



HAL
open science

Etude théorique et expérimentale de la densification des milieux granulaires

Pierre Philippe

► **To cite this version:**

Pierre Philippe. Etude théorique et expérimentale de la densification des milieux granulaires. Dynamique des Fluides [physics.flu-dyn]. Université Rennes 1, 2002. Français. NNT: . tel-00001818

HAL Id: tel-00001818

<https://theses.hal.science/tel-00001818>

Submitted on 14 Oct 2002

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.

Remerciements

De nombreuses personnes ont contribué, chacune à leur façon, à l'aboutissement de ces trois années de gestation doctorale. Je souhaite ici leur exprimer ma gratitude.

Ces remerciements sont tout d'abord adressés à mon directeur de thèse, Daniel Bideau, dont j'ai pu apprécier les qualités humaines et qui, tout en me laissant une grande liberté au jour le jour, a su orienter efficacement mon travail.

Je remercie vivement tous les membres du jury de l'intérêt manifesté pour mon travail : Stéphane Roux, qui en fut le président, Vittorio Loreto, Renaud Delannay, Daniel Bideau, ainsi que les deux rapporteurs de ce mémoire, Elizabeth Charlaix et Eric Clément (ce dernier m'ayant par ailleurs initié à la recherche scientifique lors de mon stage de DEA).

Plusieurs rencontres scientifiques ont ponctué ces trois années de recherche et m'ont aidé dans mon travail. Merci donc à Rémi Jullien pour son apport appréciable en tout début de thèse ; à Blanche Dalloz-Dubrujeaud et Roland Faure, de l'IUSTI de Marseille, pour leur collaboration amicale et efficace ; à Alain Barrat et Vittorio Loreto pour leurs nombreux conseils et idées lors de leur venue à Rennes ; à l'équipe du LCPC de Champs sur Marne pour nous avoir fait profiter de leur expérience en gammamétrie ; à plusieurs laboratoires rennais voisins qui nous ont rendu service, en particulier le laboratoire Verres et Céramiques, par l'intermédiaire de Jean-Christophe Sangleboeuf et Vincent Le Houérou, et l'unité Géosciences qui nous a prêté du matériel à diverses reprises.

Je tiens également à remercier les membres de l'équipe "milieux divisés" du GMCM qui m'ont aidé ou orienté ponctuellement et efficacement. Je pense en particulier à Isabelle Cantat, Irene Ippolito, Alexandre Valance, Renaud Delannay, Luc Oger ou Madani Ammi. Merci à eux et à tous les autres pour leur accueil convivial et leurs conseils avisés.

Ces remerciements s'adressent aussi à mes camarades thésards et post-thésards qui m'ont beaucoup apporté scientifiquement et humainement : Yacine Khidas (qui m'a ouvert la voie...), Patrick Richard, Gaëlle Berton, Christian Henrique et bien sûr François Rioual ainsi qu'Olivier Lordereau avec qui nous nous sommes serrés les coudes lors du sprint final.

La réalisation technique du dispositif de mesure a tenu une place essentielle dans mon travail et je souhaite ici remercier tous ceux qui y ont contribué ; aux premiers rangs desquels Stéphane Bourlès et Patrick Chasles qui ont su, avec bonne humeur et efficacité, mettre au point un outil très performant.

Par leur soutien local ou à distance, plusieurs amis et proches doivent être associés à ces remerciements : Delphine et Vincent, et avec eux la bande des "pontivyens expatriés" ; Domi et Damien ; Aude et Yacine ; les "parisiens et assimilés" : Stéphanie, Fabien, Nadège, Jérémie et Totof ; Mady et Jacques ; mes parents Yvonne et Jacques (qui ont notamment mené une lutte féroce aux fautes d'orthographes), et bien évidemment Lydiane.

Table des matières

| | |
|---|-----------|
| Introduction | 1 |
| Chapitre 1 Problématique de la compaction granulaire | 5 |
| 1.1 Compaction des milieux granulaires | 5 |
| 1.1.1 Position du problème | 5 |
| 1.1.2 Caractérisation géométrique des empilements de grains | 7 |
| 1.1.3 Compaction "douce" par vibration | 9 |
| 1.2 Approche fondamentale de la compaction granulaire | 12 |
| 1.2.1 Analogie avec les systèmes vitreux | 12 |
| 1.2.2 Mise en évidence expérimentale | 15 |
| Présentation de l'étude | 15 |
| Principaux résultats | 17 |
| Comportements vitreux | 25 |
| Le problème de la cristallisation | 28 |
| 1.2.3 Modélisation de la compaction granulaire | 29 |
| Présentation des principaux modèles | 29 |
| Vieillessement et mesure d'Edwards | 31 |
| Chapitre 2 Modélisation numérique de la compaction granulaire | 35 |
| 2.1 Présentation de la modélisation | 35 |
| 2.1.1 Description du modèle | 36 |
| 2.1.2 Comparaison avec le modèle de Barker et Mehta | 38 |
| 2.1.3 Analyse des paramètres du modèle | 39 |
| 2.2 Compaction d'ensemble | 43 |
| 2.2.1 Dynamique de la compaction | 44 |
| 2.2.2 Comportements vitreux | 51 |
| Courbes réversible et irréversible | 51 |
| Vieillessement | 53 |
| 2.3 Compaction à l'échelle du grain | 55 |
| 2.3.1 Profils de compacité | 55 |
| 2.3.2 Analyse statistique dans l'espace des pores | 59 |
| 2.3.3 Perspectives expérimentales | 66 |
| 2.4 Conclusion | 67 |

| | |
|---|------------|
| Chapitre 3 Réponse dynamique d'un empilement de billes à une sollicitation verticale | 69 |
| 3.1 Caractérisation des sollicitations utilisées | 70 |
| 3.1.1 Dispositif générateur des sollicitations | 70 |
| 3.1.2 Allure de la sollicitation et modélisation | 71 |
| 3.1.3 En régime forcé de vibration | 75 |
| Réponse à vide | 75 |
| Empilement granulaire vibré | 76 |
| 3.1.4 Influence de la fréquence de commande sur l'allure de la secousse . | 77 |
| Réponse à vide | 77 |
| Empilement granulaire secoué | 80 |
| 3.1.5 Bilan | 85 |
| 3.2 Effet d'une secousse sur un empilement statique | 85 |
| 3.2.1 Présentation | 85 |
| 3.2.2 Relaxation d'ensemble | 86 |
| Dispositif de mesures capacitives | 86 |
| Résultats expérimentaux | 88 |
| 3.2.3 Réarrangements internes | 91 |
| Contexte général de l'étude | 91 |
| Dispositif conductimétrique | 92 |
| Evolution de la résistance | 95 |
| Expériences complémentaires | 104 |
| 3.3 Conclusion | 106 |
| Chapitre 4 Etude de la compaction granulaire : dispositif gammamétrique | 107 |
| 4.1 Description | 107 |
| 4.2 Principe de la mesure | 109 |
| 4.2.1 Rayonnement γ | 109 |
| 4.2.2 Méthode de détection | 112 |
| 4.2.3 Mesure d'absorption par gammamétrie | 112 |
| 4.2.4 Compacité effective | 114 |
| 4.2.5 Sensibilité et précision de la mesure | 116 |
| 4.3 Grandeurs mesurées | 117 |
| 4.3.1 Mesures directes | 117 |
| 4.3.2 Mesures indirectes | 119 |
| 4.4 Billes utilisées | 120 |
| 4.4.1 Présentation générale | 120 |
| 4.4.2 Caractérisation | 120 |
| 4.5 Etalonnage | 123 |
| 4.5.1 Repérage de l'axe vertical | 123 |
| 4.5.2 Repérage de la base | 124 |
| 4.5.3 Coefficient d'absorption | 125 |
| 4.6 Fabrication des empilements de départ | 128 |
| 4.6.1 Méthode 1 : empilement lâche | 128 |

| | | |
|---|---|------------|
| 4.6.2 | Méthode 2 : empilement dense | 130 |
| 4.7 | Comparaison avec le dispositif utilisé à Chicago | 130 |
| 4.8 | Bilan | 132 |
| Chapitre 5 Etude de la compaction granulaire : observations expérimentales | | 133 |
| 5.1 | Phénoménologie de la compaction | 133 |
| 5.1.1 | Conditions expérimentales | 134 |
| 5.1.2 | Allure générale | 135 |
| 5.1.3 | Dynamique de la compaction | 139 |
| | Temps caractéristique de compaction | 139 |
| | Recherche d'une loi d'ajustement | 141 |
| 5.1.4 | Evolution du profil vertical de compacité | 150 |
| 5.1.5 | Caractérisation des états stationnaires | 153 |
| 5.1.6 | Comportements vitreux | 156 |
| 5.1.7 | Changement de comportement autour du seuil de décollement | 159 |
| 5.1.8 | Premier bilan | 161 |
| 5.2 | Phénoménologie de la convection | 161 |
| 5.2.1 | Présentation et rappels | 161 |
| 5.2.2 | Expériences | 166 |
| | Observations à la surface | 166 |
| | Observations dans l'empilement | 168 |
| 5.2.3 | Vitesse de convection à la paroi | 171 |
| 5.2.4 | Proposition d'interprétation | 173 |
| | Cas $\Gamma < \Gamma_{tas}$ | 174 |
| | Cas $\Gamma \sim \Gamma_{tas}$ | 175 |
| | Cas $\Gamma > \Gamma_{tas}$ | 175 |
| 5.2.5 | Résumé de la phénoménologie | 177 |
| 5.3 | Influence des différents paramètres | 178 |
| 5.3.1 | Effet d'une surcharge | 178 |
| 5.3.2 | Effet de la forme des grains | 183 |
| 5.3.3 | Influence de la taille des billes | 187 |
| | Cas de la compaction | 187 |
| | Cas de la convection | 195 |
| | Cas particulier des billes de diamètre $d = 0,5 mm$ | 196 |
| 5.3.4 | Influence de la fréquence de vibration | 197 |
| 5.3.5 | Effets de bords et cristallisation | 200 |
| 5.4 | Synthèse et interprétation | 202 |
| 5.4.1 | Recherche d'un paramètre de contrôle | 203 |
| 5.4.2 | Changement de comportement au seuil de décollement | 204 |
| Conclusions et perspectives | | 207 |
| Annexe A Modèle d'une masse inélastique sur un fond oscillant | | 211 |

| | | |
|----------------------|---|------------|
| Annexe B | Technique d'argenture des billes de verre | 215 |
| Annexe C | Absorption d'un faisceau parallèle par un empilement de billes | 217 |
| Annexe D | Evaluation expérimentale de la fenêtre de mesure | 221 |
| Annexe E | Obtention d'un profil radial de compacité | 223 |
| Bibliographie | | 227 |

Introduction

Qu'est-ce qu'un matériau granulaire ?

On nomme ainsi tout milieu divisé constitué d'un grand nombre d'entités élémentaires macroscopiques. Chaque entité, ou grain, est un solide de forme quelconque et de taille caractéristique variant approximativement de la dizaine de microns à la dizaine de mètres. Ces matériaux granulaires constituent la matière première dans divers secteurs industriels comme l'agroalimentaire, la construction civile, les charbonnages. Mais les éboulements de terrains ou autres avalanches, les dunes du Maghreb ou les anneaux de Saturne (Duran, 1997) sont aussi formés de milieux granulaires. Ces milieux ont des comportements à première vue variés et, pour en extraire des tendances générales, le physicien va en général les simplifier fortement en les modélisant par du sable ou, le plus souvent, par un empilement de billes.

La caractérisation du milieu passe alors par la connaissance, à l'échelle du grain, de données géométriques (taille, forme,...) et mécaniques (densité, rigidité,...). Le fluide interstitiel est également susceptible d'influer sur le comportement d'ensemble en particulier s'il s'agit d'un liquide.

Des comportements complexes

Les diverses études menées sur ces matériaux ont révélé des comportements très complexes. Ainsi, selon les conditions extérieures imposées au milieu, ce dernier peut présenter une évolution d'ensemble comparable à celle d'un solide, d'un liquide, voire d'un gaz. Par ailleurs, même dans le cas d'un ordre géométrique apparent, un empilement granulaire est intrinsèquement hétérogène du point de vue de la répartition spatiale des contraintes mécaniques. Cette propriété rend le milieu extrêmement sensible à des perturbations, même minimes.

Cette complexité est connue de longue date au niveau industriel. Convection, ségrégation, blocage d'écoulement sont autant de problèmes qui apparaissent lors du traitement des matériaux granulaires. Des solutions empiriques ont été mises au point, souvent au cas par cas, mais l'obtention de concepts généraux est un enjeu économique de première importance. Les milieux granulaires représentent en effet une part très importante de l'activité humaine requérant près de 10 % de l'énergie consommée au niveau mondial (Duran, 1997). Mais l'enjeu est également humain dans le cadre général de la géophysique et plus particulièrement du suivi et de la prévention de certains risques naturels (avalanches, glissements de terrains, éboulements de roches, migration des dunes,...).

Une approche plus fondamentale de ces milieux a été entreprise depuis quelques années. La démarche et les outils de la physique statistique semblent tout à fait adaptés à ces systèmes constitués de grains individuels en grande quantité. Toutefois des difficultés spécifiques apparaissent. En premier lieu, ces milieux sont *athermiques*, autrement dit ils sont insensibles, à l'échelle du grain, à l'agitation thermique. Une thermodynamique des poudres n'est donc pas directement envisageable. Un empilement statique est métastable et restera bloqué indéfiniment dans une configuration donnée s'il n'est pas perturbé. Par ailleurs, ces milieux sont fortement dissipatifs : une grande partie de l'énergie du système est consommée lors des collisions entre grains (milieu peu dense) ou par frottement intergranulaire (milieu dense). Ces dernières années, de gros efforts ont été réalisés sur des problèmes comme la ségrégation ou les écoulements de surface, tant du point de vue expérimental, avec des analyses de plus en plus fines, que du point de vue numérique où il existe des codes très performants.

Le cas de la compaction granulaire

Au niveau industriel, le "compactage" ou la *compaction* de ces matériaux granulaires sont des opérations courantes. Les objectifs, les moyens et les matériaux eux-mêmes sont extrêmement variés. Les sollicitations imposées au milieu sont souvent très intenses et ces conditions "dures" produisent une compaction irréversible au cours de laquelle les grains sont fortement déformés et fracturés.

L'approche fondamentale a été amorcée, quant à elle, dans le cas d'une compaction "douce", et elle semble très fructueuse. Elle se base en particulier sur une analogie conceptuelle entre les milieux granulaires sous sollicitations modérées et les systèmes vitreux. Ces sollicitations répétées jouent alors le rôle d'une température équivalente en permettant au

milieu d'explorer un grand nombre de configurations. Le passage de l'une à l'autre de ces configurations est contrôlé par la géométrie du système et met en évidence des évolutions de structure sur des temps pouvant devenir très longs.

Plan de l'exposé

Notre étude de la compaction granulaire propose une approche à la fois théorique et expérimentale de cette évolution structurale d'un empilement de billes sous sollicitations verticales. L'analyse est réalisée au niveau local ou à l'échelle de l'empilement. Elle souhaite éclaircir le processus amenant à la densification et prolonger l'analogie avec les systèmes vitreux. Dans le premier chapitre, nous présentons le contexte général de l'étude et ses motivations. Nous détaillons en particulier des expériences fondatrices qui nous serviront de base de référence et de comparaison lors de nos propres expérimentations.

L'approche théorique se base principalement sur l'étude d'une modélisation numérique nous permettant de simuler une densification aux temps longs. Ce travail, exposé au chapitre 2, fournit en particulier des renseignements pertinents quant à la structure de l'empilement et à son évolution géométrique locale.

La partie la plus importante de notre travail concerne l'étude expérimentale de la compaction granulaire lente induite par un grand nombre de secousses.

Nous avons d'abord réalisé une série d'expériences visant à caractériser la nature des sollicitations utilisées et à analyser la relaxation rapide de l'empilement après une telle sollicitation. Cette réponse dynamique est observée à l'aide de méthodes capacitives et conductimétriques. Ce travail est détaillé dans le chapitre 3.

La compaction lente est ensuite abordée spécifiquement. Le dispositif expérimental utilisé est décrit au chapitre 4. Dans le chapitre 5, nous présentons la phénoménologie observée pour cette compaction ainsi que celle de la convection qui apparaît parallèlement à la densification du milieu. Les influences de divers paramètres comme la taille des billes, la fréquence de sollicitation ou les diverses conditions de bords, sont également analysées dans le but d'extraire des tendances générales et de préciser davantage l'analogie vitreuse.

Chapitre 1

Problématique de la compaction granulaire

1.1 Compaction des milieux granulaires

1.1.1 Position du problème

La nécessité de densifier un matériau granulaire se révèle cruciale dans de nombreux domaines industriels. On parle alors de façon générique de *compaction granulaire*. La gamme des matériaux "compactables" est vaste : elle va de la poudre fine aux sols rocaillieux, avec également des conditions d'humidité très variables, de l'empilement de grains secs à la pâte saturée en eau. Nous proposons ici une liste non exhaustive de secteurs industriels concernés (Henderson et al., 2001; MRS, 1997) :

- Stockage de matériaux (déchets, engrais, matière première agroalimentaire,...).
- Métallurgie des poudres, fabrication des céramiques (la compaction est utilisée lors de la réalisation du mélange initial avant chauffage).
- Fabrication de comprimés dans l'industrie pharmaceutique.
- Construction des routes dans le secteur du génie civil.
- Stabilisation des sols avant construction, consolidation préventive contre les secousses sismiques (Slocombe et al., 2000).
- Industrie du béton où de nombreuses études se sont intéressées à l'obtention de produits très compacts (recherche de la compacité maximale). En guise d'exemple, on peut citer le cas des bétons compactés au rouleau ou BCR (Pouliot et al., 2001).

Dans tous les cas, l'objectif principal est d'obtenir, rapidement et de façon aussi reproductible que possible, des échantillons compacts avec éventuellement des impératifs précis quant à la forme ou à l'homogénéité de l'échantillon final. En général, le but recherché est

soit un gain de volume, soit une amélioration des propriétés du matériau notamment du point de vue de sa résistance mécanique aux sollicitations extérieures.

Les techniques les plus couramment employées sont la compression uniaxiale (contrainte verticale imposée au matériau de façon cyclique ou continue) ainsi que les vibrations ou les secousses, généralement verticales. Les presses utilisées peuvent être mécaniques, hydrauliques ou pneumatiques. Le schéma de la figure 1.1 représente l'évolution typique de la densité d'un matériau granulaire, ici une poudre céramique, lorsqu'il est soumis à une contrainte croissante (Carneim et Messing, 2001).

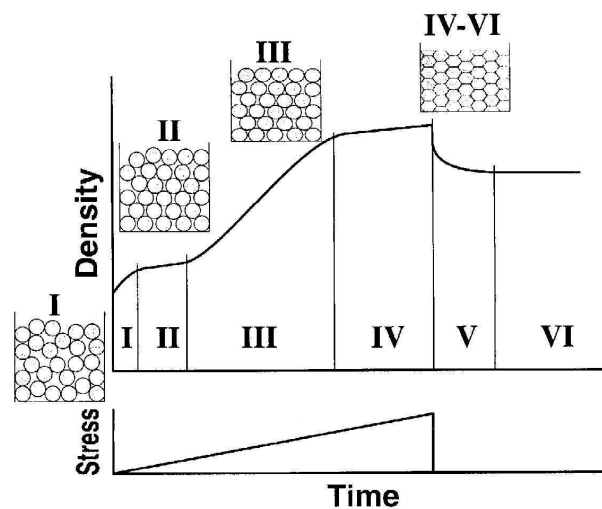


FIG. 1.1 – Description qualitative de la compaction montrant, schématiquement, l'évolution de la densité d'une poudre céramique avec liant organique soumise à une contrainte croissante. Les différentes étapes présentées sont les suivantes : (I) réarrangements géométriques entre grains, (II) premières déformations plastiques, (III) déformation massive des grains, (IV) compression finale de l'échantillon compact, (IV-V) éjection de l'échantillon et dilatation instantanée, (V) relaxation plus lente, (VI) obtention finale d'un échantillon compact et stable

Des changements structuraux très nets apparaissent progressivement au sein du milieu et dépendent fortement de l'intensité de la contrainte exercée et des caractéristiques du matériau granulaire. Ainsi, si l'objectif est d'obtenir des empilements très denses, il faudra travailler à haute pression avec, si possible, une large distribution de tailles dans le matériau (Caquot, 1937; Omnes, 1985). Les grains atteignent alors le domaine des déformations plastiques avec des contraintes très fortes au niveau des zones de contact pouvant amener à la fracturation des grains (Henderson et al., 2001). Cette compaction très énergétique et fortement irréversible est utilisée par exemple pour la fabrication des comprimés phar-

maceutiques, le compactage des déchets ou la stabilisation des sols. Tout un domaine de recherche s'intéresse à cette problématique, il existe notamment un grand nombre de lois empiriques (Kawakita et Lüdde, 1970) ainsi que de nombreux développements théoriques (Henderson et al., 2001). Dans d'autres cas, il peut être nécessaire de préserver l'intégrité des grains, par exemple lorsqu'il s'agit de matières premières à forte valeur ajoutée (engrais, matériaux agroalimentaires,...). Il convient alors d'utiliser des sollicitations plus douces, en général des vibrations, et les empilements atteints au final sont nettement moins denses que dans le cas précédent. L'évolution structurale du milieu a alors une origine purement géométrique, le gain en densité provenant d'une succession de réarrangements entre grains permettant d'éliminer au maximum les cavités et les voûtes présentes dans l'empilement (Youd, 1972).

C'est exclusivement à cette compaction "douce" et à ces processus de réarrangements collectifs entre grains que nous nous intéresserons dans la suite de cet exposé. Afin d'appréhender au mieux ce problème, nous nous proposons de faire quelques rappels généraux sur la géométrie des empilements granulaires statiques.

1.1.2 Caractérisation géométrique des empilements de grains

Un milieu granulaire est en fait un mélange binaire entre des grains solides et un fluide interstitiel, généralement de l'air ou de l'eau. Ce fluide est présent dans le milieu du fait de l'exclusion stérique entre les grains mais, selon la structure de l'empilement, la quantité de fluide est plus ou moins importante. La caractérisation géométrique principale d'un empilement apparaît alors naturellement comme la fraction de volume occupée par les grains par rapport au volume total. Selon les domaines d'étude, on utilise traditionnellement trois grandeurs différentes mais reliées entre elles :

↔ l'indice des vides, utilisé en mécanique des sols, est défini comme le rapport entre le volume du vide (i.e. du fluide interstitiel) et le volume du solide, c'est à dire de l'ensemble

des grains ; soit $e = \frac{V_{vide}}{V_{solide}}$

↔ la porosité correspond à la fraction du volume total occupée par le fluide dans l'empilement, $n = \frac{V_{fluide}}{V_{total}}$, et elle est généralement dédiée à l'étude des propriétés de transport dans les milieux poreux

↔ la compacité est plutôt originaire du domaine de la cristallographie, c'est la grandeur complémentaire de la porosité, correspondant à la fraction volumique occupée par les grains solides et définie par $\Phi = \frac{V_{solide}}{V_{total}}$.

Nous travaillerons par la suite avec cette dernière grandeur, les deux autres pouvant être déduites directement par $n = 1 - \Phi$ et $e = \frac{1 - \Phi}{\Phi}$.

Les caractéristiques géométriques des grains doivent également être prises en compte tant du point de vue de la forme que de la taille. En effet, les différentes entités constituant le milieu peuvent avoir des formes très variées et les tailles caractéristiques correspondantes peuvent également couvrir un large domaine. Afin de représenter au mieux le matériau, on utilise alors des outils comme la sphéricité¹ ou la distribution de tailles. Une modélisation classique d'un empilement granulaire correspond au cas idéal où les grains sont des sphères dures parfaites. De nombreuses études théoriques et expérimentales ont été entreprises sur cette base, principalement en tant que modèle de la structure des liquides (Bernal, 1959; Bernal et Mason, 1960; Scott et Kilgour, 1969; Finney, 1970). Voici quelques résultats élémentaires concernant la distribution de tailles.

Cas d'un *empilement monodisperse*, c'est à dire d'un milieu composé de billes de même taille : il a été montré expérimentalement, mais sans validation théorique, que la compacité des empilements désordonnés gravitationnels (i.e. mécaniquement stables sous gravité) de sphères dures monodisperses reste comprise entre deux valeurs limites : celle de "l'empilement aléatoire lâche" ou "random loose packing" (RLP), qui est l'empilement désordonné le moins dense et dont la compacité est de l'ordre de $\Phi_{RLP} \approx 55\%$ (Onoda et Liniger, 1990), et celle de l'empilement désordonné le plus compact, "l'empilement aléatoire dense" ou "random close packing" (RCP), dont la compacité est estimée à $\Phi_{RCP} \approx 64\%$ (Scott et Kilgour, 1969; Berryman, 1983). Au-delà de cette limite, l'empilement est au moins partiellement cristallisé. La valeur maximale de la compacité peut alors aller jusqu'à $\Phi_{max} = 74\%$, ce qui correspond aux deux cristaux "cubique à faces centrées" (CFC) et "hexagonal compact" (HC).

Cas des *empilements polydisperses* : pour ces empilements de grains de tailles variées, on obtient des compacités plus élevées que la limite du RCP. Par exemple, les empilements binaires et ternaires ont été beaucoup étudiés tant expérimentalement que théoriquement (MacGeary, 1961; Ben Aïm et Le Goff, 1967; Oger, 1987; Troadec et Dodds, 1993). Leur compacité moyenne présente un maximum lorsque l'on fait varier la composition du mélange. De façon générale, il a été montré qu'un choix judicieux de distribution de tailles,

¹Cette grandeur évalue l'écart moyen entre la forme réelle des grains et une forme parfaitement sphérique.

discrète ou continue, permettait d'atteindre des compacités très élevées se rapprochant de 100 % (Caquot, 1937; Omnes, 1985) . Il faut toutefois remarquer que la réalisation pratique de tels empilements peut s'avérer délicate car cette forte polydispersité est également à l'origine du phénomène de ségrégation, phénomène qui tend à séparer les grains par taille dès que le matériau est mis en mouvement.

1.1.3 Compaction "douce" par vibration

Pour analyser un peu plus en détail cette compaction d'origine géométrique obtenue par vibration modérée, il faut en premier lieu paramétrer au mieux la sollicitation appliquée. Celle-ci est souvent une vibration créée en imposant au fond ou aux bords du récipient un mouvement périodique généralement sinusoïdal. Si on note a l'amplitude maximale de ce mouvement oscillant et f sa fréquence, on peut définir un paramètre sans dimension $\Gamma = \frac{a(2\pi f)^2}{g}$ correspondant à l'accélération de crête que subit l'empilement et adimensionnée par la pesanteur g . Ce paramètre est celui que l'on retrouve le plus fréquemment pour quantifier l'intensité de la vibration. Une expérience type de compaction par vibration se fait à intensité Γ maintenue constante même si certaines études proposent plutôt de travailler à déformation fixée (Youd, 1972). Par ailleurs, il faut également veiller à ce que le rapport d'aspect du système, c'est à dire le rapport hauteur sur largeur, soit suffisamment élevé pour éviter l'apparition d'instabilités de surface de type Faraday (Douady et al., 1989; Jaeger et al., 1996; Clément, 1998).

