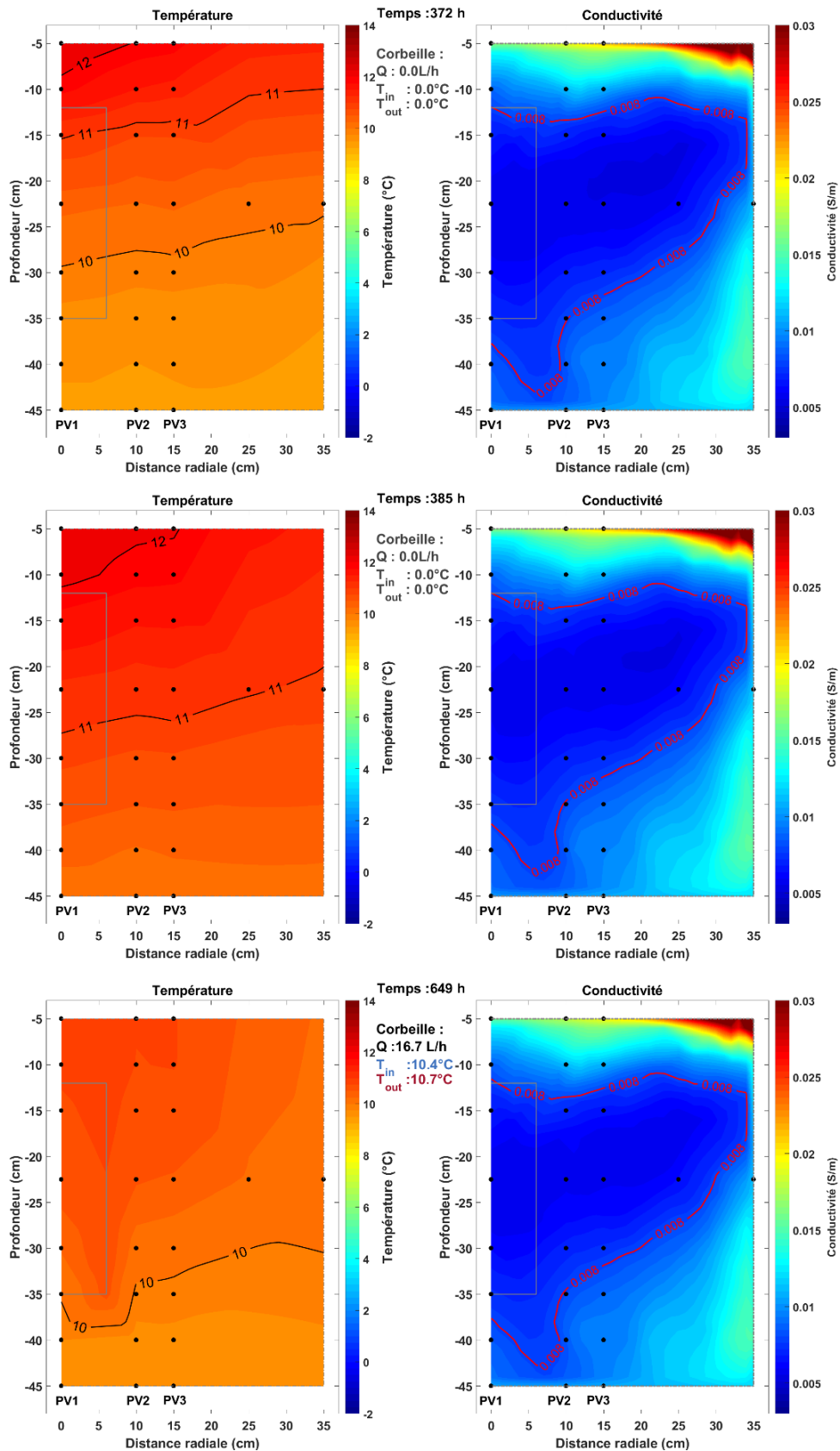


Figure 213. Distribution spatiale de température et de conductivité, pour les acquisitions aux temps 372, 385 et 649 h.

Légende : voir Figure 145.

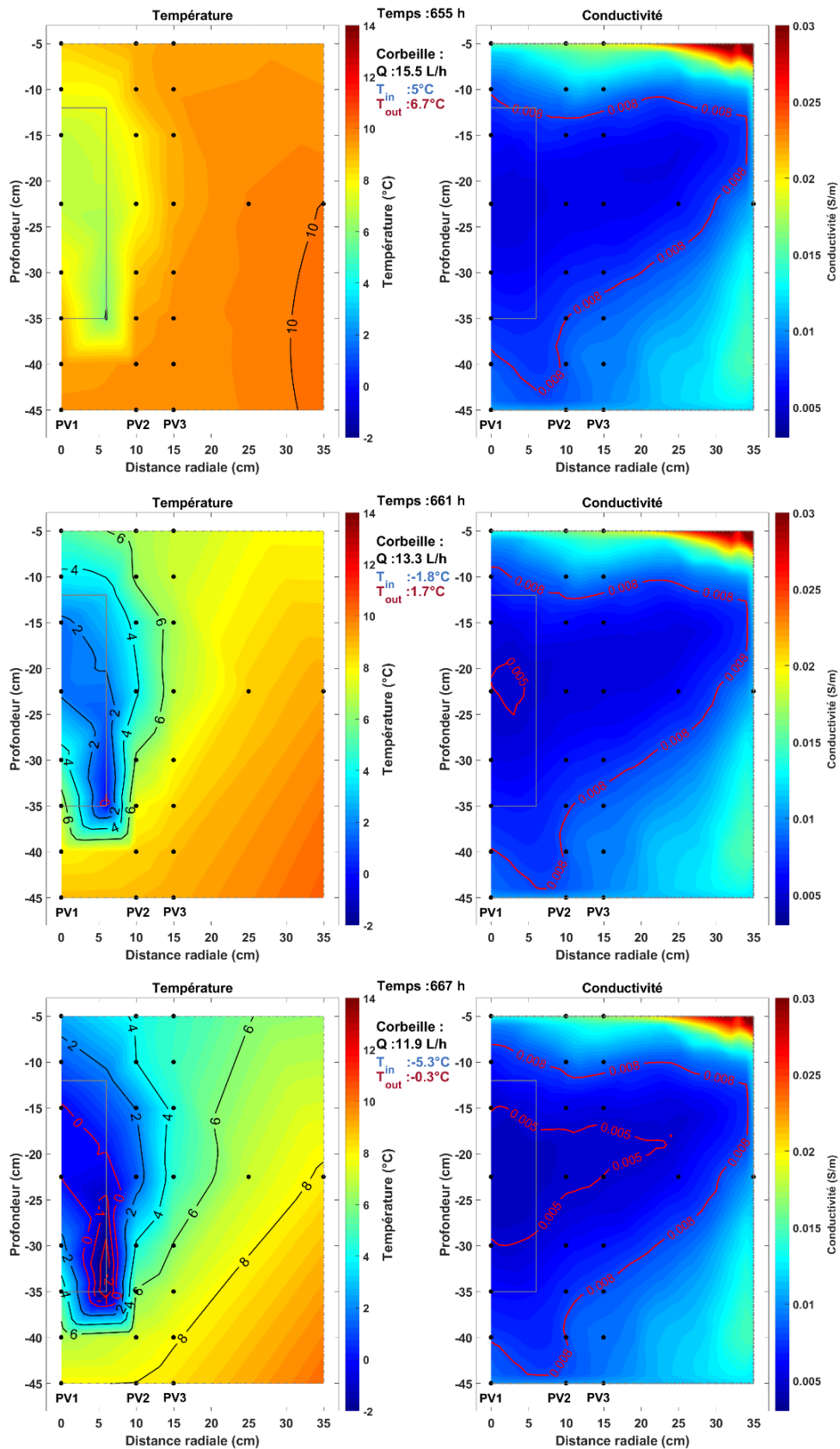


Figure 214. Distribution spatiale de température et de conductivité, pour les acquisitions aux temps 655, 661 et 667 h.