Un rapide bilan historique montre que, dans quasiment tous les cas, les expériences de ce type ont été réalisées sur des échantillons cylindriques (diamètre D), avec des vibrations à basses fréquences et à intensités Γ assez élevées ($3 < \Gamma < 25$), ainsi que sur des durées plutôt courtes en nombre de cycles. Les empilements utilisés étaient secs ou saturés. Le choix judicieux des basses fréquences a été mis en évidence lors de plusieurs études systématiques (Bell et al., 1955; Evans et Millman, 1964) montrant une efficacité maximale dans la décade 10 – 100 Hz. Ce résultat n'est pas surprenant : il est en effet impératif de travailler à assez basses fréquences de façon à laisser suffisamment de temps au système granulaire pour se dilater puis se restructurer entre 2 secousses successives. Le temps typique nécessaire à cette dynamique des grains est le temps de chute libre d'un grain sur une distance correspondant à son diamètre d , soit $t_g \sim \sqrt{\frac{g}{d}}$. Ce qui, pour des grains millimétriques, donne l'ordre de grandeur de la gamme de fréquence à utiliser : $f_g = \frac{1}{t_g} \sim 100 \text{ Hz}$.

Présentons maintenant un résumé partiel des principaux résultats concernant la densification sous sollicitations modérées obtenus dans les diverses études dont nous avons eu connaissance.

Influence de l'intensité des vibrations

La compacité finale, obtenue après une séquence de densification, dépend fortement de l'intensité de la sollicitation, généralement paramétrée par Γ . Certains travaux ont montré, soit expérimentalement (Macrae et al., 1957), soit en couplant une étude théorique à une formule semi-empirique (Suzuki et al., 1968), que le taux de compaction passait par un maximum, augmentant d'abord avec Γ avant de diminuer. Cependant, d'autres auteurs n'observent qu'une dépendance monotone croissante entre cette compacité finale et Γ , avec éventuellement une saturation pour les valeurs élevées de Γ (Evans et Millman, 1964; Tokue, 1976). Parfois il semble même ne pas y avoir de dépendance nette entre les deux (Owe Berg et al., 1969).

Influence de la fréquence des vibrations (dans la gamme des basses fréquences)

La plupart des essais montrent une influence manifeste de la fréquence mais sans qu'une tendance bien nette ne soit mise en évidence (Bell et al., 1955; Evans et Millman, 1964; MacGeary, 1961) tandis que dans d'autres cas, il semble n'y avoir aucune dépendance avec la fréquence (Youd, 1972). Cependant une étude récente met distinctement en évidence une forte diminution de l'efficacité de la densification avec la fréquence (Lesaffre, 2001).

Influence de l'écartement horizontal

L'écartement horizontal, c'est-à-dire la distance entre les parois latérales du récipient comptée en unité de diamètre des billes, soit $N_h = D/d$, est déterminant quant à la valeur de la compacité maximale que peut atteindre un empilement granulaire sous vibration. Une étude théorique établit une relation entre N_h et la compacité maximale géométriquement accessible (MacGeary, 1961); tandis qu'un travail expérimental propose une dépendance exponentielle de cette compacité avec N_h (Ayer et Soppet, 1965).

Influence de la distribution de tailles

En jouant sur la distribution de tailles au sein de l'empilement, l'efficacité de la densification peut être très nettement modifiée (Bell et al., 1955; Evans et Millman, 1964). Il est notamment possible d'atteindre de fortes compacités, comme le montrent plusieurs études sur les empilements de poudres d'oxyde d'Uranium (UO_2), avec des taux de remplissage de l'ordre de 98 % pour trois tailles de grains judicieusement choisies (Evans et Millman, 1964).

Enfin, on peut noter que peu d'études s'attachent spécifiquement à la dynamique de la compaction. Certains auteurs présentent des courbes de compaction à travers l'évolution de la hauteur de l'empilement ou de sa compacité au cours du temps (Bell et al., 1955; Evans et Millman, 1964; Youd, 1972; Tokue, 1976) mais sans l'analyser plus en détail. Cependant deux séries d'études visiblement indépendantes, l'une concernant la compaction par secousses de poudres métalliques et pharmaceutiques (Kawakita et Lüdde, 1970; Yamashiro et al., 1983) et l'autre s'intéressant aux poudres alimentaires (Sone, 1972; Malave et al., 1985), proposent une même loi empirique pour décrire la dynamique de la densification pour les temps courts :

$$\frac{N}{C_N} = \frac{N}{a} + \frac{1}{ab} \quad (1.1)$$

où N est le nombre de secousses ou de cycles, $C_N = \frac{V_0 - V_N}{V_0}$ correspond à la diminution relative de volume par rapport à l'empilement de départ. Un lien entre les deux paramètres a et b et certaines caractéristiques physiques du milieu a été proposé (Yamashiro et al., 1983) : on observe ainsi une assez bonne corrélation entre le paramètre $1/b$ et une cohésion² au sein de l'empilement étudié, et également entre $1/a$ et la fluidité du milieu (estimée par mesure du débit à travers un entonnoir). Cependant nous verrons au chapitre 5 que des réserves peuvent être apportées à ces résultats. Par ailleurs, des expériences plus récentes ont testé cette même loi (1.1) ainsi qu'une autre formulation empirique, l'équation de Heckel modifiée (Yu et Hall, 1994) :

$$\Phi_\infty - \Phi_N = (\Phi_\infty - \Phi_0) \exp(-Kn^s) \quad (1.2)$$

Toutefois, dans cette étude, les séquences de l'ordre d'une centaine de secousses ont été réalisées manuellement et sont difficilement comparables aux autres travaux présentés.

²Cette grandeur n'est pas clairement définie ; il est juste dit qu'elle est estimée à partir de mesures de cisaillement sans plus de précisions.

Suite à cet état des lieux succinct dans ce domaine de la compaction "douce", on retient principalement la grande variété des résultats obtenus, qui sont parfois contradictoires, ainsi que la diversité des systèmes et des dispositifs étudiés, notamment en ce qui concerne la méthode employée pour faire vibrer ou pour secouer les grains. Par ailleurs, il n'y a pas, à notre connaissance, d'étude antérieure à 1995 sur la dynamique de la compaction aux temps longs (Knight et al., 1995). Ces nombreux travaux ont permis de nettes améliorations des techniques de compaction par vibration mais ne répondent que partiellement aux questions qui se posent à un niveau plus fondamental : quelle est la nature de la dynamique interne du milieu granulaire lui permettant de se restructurer de façon plus compacte après chaque vibration ? En effet, des réarrangements collectifs entre grains sont nécessaires et doivent mettre en jeu un nombre de grains de plus en plus élevé au fur et à mesure que le milieu se densifie. Comment la vibration favorise-t-elle ces comportements coopératifs ?

On peut aussi remarquer une certaine analogie entre ces systèmes de grains sous sollicitations douces et les systèmes vitreux : comme on l'a vu précédemment, le modèle de sphères dures est couramment utilisé pour décrire les liquides. Le comportement d'un milieu granulaire faiblement sollicité peut ainsi se rapprocher de celui d'un verre c'est à dire d'un liquide métastable au-dessous de sa température de transition vitreuse. En prolongeant cette analogie, la question plus générale de l'existence d'une thermodynamique des poudres peut également être posée. Depuis le début des années 90, de nouvelles études, et en premier lieu celles de l'équipe du James Franck Institute à Chicago, ont amorcé une approche plus fondamentale du problème de compaction en utilisant notamment le cas modèle de sphères dures monodisperses.

1.2 Approche fondamentale de la compaction granulaire

1.2.1 Analogie avec les systèmes vitreux

La définition la plus générale d'un verre correspond à un système thermodynamique hors équilibre qui relaxe très lentement vers son état d'équilibre. L'exemple classique est celui d'un liquide qui a subi une trempe, c'est-à-dire qui a été rapidement refroidi au-dessous de sa température de transition liquide/solide : sa structure géométrique n'a pas eu le temps de suivre l'évolution brutale de température et sa nouvelle température n'est pas suffisante pour permettre une adaptation structurale rapide vers l'état solide. Le fluide est alors dans un état dit gelé pour lequel les réarrangements moléculaires deviennent extrêmement lents

(Götze et Sjögren, 1992; Stillinger, 1995; Ediger et al., 1996). Ce comportement se caractérise notamment par une très forte viscosité et des temps de relaxation vers l'équilibre qui deviennent énormes, souvent nettement en dehors de l'échelle de temps accessible expérimentalement. La température de transition vitreuse n'étant pas définie de façon précise, il existe plusieurs définitions, généralement empiriques. La plus courante est basée sur la quasi-divergence de la viscosité et la température de transition vitreuse correspond à la température pour laquelle le système atteint une viscosité de 10^{+13} poises. La figure 1.2 (Ediger et al., 1996)) montre cette divergence de la viscosité avec la température.

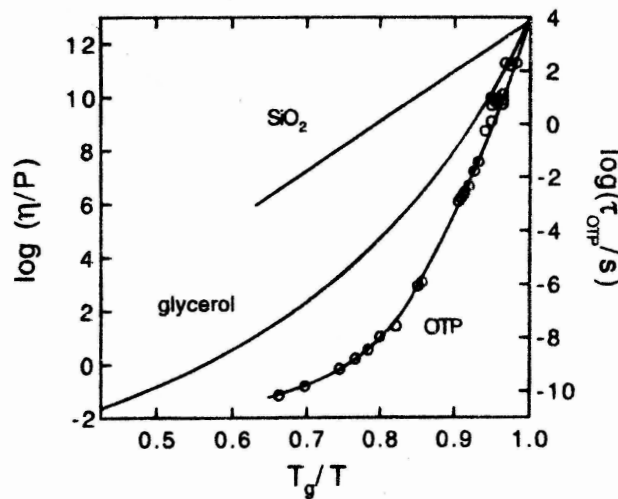


FIG. 1.2 – Viscosité en fonction de l'inverse de la température réduite pour 3 liquides : SiO_2 , glycérol et *o*-terphenyl (lignes pleines). Temps de réorientation structurale pour le *o*-terphenyl (\circ). Une dépendance linéaire marque une loi de type Arrhénius caractéristique des verres *forts* comme ici SiO_2 . Au contraire, les verres *fragiles* présentent un comportement non linéaire comme c'est ici le cas pour le glycérol et le *o*-terphenyl.

Cette dépendance de la viscosité ou du temps de relaxation avec la température est approchée par des lois de type Arrhénius pour les verres dits *forts* et de type Vogel-Fulcher-Tammann (1.3) pour les verres dits *fragiles* :

$$\tau = \tau_0 \exp\left(\frac{B}{T - T_\infty}\right) \quad (1.3)$$

Quand $T_\infty = 0$, on retrouve la loi classique d'Arrhénius, et $E_a = k_B B$ est alors une énergie d'activation.

Par ailleurs, la dynamique de l'état vitreux dépend fortement de l'histoire du système : la structure ne relaxant que très lentement vers l'état stable, des effets de mémoire ap-

paraissent. Ainsi deux échantillons dans des conditions identiques mais avec une histoire différente évoluent différemment. Cette mémoire du système est également mise en évidence dans des expériences de vieillissement comme nous le verrons plus en détail.

Les milieux granulaires qui par nature sont assez proches de ce modèle théorique de la structure des liquides (empilement de sphères dures) devraient également pouvoir être considérés comme des verres, mais à une échelle caractéristique de longueur bien plus grande, liée au très fort rapport de taille entre une molécule nanométrique et un grain millimétrique. Toutefois, transposer directement le concept de l'état vitreux aux systèmes granulaires s'avère assez délicat. Deux facteurs principaux s'opposent à une analogie directe : tout d'abord, les interactions entre grains sont des interactions de contact (déformation des billes, frottement), nettement différentes des interactions intermoléculaires (de type Van Der Waals au sens large) et donnant lieu à une forte dissipation d'énergie lorsque le système est sollicité. Par ailleurs, à l'inverse des verres qui sont des systèmes thermiques, les milieux granulaires ont la particularité d'être *athermiques*, c'est-à-dire insensibles à l'agitation thermique. En effet, l'énergie thermique $k_B T$ est extrêmement négligeable par rapport à l'énergie mécanique caractéristique d'un grain macroscopique $E = mgd$ (où d est la taille du grain) ; on trouve par exemple un écart d'environ 12 ordres de grandeur pour un grain millimétrique à température ambiante. Un empilement de grains correspond ainsi à un état métastable c'est-à-dire à un minimum local d'énergie potentielle. Il restera indéfiniment bloqué dans cette configuration tant qu'il ne subit pas de perturbation extérieure suffisante pour le restructurer. On voit alors qu'une analogie avec les systèmes thermiques ne peut être envisagée que dans le cas où un milieu granulaire est au cours du temps. L'agitation mécanique ainsi créée joue, dans une certaine mesure, un rôle équivalent à l'agitation thermique en permettant à l'empilement d'explorer son espace des configurations. Une forte injection d'énergie placera le système dans un état plutôt gazeux, tandis qu'une sollicitation douce le laissera le système dans un état dense, proche d'un liquide ou d'un solide, où le lien avec les systèmes vitreux devient possible. Notons bien cependant que dans un verre, la température est un scalaire et les mouvements moléculaires sont isotropes et purement aléatoires dans le temps. Tandis que dans un empilement, l'agitation a une dépendance temporelle, avec souvent des ondes de chocs à l'intérieur du milieu, et elle présente généralement une anisotropie avec une ou des directions privilégiées (Caglioti et al., 1999).

C'est dans le but de tester et d'étudier cette analogie que des expériences de compaction sous secousses verticales ont été entreprises à Chicago, au milieu des années 90.

1.2.2 Mise en évidence expérimentale

Présentation de l'étude

Nous présentons ici les principaux résultats expérimentaux obtenus par une équipe du James Frank Institute à Chicago. L'objectif de ce travail était d'étudier, à travers la compaction d'un empilement de grains, le passage d'un état statique à un autre sous l'effet de secousses verticales (Knight et al., 1995; Nowak et al., 1997; Nowak et al., 1998). Le dispositif utilisé est représenté sur le schéma de la figure 1.3. Il est constitué d'un cylindre en pyrex de diamètre $D = 18,8 \text{ mm}$ rempli de billes de verre sphériques monodisperses de diamètre $d = 1, 2$ ou 3 mm . L'ensemble est secoué à la base par un pot vibrant électromagnétique. Pour supprimer au maximum toute interaction de type électrostatique ou capillaire entre les billes, celles-ci sont initialement lavées, puis passées à l'étuve tandis que l'empilement est maintenu sous vide pendant la durée de l'expérience. Afin que la compaction soit bien visible, l'empilement de départ doit être peu dense. Pour ce faire, un jet ascendant d'azote sec, à haute pression, est envoyé dans l'empilement permettant ainsi d'obtenir un état peu dense (proche de la limite du RLP) et reproductible : $\Phi = 57,7 \pm 0,5\%$ ce qui correspond à une hauteur initiale d'environ 87 cm .

Les secousses imposées au système sont séparées dans le temps par un délai de l'ordre de $0,5$ à 1 seconde afin de permettre une relaxation complète du système et de mesurer ainsi la compacité des configurations statiques successivement prises par le système. Chaque secousse est commandée par un signal sinusoïdal de fréquence $f = 30 \text{ Hz}$ pris sur toute une période. Cette commande est envoyée au pot vibrant par l'intermédiaire d'un amplificateur de puissance. La secousse réellement ressentie par le dispositif est mesurée par un accéléromètre dont une acquisition type est représentée sur l'insert de la figure 1.3. On peut alors paramétrer l'intensité de la secousse par son accélération de crête négative $-\gamma_{max}$. Plus exactement, le paramètre utilisé est l'accélération adimensionnée $\Gamma = \frac{\gamma_{max}}{g}$.

Les mesures de compacité sont réalisées par méthode capacitive : 4 condensateurs plans constitués de plaques de cuivre de hauteur 15 ou 30 cm fixées à la paroi extérieure du cylindre sont placés le long de la colonne (voir figure 1.3). Un système d'acquisition électronique permet de mesurer la capacité entre les 2 plaques d'un même condensateur. On en déduit ainsi la permittivité relative effective de l'empilement dans la zone de mesure, ϵ_{eff} . Cette permittivité varie linéairement avec la fraction volumique de l'empilement. Un étalonnage permet donc de déduire la compacité Φ dans la zone de mesure. Un second

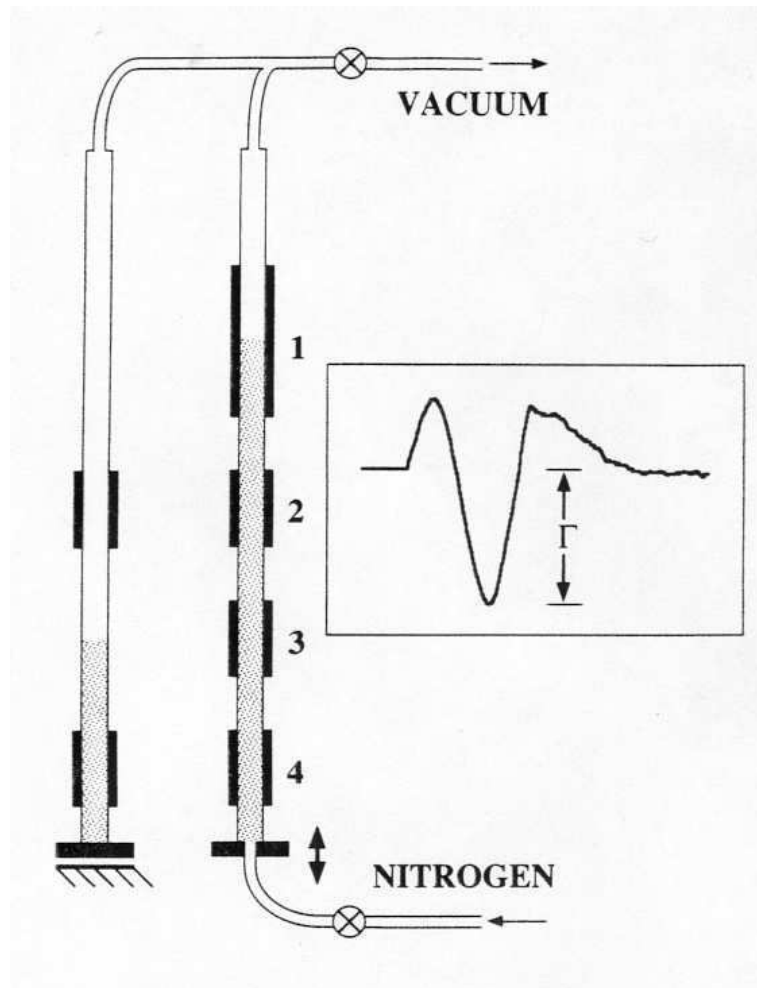


FIG. 1.3 – Dispositif expérimental. Deux condensateurs de référence sont fixés sur le tube de gauche tandis que celui de droite est muni de 4 condensateurs de mesure. Les billes sont placées dans ce dernier tube et un courant ascendant d'azote permet d'obtenir un empilement initial peu dense. Les deux tubes sont placés sous vide partiel et celui contenant les billes est soumis à des secousses répétées. L'insert de droite présente l'allure moyenne d'une secousse (moyenne sur 64 réalisations) mesurée avec un accéléromètre.

tube fixe possédant 2 condensateurs est placé dans les mêmes conditions expérimentales que le tube vibré. La mesure en parallèle de ces deux capacités de référence permet de tenir compte des fluctuations extérieures (humidité, température) ou des dérives électroniques et assure ainsi une résolution en farads de $10^{-15} F$; soit, au final, une précision sur la compacité de $\Delta\Phi = 0,005 = 0,5\%$. Un dispositif optique évalue, avec une moindre précision, la hauteur de la colonne de grains afin de valider la méthode capacitive. Chaque zone de mesure correspond à un volume d'environ 17% du volume total c'est à dire environ 6000 billes dans le cas des sphères de diamètre 2 mm.

Un dernier point important concerne la convection qui peut exister dans un système sous vibrations ou sous secousses. On appelle ici convection le déplacement collectif des billes par rapport à la paroi du cylindre. Des études ont montré que cette convection est causée par le frottement à la paroi qui limite le mouvement des billes périphériques par rapport aux autres (Knight et al., 1996). Ce déséquilibre induit un flux convectif dans l'empilement, visible en général par une mise en tas progressive à la surface libre associée à des rouleaux de convection à l'intérieur du milieu. Dans ces expériences, la paroi intérieure du tube est lisse et le frottement entre cette paroi et les billes est extrêmement faible : les auteurs affirment que la convection est ainsi totalement supprimée. Nous serions plutôt tenter de penser qu'elle est juste fortement limitée mais peut éventuellement se faire ressentir à des temps très longs. Notons enfin que l'empilement est très contraint dans le tube puisque l'écartement horizontal est, en nombre de grains, $N_h = \frac{D}{d} \approx 10$. Ceci doit ainsi aider à restreindre la convection mais place par contre le système dans une configuration fortement dépendante de ce qui se passe au niveau de la paroi, particulièrement du point de vue géométrique. Par exemple, il a été montré que la porosité était localement perturbée par la présence d'une paroi sur une distance d'au moins quatre diamètres de grains (Benenati et Brosilow, 1962). En général, on considère que l'on s'affranchit complètement des effets de bords à partir d'une distance à la paroi de 10 à 20 tailles de grains (Ben Aïm, 1970).

Principaux résultats

Une courbe de compaction type est présentée sur la figure 1.4 : on observe une évolution très lente de la compacité avec de fortes fluctuations. On s'affranchit en partie de ces fluctuations en utilisant des courbes moyennées sur 4 à 5 réalisations identiques comme le montre la figure 1.5.

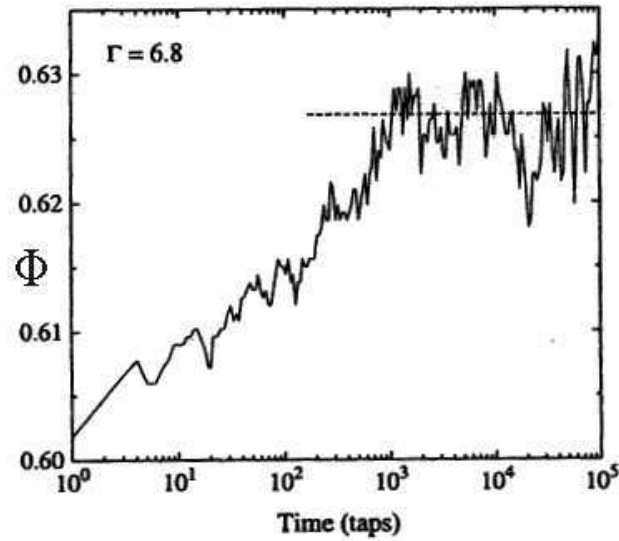


FIG. 1.4 – Courbe brute montrant l'évolution de la compacité Φ mesurée par un des condensateurs en fonction du temps, c'est-à-dire du nombre de secousses. L'intensité des secousses est $\Gamma = 6,8$.

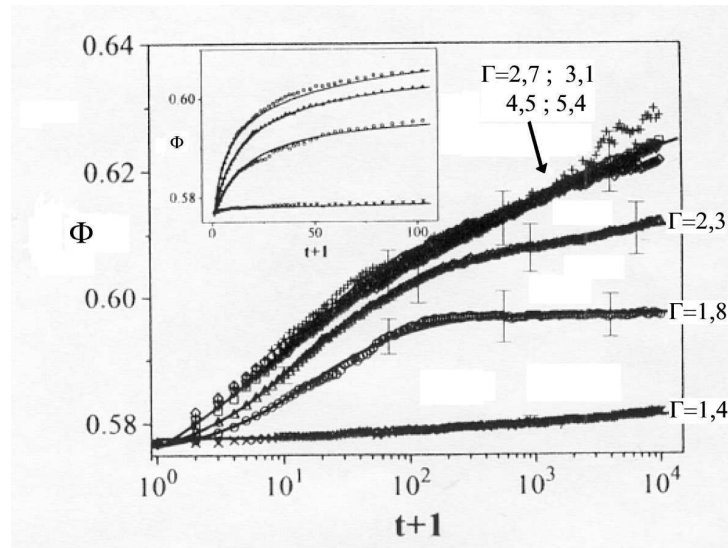


FIG. 1.5 – Compacité mesurée à la base de l'empilement (condensateur 4) en fonction du logarithme du nombre de secousses pour $\Gamma = 1,4$ (\times), $1,8$ (\circ), $2,3$ (Δ), $2,7$ (\square), $3,1$ (∇), $4,5$ (\diamond) et $5,4$ ($+$). On rajoute 1 au nombre de secousses t pour faire apparaître la compacité initiale sur l'échelle logarithmique. L'insert présente certaines des courbes précédentes en échelle linéaire du temps. Les courbes en traits pleins correspondent à des ajustements avec la loi (1.6) présentée plus loin.

Concernant la dynamique du processus de compaction, sa lenteur est particulièrement mise en évidence en comparant les courbes en échelle linéaire (insert de la figure 1.5) et logarithmique du temps. Notons que ce qu'on appelle ici "temps" correspond en fait au nombre cumulé de secousses appliquées à l'empilement. Ainsi, si au bout d'une centaine de secousses la compacité peut donner l'impression d'avoir atteint un état d'équilibre, on constate bien en échelle logarithmique que l'évolution se maintient sur des durées nettement plus longues, dépassant même le temps expérimental de référence, à savoir 10^4 secousses.

Influence de l'intensité des secousses

L'intensité Γ des secousses joue nettement sur la dynamique de la densification ainsi que sur la valeur finale vers laquelle tend la compacité. Cette valeur, notée Φ_f , est ici assimilée à la valeur atteinte par la compacité après une séquence de 10^4 secousses. La figure 1.6 présente le gain total en compacité en fonction de Γ : au-dessous d'une valeur critique Γ_c , l'accroissement de la compacité est quasiment nul tandis qu'au-dessus de Γ_c il augmente et tend à se stabiliser vers 5%. Cette valeur Γ_c , qui vaut ici 1,5 à 2, semble dépendre principalement des conditions de frottement bille-bille et bille-paroi.

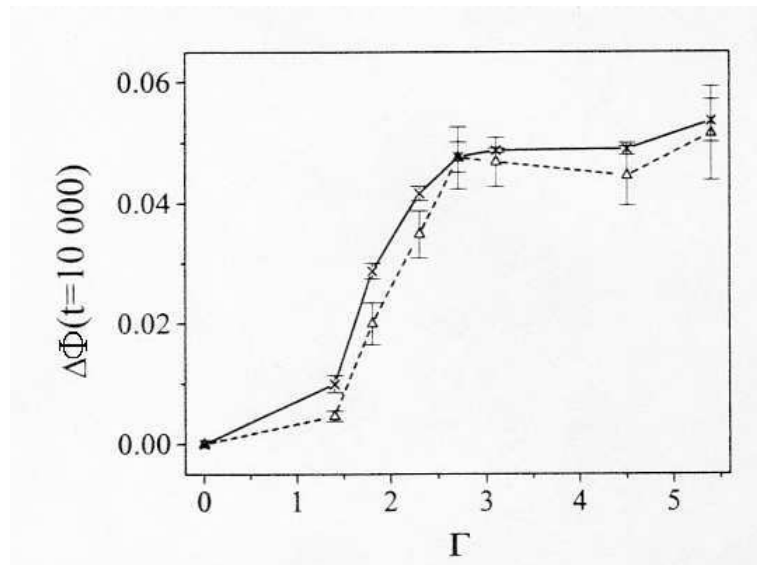


FIG. 1.6 – Variation de compacité après 10^4 secousses en fonction de l'accélération Γ . La compacité est évaluée par mesure de la hauteur de l'empilement (\times) ou par le condensateur 4 (Δ).

Variation avec la hauteur dans l'empilement

Une différence de comportement avec la hauteur n'est observée que pour les faibles valeurs de Γ ($\Gamma < \Gamma_c$) : la figure 1.7 présente les variations de compacité pour $\Gamma = 1,8$ mesurées avec les condensateurs 2, 3 et 4, positionnés à des hauteurs décroissantes dans la colonne (voir figure 1.3). Pour des valeurs plus élevées de Γ , aucune différence ne semble apparaître entre ces 3 mesures. Par contre, pour $\Gamma = 1,8$, on constate sur la figure 1.7 que la compacité dans la partie la plus haute du tube est plus élevée et n'atteint pas de limite finale contrairement aux deux autres courbes qui correspondent à la moitié basse de l'empilement.

Cette augmentation de la compacité avec la hauteur est interprétée en terme de gradient de l'intensité effective de la secousse : la sollicitation ressentie au bas de l'empilement serait moins importante que dans la partie haute, cet effet disparaissant au-delà de Γ_c au profit d'une compaction homogène de l'empilement.

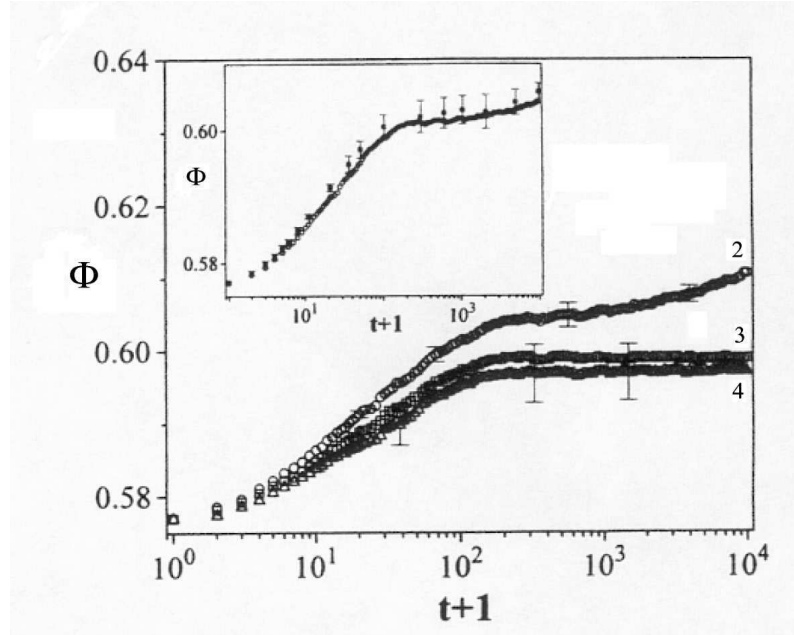


FIG. 1.7 – Evolutions de la compacité pour $\Gamma = 1,8$ obtenues avec le condensateur 2 (\circ), le condensateur 3 (\times) et le condensateur 4 (Δ). L'insert compare la moyenne pondérée de ces 3 courbes (\bullet) avec l'évolution de la compacité déterminée par mesure de la hauteur de l'empilement (\square).

Loi d'ajustement proposée

Pour chercher à représenter au mieux ces courbes de compaction, les auteurs ont d'abord testé une loi en double exponentielle proposée par Barker et Mehta (Barker et Mehta, 1993). Ce modèle distingue deux types de mouvements pour un grain : les mouvements individuels correspondant à de faibles déplacements et ne modifiant pas le voisinage du grain, et les mouvements collectifs nécessitant une modification nette de la structure locale de l'empilement et imposant un déplacement coopératif de tout un ensemble de grains voisins. En introduisant un temps caractéristique pour chacun de ces processus, τ_{ind} et τ_{col} , et en postulant des lois de relaxation simples (exponentielle), on obtient la loi en question :

$$\Phi(t) = \Phi_{\infty} - \Delta\Phi_{ind} \exp\left(-\frac{t}{\tau_{ind}}\right) - \Delta\Phi_{col} \exp\left(-\frac{t}{\tau_{col}}\right) \quad (1.4)$$

On peut également envisager une évolution identique à celle d'un système thermique hors équilibre. Une telle relaxation est alors couramment décrite par une exponentielle étendue (Götze et Sjögren, 1992; Phillips, 1996), souvent appelée fonction de Kohlrausch-Williams-Watts ou fonction KWW :

$$\Phi(t) = \Phi_{\infty} - \Delta\Phi_{\infty} \exp\left(-\left(\frac{t+t_0}{\tau}\right)^{\beta}\right) \quad (1.5)$$

Toutefois, ces deux fonctionnelles ne décrivent pas de façon suffisamment satisfaisante les évolutions observées comme le montre la figure 1.8. Aussi, les auteurs ont-ils proposé une loi empirique : (1.6), sans justification théorique, mais présentant un meilleur ajustement avec les mesures comme le montre la figure 1.8 :

$$\Phi(t) = \Phi_{\infty} - \frac{\Delta\Phi_{\infty}}{1 + B \ln\left(1 + \frac{t}{\tau}\right)} \quad (1.6)$$

Cette loi (1.6) n'a pas de justification théorique, mais présente un meilleur ajustement avec les mesures comme le montre la figure 1.5. Elle est principalement en inverse du logarithmique du nombre de secousses et fait apparaître 4 paramètres : un temps caractéristique τ , une valeur asymptotique Φ_{∞} , un accroissement total $\Delta\Phi_{\infty}$ ainsi qu'un paramètre B sans interprétation physique directe. Les variations de ces différents paramètres avec Γ sont présentées dans la figure 1.9 : de façon assez analogue, B et τ sont fortement décroissants avec Γ (imposant le recours à l'échelle logarithmique), tandis que Φ_{∞} augmente dans des proportions importantes puisqu'au-delà de $\Gamma = 2$, Φ_{∞} dépasse notablement la limite du RCP ($\Phi_{RCP} \approx 64\%$).

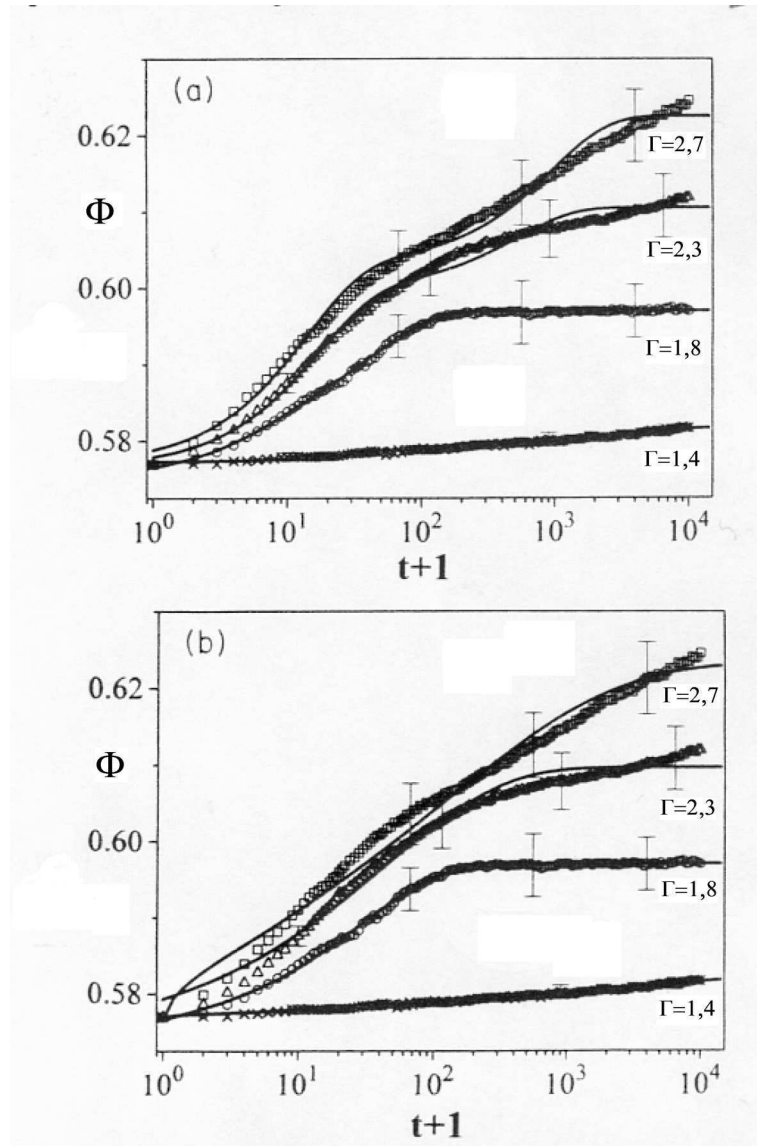


FIG. 1.8 – Meilleurs ajustements obtenus pour différentes valeurs de Γ (a) avec la loi (1.4) et (b) avec la loi (1.5).

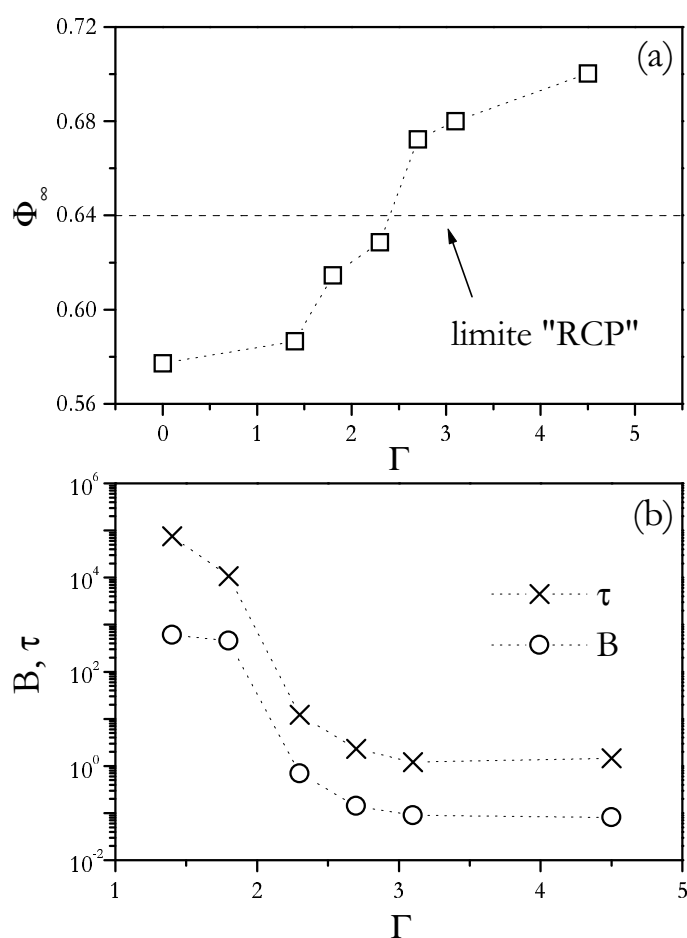


FIG. 1.9 – (a) Dépendance avec Γ du paramètre Φ_∞ (\square) tiré de la loi (1.6). (b) Dépendance avec Γ des deux paramètres B (\circ) et τ (\times) déduit de cette même loi d'ajustement.

Caractérisation de l'état asymptotique

La figure 1.10 présente la dépendance de la compacité de l'état stationnaire ou assimilé comme tel (i.e. compacité atteinte après une séquence de 10^5 secousses) avec l'intensité des secousses Γ mais aussi avec l'histoire antérieure du système (Nowak et al., 1997; Nowak et al., 1998). En effet, pour mettre en évidence cette dernière influence, la procédure suivante est réalisée. Partant de l'empilement initial à $\Phi \approx 58\%$, des séquences de 10^5 secousses sont effectuées à Γ fixé. A la fin de chaque séquence, le paramètre Γ est modifié par incrément de $\Delta\Gamma = \pm 0,5$ sans perturber l'empilement. Il est d'abord augmenté depuis $\Gamma = 0,5$ jusqu'à $\Gamma = 6$, puis diminué et enfin augmenté de nouveau entre ces mêmes bornes.

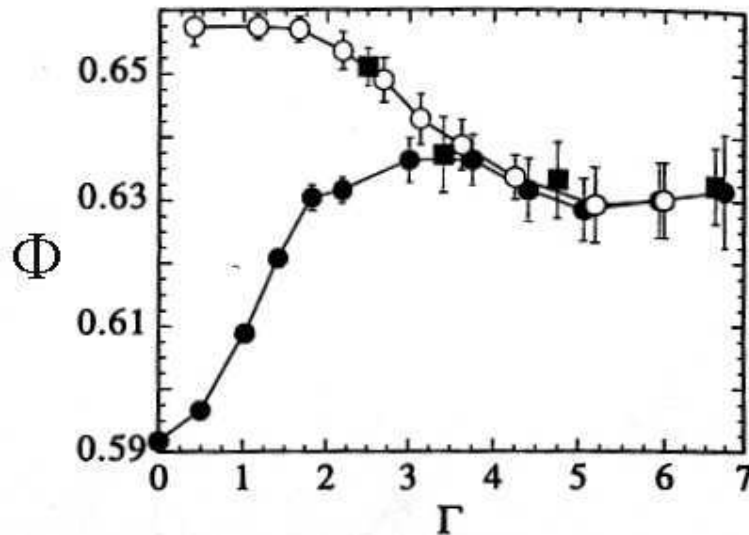


FIG. 1.10 – Compacités obtenues après des séquences de 10^5 secousses. D'une secousse à l'autre l'intensité Γ est soit augmentée de $\Delta\Gamma = +0,5$ (●), soit diminuée de $\Delta\Gamma = -0,5$ (○), soit augmentée à nouveau (■).

Lors de la première phase d'augmentation de Γ , les valeurs de compacité obtenues à la fin de chaque séquence, Φ_f , sont d'abord croissantes avec Γ puis passent par un maximum pour Γ^* compris entre 3 et 4 avant de diminuer légèrement, voire de se stabiliser. Dans la phase de diminution de Γ , Φ_f présente d'abord la même évolution de $\Gamma = 6$ à Γ^* , puis, au lieu de diminuer comme précédemment, Φ_f continue à augmenter pour atteindre sa valeur maximum quand Γ tend vers 0. Lors de la dernière phase d'augmentation de Γ , Φ_f repasse exactement par les mêmes valeurs que pour la phase précédente. On se trouve alors sur une branche réversible tandis que la première, entre 0 et Γ^* , est irréversible.

Ce résultat s'interprète directement par les temps caractéristiques nécessaires à la compaction : pour des valeurs faibles de Γ , ces temps de relaxation sont extrêmement grands et nettement supérieurs à la durée des différentes séquences de secousses. La relaxation n'est donc que partielle et se caractérise par une forte métastabilité du système : le chemin suivi n'est que peu reproductible, avec existence possible de plateaux pour lesquels la compacité reste constante, le système étant alors piégé dans une configuration particulièrement résistante. Pour des valeurs plus élevées de Γ , la relaxation devient suffisamment rapide pour approcher l'état d'équilibre du système, lequel est reproductible, ce qui explique ainsi la réversibilité obtenue pour la branche supérieure. Pour $\Gamma < \Gamma^*$, la dynamique est quasiment "gelée" et la compacité asymptotique ne pourra alors être obtenue qu'en envisageant une méthode de type "recuit-simulé" : on "réchauffe" d'abord le système en le compactant au-dessus de Γ^* , puis on le "refroidit" progressivement en diminuant Γ . On se rapproche ainsi des valeurs maximales de Φ_f . L'optimisation de cette procédure s'obtient en abaissant au maximum le taux de diminution de Γ .

Enfin, dans la gamme de valeurs de Γ où l'état d'équilibre peut être atteint ou au moins approché, une étude des fluctuations de compacité autour de la valeur stationnaire a été réalisée. La probabilité des écarts de compacité $\delta\Phi = \Phi - \Phi_f$ est d'allure gaussienne avec quelques déviations pour les valeurs les plus élevées de Γ et dans la moitié basse de l'empilement. On en déduit également le spectre de puissance des fluctuations, $S_\Phi(f)$ (où $f = 1/t$). Une allure type est présentée sur la figure 1.11. On distingue 3 régimes : un bruit blanc (S_Φ en f^0) pour les basses fréquences ($f < f_L$), une zone intermédiaire sans loi de puissance simple ($f_L < f < f_H$) puis un bruit brownien en f^{-2} aux hautes fréquences ($f > f_H$). Ce bruit Brownien correspond aux mouvements individuels des grains, de faibles amplitudes et sur des temps courts, appelés encore mouvements de type "cage". Le bruit blanc est dû aux mouvements collectifs liés à des réarrangements structuraux nécessitant des temps beaucoup plus longs. La zone intermédiaire, quant à elle, met en évidence une dynamique nettement plus complexe. Enfin, il faut noter que la séparation entre ces différents régimes est mieux marquée dans la partie basse de l'empilement et pour les valeurs les plus élevées de Γ .

Comportements vitreux

Plusieurs points communs avec la phénoménologie des systèmes vitreux sont mis en évidence dans ces expériences. En premier lieu, tout comme la viscosité ou le temps de

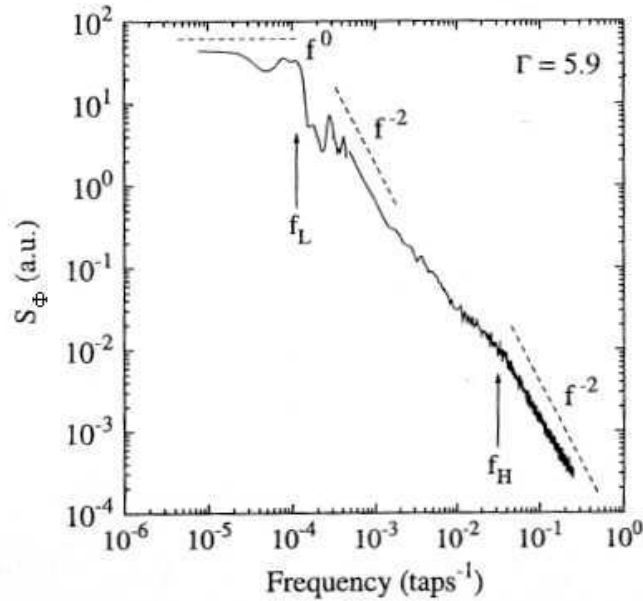


FIG. 1.11 – Spectre de puissance S_Φ obtenu à partir des fluctuations de compacités autour de l'état stationnaire à $\Gamma = 5,9$ et mesurées à la base de l'empilement.

relaxation d'un verre, il y a quasi-divergence du temps de compaction, observée directement à travers les courbes obtenues à faible sollicitation ou par l'intermédiaire du temps caractéristique τ tiré de la loi d'ajustement logarithmique (1.6). Par ailleurs, dans les expériences où l'excitation Γ est progressivement modifiée (figure 1.10), l'obtention d'une première branche irréversible, correspondant à des systèmes loin de l'équilibre, et d'une seconde branche réversible, pour des systèmes à l'équilibre ou proches de l'équilibre, présente une forte similitude avec les verres. En effet, si l'on souhaite amener le système à l'équilibre, c'est-à-dire dans son état le plus compact, une démarche similaire à celle utilisée pour les verres est envisageable : réchauffer le système au-dessus de sa température de transition vitreuse puis le refroidir en imposant un taux de refroidissement $\left| \frac{dT}{dt} \right|$ le plus faible possible afin d'éliminer au maximum les défauts structuraux du système. L'analogie directe de ce taux de refroidissement est ici $\frac{\Delta\Gamma}{\Delta t}$ (avec $\Delta\Gamma$, le changement d'intensité entre deux séquences de compaction, et Δt , la durée d'une séquence de secousses à Γ constant).

Une autre caractéristique essentielle des systèmes vitreux concerne les effets de mémoire : comme on l'a déjà évoqué précédemment, la structure du système étant quasiment gelée, de fortes corrélations peuvent perdurer sur des temps très longs et l'histoire antérieure, même ancienne, affecte l'évolution présente du système. Une réalisation expé-

rimentale de la même équipe de Chicago a mis en évidence cette capacité de mémorisation pour un empilement de grains sous secousses (Josserand et al., 2000). L'expérience la plus convaincante consiste à amener le système à un même état de compacité lors de 3 séquences différentes de compaction correspondant à 3 valeurs de Γ : Γ_0 , Γ_1 et Γ_2 avec $\Gamma_1 < \Gamma_0 < \Gamma_2$. Ensuite, partant de cette situation initiale avec une compacité identique, les 3 systèmes sont secoués de façon exactement analogue avec l'intensité Γ_0 . La figure 1.12 montre que les 3 réponses sont significativement différentes, avec notamment une diminution brutale de compacité pour l'échantillon qui a été compacté à basse intensité (Γ_1) mais qui, par la suite, tend à converger vers les 2 autres courbes. Cette expérience peut être mise en parallèle avec d'autres réalisées sur des systèmes vitreux et mettant également en évidence cet effet de mémoire (Lefloch et al., 1992).

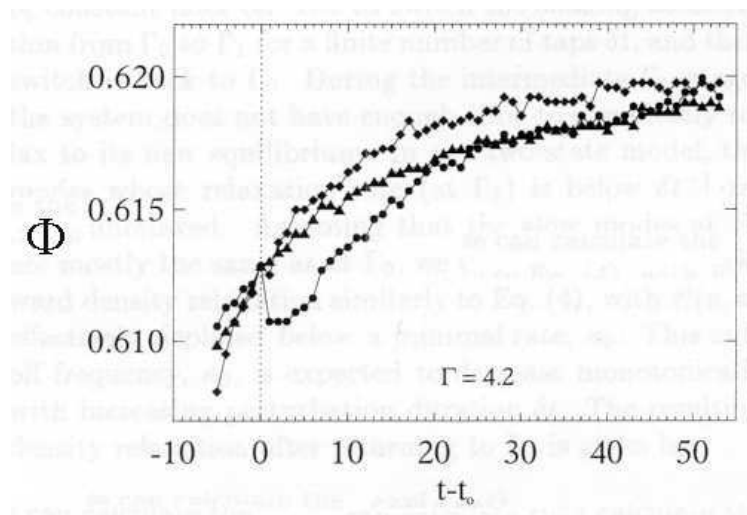


FIG. 1.12 – Evolutions temporelles de la compacité pour des systèmes ayant atteint au temps t_0 la compacité $\Phi_0 = 0,613 = 61,3\%$ après 3 séquences de compaction différentes à $\Gamma_1 = 1,8$ (\bullet), $\Gamma_0 = 4,2$ (\blacktriangle) et $\Gamma_2 = 6,3$ (\blacklozenge). Aux temps $t > t_0$, les 3 systèmes sont vibrés avec la même intensité Γ_0 . Les évolutions de compacité dépendent de l'histoire antérieure. Chaque courbe est une moyenne sur 4 réalisations.

Par ailleurs, des expériences très récentes confirment l'obtention de comportements vitreux pour un système de grains faiblement vibrés avec notamment l'obtention de lois de type Vogel-Fulcher-Tammann (1.3) (D'Anna et Gremaud, 2001).

Ces différentes expériences confirment bien l'analogie forte entre les systèmes vitreux et les milieux granulaires sous secousses verticales ou, de façon plus générale, sous sollicitations modérées.

Le problème de la cristallisation

Un dernier point doit être discuté ici : celui de la cristallisation. En effet, l'agitation fournie à l'empilement lui permet d'explorer des configurations macroscopiques pour lesquelles le système est partiellement ordonné. Un empilement désordonné se situe entre les deux limites du RLP et du RCP se caractérisant ainsi par une compacité comprise entre 55 et 64 % et par une absence d'ordre local au-delà des plus proches voisins. Cependant, les expériences précédemment décrites ont permis d'obtenir des compacités supérieures à 64 % (Nowak et al., 1997), suggérant ainsi l'apparition de zones ordonnées dans l'empilement. Ou bien cet ordre est provoqué par les conditions aux limites, à savoir ici la paroi latérale du tube qui, en imposant un rayon de courbure infini, favorise un ordonnancement local ; ou bien la mise en ordre est intrinsèque au système et l'état d'équilibre vers lequel tend le système pour les conditions de vibration imposées correspond à un état cristallin de compacité comprise entre 64 et 74 %. Cette dernière hypothèse serait confirmée par la valeur asymptotique Φ_f fournie par la loi logarithmique (1.6) et qui se situe entre 60 et 70 % de compacité (Knight et al., 1995). Ce type de cristallisation intrinsèque au système a déjà été observé dans des expériences associant des vibrations horizontales à un débit gravitationnel variable (Pouliquen et al., 1997) : il est alors possible d'obtenir des empilements partiellement cristallisés où des zones d'ordre de type CFC se créent au coeur de l'empilement. D'autres expériences en sollicitations horizontales cycliques (Nicolas et al., 2000) ont fourni des résultats assez proches avec des compacités approchant les 70 % et une phénoménologie comparable à celle obtenue dans le cas des secousses verticales, notamment du point de vue des effets de mémoire ou des branches réversible et irréversible ; la loi expérimentale (1.6) ne semble toutefois plus adaptée aux temps longs. Il faut cependant noter que la nature même des sollicitations est déterminante : on peut ainsi légitimement penser que les sollicitations horizontales induisent spontanément des mouvements horizontaux plan sur plan qui sont susceptibles de favoriser fortement une mise en ordre à assez grande échelle. Dans la même optique, une étude plus ancienne suggère qu'une cristallisation parfaite sous vibration est possible, à condition que la vibration se fasse selon les 3 directions de l'espace (Owe Berg et al., 1969). Toutefois, en vibration uniquement verticale et dans des conditions très précises, une cristallisation d'ensemble a déjà été mise en évidence (Vanel et al., 1997). Enfin, pour des objets anisotropes (petits cylindres en nylon), on retrouve à nouveau le même type de phénoménologie que celle des expériences de Chicago, avec en plus une mise en ordre très nette correspondant à une transition entre une structure isotrope et une structure nématique (Villarruel et al., 2000). Notons cependant que, dans ces derniers

exemples, il est tout à fait envisageable que les parois soient le moteur de la cristallisation.