Légende : voir Figure 145.

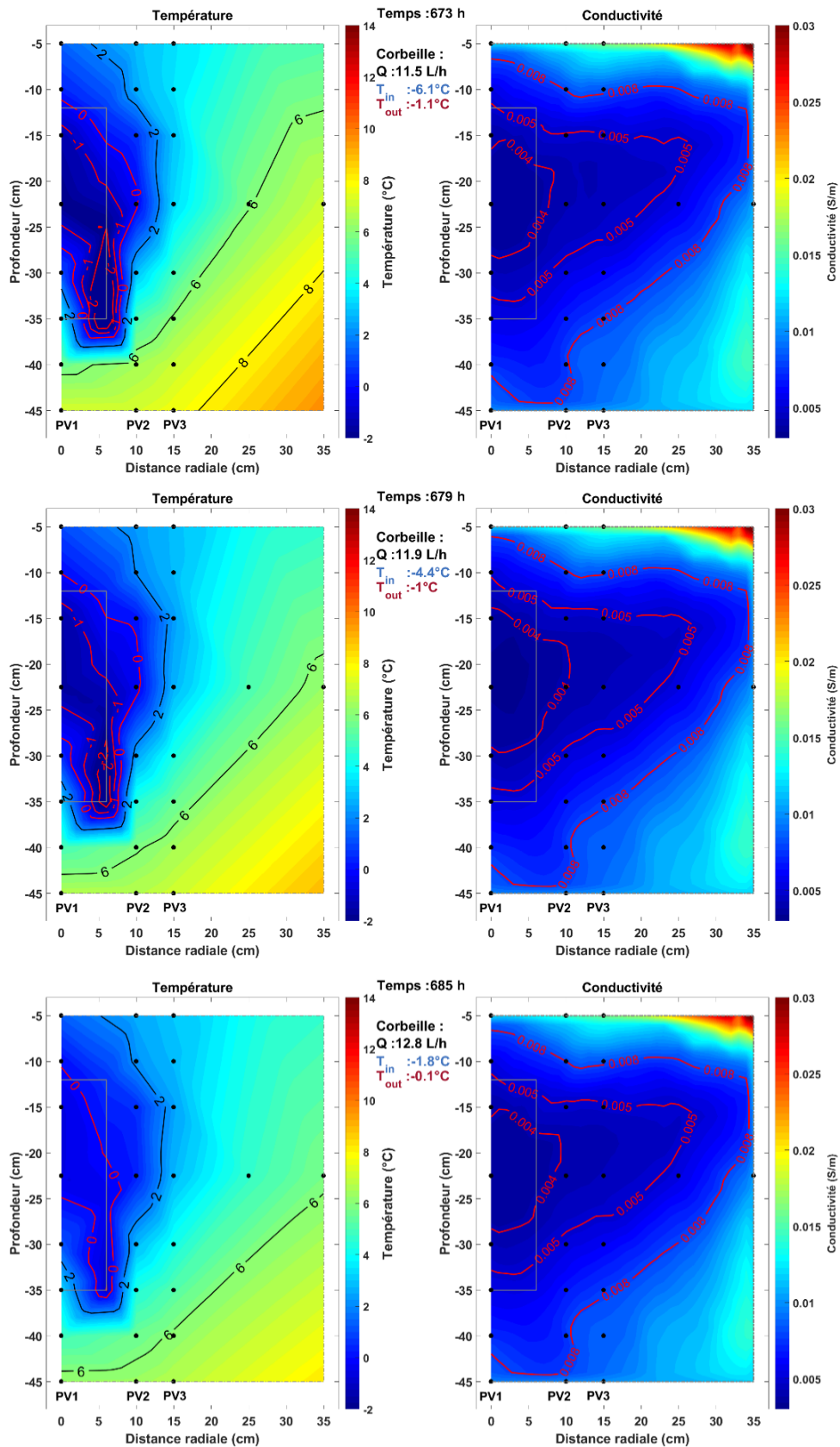


Figure 215. Distribution spatiale de température et de conductivité, pour les acquisitions aux temps 673, 679 et 685 h.

Légende : voir Figure 145.

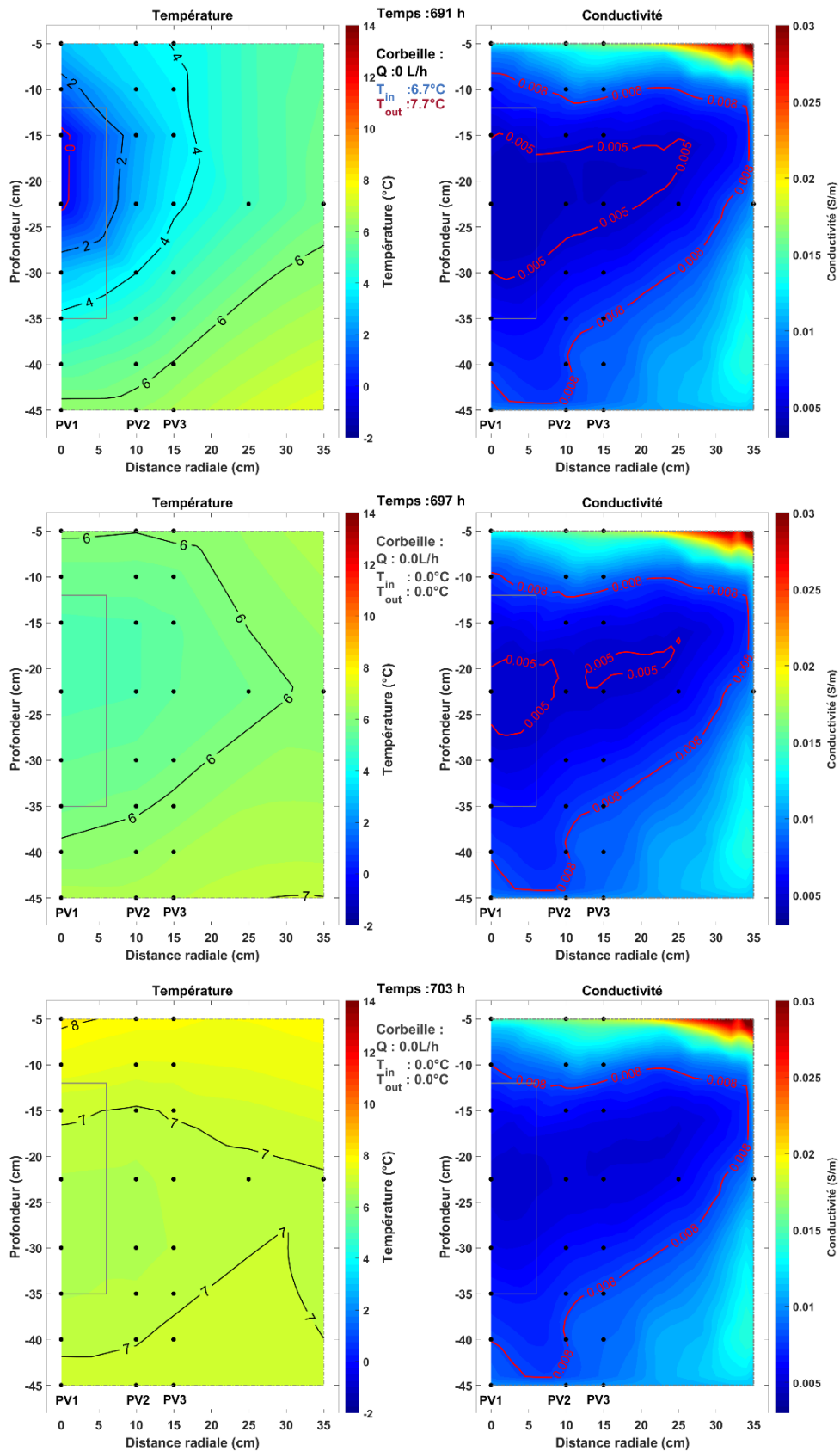


Figure 216. Distribution spatiale de température et de conductivité, pour les acquisitions aux temps 691, 697 et 703 h.