1.2.3 Modélisation de la compaction granulaire

Les expériences ont donc mis en évidence une phénoménologie riche et robuste : riche de par son analogie forte avec les verres, caractérisée par une relaxation très lente (approximativement en inverse du logarithme du nombre de secousses), par l'existence de branches réversible et irréversible dans la dépendance de la compacité d'équilibre avec l'excitation Γ , et également par les effets de mémoire ; robuste du fait que ces comportements génériques se retrouvent pour des objets de forme anisotrope ou pour des sollicitations différentes. Cette phénoménologie constitue donc un bon test pour les différents modèles théoriques et numériques qui ont été proposés, la plupart à la suite de ces expériences réalisées à Chicago.

Présentation des principaux modèles

Pour reprendre la classification proposée par Alain Barrat (Barrat, 2001), les différents modèles existants peuvent être rangés dans trois grandes catégories : modèles phénoménologiques, microscopiques et thermodynamiques.

Les approches phénoménologiques

On sait que le moteur de la compaction est lié principalement aux notions de contrainte géométrique entre voisins et de volume libre ou disponible. La démarche consiste à introduire ces effets dans un système assez élémentaire. Ainsi le modèle de volume libre le plus simple postule que la variation de compacité entre deux secousses est proportionnelle à la probabilité qu'un nombre suffisamment important de grains se réarrangent (Nowak et al., 1998; Boutreux et de Gennes, 1997). Le nombre de grains en question se calcule en fonction de la compacité moyenne et correspond au gain en volume libre total permettant d'accueillir un grain supplémentaire. En supposant que la probabilité est exponentielle, ce qui correspond à une distribution de volume poissonnienne pour les interstices entre grains, on obtient pour la compacité un comportement asymptotique en inverse du logarithme du nombre de secousses. La valeur de cette limite asymptotique est, par contre, toujours la même, imposée par le modèle. L'adaptation d'un modèle originellement utilisé pour étudier l'adsorption et la désorption sur une paroi (Random Sequential Adsorption), donne la même loi d'évolution mais avec un terme supplémentaire traduisant la proba-

bilité qu'il y ait également création d'un vide au niveau d'un site (Nowak et al., 1998; Talbot et al., 2000; Talbot et al., 2001). On retrouve encore une dynamique logarithmique sauf aux temps longs où la compacité tend alors exponentiellement vers sa valeur finale. Une courbe d'hystérésis est également obtenue pour la compacité de l'état stationnaire (branches irréversible-réversible). D'autres modèles se placent directement dans l'espace des phases et proposent des probabilités de diffusion entre minima locaux (Luding et al., 2000), ou au contraire des probabilités de piégeage (Head et Rodgers, 1998), semblables à des lois d'activation où la barrière énergétique locale à franchir doit être comparée à une énergie de vibration. Cette approche peut également être combinée au modèle de volume libre précédent (Head, 2000). Après résolution numérique, ces modèles permettent de retrouver la dynamique type de la compaction mais aussi les branches réversible-irréversible et les effets de mémoire. Divers modèles de verres de spin ont également été adaptés (Dean et Lefèvre, 2001; Berg et Mehta, 2001) en simulant une secousse par une perturbation du système suivie par une relaxation spontanée. On retrouve ainsi la dynamique logarithmique et la courbe d'hystérésis. Enfin, on peut aussi citer un modèle de clusters, c'est-à-dire de groupements de grains de tailles variées, supposés cristallins et aléatoirement répartis et auxquels on impose des lois dynamiques de fragmentation et de réassociation (Gavrilov, 1998). Ce dernier modèle semble toutefois assez éloigné de la réalité.

Les modèles microscopiques

Cette approche consiste à introduire la contrainte stérique directement à l'échelle du grain et non plus en moyenne sur l'ensemble du système. Un modèle numérique tridimensionnel continu, par opposition aux modèles sur réseaux, simule une secousse par une dilatation d'ensemble suivie d'une redéposition non séquentielle de type Monte-Carlo et enfin une phase de stabilisation sous gravité (Mehta et Barker, 1991; Barker et Mehta, 1992; Barker et Mehta, 1993). La dynamique, étudiée seulement sur les 100 premiers cycles, semble correctement modélisée par une somme de deux exponentielles, loi (1.4) déjà présentée au paragraphe précédent. La compacité asymptotique est décroissante avec l'intensité des secousses ce qui correspondrait alors à la branche réversible trouvée expérimentalement. La structure d'un empilement est ici plus proche d'une situation réelle que dans les autres modèles ce qui autorise une analyse géométrique de l'empilement. La modélisation numérique que nous présentons au chapitre 2 se situe dans cette même catégorie. Il existe également des modèles sur réseau, un peu plus abstraits, dont on présentera ici un exemple, le modèle

du Tétris (Caglioti et al., 1997) : il s'agit en fait d'un réseau bidimensionnel où chaque site est soit vide, soit occupé par une pièce de forme anisotrope comme un rectangle incliné à 45° pour le cas le plus simple. Partant du principe de non recouvrement des différentes pièces du puzzle, de très fortes contraintes géométriques sont imposées au système lorsque l'on implémente des déplacements site à site. En jouant sur la valeur de la probabilité de déplacement vers le haut par rapport à la probabilité de déplacement vers le bas, on peut simuler une succession de secousses et analyser l'évolution progressive du système. Une loi du type logarithmique décrit très bien la dynamique obtenue, la transition irréversibilité-réversibilité de la compaction est observée, de même que la présence d'effets de mémoire (Nicodemi et Coniglio, 1999; Barrat et Loreto, 2001). Le profil vertical de compacité peut également être obtenu et analysé (Barrat et Loreto, 2000) : la compacité semble assez homogène, mise à part dans une zone très compacte localisée près de la surface supérieure. Par ailleurs, la largeur de cette interface augmente avec l'intensité des secousses. D'autres modèles sur réseau ont été proposés, avec chacun des spécificités concernant les lois de déplacements entre sites et pour des réseaux de dimension 1 (Peng et Ohta, 1998; JavierBrey et al., 1999; Sellitto et Arenzon, 2000; Hertzsch, 2000) ou 2 (Nicodemi et al., 1997).

L'approche thermodynamique

L'idée d'introduire les concepts thermodynamiques aux milieux granulaires été formalisée par Edwards et ses collaborateurs en introduisant une mesure non thermique c'est-à-dire basée non pas sur l'énergie mais sur le volume. Cette approche est discutée plus en détail dans le chapitre suivant et mise en parallèle avec les récents développements sur le vieillissement dans les systèmes vitreux.

Vieillissement et mesure d'Edwards

L'idée de départ est d'essayer d'adapter les outils d'analyse et de compréhension mis au point par les physiciens des verres à la rhéologie granulaire quasi-statique en analysant le cas particulier de la compaction. Dans ce but, nous présentons les derniers développements proposés pour interpréter la relaxation vitreuse et notamment le vieillissement physique qui est observé au cours de cette relaxation.

L'observation de vieillissement dans les systèmes vitreux est une des nombreuses caractéristiques de la dynamique vitreuse, au même titre que les effets de mémoire ou d'hystérésis

que l'on a déjà présentés. Il s'agit en fait de la dépendance des fonctions de corrélation à deux temps avec l'âge du système. L'observation de ce phénomène peut se faire par la procédure la suivante : un système est amené à l'état vitreux, par exemple par trempe, puis, au bout d'un temps t_W , on étudie une fonction de corrélation temporelle du type $C(t, t_W) = \overline{A(t + t_W)A(t_W)}$ où $t > t_W$. A est une observable et \overline{A} désigne la moyenne statistique de A sur plusieurs réalisations. Si le système était à l'équilibre thermodynamique, la fonction serait invariante par translation dans le temps, $C(t, t_W) = C(t - t_W)$, et donc indépendante de t_W . A l'inverse, pour notre système qui est hors équilibre, $C(t, t_W)$ dépend fortement de t_W c'est-à-dire de l'âge du système. On obtient alors des lois d'échelles pour $C(t, t_W)$ avec des temps caractéristiques directement reliés à t_W . De nombreuses observations de ce phénomène de vieillissement ont été réalisées, par exemple expérimentalement avec des verres colloïdaux (Bonn et al., 1999) ou sur des simulations numériques (Kob, 2000). Les systèmes vitreux concernés sont très variés : verres structuraux, gels, mousses ou encore matériaux granulaires. Pour ces derniers, le vieillissement a été mis en évidence à l'aide de plusieurs des modèles numériques présentés au paragraphe précédent (Barrat et Loreto, 2000; Nicodemi et Coniglio, 1999; Sellitto, 2001; Talbot et al., 2001). Un exemple est présenté sur la figure 1.13. Les lois d'échelle obtenues expérimentalement ou numériquement sont assez variées. Parmi celles retenues le plus souvent on peut citer $C(t, t_W) = f(\tilde{t})$ avec $\tilde{t} = \frac{t}{t_W}$, $\frac{\ln t}{\ln t_W}$, $\frac{t}{t_W^\alpha}$ ou encore $(t + t_W)^{1-\mu} - t_W^{1-\mu}$. Différents modèles théoriques proposent des explications à ce vieillissement et permettent de retrouver certaines de ces lois d'échelle (Bouchaud, 2000; Berthier et al., 2001).

Du point de vue thermodynamique, on peut également interpréter ce vieillissement en généralisant le théorème de fluctuation-dissipation. En effet, à l'équilibre thermodynamique, ce théorème relie la fonction réponse R du système considéré à la fonction de corrélation C qui lui est conjuguée par l'expression :

$$R(t - t') = -\frac{1}{k_B T} \frac{\partial C(t - t')}{\partial t'} \quad (1.7)$$

Pour un système vitreux, par définition hors équilibre, cette relation n'est plus vérifiée mais on peut la généraliser en introduisant une température effective T_{eff} (Cugliandolo et al., 1997; Berthier et al., 2001; Kurchan, 2001b) :

$$R(t, t') = -\frac{1}{k_B T_{eff}} \frac{\partial C(t, t')}{\partial t'} \quad (1.8)$$

On peut interpréter cette température effective, différente de la température thermo-

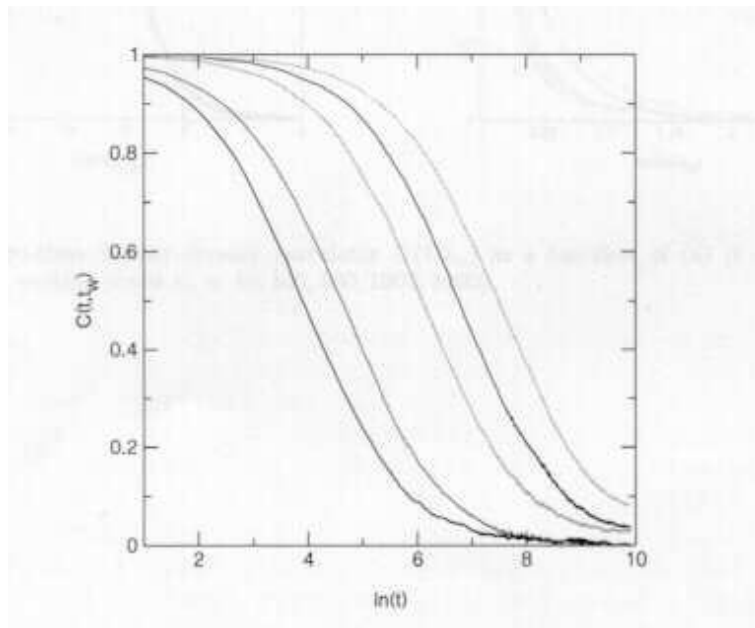


FIG. 1.13 – Courbes de vieillissement obtenues avec le modèle d'adsorption-désorption (Talbot et al., 2001). Les fonctions de corrélation $C(t, t_w)$ sont tracées, de gauche à droite, pour des âges t_w croissants ($t_w = 50, 100, 500, 1000$ et 5000).

dynamique, à travers les deux types de mouvements observés dans les verres. Ainsi, les mouvements individuels, de type "cage", sont directement reliés à l'agitation thermique tandis que les réarrangements structuraux, nettement plus lents et à plus grande échelle, sont gouvernés par cette température effective que l'on appelle aussi par conséquent température dynamique. L'existence de cette température effective a été démontrée expérimentalement (Grigera et Israeloff, 1999; Bellon et al., 2001) et pour des modèles numériques de verres (Kob, 2000) mais aussi de compaction granulaire (Sellitto, 2001). Elle relaxe progressivement, au fur et à mesure que le système vieillit, jusqu'à rejoindre la température réelle atteignant ainsi la situation d'équilibre. Cependant cette relaxation très lente peut rapidement dépasser, et de beaucoup, l'échelle de temps accessible expérimentalement.

Concernant les milieux granulaires, systèmes athermiques, la thermodynamique classique ne peut donc s'appliquer et cette généralisation du théorème de fluctuation-dissipation n'est pas envisageable. Toutefois, Edwards et ses collaborateurs ont proposé une approche de physique statistique pour les poudres denses sous sollicitations modérées (Edwards, 1994; Monasson et Pouliquen, 1997; Edwards et Grinev, 1998). Ne pouvant définir d'ensemble

microcanonique, basé sur la conservation de l'énergie, du fait de la dissipation intrinsèque au milieu granulaire, la mesure d'Edwards est construite sur le principe de la conservation du volume. Mais, à l'inverse de la sommation de Gibbs dans le cas microcanonique, Edwards postule une sommation plate (même poids statistique) ne prenant en compte que les configurations dites bloquées. C'est-à-dire qu'à énergie potentielle totale E fixée, seules les configurations dynamiquement stables et d'énergie totale E sont à comptabiliser et chacune avec la même probabilité. Le rôle des sollicitations extérieures est de permettre au système d'explorer au mieux son espace des phases. Cette mesure introduit alors un équivalent de la température thermodynamique : par analogie avec la définition thermodynamique (1.9), on obtient une grandeur X appelée compactivité (1.10) (Edwards, 1994; Edwards et Grinev, 1998) :

$$T^{-1} = \frac{\partial S}{\partial E} \quad (1.9)$$

$$X^{-1} = \frac{\partial S}{\partial V} \quad (1.10)$$

Dans le cadre de la compaction granulaire, l'utilisation de cette compactivité semble toutefois limitée. Une estimation expérimentale a cependant été réalisée pour les états stationnaires correspondant à une compacité et donc un volume constant aux fluctuations près (Nowak et al., 1998). D'autres auteurs ont alors proposé d'utiliser cette mesure pour définir également une température que l'on appelle température d'Edwards T_{Ed} (Kurchan, 2001a; Barrat et al., 2001) :

$$T_{Ed}^{-1} = \frac{\partial S_{Ed}}{\partial E} \quad (1.11)$$

Plusieurs études numériques sur des modèles de compaction ont ensuite montré que cette température d'Edwards coïncide, sous certaines conditions, avec la température dynamique précédemment introduite dans le cas où le système est athermique ($T \rightarrow 0$) (Barrat et al., 2001; Berg et Mehta, 2001; Colizza et al., 2002). On constate alors que, bien qu'elle n'ait pas de justification théorique, l'hypothèse d'Edwards est soit exacte, soit tout du moins une bonne approximation de la dynamique du système. Cette construction thermodynamique fondée principalement sur des aspects géométriques pourrait alors apparaître comme un outil complémentaire à l'approche thermodynamique classique, permettant ainsi une prise en compte directe de la structure pour décrire la relaxation du système. Il reste à confirmer cette idée, en particulier du point de vue expérimental (Makse et Kurchan, 2002), et à définir son domaine de validité en cherchant notamment à savoir si l'hypothèse d'Edwards découle d'un principe général ou s'il s'agit juste d'un postulat qui semble bien fonctionner.

Chapitre 2

Modélisation numérique de la compaction granulaire

Ce paragraphe présente un modèle numérique que nous avons mis au point pour simuler la densification lente d'un empilement de sphères. Malgré sa simplicité de départ, ce modèle numérique permet dans un premier temps de générer une compaction en accord qualitatif avec les résultats expérimentaux déjà connus et présentés au chapitre 1. Dans un second temps, une analyse de la compaction à l'échelle des billes est réalisée et fournit des renseignements précis sur l'évolution structurale de l'empilement.

2.1 Présentation de la modélisation

Dans le chapitre précédent, nous avons présenté rapidement plusieurs modèles, numériques et théoriques, permettant de retrouver toute ou partie de la phénoménologie d'un empilement de grains sous sollicitations verticales. La plupart d'entre eux sont construits sur des arguments de volume libre et d'exclusion géométrique entre grains. En effet, il semble raisonnable de penser que cette compaction très lente est due à la compétition entre les réarrangements collectifs, qui permettent localement un gain de volume, et la contrainte stérique entre grains, qui tend à maintenir un grain piégé autour de ses voisins.

Pour simuler numériquement ce type de processus, il est donc nécessaire de travailler à la fois avec des systèmes suffisamment grands, pour que les effets collectifs puissent jouer un rôle, et sur un grand nombre de sollicitations, afin de laisser le temps à la lente réorganisation structurale de s'opérer. Pour ces raisons, les algorithmes de type "dynamique moléculaire" ("time step driven" ou "event driven"), qui sont couramment utilisés pour examiner la dynamique d'un empilement granulaire, semblent mal adaptés à cette étude de

la compaction lente. Les temps de calcul nécessaires deviennent vite trop longs. Il faut alors simplifier le système de façon drastique et éventuellement accentuer les causes à l'origine de ce phénomène de densification comme l'exclusion stérique : c'est le cas par exemple du modèle du Tétris évoqué au chapitre 1 (Caglioti et al., 1997).

2.1.1 Description du modèle

Nous avons souhaité conserver une représentation aussi réaliste que possible d'un empilement granulaire. Le système de base est un empilement de sphères de même diamètre et ne pouvant pas s'interpénétrer. Par contre, les interactions de contact entre ces sphères dures ne sont pas prises en compte : on ne cherche pas à décrire la succession extrêmement complexe de collisions et de déplacements provoqués par une secousse. L'idée est de donner une liberté de mouvement aux billes en dilatant l'empilement, puis de laisser l'ensemble se redéposer par une succession de très faibles déplacements individuels. On impose ainsi à l'empilement une sorte de "respiration géométrique" régulière qui va progressivement lui permettre de se restructurer.

Dans les différentes séquences de compaction réalisées, la situation de départ est un empilement peu dense obtenu par un algorithme de déposition séquentielle qui nous a été fourni par Rémi Jullien (Jullien et Meakin, 1987). Cet empilement est constitué de 4096 sphères de rayon R empilées dans une boîte carrée de côté $L = 32R$. La base de ce récipient est un plan infranchissable tandis que le haut reste ouvert. Au niveau des faces latérales, deux cas de conditions aux limites ont été étudiés : conditions périodiques (CLP) ou infranchissables (conditions aux limites "dures" ou CLD). Une représentation tridimensionnelle de cet empilement de départ est proposée sur la figure 2.1.

Une secousse est composée d'une phase de dilatation suivie d'une phase de redéposition sous gravité.

La dilatation est modélisée par une homothétie verticale de rapport $1 + \varepsilon$, c'est-à-dire qu'une sphère à la hauteur z est translatée jusqu'à la hauteur $z(1 + \varepsilon)$. Ce processus très simplifié de dilatation n'a pas pour but de décrire de façon réaliste une secousse verticale, mais de permettre une augmentation significative du volume libre entre les billes. Des réorganisations collectives peuvent alors être envisagées dans la phase de retombée des billes.

Pour que de tels réarrangements puissent se produire, la procédure de redéposition doit impérativement être non séquentielle, c'est-à-dire que les billes doivent se déplacer simultanément dans l'empilement et non successivement comme dans les algorithmes de déposition

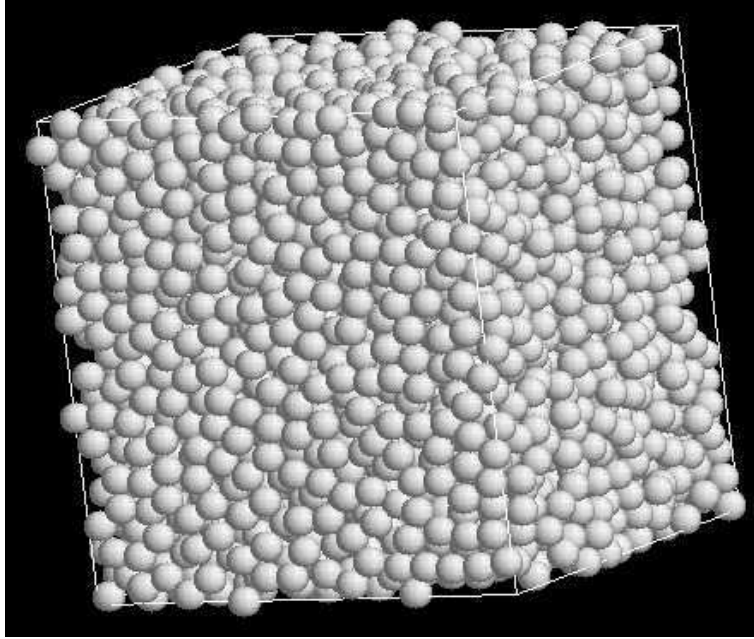


FIG. 2.1 – Représentation 3D de l’empilement initial : 4096 sphères de rayon R dans une boîte cubique de côté $L = 32R$ et pour une compacité moyenne de $\langle \Phi \rangle^c \approx 57,0\%$ (la définition de $\langle \Phi^c \rangle$ est donnée au paragraphe 2.2).

séquentielle. On utilise alors un algorithme de Monte-Carlo permettant de discrétiser les mouvements des billes. Chaque bille va effectuer une succession de petits déplacements aléatoires de façon quasi-simultanée avec les autres billes. Ainsi, à chaque pas de calcul, une sphère est tirée au sort et un déplacement élémentaire lui est proposé : si la nouvelle position n’induit aucun recouvrement géométrique avec les billes voisines ou avec les parois (en fonction des conditions aux limites utilisées), le déplacement est accepté, sinon il est rejeté. Notons qu’en conséquence directe de ce choix binaire imposé au déplacement, deux sphères voisines ne seront jamais parfaitement en contact. Cependant, si on attend suffisamment longtemps, elles peuvent être extrêmement proches l’une de l’autre. Le choix du petit déplacement proposé à chaque étape se fait de la façon suivante : dans un jeu de coordonnées sphériques, la direction ϕ dans le plan horizontal est tirée au sort entre 0 et 2π tandis que la direction θ par rapport à la verticale descendante suit une distribution $p(\theta)$ centrée en 0 et de largeur caractéristique θ_0 . Cette distribution sert à modéliser l’effet de la gravité en orientant majoritairement les déplacements vers le bas. Enfin, la longueur de déplacement est choisie au hasard entre 0 et d_{max} . La figure 2.2 montre un déplacement type.

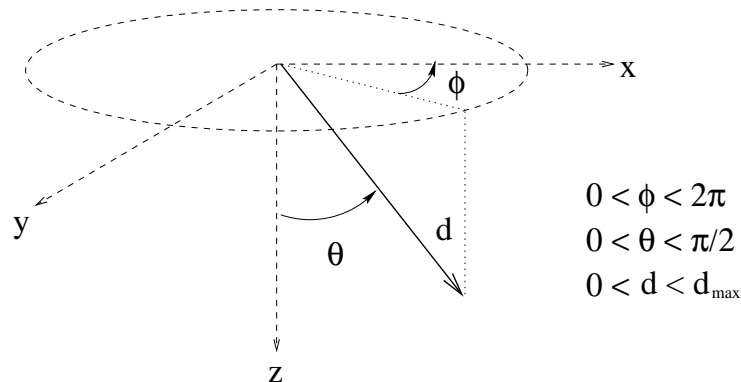


FIG. 2.2 – Exemple de déplacement élémentaire lors de la phase de redéposition de l’algorithme.

Avec cet algorithme de Monte-Carlo, le processus de retombée des sphères ne sera jamais totalement terminé du point de vue numérique. Une faible agitation persistera indéfiniment même si physiquement la relaxation structurale est achevée. Il faut donc se donner un critère de fin de déposition. Pour cela, on teste régulièrement l’énergie potentielle moyenne de l’empilement, ou plus exactement la hauteur moyenne des billes, $\langle Z \rangle$. Outre que cette grandeur est facile à évaluer au cours de la retombée, le choix de $\langle Z \rangle$ est également motivé par le rôle important qu’elle est susceptible de jouer dans une approche de physique statistique des poudres. Lors de cette phase de redéposition, $\langle Z \rangle$ relaxe rapidement et tend vers une valeur constante. On fixe alors un seuil η pour la variation relative de $\langle Z \rangle$, seuil pour lequel le processus est arrêté.

Ce modèle utilise 4 paramètres, d_{max} , θ_0 , η et ε , dont on parlera en détail un peu plus loin. Avant cela, nous présentons rapidement le modèle de Barker et Mehta, qui a été proposé au début des années 90 et dont notre modélisation est assez proche.

2.1.2 Comparaison avec le modèle de Barker et Mehta

Ce modèle a été présenté par ses concepteurs comme une procédure hybride d’un algorithme de Monte-Carlo (Mehta et Barker, 1991; Barker et Mehta, 1992; Barker et Mehta, 1993; Mehta, 1994; Barker, 1994). La première phase d’une secousse est une dilatation homogène ($z \rightarrow z(1 + \varepsilon)$) dans laquelle des fluctuations latérales de déplacement sont introduites ($x \rightarrow x + \xi_x$, $y \rightarrow y + \xi_y$) à condition qu’elles ne provoquent pas de recouvrement entre sphères. ξ_x et ξ_y sont des variables aléatoires de moyenne nulle et de variance ε^2 . La seconde phase est une redéposition basée sur une procédure de tirage au sort, compa-

rable à celle de notre modèle, mais dans laquelle le déplacement élémentaire est du type : $\delta \vec{r} = d \vec{a}$ avec les coordonnées du vecteur \vec{a} , a_x , a_y et a_z , qui sont choisies au hasard entre -1 et 1, et d qui est un paramètre constant. Un tel déplacement n'est accepté que s'il permet une diminution de la hauteur de la bille. Enfin, la dernière phase est une déposition séquentielle des billes de façon à les amener en contact les unes avec les autres et dans une position gravitationnelle stable. Cette phase est initiée dès que le taux d'acceptation des déplacements élémentaires devient inférieur à un seuil e .

Il y a donc une grande similitude entre les deux modèles. Cependant des différences nettes apparaissent, notamment lors de la phase de redéposition : notre modèle prend en compte l'effet de la gravité par l'intermédiaire de la distribution $p(\theta)$ et, dans la simulation de Barker et Mehta, la partie terminale de la retombée permet de mettre en contact les billes voisines par redéposition séquentielle.

Les séquences de secousses réalisées par Barker et Mehta sont assez courtes. Il se peut que les temps de calcul soient élevés, ou qu'il n'y ait pas de densification supplémentaire aux temps longs. Ces courbes de compaction mettent en évidence une diminution de la compacité finale lorsque la dilatation ε des secousses augmente et suggèrent une évolution temporelle en double exponentielle (Barker et Mehta, 1993). Cette loi de relaxation, déjà présentée au chapitre 1, permet de distinguer deux temps caractéristiques, l'un lié aux mouvements individuels de chaque bille et l'autre aux mouvements plus collectifs de réorganisation locale. Ces différents résultats ne sont pas directement validés par les observations expérimentales de Chicago. Mais il est toutefois possible d'analyser l'évolution du système au niveau structural. Diverses fonctions de corrélation et une analyse statistique des déplacements ont été présentées. L'étude d'une distribution de tailles des vides entre les billes a également été amorcée (Barker et Mehta, 1992). Il semble cependant que l'influence de la dilatation ε sur la structure de l'empilement soit difficile à mettre en évidence malgré des essais allant jusqu'à $\varepsilon = 1,0$ ce qui correspond pourtant à une dilatation énorme de l'empilement, assez éloignée du cas réel.

2.1.3 Analyse des paramètres du modèle

Nous revenons à présent à notre modèle et, plus particulièrement, au choix des différents paramètres du modèle : d_{max} , η , θ_0 et ε .

Les deux premiers paramètres vont principalement jouer sur le temps de simulation. En effet, plus le seuil d'arrêt η de la phase de retombée sera réduit et plus la durée de calcul va augmenter. Il faut cependant conserver une valeur suffisamment faible pour que la

redéposition puisse être considérée comme terminée. La figure 2.3 présente des exemples de relaxation de $\langle Z \rangle$ pendant les phases de retombée successives d'une séquence de secousses. On a tracé ici la variation relative de $\langle Z \rangle$ (notée "efficacité") en fonction du nombre de tests effectués sur l'énergie potentielle $\langle Z \rangle$. Chacun de ces tests est réalisé lorsque 10 déplacements ont été proposés en moyenne à chaque bille, c'est-à-dire tous les $10N = 40960$ pas de calcul. Mise à part la première secousse qui est assez différente des autres car l'empilement initial est très lâche, les relaxations suivantes sont similaires, avec une allure approximativement exponentielle. La valeur $\eta = 0,05\%$ nous a semblé offrir un compromis satisfaisant entre la durée de calcul et l'efficacité du processus de redéposition.

Le paramètre d_{max} doit également être optimisé : s'il est trop faible, la quasi-totalité des déplacements proposés lors de la retombée sera acceptée. Mais l'effet sur la structure de l'empilement restera très limité et celui-ci sera pratiquement gelé. Par contre, une trop grande valeur de d_{max} va provoquer un refus quasi-systématique des déplacements proposés et, là encore, l'empilement évoluera très lentement. Nous avons cherché à maximiser le déplacement moyen des billes $\langle d \rangle$ pour un nombre de pas de calcul fixé correspondant à la première partie d'une secousse. Pour une valeur de dilatation intermédiaire, $\varepsilon = 10^{-2}$, la valeur optimale est obtenue pour $d_{max} = \frac{R}{5}$ comme le montre la figure 2.4. On a par ailleurs vérifié que c'est bien autour de cette valeur que la relaxation de $\langle Z \rangle$ est la plus rapide.

Pour imposer l'effet de la gravité dans la dynamique de la retombée de l'empilement, on a introduit la distribution $P(\theta)$ pour le choix de la direction des déplacements par rapport à la verticale. Nous avons travaillé avec une loi gaussienne de largeur θ_0 , tronquée au dessus de $\frac{\pi}{2}$ pour ne permettre que des déplacements dirigés vers le bas :

$$P(\theta) = \begin{cases} A e^{-(\frac{\theta}{\theta_0})^2} & \text{si } 0 < \theta < \frac{\pi}{2}, \\ 0 & \text{si } \theta > \frac{\pi}{2}. \end{cases} \quad (2.1)$$

avec la constante de normalisation A qui dépend du choix de θ_0 .

Cependant, des essais avec d'autres distributions centrées en 0 et de largeur θ_0 ont montré des résultats qualitativement similaires. Le choix de la distribution ne semble donc pas restrictif. Par contre, la largeur θ_0 apparaît comme le paramètre important. Ainsi, pour des valeurs trop faibles de θ_0 , la redéposition est très peu efficace et une séquence de secousses va progressivement décompacter l'empilement. Pour des valeurs plus élevées, on obtient bien une compaction du système, mais avec une efficacité qui tend à diminuer quand θ_0 augmente. Le choix $\theta_0 = \frac{\pi}{4}$ permet de générer le meilleur taux de compaction et

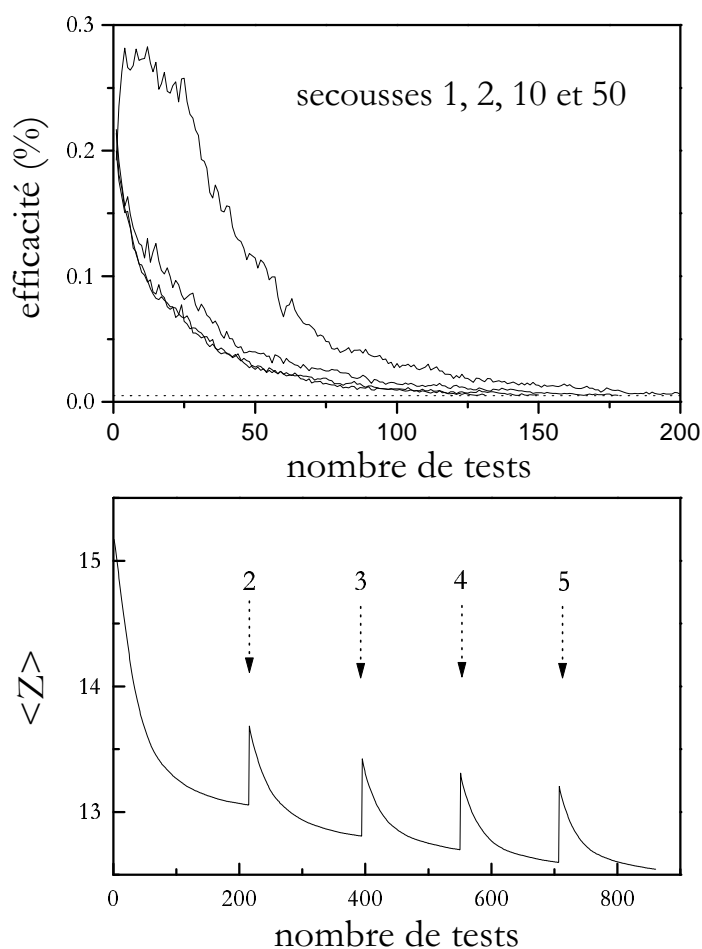


FIG. 2.3 – (a) Evolution de la variation relative de $\langle Z \rangle$, nommée ici efficacité, pendant les phases de relaxation rapide suivant chaque secousse. L'écart entre 2 tests correspond en moyenne à 10 déplacements potentiels pour chaque sphère, c'est-à-dire à $10N = 40960$ pas de calcul. La première secousse est assez particulière mais très vite les courbes tendent vers une même allure de relaxation. La ligne horizontale en pointillé marque la position du seuil η à partir duquel la redéposition est considérée comme terminée. (b) Evolution de l'énergie potentielle moyenne $\langle Z \rangle$ lors d'une succession de secousses de dilatation $\varepsilon = 10^{-2}$ en fonction du nombre de tests.

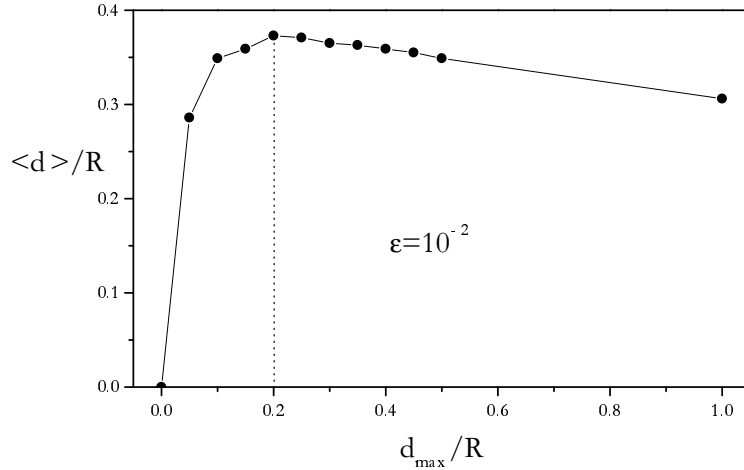


FIG. 2.4 – Déplacement moyen des sphères lors d’une secousse de dilatation $\varepsilon = 10^{-2}$ et pour un nombre fixé de pas de calcul. La valeur maximale, repérée par la ligne en pointillé, est obtenue vers $d_{\max} = \frac{R}{5}$.

a été utilisé dans toutes les simulations ; on a alors $A \simeq 1,4434$.

Le dernier paramètre ε , qui caractérise la dilatation de la secousse, n’a pas à être optimisé : il va servir de paramètre de contrôle du modèle et on peut estimer son ordre de grandeur à partir de résultats expérimentaux sur les empilements vibrés. Ainsi, la dilatation d’un empilement quasi-bidimensionnel sous vibration a été mesurée vers $\delta h \approx 5 \text{ mm}$ pour une hauteur d’empilement $h = 500 \text{ mm}$ (VanDoorn et Behringer, 1997). On en déduit alors $\varepsilon = \frac{\delta h}{h} \approx 10^{-2}$; on travaillera la plupart du temps entre 10^{-3} et 10^{-1} . Il est également intéressant d’essayer de relier ε au paramètre expérimental qui s’écrit $\Gamma = \frac{a\omega^2}{g}$ dans le cas d’une vibration (a et ω sont respectivement l’amplitude et la pulsation de l’oscillation sinusoïdale imposée à la base du récipient). Ce lien n’étant pas direct, on se place dans un cas très simplifié pour lequel on peut trouver une relation dimensionnelle entre ε et Γ , et on conservera cette relation par la suite. Cette approximation grossière consiste à négliger la dissipation dans l’empilement : une bille sur le haut du tas acquiert alors une vitesse de l’ordre de $a\omega$ et réalise un vol balistique. Son altitude maximale lors du vol peut s’écrire $\delta h = \frac{g}{2} \left(\frac{\Gamma}{\omega}\right)^2$. Comme $\varepsilon = \frac{\delta h}{h}$, on trouve que Γ est directement proportionnel à $\varepsilon^{1/2}$. C’est donc ce paramètre de contrôle $\varepsilon^{1/2}$ que nous utiliserons dans la suite pour quantifier

l'intensité des secousses et pour comparer, au moins qualitativement, nos résultats au travail expérimental réalisé à Chicago.

Notons enfin que pour les configurations utilisées, les temps CPU de simulation sur un processeur SUN ULTRA-SPARCII à 336 MHz varient, pour des séquences de 4000 secousses, d'environ 5.10^4 à 4.10^5 secondes suivant la valeur de la dilatation ε . Dans des conditions d'utilisation habituelle, ceci correspond à des durées de quelques heures à plusieurs jours.

2.2 Compaction d'ensemble

A partir de cette modélisation d'une séquence, on peut étudier l'évolution progressive de l'empilement lorsqu'il est soumis à une succession de secousses régulièrement espacées dans le temps. L'analyse se fait sur une configuration statique de l'empilement et on appellera ici "temps" le numéro de la secousse noté t .

La première étape de notre étude a consisté à caractériser l'état du système au niveau macroscopique, à l'aide de différentes grandeurs moyennes : la compacité et l'énergie potentielle. Nous n'avons pas évalué directement la compacité moyenne à travers le nombre de billes contenues dans un volume de référence. En effet, le choix de ce volume n'est pas unique, en particulier dans le cas des conditions aux limites périodiques. Cela peut être le volume tangent aux sphères les plus excentrées ou le volume délimité par le centre de ces sphères périphériques : faut-il alors compter ces billes dont seulement une partie est située dans le volume de référence ? Afin d'éviter au maximum ces difficultés de définition, nous avons donc préféré estimer la compacité en moyennant la fraction surfacique $\Phi(z)$ sur un grand nombre de coupes horizontales. Ainsi, pour des conditions aux limites périodiques, on ne tient compte que de la fraction de la bille qui est dans la zone de mesure. Cette méthode d'évaluation s'appuie sur la propriété de stéréologie qui affirme que la fraction surfacique moyenne d'une coupe quelconque dans un empilement est égale à la fraction volumique de cet empilement (Oger et Jernot, 1993). Pour le cas présent de coupes horizontales, cette moyenne se résume à une intégration spatiale et fournit la valeur exacte de la fraction volumique dans la zone d'intégration. Nous avons travaillé principalement avec les trois grandeurs : Φ_b , compacité calculée à la base de l'empilement entre les hauteurs 0 et $4R$, $\langle \Phi \rangle$ évaluée sur environ 90% de la hauteur de l'empilement, et $\langle \Phi^c \rangle$ calculée de la même façon que $\langle \Phi \rangle$ mais avec une correction au niveau de la base de l'empilement par un modèle dit de "zone perturbée" (Ben Aïm, 1970). Ce modèle permet de tenir compte de la présence d'une paroi en multipliant la valeur de la compacité sur la tranche horizontale

comprise entre 0 et R par un facteur correctif. Dans notre cas (i.e. celui de sphères près d'un plan), ce facteur vaut $16/11$. La dernière grandeur macroscopique à laquelle nous nous intéressons est l'énergie potentielle moyenne, c'est-à-dire, comme on l'a déjà précisé, la hauteur moyenne $\langle Z \rangle$ évaluée pour toutes les billes de l'empilement.

2.2.1 Dynamique de la compaction

L'évolution temporelle de ces différentes grandeurs a été étudiée systématiquement en fonction de l'intensité des secousses, $\varepsilon^{1/2}$. La figure 2.5 montre l'allure des courbes représentant Φ_b au cours du temps, pour 3 intensités différentes et sur des séquences de 4000 secousses.

On retrouve tout à fait le même type de comportement que celui mis en évidence expérimentalement : une évolution très lente vers une valeur asymptotique d'autant plus élevée que le temps caractéristique de la relaxation est important. Au-delà de $\varepsilon^{1/2} \sim 5 \cdot 10^{-2}$, cette valeur asymptotique est bien établie, mais, au-dessous de cette limite, l'état stationnaire n'est plus atteint sur la durée de la simulation. Par ailleurs, la dynamique lente nécessite le recours à une échelle temporelle logarithmique. De façon à pouvoir représenter l'empilement de départ ($t = 0$) sur cette échelle, on utilise la variable $t + 1$. Pour tenter une comparaison avec la dynamique expérimentale mise en évidence par l'équipe de Chicago et pour laquelle une loi empirique en inverse du nombre de secousses a été proposée (voir chapitre 1), il est possible d'approcher raisonnablement ces différentes courbes par une loi du même type :

$$X(t) = X_\infty - \frac{\Delta X_\infty}{1 + B_X \ln(1 + \frac{t}{\tau_X})} \quad (2.2)$$

avec $X = \Phi_b, \langle \Phi \rangle, \langle \Phi^c \rangle$ ou $\langle Z \rangle$.

Toutefois, cette loi pose plusieurs problèmes. Tout d'abord, il ne semble pas y avoir d'interprétation physique simple du paramètre B_X tandis que ΔX_∞ correspond à l'accroissement total et que τ_X est un temps caractéristique. Mais l'interprétation de ce temps caractéristique est délicate puisque, en $t = \tau_X$, le taux d'accroissement partiel qui a été atteint reste dépendant de B_X et ne peut donc pas être extrait directement d'une courbe brute. Une autre difficulté concerne la valeur maximale X_∞ qui semble très élevée, en particulier lorsque ε est faible. Dans certains cas, cette valeur dépasse même la limite de "l'empilement aléatoire dense", ce qui paraît peu réaliste. Par ailleurs, toujours dans le cas des faibles intensités $\varepsilon^{1/2}$, le triplet de paramètres (X_∞, B, τ) fourni par l'algorithme

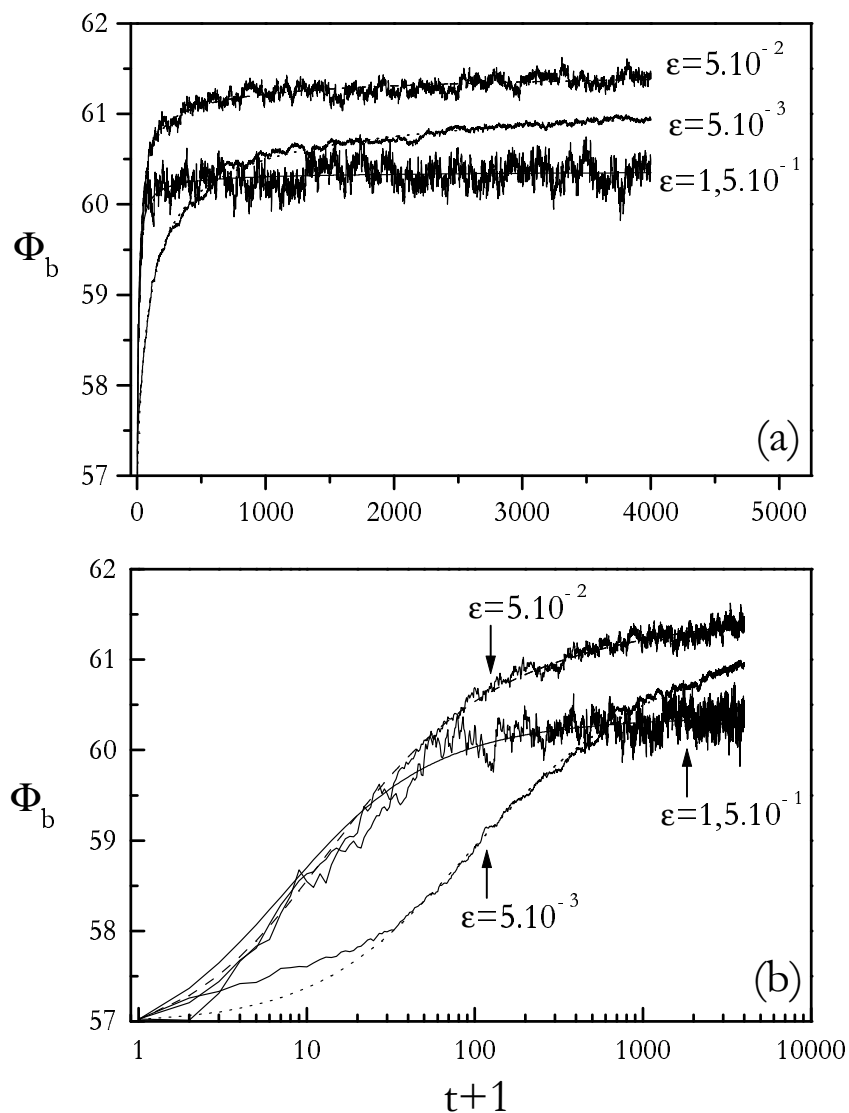


FIG. 2.5 – Evolution progressive de la compacité Φ_b à la base de l'empilement en fonction du nombre de secousses. Les courbes ont été obtenues pour 3 dilatations différentes ($\varepsilon = 5.10^{-3}$, 5.10^{-2} et $1,5.10^{-1}$) et sont présentées en échelle linéaire du temps (a) et en échelle logarithmique (b). Ces résultats ont été obtenus avec les conditions aux limites "dures". Les courbes en pointillé sont les lois logarithmiques d'ajustement de la formule (2.2).

d'optimisation de l'ajustement ne semble plus être unique. Les valeurs obtenues sont alors non reproductibles et peuvent être extrêmement variées (par contre le rapport entre B et τ reste à peu près constant). Elles dépendent également de la fenêtre temporelle dans laquelle sont réalisés ces calculs et des valeurs initiales servant de point de départ à l'algorithme d'optimisation. De telles déviations avaient aussi été évoquées dans le travail de l'équipe de Chicago (Nowak et al., 1998) et dans certaines études théoriques (Talbot et al., 2000; Head, 2000). Ces problèmes rendent difficile l'analyse de l'influence de la dilatation ε sur les différents paramètres de la loi (2.2), en particulier pour les faibles intensités. On peut toutefois noter que B_X est compatible avec une dépendance exponentielle en $\varepsilon^{1/2}$.

D'autres dynamiques peuvent être envisagées : par exemple, une somme de deux exponentielles, comme proposée par Barker et Mehta, représente de façon très satisfaisante l'évolution de $\langle Z \rangle$ mais est nettement moins concluante pour la compacité. Une dynamique en exponentielle étirée, c'est-à-dire une loi de Kohlrausch-Williams-Watts (KWW) comme présentée au chapitre 1, semble également envisageable :

$$X(t) = X_\infty - (X_\infty - X_0)e^{-\left(\frac{t}{\tau_{KWW}}\right)^\beta} \quad (2.3)$$

L'accord n'est pas parfait sur les deux premières décades, mais apparaît nettement meilleur sur la partie finale de l'évolution. Par ailleurs, elle fournit des valeurs très cohérentes pour les 3 paramètres et en particulier pour X_∞ . En outre, τ_{KWW} représente bien un temps caractéristique : τ_{KWW} correspond au nombre de secousses nécessaires au taux d'accroissement pour atteindre la valeur $1/e$.

$$\frac{X_\infty - X(t = \tau_{KWW})}{X_\infty - X(0)} = \frac{1}{e}$$

Avec cette loi, on peut étudier l'influence de ε sur les différents paramètres et notamment sur ce temps caractéristique τ_{KWW} . Cette dépendance est présentée sur la figure 2.6, de même que les diverses lois d'ajustement proposées pour $\langle Z \rangle$.

Notons également qu'il est possible d'obtenir un temps caractéristique de la densification sans avoir recours à une loi d'ajustement, un tel choix étant toujours arbitraire. Pour cela, on réalise en parallèle une séquence de compaction habituelle et une séquence de décompaction, toutes les deux réalisées pour une même intensité $\varepsilon^{1/2}$. La décompaction est effectuée à partir d'un empilement initial déjà assez dense (empilement le plus dense obtenu par compaction directe pour $\varepsilon = 2.10^{-2}$). Les deux courbes se rejoignent au bout d'un temps noté τ_{conv} qui caractérise la durée nécessaire à la convergence vers l'état final,

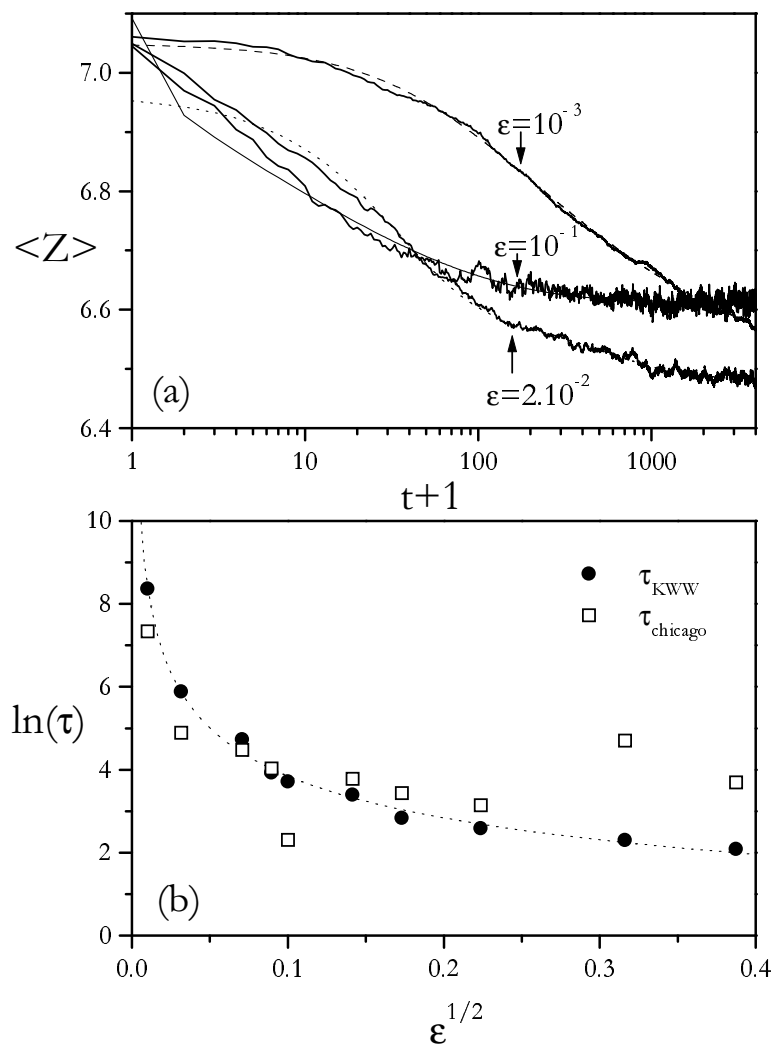


FIG. 2.6 – (a) Evolution de l'énergie potentielle moyenne $\langle Z \rangle$ pour 3 intensités différentes et avec des conditions aux limites "dures". En guise d'illustration, la loi logarithmique est représentée avec la courbe $\varepsilon = 10^{-3}$ (courbe en tirets), la loi en double exponentielles avec la courbe $\varepsilon = 2 \cdot 10^{-2}$ (courbe en pointillé) et la loi KWW avec la courbe $\varepsilon = 10^{-1}$ (courbe pleine). (b) Influence de l'intensité $\varepsilon^{1/2}$ sur les temps caractéristiques obtenus pour la loi KWW (2.3) et pour la loi proposée par l'équipe de Chicago (2.2). La droite en pointillé est un ajustement possible en loi de puissance ($\ln(\tau) \propto \varepsilon^\eta$ avec $\eta \approx -0,1$).

c'est-à-dire le temps pendant lequel l'empilement est dans un état transitoire et a donc conservé la mémoire de son état initial. Ce temps dépend du choix des empilements de départ. Un exemple de ces courbes de compaction-décompaction est présenté sur la figure 2.7 ainsi que la dépendance de ce temps de convergence avec l'intensité des secousses. On retrouve qualitativement le même type de variation que celle obtenue pour τ_{KWW} (figure 2.6).

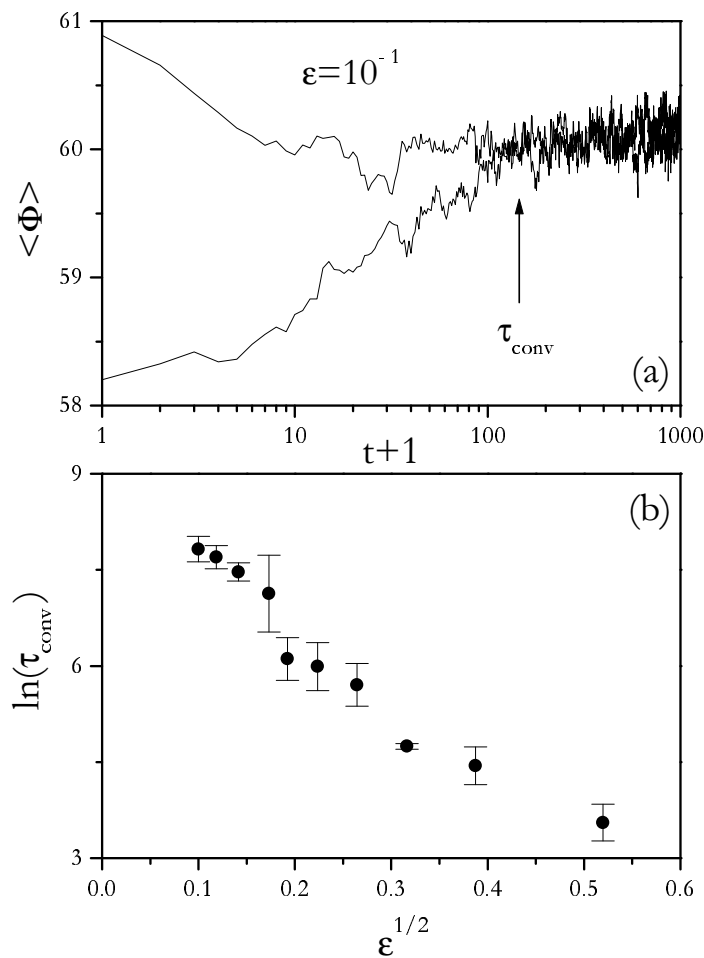


FIG. 2.7 – (a) Courbe de compaction-décompaction pour $\varepsilon = 10^{-1}$ (conditions aux limites périodiques). (b) Influence de l'intensité $\varepsilon^{1/2}$ sur le temps de convergence τ_{conv} déduit des courbes de compaction-décompaction.