Légende : voir Figure 145.

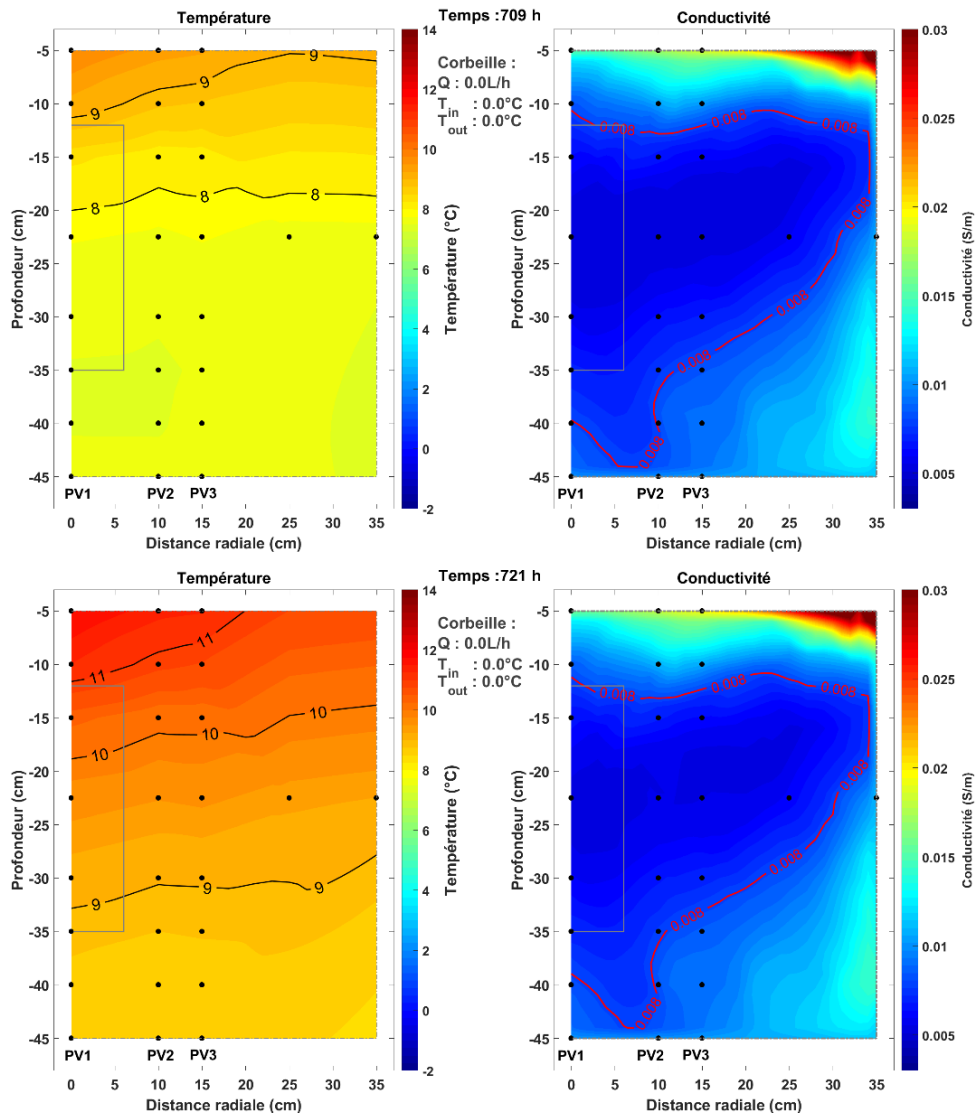


Figure 217. Distribution spatiale de température et de conductivité, pour les acquisitions aux temps 709 et 721 h.
Légende : voir Figure 145.

➤ Distributions de température et de conductivité électrique et de sa variation

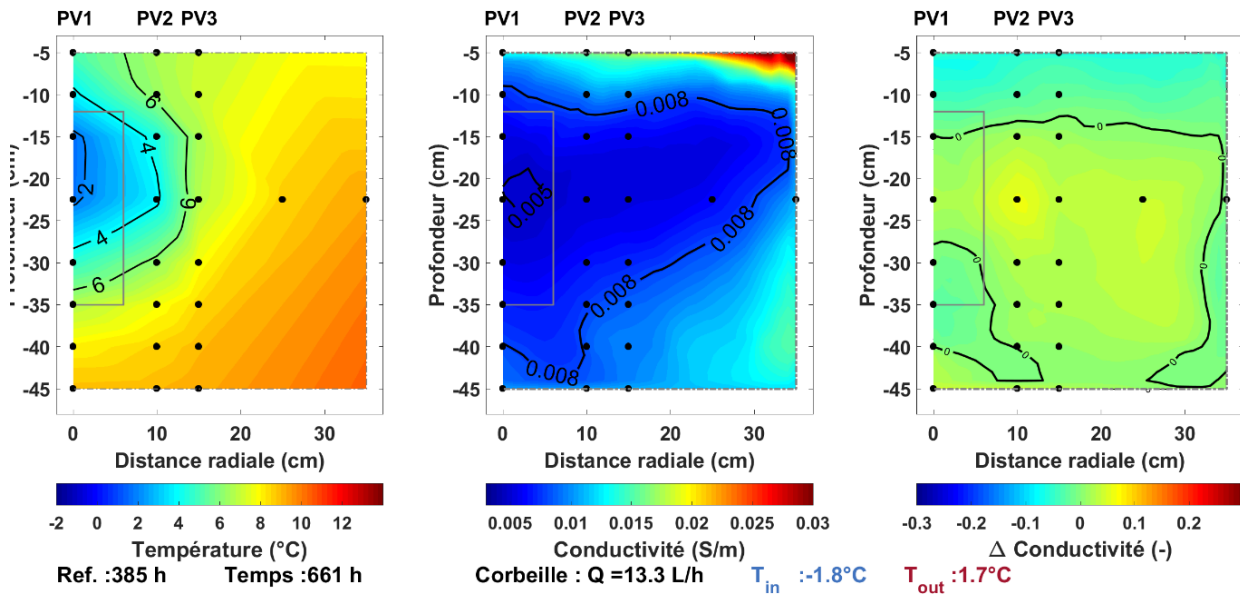


Figure 218. Distribution spatiale de température, de conductivité et d'écart à la conductivité théorique, calculé sans imposer la température du sol à l'aplomb des spires, au temps 661 h.