Pour l'ensemble des résultats obtenus, il nous est apparu que la relaxation en loi de Kohlrausch-Williams-Watts était la mieux adaptée à notre étude : même si elle présente un ajustement parfois moins bon que la loi logarithmique (2.2), elle semble la plus apte à retranscrire quantitativement l'influence de l'intensité sur le temps caractéristique de la compaction, et cela pour toute la gamme d'intensité explorée. C'est également cette loi que nous avons utilisée dans notre étude expérimentale au chapitre 5.

La valeur finale vers laquelle tend X n'est pas directement connue, mais on peut essayer de l'estimer au mieux. Nous avons ainsi étudié systématiquement cette valeur pour diverses intensités et sur des séquences de 4000 secousses. La valeur stationnaire X_{ss} est assimilée à la moyenne de X sur les 1000 dernières secousses. La figure 2.8 montre ici la dépendance de $\Phi_{b_{ss}}$ avec $\varepsilon^{1/2}$: la courbe présente une forme en cloche avec un maximum de compacité entre 0,1 et 0,2.

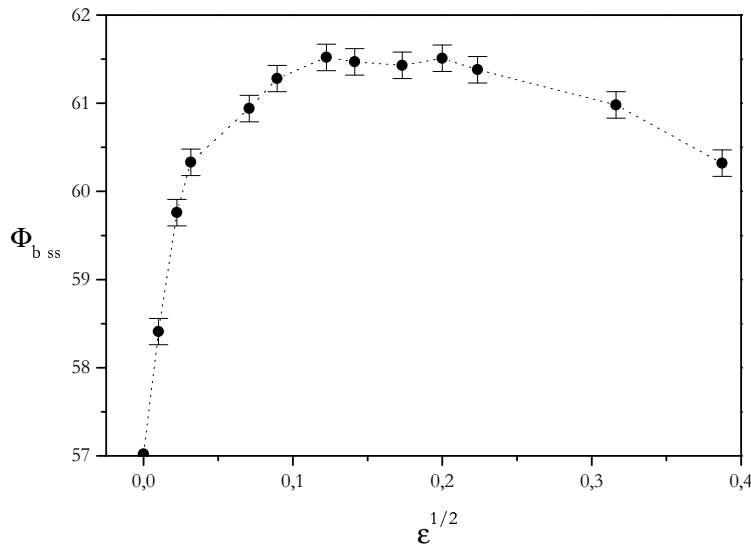


FIG. 2.8 – Valeurs stationnaires de $\Phi_{b_{ss}}$ estimées au terme de séquences de 4000 secousses et représentées en fonction de l'intensité $\varepsilon^{1/2}$. Ces résultats ont été obtenus avec les conditions aux limites "dures".

Lors de la phase terminale de la compaction, le système est assez proche de son état stationnaire et on peut alors analyser les fluctuations autour de cet état final. On s'attend notamment à ce que les fluctuations soient d'autant plus marquées que l'intensité des secousses est grande. C'est bien ce qui est observé dans la figure 2.9 qui présente la dépendance

dance de l'écart-type moyen des fluctuations, $\sigma_X = \sqrt{\langle (X - X_{ss})^2 \rangle}$ avec $\varepsilon^{1/2}$. Ici $X = \langle Z \rangle$ et les conditions aux limites sont périodiques.

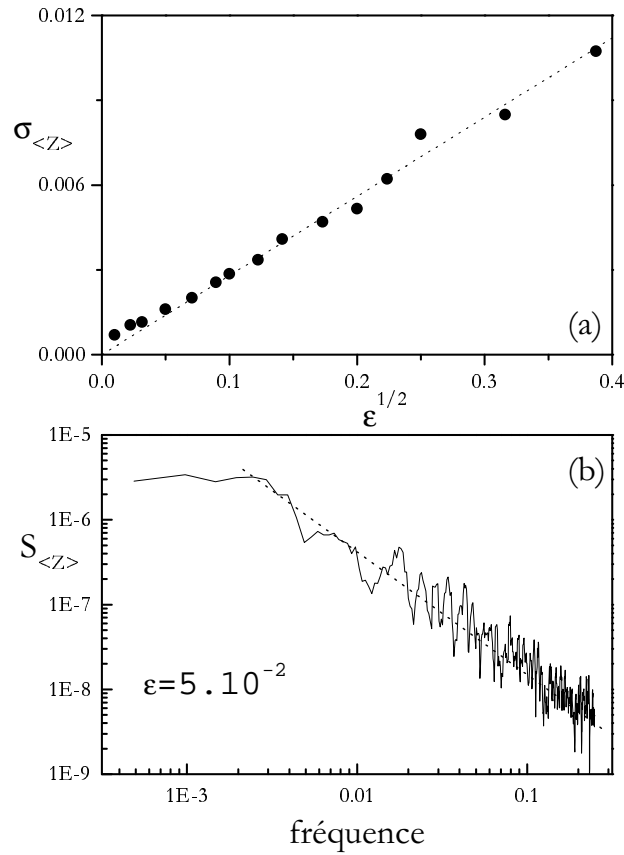


FIG. 2.9 – (a) Dépendance quasi-linéaire de l'écart-type moyen des fluctuations avec l'intensité $\varepsilon^{1/2}$. (b) Spectre de puissance des fluctuations de l'énergie potentielle moyenne $\langle Z \rangle$ autour de sa valeur stationnaire pour des secousses de dilatation $\varepsilon = 5 \cdot 10^{-2}$.

Plus précisément, il semble y avoir directement proportionnalité entre σ_X et $\varepsilon^{1/2}$. Par ailleurs, le spectre de puissance des fluctuations $X - X_{ss}$ peut également être évalué en fonction de la fréquence, c'est-à-dire de l'inverse du nombre de secousses. On obtient approximativement une loi de puissance avec un exposant de l'ordre de 1 à 1,5. L'influence de ε ne semble notable qu'au niveau des hautes fréquences. Ce spectre est trop bruité pour tenter une analyse plus détaillée du type de celle proposée dans les expériences réalisées à Chicago (voir chapitre 1).

Concernant l'influence des conditions aux limites, les différents résultats présentés dans ce paragraphe ont été obtenus avec des conditions aux parois périodiques et avec des conditions aux limites "dures" sans que cela ne change qualitativement les comportements observés.

Ces premiers résultats sont en très bon accord avec la phénoménologie mise en évidence expérimentalement dans les expériences réalisées à Chicago. Ceci permet de valider notre modèle et d'envisager, comme dans ces expériences, des comportements analogues aux systèmes vitreux.

2.2.2 Comportements vitreux

Nous cherchons donc à retrouver des comportements de type verre, de façon à confirmer et prolonger l'analogie entre les matériaux granulaires sous sollicitations modérées et les systèmes vitreux, analogie déjà évoquée au chapitre 1.

Courbes réversible et irréversible

Comme on l'a vu, sur le plan expérimental, ces comportements vitreux apparaissent principalement au niveau de l'effet d'hystérésis qui est mis en évidence dans la dépendance de la compacité de l'état stationnaire avec l'intensité Γ des secousses. Cet effet est présenté sur la courbe 1.10 du chapitre 1. Dans un premier temps, nous avons donc cherché à retrouver ce comportement. Pour cela, on réalise une succession de séquences de secousses (4000 secousses par séquence) avec un seul et même empilement. Une phase d'augmentation de l'intensité $\varepsilon^{1/2}$ est d'abord réalisée : lors de chaque nouvelle séquence, l'intensité est incrémentée de $\Delta\varepsilon^{1/2} = +0,025$. Les compacités $\langle\Phi^c\rangle_{ss}$ obtenues en fin de chaque séquence présentent alors la même allure que sur la figure 2.8. En effectuant le processus inverse ($\Delta\varepsilon^{1/2} = -0,025$), deux scénarii sont envisageables :

↪ Si, dans la première phase, l'intensité a dépassé la valeur critique $(\varepsilon^{1/2})^* \approx 0,15$, la compacité $\langle\Phi^c\rangle_{ss}$ ne repasse pas par les étapes précédentes mais elle augmente encore légèrement jusqu'à atteindre sa valeur maximale. A partir de cet état le plus dense, on peut à nouveau faire varier l'intensité des secousses ($\Delta\varepsilon^{1/2} = +0,025$). Cette fois, le système emprunte un chemin identique et l'on obtient la branche dite réversible.

↪ Par contre, si l'intensité des secousses est restée au-dessous du seuil $(\varepsilon^{1/2})^*$, le système évolue très peu lors des séquences suivantes. La dynamique de l'empilement est quasiment gelée et il est difficile de dire s'il y a plutôt compaction ou décompaction. On retrouve

ici, entre 0 et $(\varepsilon^{1/2})^*$, la branche dite irréversible qui reflète la forte métastabilité des empilements correspondants.

Tous ces résultats sont présentés sur la figure 2.10 pour la compacité $\langle \Phi^c \rangle_{ss}$ et avec des conditions aux limites périodiques. On retrouve bien ces branches réversible et irréversible qui traduisent directement la très forte augmentation du temps caractéristique de compaction dans le domaine des faibles sollicitations.

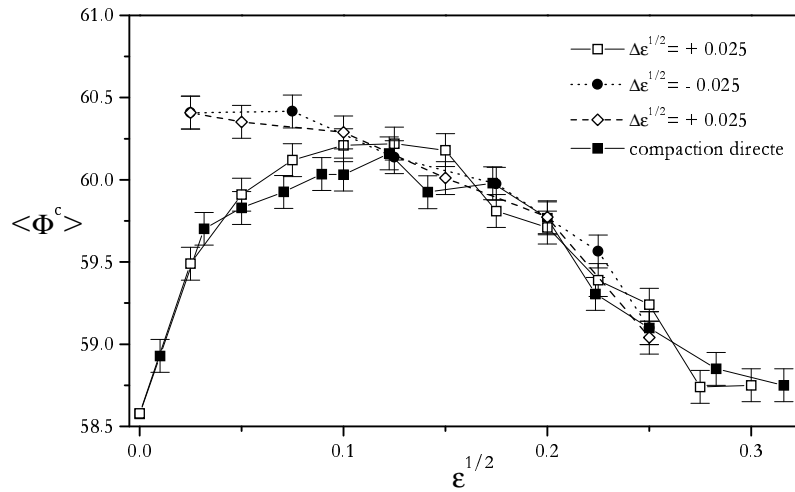


FIG. 2.10 – Comportement d’hystérésis de la compacité stationnaire $\langle \Phi^c \rangle_{ss}$ en fonction de l’intensité $\varepsilon^{1/2}$ lors de phases d’augmentation (\square), de diminution (\bullet) et à nouveau d’augmentation (\diamond) de l’intensité avec des incréments $\Delta\varepsilon^{1/2} = \pm 0,025$ toutes les 4000 secousses. Les valeurs obtenues directement lors de séquences de compaction de 4000 secousses sont également représentées (\blacksquare).

Ces comportements vitreux sont souvent mis en évidence et analysés à travers des courbes de vieillissement. Il faut pour cela comparer l’évolution de fonctions de corrélation à deux temps en fonction de l’âge du système, c’est-à-dire du temps d’attente avant le début de la mesure de corrélation. L’obtention de telles fonctions de corrélation est assez difficile au niveau expérimental et tout particulièrement pour un système macroscopique comme un empilement de grains. Par contre, du point de vue numérique, cette étude est tout à fait envisageable.

Vieillissement

Les fonctions de corrélation sont construites à partir de variables d'ensemble comme, dans le cas de la compaction, la compacité ou la hauteur moyenne. Des courbes de vieillissement ont ainsi été obtenues dans plusieurs modèles numériques (Barrat et Loreto, 2000; Nicodemi et Coniglio, 1999; Sellitto, 2001; Talbot et al., 2001). Dans notre cas, nous avons travaillé uniquement avec $\langle Z \rangle$ car la compacité est beaucoup plus fluctuante et nécessiterait une statistique plus élevée. La fonction de corrélation en question est la suivante :

$$C(t, t_w) = \frac{(\langle Z \rangle(t_w) - \langle Z \rangle(t + t_w))^2}{\langle Z \rangle(t_w) \langle Z \rangle(t + t_w)} \quad (2.4)$$

La notation \bar{x} désigne la moyenne statistique de la grandeur x sur un grand nombre de réalisations de la même expérience. La figure 2.11 montre les courbes obtenues pour $C(t, t_w)$ après avoir moyenné sur seulement 10 réalisations, du fait des temps de calcul assez longs imposés par la simulation. Par ailleurs, la fonction $C(t, t_w)$ n'a pas été normalisée car cela nécessiterait la connaissance de la valeur asymptotique de $\langle Z \rangle$, difficile à évaluer étant donné que la dynamique de la relaxation est très lente. Ces courbes présentent une loi d'échelle avec l'âge t_w du système. Nous ne sommes pas parvenus à expliciter directement cette loi à l'aide des différentes relations proposées dans les études antérieures (Barrat et Loreto, 2000; Nicodemi et Coniglio, 1999; Sellitto, 2001; Talbot et al., 2001) exposées au chapitre 1. Une courbe maîtresse peut toutefois être obtenue en s'aidant des mêmes lois d'ajustement que celles utilisées pour les courbes de compaction, à savoir la loi de dynamique logarithmique et la fonction KWW en exponentielle étendue. Les deux fonctionnelles en question sont les suivantes, avec C_l qui désigne la valeur asymptotique de la fonction de corrélation :

$$C(t, t_w) = C_l \left(1 - \frac{1}{1 + B \ln(1 + t/\tau)} \right) \quad (2.5)$$

$$C(t, t_w) = C_l \left(1 - e^{-(\frac{t}{\tau})^\beta} \right) \quad (2.6)$$

La figure 2.11 présente la courbe maîtresse obtenue avec la loi (2.6). Une courbe assez équivalente peut être déduite de la loi (2.5) mais nous avons préféré utiliser la première loi qui, on l'a dit, nous semble la plus fiable. Dans les deux cas, la dépendance avec l'âge t_w des différents paramètres et notamment du temps caractéristique τ n'est pas triviale.

Au bilan, malgré sa simplicité de départ, le modèle permet de retrouver qualitativement la phénoménologie expérimentale mise en évidence dans l'étude de Chicago. Il parvient également à souligner l'analogie avec les systèmes vitreux à travers la manifestation de

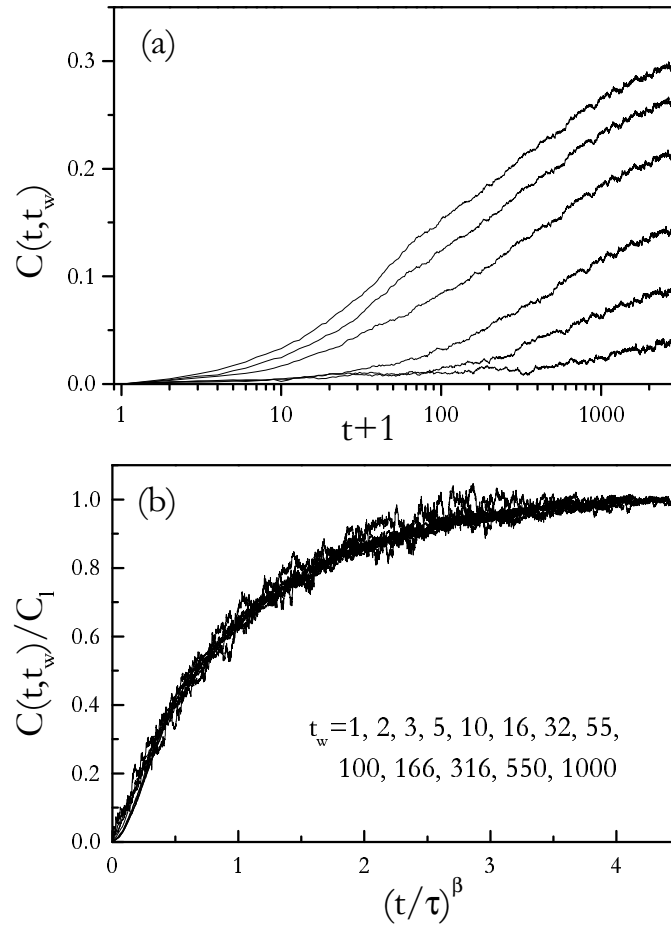


FIG. 2.11 – Effet de vieillissement sur la fonction de corrélation $C(t, t_w)$ pour différents âges t_w du système et pour une dilatation $\varepsilon = 10^{-2}$. Les courbes brutes, obtenues de haut en bas pour $t_w = 1, 10, 32, 100, 316$ et 1000, sont représentées sur la figure (a) et une courbe maîtresse déduite de la loi 2.6 est proposée sur la figure (b) pour un grand nombre de valeurs de t_w .

vieillessement. Le modèle apparaît donc fiable, en ce sens qu'il semble bien contenir la physique du problème. On peut alors profiter de sa description assez réaliste d'un empilement granulaire (empilement tridimensionnel de sphères dures quasiment au contact) pour étudier plus localement le processus de la compaction : comment la densification d'ensemble se fait-elle ressentir au niveau de la structure de l'empilement ?

2.3 Compaction à l'échelle du grain

Pour apporter une approche plus locale à notre analyse de l'évolution d'un empilement de billes sous l'effet d'une succession de secousses, nous avons utilisé deux types de descriptions. Une étude des profils vertical et transverse de compacité permet d'abord d'accéder à une échelle intermédiaire dans la structure d'un empilement. Ensuite, nous nous sommes placés dans l'espace des pores où des distributions géométriques statistiques ont été évaluées et analysées.

2.3.1 Profils de compacité

La technique d'évaluation de la compacité par couches stéréologiques horizontales permet d'avoir directement accès au profil vertical $\Phi(z)$. De la même façon, l'utilisation de coupes verticales fournit le profil transverse de compacité $\Phi(x)$.

La figure 2.12 compare le profil vertical d'un empilement obtenu après une séquence de secousses à son profil initial. On constate la présence de fortes fluctuations de la compacité à la base de l'empilement. C'est là la signature d'une mise en ordre des billes induite par le fond plan et qui se maintient sur quelques couches. Ces observations coïncident extrêmement bien avec des mesures expérimentales obtenues en figeant un empilement de billes dans un gel durcissable et en effectuant des coupes très fines (Benenati et Brosilow, 1962). Dans le cas présent de conditions aux limites "dures" tout comme dans le cas de conditions périodiques, on note l'apparition d'un gradient vertical négatif : $G = \frac{d\Phi}{dz} < 0$. Cette constatation est en désaccord avec les résultats expérimentaux que nous présenterons au chapitre 5 et avec les profils obtenus par d'autres modèles numériques (Barrat et Loreto, 2000) pour lesquels il y a une densification localisée près de l'interface. L'origine de ce gradient peut être liée à la nature même de la modélisation et, plus précisément, à l'utilisation d'une dilatation homothétique qui introduit directement une anisotropie avec la hauteur. Ce gradient peut être estimé approximativement dans une zone intermédiaire du profil ($5 \leq \frac{z}{R} \leq 22$ avec les conditions aux limites "dures" et $5 \leq \frac{z}{R} \leq 26$ avec les condi-

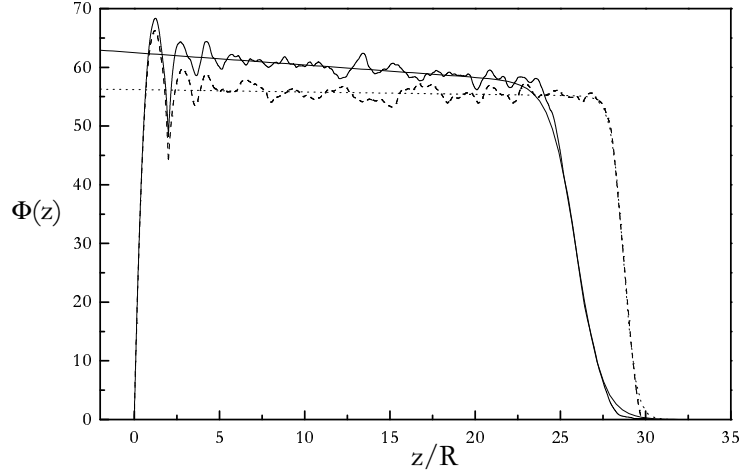


FIG. 2.12 – Comparaison entre le profil d'un empilement dans son état de départ (trait en pointillé) et dans l'état stationnaire atteint après 4000 secousses de dilatation $\varepsilon = 10^{-1}$ (trait plein) avec des conditions aux limites "dures". Les lois empiriques de la formule (2.7) sont également représentées sur la figure.

tions périodiques). Toutefois, malgré la difficulté à l'évaluer de façon fiable, le gradient G_{ss} mesuré sur des profils ayant à peu près atteint leur état stationnaire ne semble pas être directement monotone avec l'amplitude ε de la dilatation. Il présente plutôt le même type de courbe en cloche que les autres grandeurs à l'état stationnaire. Notons cependant qu'à l'inverse de ces autres grandeurs stationnaires, il présente un effet d'hystérésis très peu marqué. La dilatation de départ n'est donc pas seule à l'origine de l'anisotropie de la structure.

En s'inspirant d'une allure de profil de type "niveau de Fermi" comme elle est proposée pour un gaz granulaire bi-dimensionnel (Hayakawa et Hong, 1997), on peut assez bien représenter la forme générale de ces profils stationnaires à condition de rajouter l'anisotropie par l'intermédiaire de ce gradient vertical de compacité. On obtient alors la loi suivante :

$$\Phi_{ss}(\tilde{z}) = \frac{\Phi_0 - G_{ss}\tilde{z}}{1 + \exp[\beta(\tilde{z} - \tilde{z}^*)]} \quad \text{avec } \tilde{z} = \frac{z}{R} \quad (2.7)$$

Comme nous nous intéressons plus particulièrement à l'influence des parois au cours du processus de compaction, nous ne présenterons ici que les profils transverses de compacité

obtenus dans le cas des conditions aux limites "dures". L'allure d'un tel profil est présentée dans la figure 2.13.

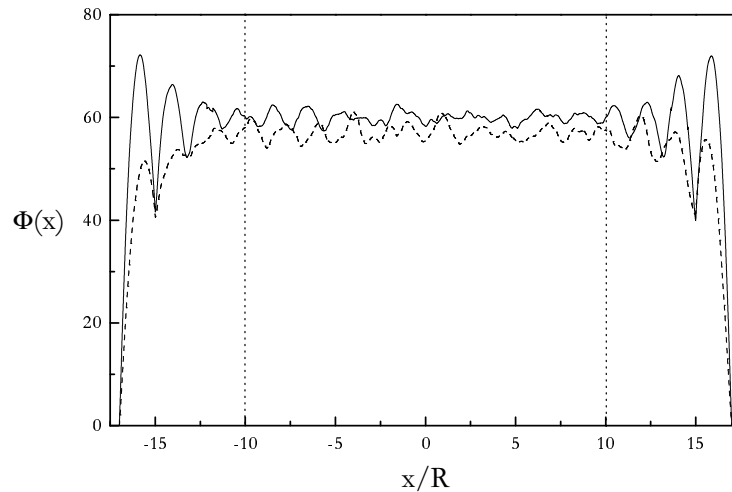


FIG. 2.13 – Profil transverse d'un empilement dans son état de départ (trait en pointillé) et dans l'état stationnaire atteint après 4000 secousses de dilatation $\varepsilon = 10^{-1}$ (trait plein) avec des conditions aux limites "dures". Les deux droites verticales en pointillé délimitent les régions où sont évalués $\delta\Phi_{latéral}$ et $\delta\Phi_{central}$.

La forme obtenue est tout à fait compatible avec des résultats expérimentaux antérieurs (Vanel, 1999). Ici, tout comme pour les profils verticaux, on observe encore de fortes variations de compacité près des parois, indiquant l'existence d'une organisation locale en couches. Cet effet de structuration à la paroi disparaît au-delà d'environ 3 diamètres de billes. On peut alors évaluer un accroissement latéral de compacité, $\delta\Phi_{latéral}$, mesuré sur une zone d'influence de longueur $7R$ depuis les parois et prenant en compte cette mise en ordre aux parois. L'accroissement de compacité dans la zone centrale est noté $\delta\Phi_{central}$ et permet d'estimer la compaction intrinsèque du système, en dehors des conditions de bord. La figure 2.14 montre l'évolution temporelle de ces deux grandeurs lors de plusieurs séquences de compaction d'intensités différentes.

On retrouve, là encore, la dynamique extrêmement lente du processus. L'accroissement de compacité au centre, $\delta\Phi_{central}$, est plus faible qu'au niveau des parois mais reste néanmoins significatif. Cette constatation confirme, en outre, que la compaction observée n'est pas, ou pas uniquement, un effet de structuration locale aux parois. Ceci n'était pas a priori évident étant donné le faible écartement latéral utilisé dans les expériences réalisées

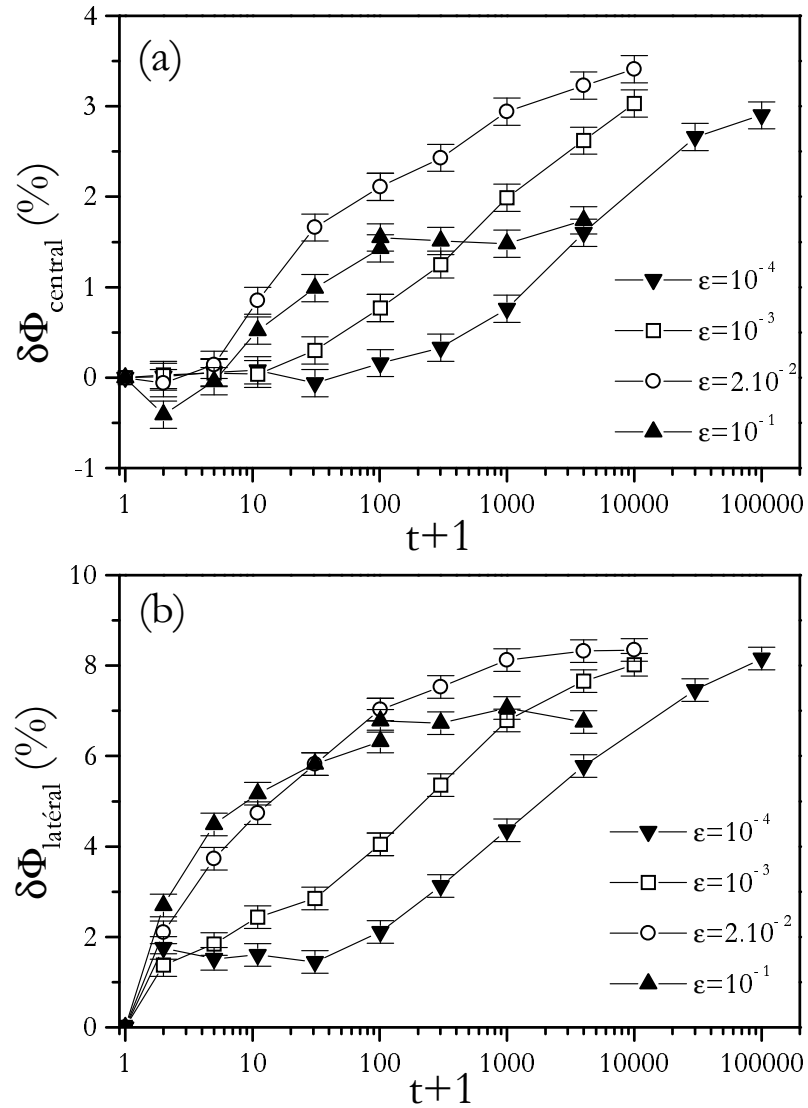


FIG. 2.14 – Evolution temporelle des grandeurs $\delta\Phi_{\text{central}}$ (a) et $\delta\Phi_{\text{latéral}}$ (b), évaluées à partir du profil transverse de compacité, pour diverses séquences de compaction avec des intensités différentes.