De gauche à droite, les distributions de température, de conductivité et les écarts de conductivité par rapport à la valeur théorique (équation 7.7) sont représentées. Ces distributions spatiales ont été calculées en interpolant linéairement sur une grille d'un centimètre de côté, les données de température et de conductivité pour le demi-plan nommé X+. Les mesures de température sont représentées par les points noirs. La corbeille est représentée par le rectangle gris. Les abréviations PV1, PV2 et PV3 correspondent respectivement aux profils verticaux PV1 ($dr = 0.0\text{ m}$), PV2 ($dr = 0.1\text{ m}$) et PV3 ($dr = 0.15\text{ m}$). Les caractéristiques du fluide glycolé circulant dans la corbeille sont indiquées au centre des sections avec les labels suivants : Q pour le débit, T_{in} pour la température du fluide entrant et T_{out} pour la température du fluide sortant. Sur la section de température, les isothermes positives et négatives sont respectivement en noir et rouge. Sur la section de conductivité, les iso-conductivités sont représentées uniquement avec des lignes rouges. Sur la section de variation de conductivité, les iso-contours noirs correspondent aux valeurs des variations alors que le contour rouge représente l'isotherme 0°C .

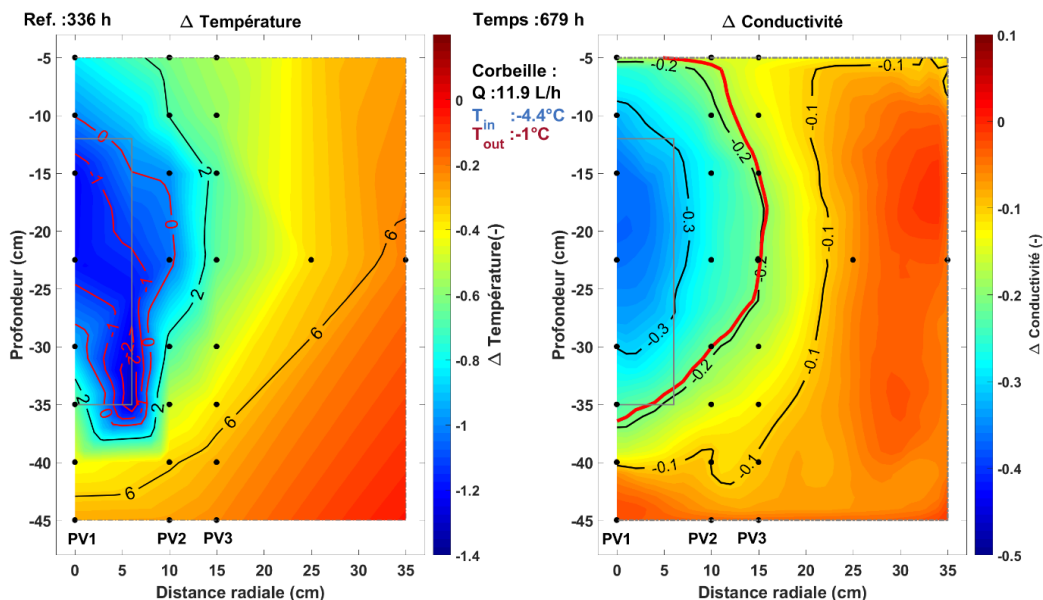


Figure 219. Distribution spatiale des variations de température et de conductivité, pour l'acquisition au temps 679 h et en considérant une référence au temps 336 h.

Les sections à gauche correspondent à la variation de température calculée par rapport au temps de référence (336 h). Les isothermes positives sont en noir alors que les isothermes négatives sont en rouge. Les sections à droite correspondent à la variation de la conductivité par rapport à l'acquisition de référence (336 h). Les iso-variations sont représentées en noir. Le critère de seuil local de conductivité correspond sur cette section au contour rouge. La zone à l'intérieur de ce contour est susceptible d'être glacée.

Annexe R. Dérivée temporelle de la conductivité : intérêt pour la détection du changement de phase.

Cette méthode consiste à délimiter le noyau de glace en calculant la dérivée temporelle de la conductivité au niveau de chaque nœud. Cette méthode ne requiert pas l'utilisation de données de température. La dérivée temporelle est définie l'équation (R.1). A partir des données issues du demi-plan X+ (partie 7.3.4), nous avons calculé la dérivée temporelle pour chaque nœud de la grille carrée (coté : 1 cm) à l'aide d'une interpolation linéaire.

$$\text{dérivée temporelle : } \frac{\partial \sigma}{\partial t}(x, z, t) = \lim_{h \rightarrow 0} \frac{\sigma(x, z, t) - \sigma(x, z, t + h)}{h} \quad R.1$$

$$\text{pour une maille au temps } t_i : \frac{\partial \sigma(t_i)}{\partial t} = \frac{\sigma(t_{i+1}) - \sigma(t_i)}{t_{i+1} - t_i} \quad R.2$$

où $\sigma(t_{i+1})$ et $\sigma(t_i)$ sont les conductivités en $S.m^{-1}$ du nœud considéré, respectivement au temps t_{i+1} et t_i en heures.

La mise en marche de la corbeille provoque une diminution de la température du sol impliquant une diminution de la conductivité selon une dépendance linéaire (équation 7.5) et donc une dérivée temporelle négative. L'augmentation de la puissance de la corbeille accélère la diminution de la température, ainsi la valeur absolue de la dérivée temporelle augmente au cours du temps. Au bout d'un certain temps, le changement de phase s'initie à température constante. La diminution de la conductivité est alors principalement liée à la transformation eau-glace. En termes de dérivée temporelle de conductivité, ce changement de dynamique devrait provoquer une première rupture. A la fin du changement de phase, le noyau de glace nouvellement formé voit sa température de nouveau diminuer et la transformation d'une faible quantité d'eau résiduelle en glace (équation 7.6). Ainsi, la conductivité du noyau de glace diminue selon un nouveau régime ce qui doit provoquer une deuxième rupture dans l'évolution de la dérivée temporelle.

Il s'ensuit une phase où la puissance de la corbeille diminue. Cette diminution va provoquer à terme le dégel du noyau de glace et la remontée en température de cette zone. Ainsi, la dérivée temporelle de la conductivité devrait être positive et indiquer au minimum deux tendances.

La distribution spatiale de la dérivée temporelle de la conductivité correspondant à la phase sans fonctionnement de la corbeille (de 348 à 385 h) montre que la dérivée varie peu au cours du temps (Figure 220). Spatialement, la dérivée s'organise suivant une stratification horizontale vraisemblablement liée à la pénétration du front thermique émise par le système de soufflerie.

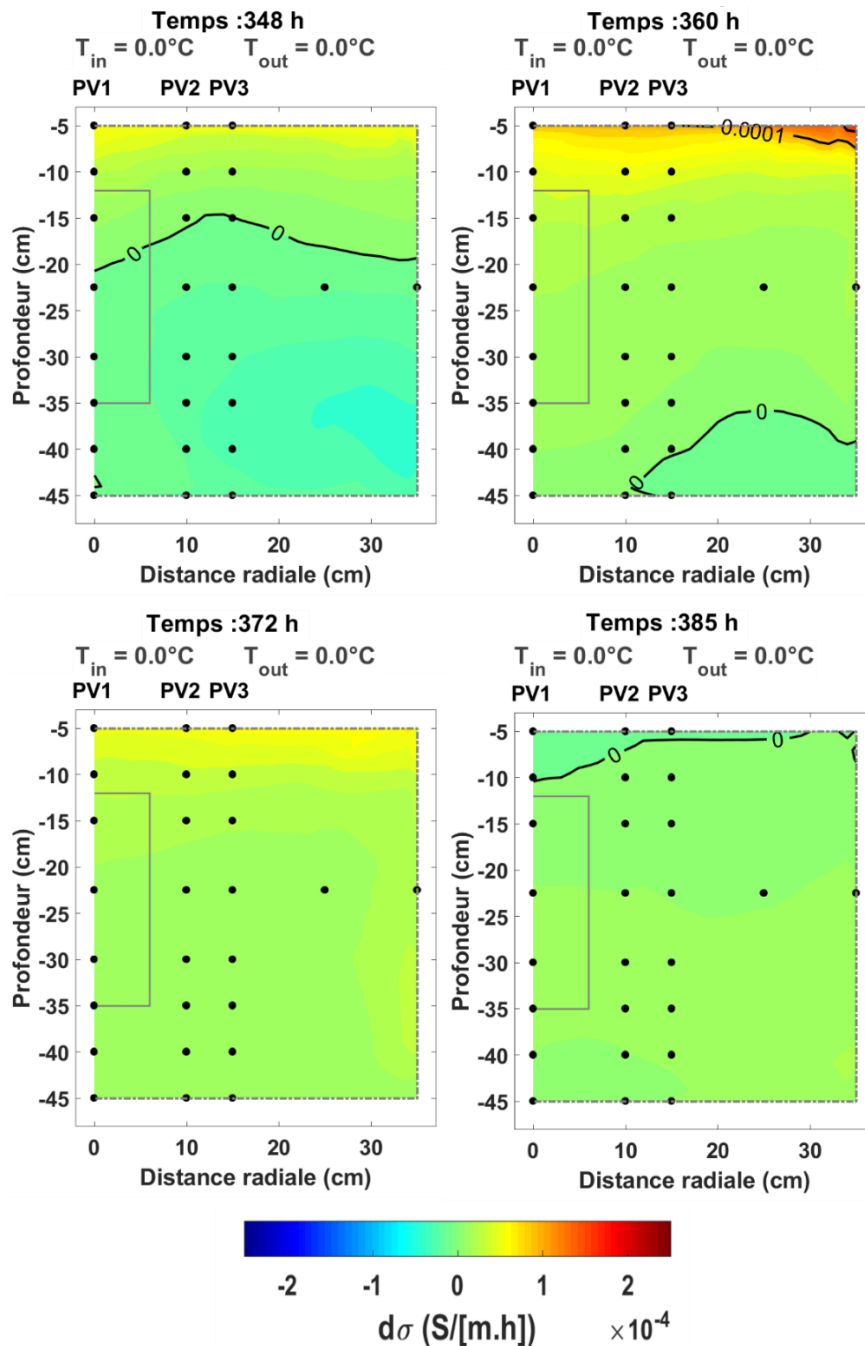


Figure 220. Distribution spatiale de la dérivée temporelle de la conductivité pour les temps 348 à 385 h.

Les premières acquisitions effectuées après la mise en fonctionnement de la corbeille montrent que son démarrage a peu d'impact sur la distribution spatiale de la dérivée temporelle de la conductivité (temps 649 et 655 h de la Figure 221). Ensuite, avec la diminution de la température du sol, la diminution de la dérivée temporelle de la conductivité s'amorce (e.g. temps 661 h, Figure 221). Cette diminution de la dérivée temporelle s'accroît en profondeur et au centre de la cuve notamment entre les temps 661 et 679 h. Cette amplification peut s'expliquer par le développement du noyau de glace au centre de la cuve, ce qui est corroboré par les données de température (isotherme 0°C représenté par un contour rouge pour la Figure 221 et la Figure 222).

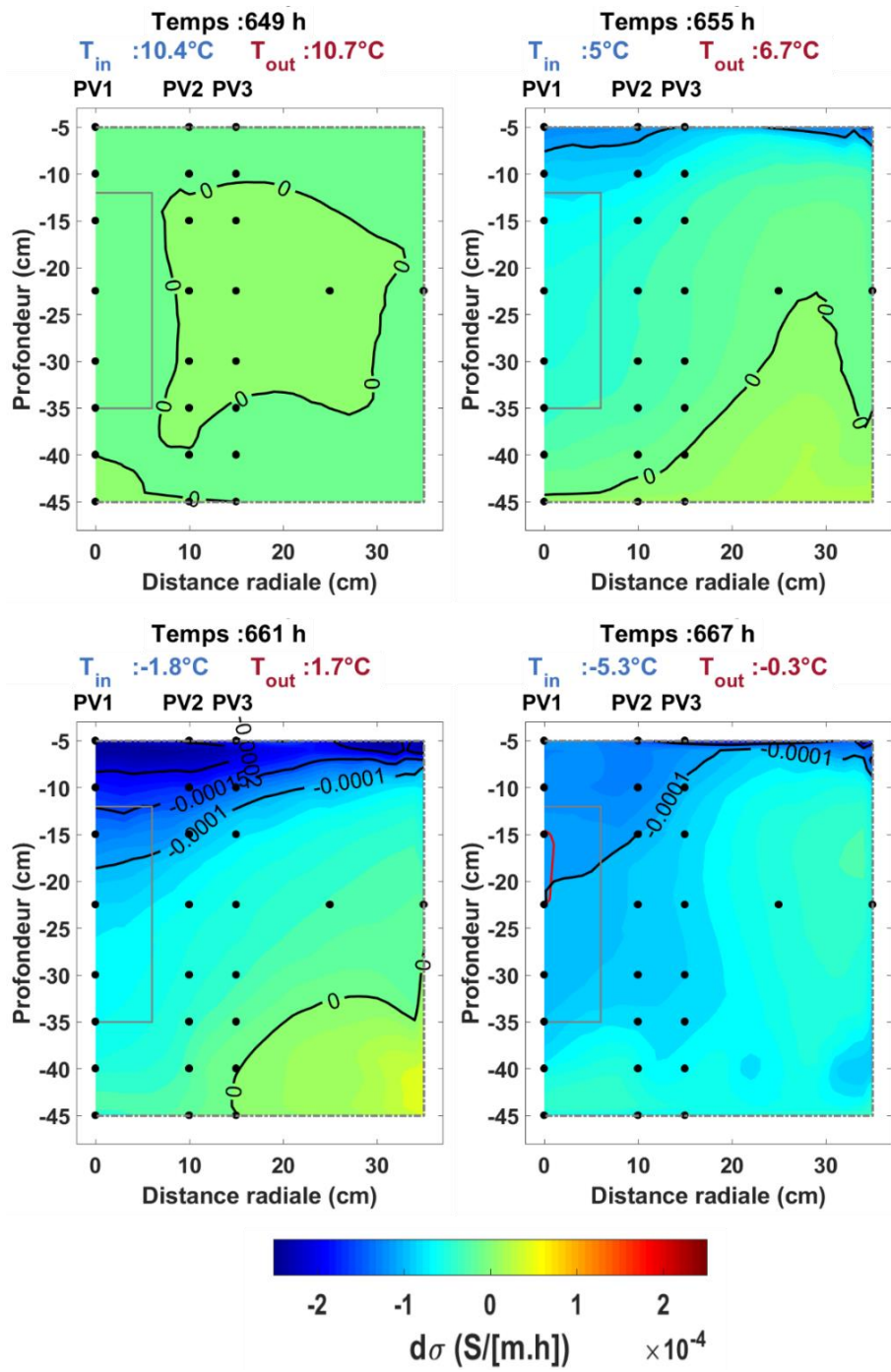


Figure 221. Distribution spatiale de la dérivée temporelle de la conductivité pour les temps 649 à 667 h.

La ligne rouge correspond à l'isotherme 0°C interpolée à partir des données de température.