à Chicago. On peut également remarquer que pour les secousses de plus forte intensité, la zone centrale présente d'abord une faible décompaction avant de se compacter. On note par ailleurs un accroissement initial systématique de $\delta\Phi_{latéral}$ qui est en fait un artefact lié à la nature même de l'empilement de départ. En effet, celui-ci a été obtenu à partir d'un algorithme de déposition séquentiel (Jullien et Meakin, 1987) utilisant des conditions périodiques. On l'a ensuite adapté aux conditions aux limites "dures" : la boîte a été agrandie de façon à contenir toutes les billes puis une faible agitation a été imposée à l'empilement pour lui permettre de se réorganiser au niveau des parois. Toutefois, cette phase d'adaptation n'a pas été assez efficace et a entraîné un sous-peuplement près des parois comme on le voit sur la figure 2.13. L'empilement ainsi obtenu s'avère donc très métastable dans sa partie périphérique.

Ces différents résultats ne sont pas modifiés qualitativement si l'on change les conditions aux limites. Ceci confirme bien que l'influence des parois a une portée suffisamment faible pour que le comportement global observé soit principalement dû à une densification au cœur de l'empilement.

2.3.2 Analyse statistique dans l'espace des pores

Il est possible d'analyser plus localement la structure d'un empilement en se plaçant dans l'espace des pores : il s'agit de l'espace formé par l'ensemble des vides interstitiels entre les billes, espace complémentaire de l'espace matériel constitué par les sphères. Cet espace est plus difficile à appréhender car, à l'inverse d'une bille, ces cavités n'ont pas de délimitations géométriques précises et forment un réseau interconnecté de forme très complexe. On introduit la notion de pore sphérique qui correspond au vide localisé entre quatre billes voisines et à partir de laquelle il est possible de faire une étude statistique de cet espace des pores.

De nombreuses études ont déjà été réalisées sur ce problème, du point de vue théorique et expérimental. On peut citer en particulier le travail fondateur de Finney (Finney, 1970; Finney et Wallace, 1981). Différentes distributions statistiques peuvent être étudiées comme la fonction de paire ou la distribution de tailles des interstices. En guise d'exemple, nous avons choisi la probabilité d'occupation P_0 définie par Gotoh et ses collaborateurs (Gotoh et al., 1986) : il s'agit de la probabilité qu'a une sphère virtuelle, de rayon r' et positionnée aléatoirement dans l'empilement, de n'intercepter aucun centre de billes dans son volume.

Une expression théorique de P_0 peut être dérivée de l'approximation de Percus-Yevick¹ :

$$\begin{cases} P_0(\sigma) = 1 - \Phi\sigma^3 & \text{si } 0 \leq \sigma \leq 1, \\ P_0(\sigma) = (1 - \Phi) \exp \left[\frac{\Phi}{(1 - \Phi)^2} \left[-(1 - 2\Phi)\sigma^3 + \frac{9}{2}\Phi\sigma^2 + 1 - \frac{5}{2}\Phi \right] \right] & \text{si } 1 \leq \sigma. \end{cases} \quad (2.8)$$

avec σ qui correspond au rapport r'/R (r' est la rayon de la sphère dans laquelle est réalisé le calcul et R est le rayon des billes) et Φ qui désigne la fraction volumique moyenne de l'empilement.

Nous avons essayé de tester la sensibilité de cette probabilité par rapport à l'évolution structurale assez limitée qui est associée à la compaction d'un empilement. Ainsi, la figure 2.15 présente les probabilités P_0 calculées numériquement pour l'empilement initial ($\Phi = 58,4\%$) et pour un empilement ayant subi une séquence de compaction ($\Phi = 60,6\%$). L'expression théorique donnée par la relation (2.8) est également représentée.

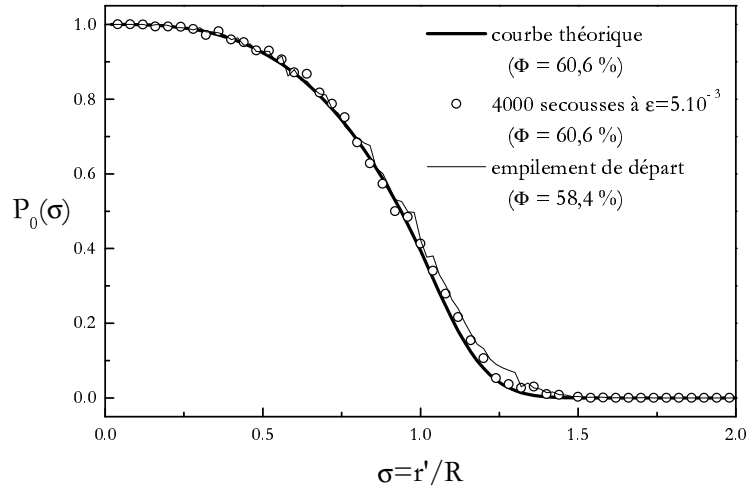


FIG. 2.15 – Probabilité d'occupation P_0 théorique comparée aux calculs numériques réalisés pour un empilement ayant subi une compaction de 4000 secousses ($\varepsilon = 5.10^{-3}$ et conditions aux limites périodiques) et pour l'empilement de départ.

Outre le très bon accord entre l'expression théorique et le calcul direct, on constate que les 3 courbes sont très proches les unes des autres malgré des différences structurales non

¹Cette approximation donne une formulation approchée pour la fonction de paire et s'avère très bonne pour des empilements désordonnés de sphères dures

négligeables comme le montre notamment l'écart de compacité moyenne Φ . Cette probabilité d'occupation n'est donc pas un outil suffisamment sensible pour étudier la compaction. Il en est de même pour la fonction de paire.

Il apparaît nettement plus efficace de travailler directement avec la distribution statistique des tailles des pores. Pour cela, on utilise la tessellation de Voronoï de l'empilement (Finney, 1993; Richard, 2000). Dans ce pavage géométrique de l'espace, un polyèdre de Voronoï est centré sur une sphère et correspond à la région de l'espace regroupant tous les points qui sont plus proches du centre la sphère en question que de n'importe quel autre centre de sphère. Des voisins, au sens de Voronoï, sont des sphères dont les polyèdres partagent une face. Du fait de cette construction, chaque sommet de polyèdre est équidistant des centres de 4 sphères voisines et constitue ainsi le centre d'un pore. Plus précisément, ce pore correspond à la sphère virtuelle en contact avec ces 4 billes voisines, sans en interpénétrer aucune. La taille du pore est le rayon r de cette sphère; son volume sera également celui de cette sphère et ne représente donc qu'une partie du volume total du polyèdre qui lui est associé. La figure 2.16 illustre cette définition dans le cas d'un empilement à 2 dimensions.

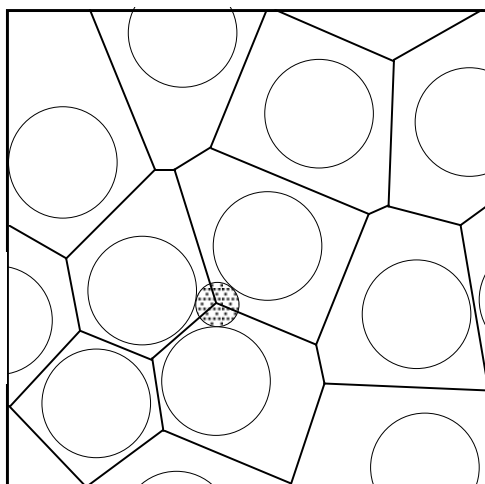


FIG. 2.16 – Représentation à deux dimensions de la tessellation de Voronoï et de son utilisation pour définir un pore entre plus proches voisins (Richard, 2000).

Dans un empilement de sphères dures, il est possible d'évaluer la densité de taille des pores $\rho_\xi(\xi)$ dans laquelle ξ est le rapport $\frac{r}{R}$ (r , rayon du pore, et R , rayon des billes). La normalisation de cette distribution fournit le nombre total de pores dans le volume de mesure :

$$N_p = \int_0^\infty \rho_\xi(\xi) d\xi$$

Cette distribution est reliée à la probabilité P_0 précédente : en effet, $P_0(r')$ est à peu près la somme des pores de taille supérieure à r' . Ceci signifie que P_0 est une distribution cumulée, ou intégrale, par rapport à ρ_ξ et explique sa moins grande sensibilité.

Le phénomène de compaction étant lié à la notion de volume libre et d'exclusion stérique, on aura tout intérêt à utiliser la distribution des volumes plutôt que la distribution des tailles des pores. Pour cela, on introduit la variable réduite $v = \frac{4/3 \pi r^3}{4/3 \pi R^3} = \xi^3$ qui correspond au volume d'un pore normalisé par le volume d'une bille et qu'on appellera volume réduit. La distribution ρ_v correspondante se déduit directement de ρ_ξ en effectuant le changement de variable $v = \xi^3$:

$$\rho_v(v) dv = \rho_\xi(\xi) d\xi,$$

et comme $dv = 3\xi^2 d\xi$,

$$\rho_v(v) = \frac{\rho_\xi(\xi)}{3\xi^2}.$$

Le choix exact de la distribution étudiée est $v\rho_v$ afin de pondérer l'importance relative de chaque classe de pores par son volume. On évalue ainsi la contribution volumique de ces pores à la porosité totale de la zone de mesure. Il faut également noter que l'intégration de cette distribution fournit le volume réduit moyen, $\langle v \rangle$:

$$\langle v \rangle = \frac{1}{N_p} \int_0^\infty v \rho_v(v) dv = \frac{1}{N_p} \int_0^\infty \xi^3 \rho_\xi(\xi) d\xi$$

Cette nouvelle grandeur moyenne a le même type de comportement que la compacité ou l'énergie potentielle moyenne : dynamique lente, effet d'hystérésis vis à vis de l'obtention d'une valeur stationnaire. Mais il est plus intéressant d'étudier l'évolution de la distribution $v\rho_v$ au cours d'une séquence de compaction. La figure 2.17 présente ainsi les distributions obtenues au début, au milieu et à la fin d'une série de 10000 secousses de dilatation $\varepsilon = 2.10^{-2}$ et avec des conditions aux limites périodiques.

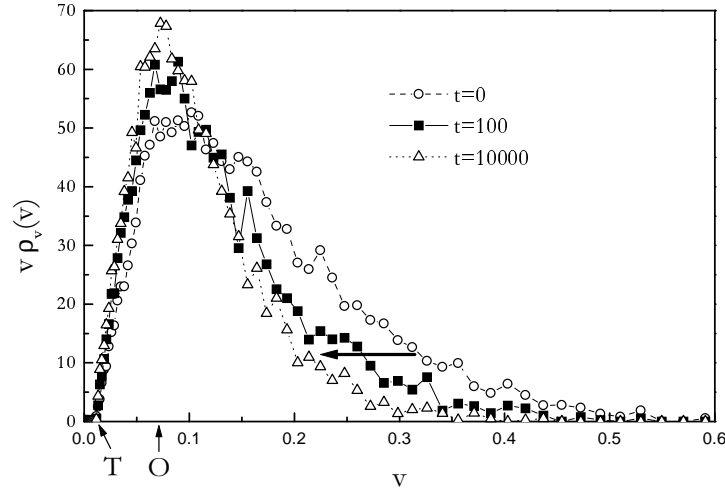


FIG. 2.17 – Distributions pondérées de volumes des pores $v\rho_v(v)$ obtenues pour un empilement à différentes étapes de sa compaction : $t = 0, 100$ et 10000 lors d'une séquence de secousses de dilatation $\varepsilon = 2.10^{-2}$ et avec des conditions aux limites "dures". Les positions des pores tétraédriques et octaédriques sont matérialisées par les indices T et O.

Ces distributions ont été évaluées sur un volume intérieur à la boîte cubique, de hauteur $18R$ et située à une distance $2R$ des parois de façon à limiter au maximum les effets de bord tout en conservant une statistique satisfaisante. D'un bout à l'autre de cette séquence de compaction, le nombre de pores est assez stable, augmentant légèrement de 9550 à 10250. L'allure générale de ces distributions est caractérisée par une forme en cloche dissymétrique. On remarque l'existence d'une taille minimale de pore correspondant au site tétraédrique. Cet arrangement local coïncide bien avec la plus petite taille de pore pouvant exister dans un empilement et fournit le rayon sphérique $\xi_T = \sqrt{\frac{3}{2}} - 1 \approx 0,225$ et, par suite, le volume réduit $v_T \approx 0,0114$. La population augmente alors rapidement jusqu'à passer par un maximum aux alentours de $\xi_O = \sqrt{2} - 1 \approx 0,414$, c'est-à-dire $v_O \approx 0,0711$, qui correspond à la taille des pores octaédriques. Cette première partie de la distribution semble peu affectée par la densification progressive de l'empilement et reste approximativement inchangée au cours du processus. Par contre, la partie de la distribution correspondant aux pores de plus grandes tailles ($v > v_O$) est très fortement modifiée par les secousses. Dans cette zone, la distribution présente une longue queue qui se réduit progressivement sous l'effet des secousses et des réarrangements structuraux qu'elles induisent. Ce dépeuplement

des pores de grandes tailles semble se faire principalement au profit des pores de tailles intermédiaires ($v \sim v_O$).

On peut noter que l'existence de la taille minimale des pores, ainsi que la forme en cloche observée, sont en contradiction avec le modèle de volume libre. Celui-ci postule en effet pour ρ_v une distribution de Poisson sur toute la gamme de v (Boutreux et de Gennes, 1997). A partir de cette hypothèse de départ, un développement analytique permet de retrouver une dynamique logarithmique pour la compaction. Par contre, comme le montre la figure 2.18, la queue de cette distribution ρ_v dans la zone $v > v_O$ semble tout à fait compatible avec une loi de ce type :

$$\rho_v(v) \propto e^{-\frac{v}{v^*}} \quad (2.9)$$

A peu de choses près, le volume caractéristique v^* coïncide avec le volume réduit moyen $\langle v \rangle$. L'évolution temporelle de v^* reflète plus quantitativement le dépeuplement progressif de la distribution dans la zone des pores de plus grandes tailles. Dans la figure 2.18, cette évolution est présentée pour 3 séquences de compaction avec des intensités différentes.

Ces résultats doivent être comparés aux travaux antérieurs sur cette problématique et tout particulièrement à ceux de Bernal. Bernal a en effet analysé les arrangements géométriques entre sphères que l'on peut rencontrer dans un empilement (Bernal, 1964). A partir d'un modèle mécanique de sphères dures, il a trouvé expérimentalement que ces arrangements pouvaient approximativement être regroupés en 5 configurations canoniques différentes. Frost a repris ses résultats et les a présentés dans un tableau détaillé précisant la taille de ces configurations et leur importance relative en nombre et en volume (Frost, 1982). L'inventaire obtenu par Bernal avec son empilement modèle est repris dans le tableau suivant, enrichi ici des valeurs correspondantes de ξ et de v :

| | $\xi = r/R$ | $v = \xi^3$ | Nombre (%) | Volume (%) |
|-------------------------|-------------|-------------|------------|------------|
| tétraèdre | 0,225 | 0,0114 | 73,0 | 48,4 |
| dodécaèdre tétragonal | 0,353 | 0,0440 | 3,1 | 14,8 |
| demi-octaèdre | 0,414 | 0,0711 | 20,3 | 26,9 |
| prisme trigonal | 0,528 | 0,1472 | 3,2 | 7,8 |
| anti-prisme archimédien | 0,645 | 0,2683 | 0,4 | 2,1 |

TAB. 2.1 – Caractéristiques des 5 configurations canoniques de Bernal.

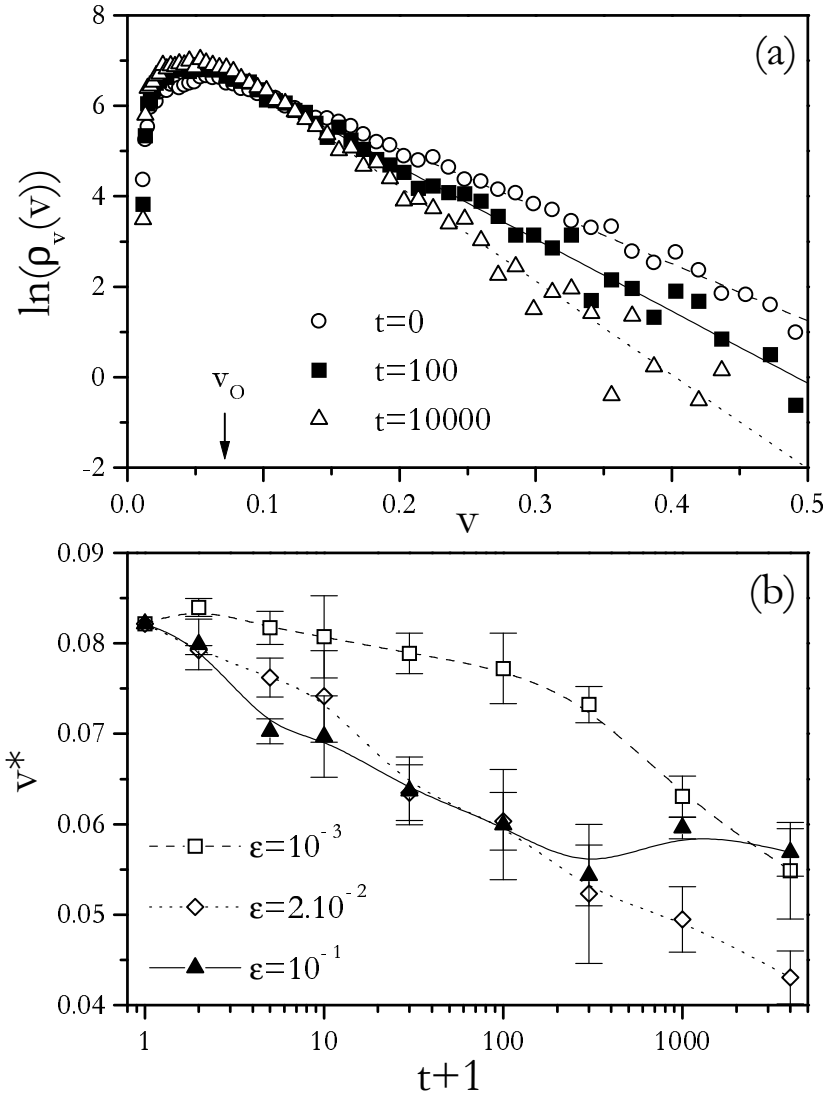


FIG. 2.18 – (a) Représentation semi-logarithmique de la distribution des volumes ρ_v au cours du temps lors d'une séquence de 10000 secousses de dilatation $\varepsilon = 2.10^{-2}$. Une loi de Poisson présente un bon accord pour la queue de la distribution. Les droites correspondant à ces lois sont également représentées et ont été évaluées sur la zone $v > v_0$. (b) Evolution en cours de compaction du volume caractéristique v^* associé à la loi de Poisson (2.9) lors de 3 séquences de dilatations respectives $\varepsilon = 10^{-3}$, 2.10^{-2} et 10^{-1} .

Dans ces configurations, on retrouve en particulier les sites tétraédrique et octaédrique (ou demi-octaédrique) dont on a déjà montré qu'ils délimitaient la zone des pores de petites tailles qui reste peu affectée par les secousses. La continuité des distributions obtenues montre que les différentes configurations canoniques sont plus ou moins déformées dans l'empilement ce qui modifie légèrement leur volume v . Sinon, dans le cas contraire, on observerait une succession de pics de Dirac correspondant chacun à un type de pores. Par ailleurs, les pores en forme de prisme trigonal et d'anti-prisme archimédien semblent extrêmement peu nombreux, voire inexistants. Seules les 3 premières configurations du tableau sont donc à prendre en compte.

Au bilan, il y a d'une part les tétraèdres et les dodécaèdres tétragonaux qui, dans leur répartition, semblent être très peu sensibles à la compaction, et, d'autre part, les octaèdres qui vont être modifiés par la séquence de secousses. Ces derniers peuvent être fortement déformés par rapport à un arrangement parfait, comme le montre la queue de la distribution. Ces déformations correspondent vraisemblablement à des défauts locaux dans les empilements pouvant aller jusqu'à la présence de voûtes ou d'arches. Ces défauts se résorbent progressivement sous l'effet des secousses et disparaissent au profit d'octaèdres présentant des déformations moindres.

2.3.3 Perspectives expérimentales

Dans le but de valider expérimentalement ces derniers résultats sur l'évolution structurale d'un empilement sous secousses, nous avons réalisé, avec Patrick Richard, des essais préliminaires de micro-tomographie X au "European Synchrotron Radiation Facilities" (ESRF) sur la ligne de lumière *ID19*. L'analyse tomographique est fondée sur l'absorption de rayons X et fournit la reconstruction tridimensionnelle du milieu absorbant. L'utilisation d'un rayonnement synchrotron et d'une caméra spécialement adaptée permet d'améliorer très nettement la résolution de l'image qui atteint l'ordre du micron.

Nous avons procédé à ces essais sur des empilements de billes de verre, de diamètres compris entre 0,25 et 0,30 *mm*, contenues dans un tube cylindrique en quartz de diamètre intérieur 9 *mm*. Ces empilements ont été vibrés à intensité contrôlée, des acquisitions tomographiques étant régulièrement réalisées lors de ces séquences de compaction. La figure 2.19 présente un exemple type de reconstruction tridimensionnelle d'un empilement : on obtient une très bonne résolution spatiale et l'analyse statistique de la structure est tout à fait envisageable. Une des principales différences par rapport au travail numérique est

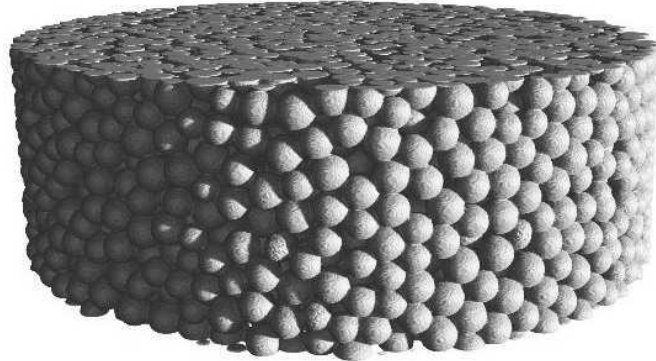


FIG. 2.19 – Exemple de reconstruction tridimensionnelle d’un empilement de billes de rayon compris entre $0,25$ et $0,30\text{ mm}$ et placées dans un tube cylindrique de diamètre intérieur 9 mm .

la polydispersité des billes. On constate par contre sur l’image 2.19 que les billes ont une forme bien sphérique. Ceci nous permet de conserver le même type d’analyse statistique, celle-ci restant valable dans le cas d’un empilement polydisperse de sphères dures. Ces séries de mesures ont été réalisées pour 4 intensités de secousses différentes avec 1 ou 2 acquisitions par décade. Les données obtenues sont actuellement en cours de dépouillement et d’analyse et ne seront donc pas présentées dans ce manuscrit.

2.4 Conclusion

Au bilan, le modèle assez simple que nous avons proposé et étudié fournit un bon accord qualitatif avec le comportement spécifique d’un empilement granulaire soumis à des sollicitations verticales, comportement qui a été mis en évidence tant expérimentalement que théoriquement. En effet, bien que la modélisation mette de côté toute la dimension mécanique du problème, en ne tenant compte que de l’exclusion géométrique entre les grains, elle permet de retrouver la phénoménologie complète de ce système vitreux atypique : dynamique très lente, effet d’hystérésis sur la compacité finale, mise en évidence de vieillissement.

Ce modèle donnant une représentation assez réaliste d’un empilement tridimensionnel de billes, on peut en tirer avantageusement partie en étudiant les profils de compacité et surtout en analysant du point de vue statistique la structure géométrique de l’empilement et son évolution lors du processus de compaction. La distribution de tailles des pores est

très peu affectée par les secousses dans la zone des petites cavités interstitielles. Par contre, le nombre de pores de plus grandes tailles diminue progressivement au profit des pores de tailles intermédiaires. On peut supposer que la plupart de ces nouveaux pores ont une structure locale octaédrique de moins en moins déformée.

Chapitre 3

Réponse dynamique d'un empilement de billes à une sollicitation verticale

Notre étude générale concerne le tassement progressif d'un empilement de billes soumis à des sollicitations verticales. L'objectif principal est d'analyser l'évolution du système en caractérisant au mieux les différents états métastables statiques successivement pris par le système. Mais, avant d'étudier cette évolution lente causée par un grand nombre de secousses, nous avons souhaité nous intéresser à l'effet d'une seule secousse. Il s'agit donc ici d'examiner la dynamique du passage transitoire entre deux empilements statiques et plus particulièrement la durée de cette relaxation rapide. Comment et dans quel laps de temps l'énergie fournie au système lors d'une secousse est-elle dissipée ? En effet, dans ce cadre de la densification par secousses répétées, il est important de connaître l'allure de la réponse à chaque secousse. On peut alors connaître le délai qu'il faut imposer entre deux chocs pour éviter de voir apparaître des effets dynamiques parasites comme des doublements de périodes ou des ondes de surface, effets qui sont constatés dans le cas de vibrations suffisamment intenses et sur des couches peu épaisses (Clément, 1998).

L'énergie apportée aux billes lors d'une secousse sera caractérisée par l'accélération adimensionnée $\Gamma = \gamma_{max}/g$ dans laquelle γ_{max} désigne, en valeur absolue, l'amplitude maximale du pic négatif d'accélération imposé au système. Il est certain que d'autres paramètres interviennent directement dans la dynamique d'une secousse (coefficient de frottement entre billes, coefficient de frottement billes-paroi, coefficient de restitution des vitesses lors d'une collision entre billes), mais ils resteront sensiblement inchangés dans les différentes expériences réalisées.