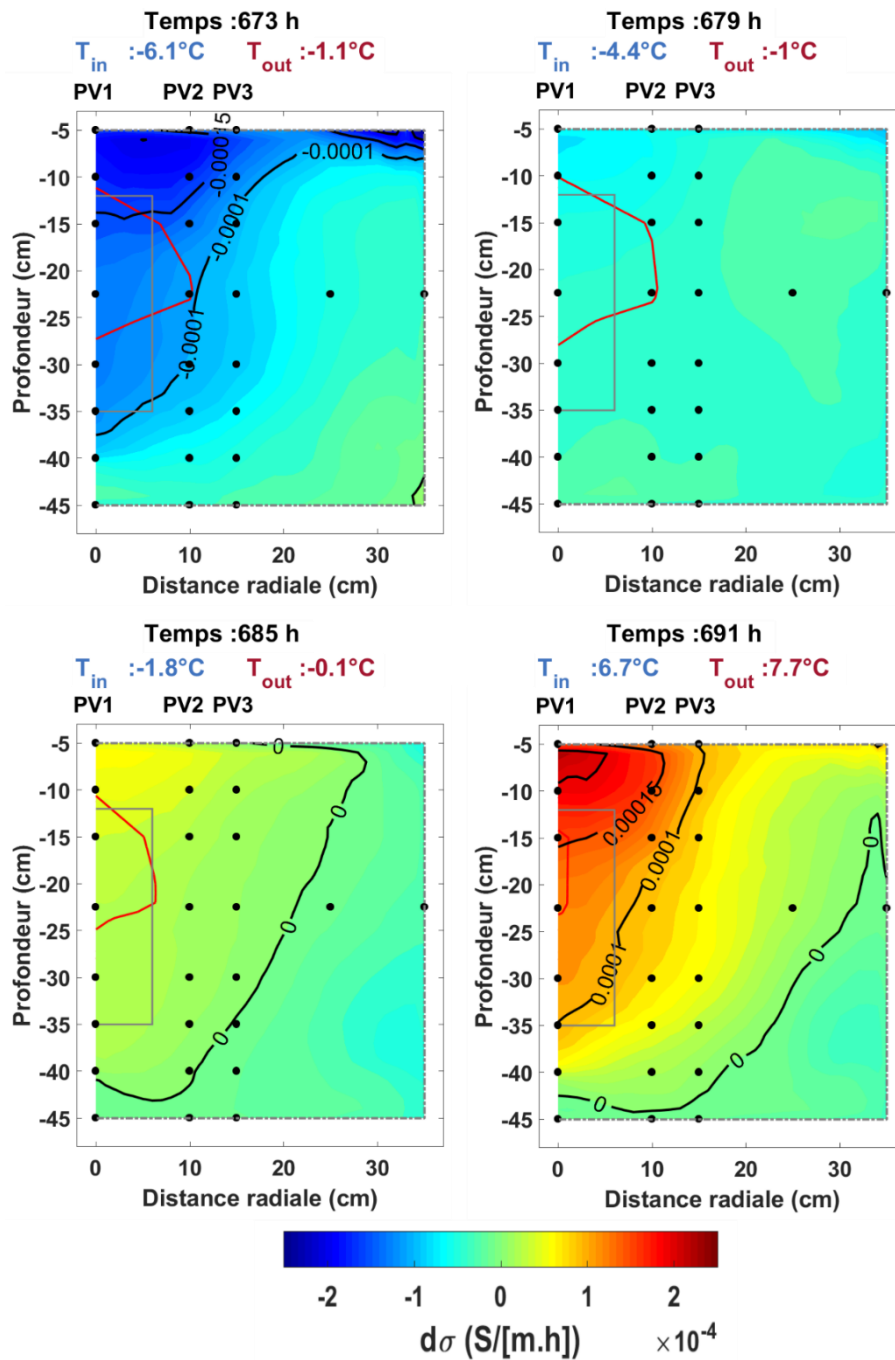


Figure 222. Distribution spatiale de la dérivée temporelle de la conductivité pour les temps 673 à 691 h.

La ligne rouge correspond à l'isotherme 0°C interpolée à partir des données de température.

Au temps 679 h, la dérivée temporelle est globalement nulle puis devient positive (Figure 222). Cette augmentation de la conductivité au cours du temps s'explique par la fonte du noyau de glace, par le réchauffement du milieu suite à la diminution progressive de la puissance prélevée par la corbeille et par une augmentation de la température de l'air.

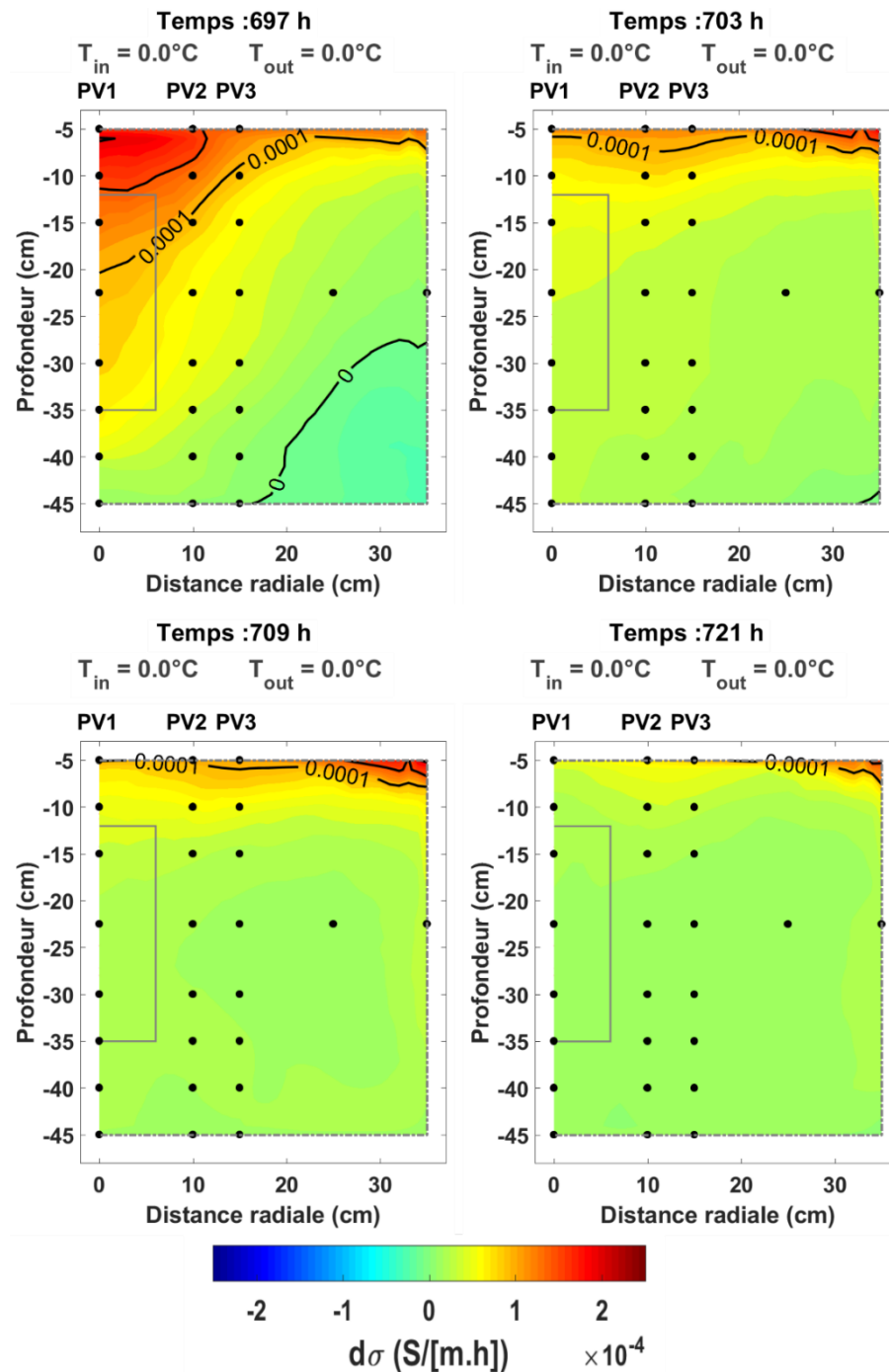


Figure 223. Distribution spatiale de la dérivée temporelle de la conductivité pour les temps 697 à 721 h.

D'après les données de température, la fonte du noyau de glace s'effectue entre 679 et 697 h. Cette fonte provoque une forte augmentation de la conductivité liée à la formation de l'eau liquide, expliquant ainsi, la présence de fortes valeurs de dérivée temporelle de conductivité par exemple aux temps 691 et 697 h. Après l'arrêt de la corbeille, les gradients thermiques liés au prélèvement de chaleur se dissipent progressivement et la dérivée temporelle se rapproche des valeurs observées initialement (entre 348 et 385 h). A noter que la dérivée temporelle de la zone proche de la surface (entre -0.05 et -0.1m) reste plus élevée par rapport au reste de la cuve, ce qui est vraisemblablement lié à la pénétration du front thermique de surface.

Durant cet essai, les plus fortes valeurs de dérivées temporelles de conductivité sont observées dans la zone proche de l'axe de la cuve, à une profondeur comprise entre -0.05 et -0.1 m. En considérant que ces fortes valeurs sont un indicateur de la présence du noyau de glace, ce dernier est mal positionné verticalement. Cette erreur de positionnement est vraisemblablement liée à une résolution verticale insuffisante et/ou à une mauvaise focalisation de l'anomalie durant l'inversion. Il n'a donc pas été possible de délimiter précisément le noyau de glace de cette façon dans cette expérience.

Comme indiqué au début de cette partie, nous souhaitions suivre le front de gel en recherchant une rupture dans l'évolution de la dérivée temporelle. Dans notre cas, les distributions 2D de la dérivée temporelle de conductivité ne montrent pas une telle discontinuité mais plutôt une évolution continue. Nous avons souhaité analyser l'évolution temporelle de la dérivée de la conductivité le long d'un profil radial situé à la profondeur $z = -0.225$ m et d'un profil vertical au centre de la cuve i.e. $dr = 0.0$ m (Figure 224). Nous avons aussi vérifié la cohérence de notre approche en visualisant l'évolution de la conductivité et de sa dérivée au cours du temps pour cinq points (Figure 225).

La dérivée temporelle de la conductivité varie plus pour les nœuds proches de la corbeille que pour les nœuds éloignés (courbes rouges). De plus, la dérivée temporelle aux nœuds éloignés de la corbeille est influencée par le démarrage de celle-ci mais avec un retard (Figure 224a). A proximité du centre de la cuve (courbes bleues et cyans), l'augmentation ou la diminution de la dérivée suit une première tendance correspondant à la mise en marche de la corbeille et à la descente en température sans changement de phase (temps 649 à 661 h). Entre 661 et 667 h, l'évolution de la dérivée temporelle des nœuds proches de la corbeille (courbes bleues) montre une rupture qui est vraisemblablement liée à la rupture de surfusion et au changement de phase. Après ce changement de phase, la valeur de la dérivée temporelle continue de diminuer mais avec un nouveau taux de variation. A partir de 673 h, la diminution progressive de la puissance prélevée provoque la remontée en température du sol et la fonte du noyau de glace impliquant une diminution en valeur absolue de la dérivée temporelle, puis un changement de signe de cette dernière. Après 691 h la corbeille s'arrête, les dérivées temporelles pour chaque nœud restent positives, mais elles diminuent et tendent vers une même valeur. La dérivée temporelle ne retrouve pas sa valeur en début d'essai (à 649 h) puisque l'état thermique de la cuve est différent.

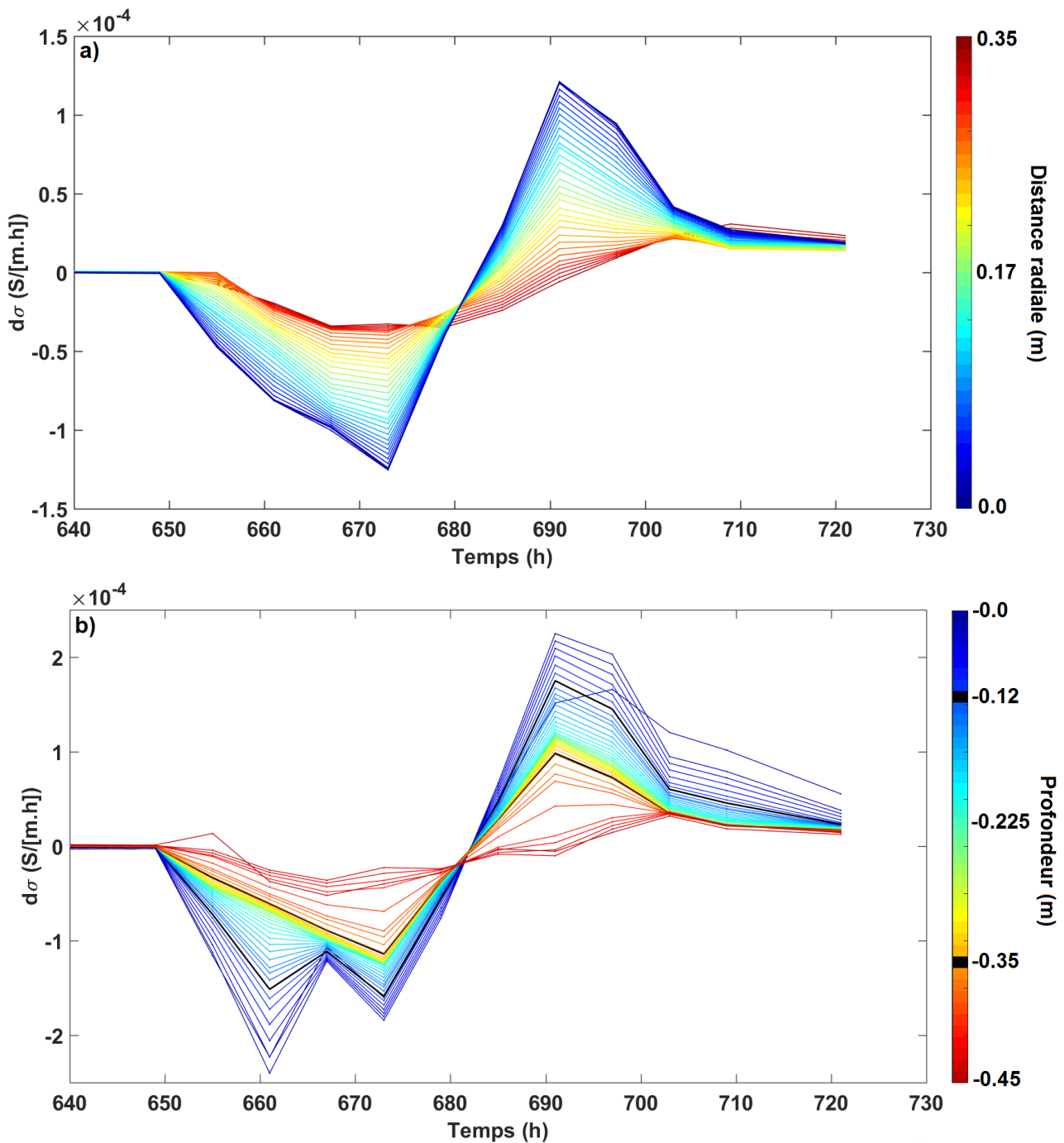


Figure 224. Evolution temporelle de la dérivée temporelle de la conductivité le long d'un profil radial et d'un profil vertical.

a) Profil radial au centre de la corbeille soit à la profondeur $z = -0.225$ m. Les spires de la corbeille se situent à la distance radiale $dr = 0.06$ m. b) Profil vertical au centre de la cuve soit à la distance radiale $dr = 0.0$ m. Le haut et le bas de la corbeille sont respectivement à $z = -0.12$ m et $z = -0.35$ m, représentés par les deux courbes noires.

L'évolution de la dérivée temporelle le long d'un profil vertical montre un comportement plus complexe pour les nœuds proches de la surface, notamment lors de la prise en glace (Figure 224b). D'une manière générale, les dérivées temporelles le long du profil vertical ont un comportement similaire aux dérivées temporelles le long du profil radial (Figure 224a). En effet, il est possible de distinguer trois phases correspondant à l'augmentation (de 649 à 673 h) puis à la diminution (de 673 à 691h) de la puissance prélevée et à l'arrêt de la corbeille (à partir de 697h). Ces trois phases sont

moins visibles pour les nœuds les plus éloignées du bas de la corbeille (à partir de $z = -0.40$ m). Pour les mailles en surface, les dérivées temporelles de la conductivité ont les plus fortes variations comme cela était déjà le cas sur les distributions 2D de la dérivée (Figure 220, Figure 223). Ces fortes variations peuvent être expliquées par la combinaison des ondes thermiques liées à la corbeille et à la soufflerie.

Pour conclure, les distributions 2D ont montré des variations de la dérivée temporelle de conductivité qui sont liées à la mise en marche de la corbeille. Les variations de dérivée les plus fortes sont localisées au centre de la cuve et légèrement au-dessus du haut de la corbeille (entre -0.05 et -0.1 m). Cette mauvaise localisation est vraisemblablement liée à une résolution du monitoring géophysique. La descente en température et le gel du sol ont influencé la dérivée temporelle de conductivité, cette dernière devenant de plus en plus négative au cours du temps. Par contre, nous n'avons pas repéré de rupture (changement brutal) de la dérivée au niveau du front de gel. Cette absence de rupture peut être liée à la matrice de lissage de l'inversion, à la faible fréquence d'acquisition du monitoring géophysique. De plus, les variations de conductivité au sein du noyau de glace sont-elles mesurables ? Comme, nous n'avons pas pu identifier le front de glace, nous n'avons pas pu délimiter le noyau de glace. En effet, le noyau de glace et le sol non gelé n'ont pas une limite franche d'un point de vue de la dérivée temporelle. Enfin, l'évolution temporelle de la dérivée temporelle de la conductivité le long d'un profil radial et d'un profil vertical permet d'identifier les différentes phases de l'essai et notamment le changement de phase associé à la rupture de surfusion (Figure 224b).

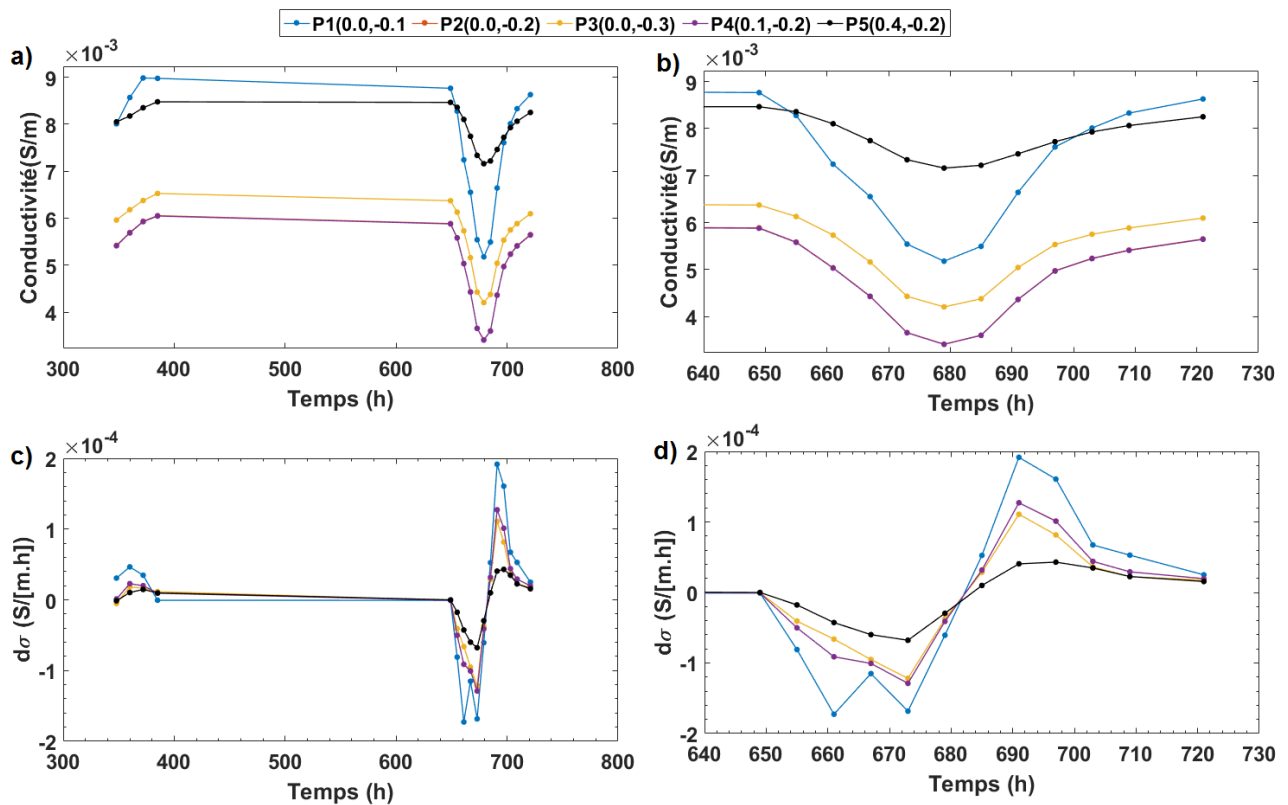


Figure 225. Evolution temporelle de la conductivité et de sa dérivée temporelle en cinq nœuds différents.

Evolution temporelle de la conductivité au cours de l'essai (a) et zoom durant le fonctionnement de la corbeille (b) ; Evolution temporelle de la dérivée temporelle de la conductivité au cours de l'essai (c) et zoom durant le fonctionnement de la corbeille (d). Les trois premières localisations P1 à P3 se situent au centre de la cuve et respectivement aux profondeurs $z=-0.1$; $z=-0.2$ et $z=-0.3$ m. Le quatrième point P4 se situe au centre de la corbeille à la profondeur $z = -0.2$ m et à une dizaine de centimètres du centre de la cuve, soit à $dr = 0.1$ m. Enfin, le cinquième point se situe aussi au centre de la corbeille ($z=-0.2$ m) mais à quarante centimètres du centre la cuve ($dr = 0.4$ m). Ce dernier point correspond donc au point où l'influence thermique de la corbeille est la plus faible.