Avant d'analyser l'évolution dynamique à l'intérieur d'un empilement en réponse à une secousse, la première étape consiste à déterminer précisément la nature de la sollicitation

verticale utilisée.

3.1 Caractérisation des sollicitations utilisées

3.1.1 Dispositif générateur des sollicitations

Les secousses sont délivrées par un pot vibrant LDS V406 alimenté par un signal de commande via un amplificateur de puissance PA100E. Un schéma détaillé du pot est présenté sur la figure 3.1.

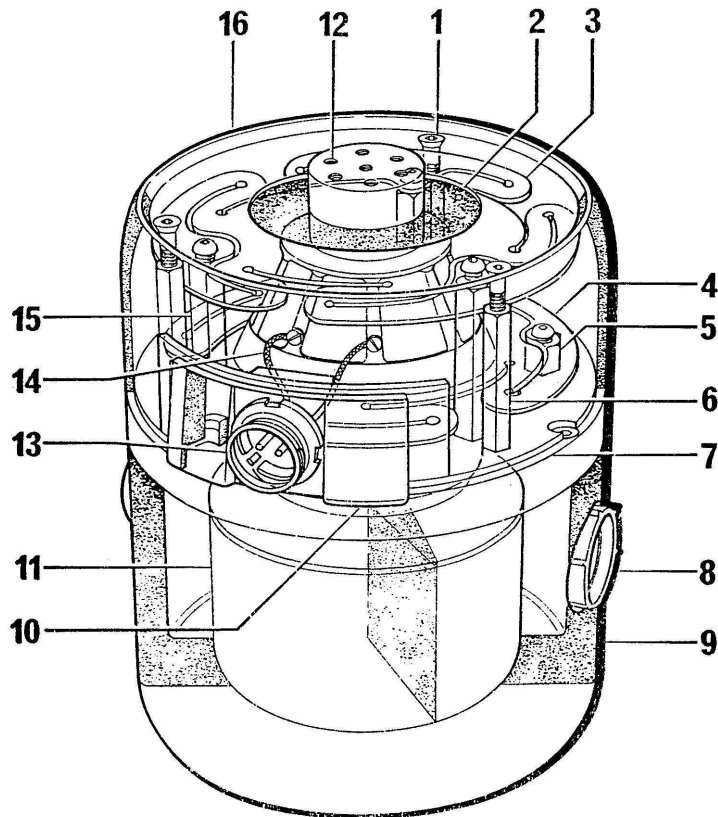


FIG. 3.1 – Vue en coupe du vibreur V406 (extrait de la notice d'utilisation). Les pièces principales sont : la suspension supérieure (3), la suspension inférieure (4), le circuit magnétique (9), l'aimant permanent Columax (11), la tête et l'ensemble mobile (12) et les câbles d'alimentation (14).

Le pot vibrant est un oscillateur électromagnétique. Il possède un circuit magnétique contenant un aimant permanent. Un champ magnétique peut ainsi être produit et imposer un déplacement vertical à un équipage mobile de masse $M_0 = 200\text{ g}$. Cet équipage mobile est constitué d'une bobine collée sur une armature et d'une tête sur laquelle est fixée l'échantillon que l'on souhaite secouer. L'ensemble mobile est maintenu au pot du générateur par deux suspensions laminées en fibres qui autorisent un déplacement maximal de $17,6\text{ mm}$ par rapport à la position d'équilibre. La bobine mobile est formée d'un fil de cuivre alimenté, via l'amplificateur de puissance, par une tension de commande. Lorsqu'un courant parcourt la bobine, la force magnétique qui en résulte est orientée suivant la verticale. Un récipient cylindrique, de diamètre intérieur $D = 95,4\text{ mm}$, rempli ou non de billes, est fixé sur la tête mobile. C'est l'ensemble constitué de l'équipage mobile et du récipient qui est mis en mouvement par le pot vibrant.

Dans le cas d'une secousse, le signal de commande est une tension sinusoïdale de fréquence f (pulsation $\omega = 2\pi f$) prise sur une période complète ($T = 1/f$) et à laquelle on ajoute une tension de décalage pour assurer la continuité et la dérivabilité du signal en début ($t = 0$) et en fin de cycle ($t = T$). Cette commande est représentée sur la figure 3.2.

Des essais ont également été réalisés en vibration : la tension de commande est alors simplement un signal sinusoïdal continu de fréquence f et d'amplitude a .

3.1.2 Allure de la sollicitation et modélisation

La réponse dynamique du système pot-cylindre est analysée à travers le signal délivré par un accéléromètre fixé à la base du cylindre. Il s'agit d'un accéléromètre BK 4375V couplé à un amplificateur de charge NEXUS. Une fois réglé, l'ensemble fournit directement un signal, au choix en $V/m.s^{-2}$ ou en V/g (g désigne ici l'intensité de la pesanteur). La figure 3.2 montre l'allure du signal mesuré à vide, c'est-à-dire sans billes dans le récipient, lors d'une secousse de fréquence $f = 30\text{ Hz}$ et d'intensité $\Gamma = 2,1$.

L'accélération présente un premier pic positif, d'allure assez symétrique, suivi par un second pic négatif d'amplitude crête $-\gamma_{max}$ ($\gamma_{max} > 0$). Lorsque ce pic est suffisamment marqué, l'accélération va dépasser, en valeur absolue, l'accélération de la pesanteur et provoquer le décollage éventuel d'une charge présente dans le récipient ($\gamma_{max} > g$ soit $\Gamma > 1$). La fin du signal correspond à l'amortissement de la charge totale fixée sur le pot.

Ce signal assez complexe est la réponse dynamique de la masse mobile du pot, éventuellement surmontée d'une surcharge (récipient et/ou billes). Il apparaît très sensiblement différent de ce qu'on obtiendrait avec un système idéal. En effet, si la masse mobile pouvait

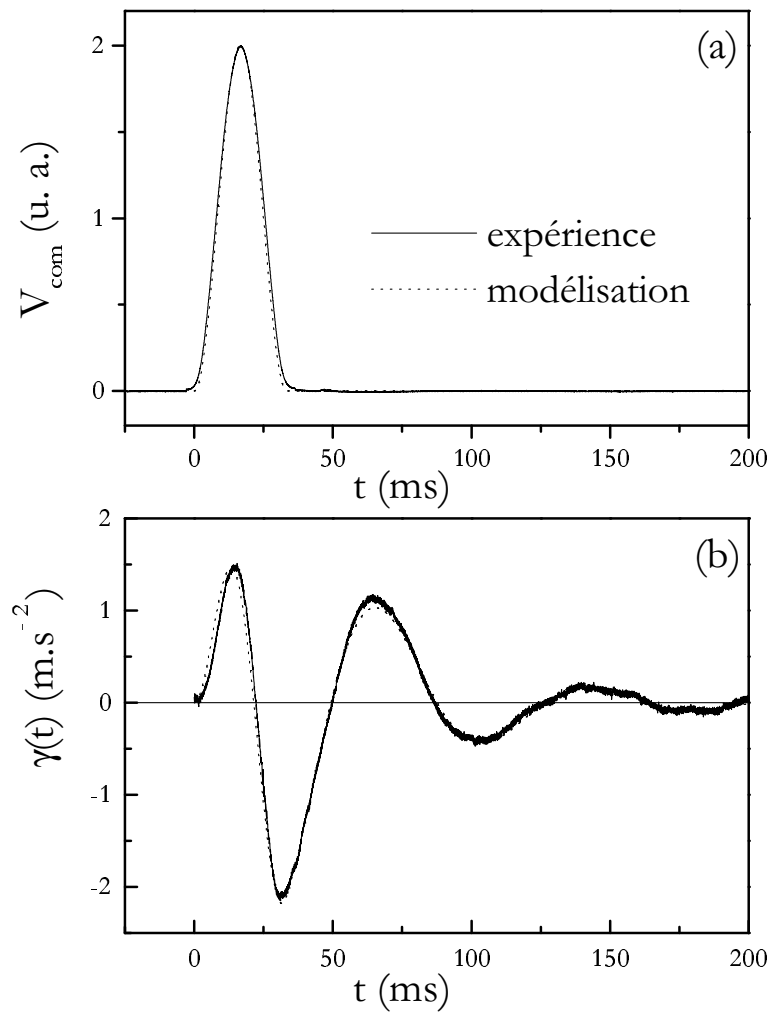


FIG. 3.2 – Allure type de la réponse en accélération lors d'une secousse à vide. Le signal de commande a ici une fréquence de 30 Hz et une intensité $\Gamma = 2, 1$. γ désigne l'accélération directement déduite du signal mesuré par l'accéléromètre. La tension de commande V_{com} est représentée en unité arbitraire (u.a.). Les courbes en pointillé correspondent au modèle équivalent proposé plus loin.

suivre exactement le signal de commande, elle effectuerait un déplacement d'amplitude a qui serait proportionnel à cette commande. On devrait donc mesurer l'accélération correspondante : $z = a(1 - \cos(\omega t)) \rightarrow \ddot{z} = a\omega^2 \cos(\omega t)$

Le signal réellement mesuré reflète l'inertie de l'oscillateur de même que son double couplage avec le reste du pot : couplage électromagnétique par l'intermédiaire de la bobine de commande et couplage mécanique via le dispositif de fixation qui maintient la masse mobile au pot. Une modélisation très simple permet de rendre compte de ces différents effets : le système mécanique unidimensionnel équivalent est constitué d'une masse ponctuelle couplée à un amortisseur et dissipant une partie de son énergie par frottement. Le système d'amortissement est assimilable à un ressort de raideur k . Le constructeur fournit comme valeur de la raideur équivalente $k = 12,3 \text{ N/mm}$. Concernant la force de frottement, son origine est due au freinage par les courants de Foucault qui sont induits dans les masses métalliques du circuit magnétique. Ce freinage est modélisé par une force de frottement \vec{F}_{frott} proportionnelle à la vitesse et a donc une expression analogue au cas d'un frottement visqueux. Un schéma de ce modèle équivalent est présenté sur la figure 3.3.

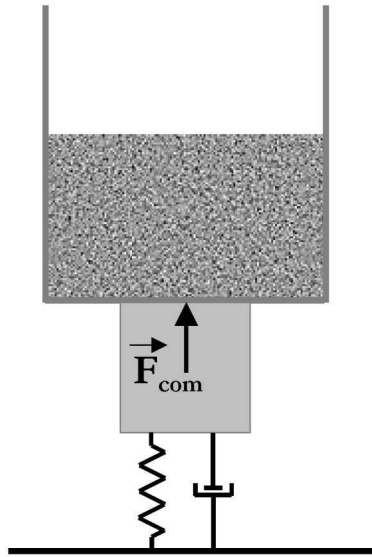


FIG. 3.3 – Schéma du modèle mécanique équivalent permettant de décrire l'évolution du véhicule mobile. Les forces agissant sur le système sont : le poids total, la force magnétique (la seule représentée ici pour gagner en lisibilité), la force de rappel du ressort et la force de frottement. Le récipient cylindrique fixé sur la tête du véhicule mobile peut être vide ou rempli de billes.

Ainsi, outre son poids et la force magnétique associée à la tension de commande \vec{F}_{com} , l'oscillateur de masse totale M subit également la force de rappel $\vec{F}_{ressort}$, due à l'existence du ressort équivalent, et la force de frottement \vec{F}_{frott} . L'équation dynamique correspondante s'écrit :

$$M\vec{\gamma} = \vec{F}_{ressort} + \vec{F}_{frott} + \vec{F}_{com} + M\vec{g}$$

Le déplacement est supposé parfaitement vertical.

Sachant que $\vec{F}_{ressort} = -k(z - z_0)\vec{e}_z$ (z_0 est la longueur à vide du ressort et \vec{e}_z désigne le vecteur unitaire vertical dirigé vers le haut) et que $\vec{F}_{frott} = -\mu\vec{v}$, on projette suivant z en choisissant l'axe vertical dirigé vers le haut :

$$M\ddot{z} = -k(z - z_0) - \mu\dot{z} + F_{com} - Mg$$

En effectuant le changement de variable $Z = z - z_0 + \frac{Mg}{k}$ et en posant $\tau_f = \frac{M}{\mu}$ et $\omega_0^2 = \frac{k}{M}$, on obtient l'équation différentielle suivante, valable quelle que soit la sollicitation imposée au système :

$$\ddot{Z} + \frac{1}{\tau_f}\dot{Z} + \omega_0^2 Z = \frac{F_{com}(t)}{M} = \gamma_{com}(t) \quad (3.1)$$

γ_{com} désigne ici le rapport $\frac{F_{com}}{M}$ qui est homogène à une accélération.

La valeur de la raideur k étant connue, seul le paramètre μ (ou τ_f) est à déterminer. Il est possible de l'estimer sur la phase finale du signal fourni par l'accéléromètre. Cette partie du signal correspond à l'amortissement de l'oscillateur après la période de commande ($t > T$). La masse M oscille alors librement ($F_{com}(t > T) = 0$). Dans ces conditions et suivant la valeur de $\omega_0\tau_f$, il peut y avoir soit amortissement faible ($2\omega_0\tau_f > 1$), soit amortissement critique ou sur-critique ($2\omega_0\tau_f \leq 1$). C'est le premier cas que l'on observe ici. Le signal théorique correspondant s'écrit :

$$Z = Z_a e^{-\frac{t}{2\tau_f}} \cos(\omega_a t + \psi_a)$$

avec $\omega_a = \omega_0 \sqrt{1 - \frac{1}{4\omega_0^2\tau_f^2}}$ et Z_a et ψ_a qui dépendent des conditions de vitesse et de position en $t = T$.

On cherche alors à ajuster cette loi d'amortissement libre au signal mesuré de façon à en déduire les paramètres ω_0 et τ_f . Ces paramètres dépendent de la masse totale en mouvement M . L'ajustement va donc varier suivant les situations : à vide ou en présence d'un

empilement de billes. Dans ce dernier cas, s'il y a décollage des billes, la masse équivalente de la pièce mobile est plus faible pendant le temps de vol de l'empilement. Les paramètres d'ajustement risquent donc de subir, au cours de la sollicitation, une certaine variation qu'il est difficile d'estimer. Un exemple d'ajustement est présenté pour la courbe de la figure 3.2. Avec cette mesure obtenue à vide, le problème de variation des paramètres en cours de secousse ne se pose pas et l'on observe un très bon accord entre l'expression théorique et le signal mesuré : ce modèle fournit donc une base de description tout à fait correcte.

Dans notre étude expérimentale, nous serons amenés à utiliser deux types de sollicitations : soit une vibration continue, soit la secousse précédemment décrite. Il convient donc d'analyser la nature exacte de la sollicitation ressentie par l'empilement de grains dans chacun de ces cas. On comparera notamment l'observation expérimentale au modèle mécanique équivalent. Notre objectif étant également d'analyser l'influence des différents paramètres du système, on cherchera à faire varier la fréquence de commande pour ces deux types de sollicitations.

3.1.3 En régime forcé de vibration

Dans ce régime forcé, on impose à la surcharge mobile une vibration continue par l'intermédiaire d'une commande sinusoïdale de fréquence f et de pulsation ω .

Réponse à vide

Lorsque le récipient est vide, le modèle théorique permet de décrire directement le déplacement réel du système mobile. L'équation (3.1) s'écrit ici :

$$\ddot{Z} + \frac{1}{\tau_f} \dot{Z} + \omega_0^2 Z = \gamma_0 \sin(\omega t)$$

Le déplacement Z s'en déduit directement. C'est une oscillation de même fréquence avec un déphasage ψ :

$$z(t) = \frac{\gamma_0}{\sqrt{(\omega_0^2 - \omega^2)^2 + (\frac{\omega}{\tau_f})^2}} \sin(\omega t - \psi) = z_0 \sin(\omega t - \psi)$$

avec le déphasage ψ qui vérifie : $\tan \psi = \frac{\omega}{\tau_f(\omega_0^2 - \omega^2)}$

Expérimentalement, on retrouve assez bien ce type d'évolution notamment concernant la phase et le module de la réponse et leur dépendance avec la fréquence de commande. En particulier, l'obtention d'une résonance autour de la fréquence f_0 pour le signal d'accélération est bien observée, avec une allure assez proche de l'expression théorique de $\omega^2 z_0$.

Selon que le récipient soit vide ou rempli de billes, cette fréquence de résonance varie approximativement entre 10 et 20 Hz . La valeur utilisée dans le modèle théorique est choisie, suivant les cas, entre 13 et 17 Hz .

Empilement granulaire vibré

Pour étudier un empilement granulaire sous vibrations, le modèle simple d'une masse parfaitement inélastique sur un fond oscillant semble assez bien adapté et est couramment utilisé. En effet, lors de sa retombée sur le fond du récipient, le milieu granulaire est très dissipatif et se comporte à peu près comme un système parfaitement inélastique. Une présentation rapide de ce modèle est proposée dans l'annexe A. Les principales constatations sont les suivantes : la condition de décollage de l'empilement s'écrit $\Gamma = 1$ et est réalisée au temps $t_d = \frac{1}{2\pi f} \arcsin\left(\frac{1}{\Gamma}\right)$. La durée Δt_{vol} de cette phase de vol collectif des billes vérifie $\omega \Delta t_{vol} = F(\sqrt{\Gamma^2 - 1})$ où F est une fonction connue seulement de façon implicite. Cette durée dépend non seulement de Γ mais également de ω . Or, on peut penser que ce temps de vol, de même que la vitesse V_d au moment du décollage, vont quantifier l'énergie fournie à l'empilement lors de la sollicitation. Ceci confirme que Γ n'est pas le seul paramètre de contrôle du système. Par ailleurs, au-delà de $\Gamma \simeq 3, 15$, une masse parfaitement inélastique ne ressent plus qu'une secousse sur deux puis sur trois, etc... Son mouvement va alors progressivement évoluer vers un comportement chaotique. Pour un empilement granulaire, cet effet peut donner lieu à des instabilités de surface qu'on a déjà évoquées succinctement au chapitre 1 (Clément, 1998). Une adaptation du modèle permet de prendre en compte le frottement entre les billes et la paroi latérale au moment du décollage. Cette adaptation fournit ainsi une valeur Γ_d légèrement supérieure à 1 pour le seuil de décollage comme on l'observe expérimentalement ici et dans plusieurs travaux précédents (Laroche et al., 1989; Clément et al., 1992; Pak et al., 1995). Ce seuil est assez difficile à évaluer précisément et de façon directe.

Toutefois, en présence de billes, la réponse mesurée expérimentalement n'est plus une oscillation parfaite dès que l'on se rapproche ou que l'on dépasse le seuil de décollage. En effet, il y a un couplage entre les billes et le récipient qui se fait par l'intermédiaire des parois. Pendant le vol, les billes frottent contre les parois ce qui perturbe le signal donné par l'accéléromètre. De même, lors de sa retombée, l'empilement donne une forte impulsion à la base du récipient et modifie, là encore, l'accélération mesurée (Gray et Rhodes, 1972). Le signal obtenu est de plus au plus perturbé au fur et à mesure qu'on augmente l'intensité

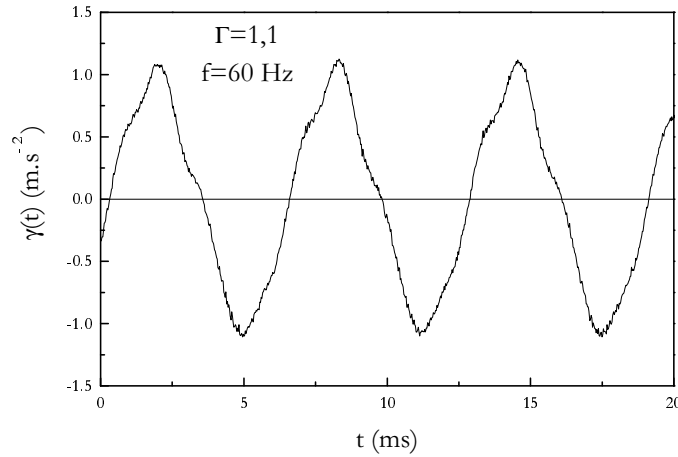


FIG. 3.4 – Exemple de déformation du signal mesuré à l'accéléromètre dès $\Gamma = 1, 1$.

de la vibration. Un exemple de déformation est présenté sur la figure 3.4. Les évaluations expérimentales du paramètre Γ ou du temps de vol Δt_{vol} à partir de ce signal peuvent alors devenir assez imprécises, surtout pour une vibration d'amplitude ou de fréquence élevées. Des mesures de Δt_{vol} ont cependant été réalisées pour des valeurs suffisamment faibles de Γ et confirment que, pour cette gamme d'intensités, $f\Delta t_{vol}$ n'est fonction que de Γ comme prévu par le modèle.

3.1.4 Influence de la fréquence de commande sur l'allure de la secousse

Nous souhaitons maintenant étudier la réponse du système pour une secousse, c'est-à-dire une sollicitation transitoire ayant l'allure précisée précédemment : une tension sinusoïdale de fréquence f prise sur une période complète ($T = 1/f$) et additionnée d'une tension de décalage.

Réponse à vide

Les accélérations mesurées à vide sont présentées sur la figure 3.5. Lorsque la fréquence augmente, le premier pic de la réponse est de plus en plus élevé tandis que l'accélération minimale $-\gamma_{max}$ n'est plus atteinte pendant la durée où le déplacement est commandé mais au cours de la phase d'amortissement libre du système ($t > T$). Ceci est très important puisque c'est à partir de cette valeur γ_{max} qu'est évaluée le paramètre expérimental Γ . A

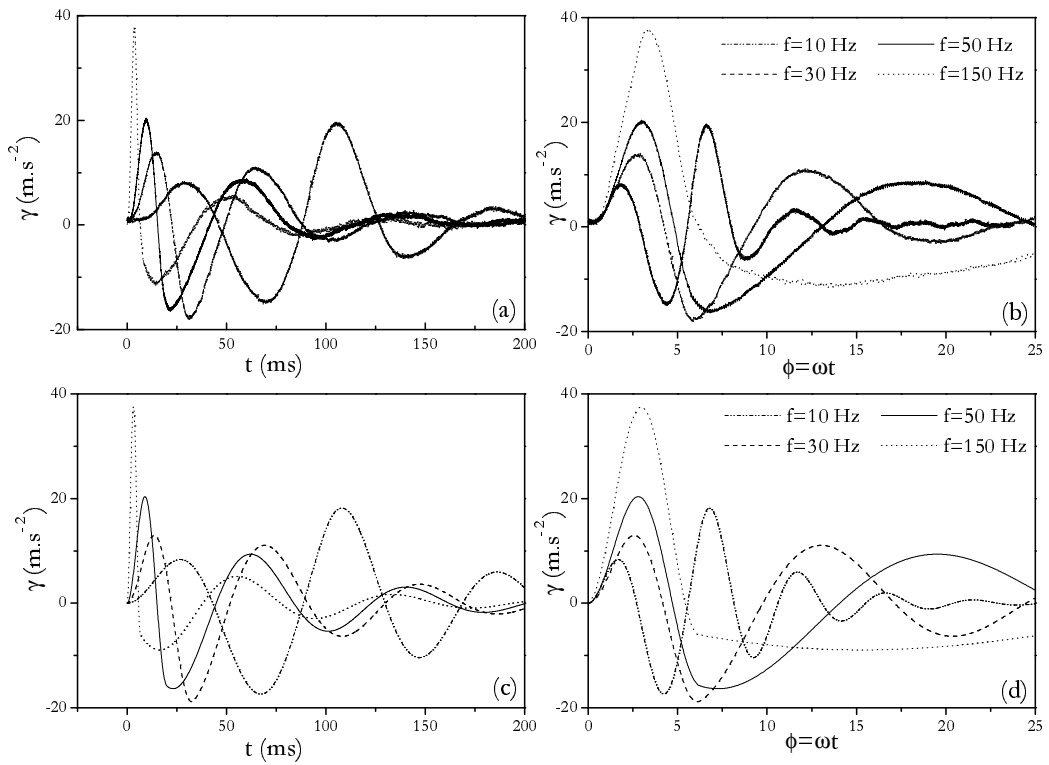


FIG. 3.5 – Accélérations mesurées pour 4 fréquences différentes et tracées (a) en fonction du temps t et (b) en fonction de la phase $\phi = \omega t$. Accélérations calculées numériquement à partir du modèle pour les 4 mêmes fréquences et tracées (c) en fonction du temps t et (d) en fonction de la phase $\phi = \omega t$.

plus basse fréquence ($f = 10 \text{ Hz}$), on voit au contraire apparaître un second pic positif d'accélération pendant la période de commande. Le changement de comportement est obtenu aux alentours de $f = 30 \text{ Hz}$, fréquence pour laquelle le signal présente une allure assez symétrique. Cette symétrie justifie peut-être le choix de cette fréquence particulière dans les expériences réalisées à Chicago (Knight et al., 1995). C'est également celle que nous utiliserons dans la plupart de nos expériences.

La modélisation basée sur le système mécanique équivalent peut ici encore être utilisée, mais cette fois en régime transitoire. L'équation dynamique (3.1) s'écrit alors :

$$\ddot{Z} + \frac{1}{\tau_f} \dot{Z} + \omega_0^2 Z = \begin{cases} \gamma_0(1 - \cos(\omega t)) & \text{si } t \leq 1/f, \\ 0 & \text{si } t \geq 1/f. \end{cases} \quad (3.2)$$

L'accélération, ainsi que la vitesse et le déplacement du mobile, peuvent être calculés par intégration numérique de cette équation (3.2). Les accélérations ainsi obtenues sont présentées sur la figure 3.5. La comparaison avec les courbes expérimentales est très bonne sauf aux plus hautes fréquences pour lesquelles un écart apparaît au moment où le système cesse d'être commandé et entame sa phase d'amortissement ($t \geq T$).

Les déplacements verticaux correspondants à ces différentes courbes d'accélération et déduits de l'intégration numérique sont présentés sur la figure 3.6.

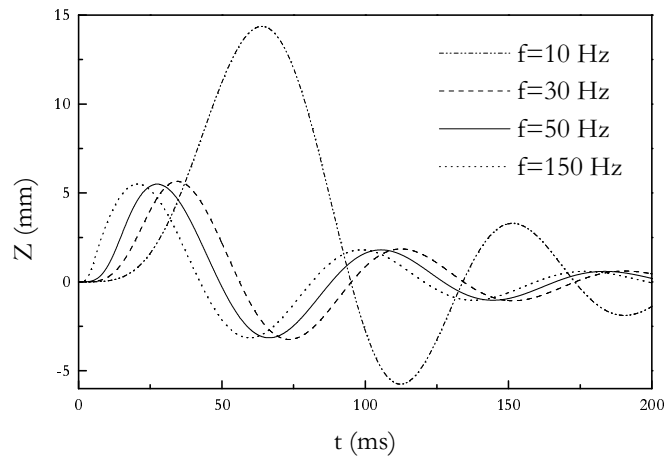


FIG. 3.6 – Allures des déplacements Z calculées numériquement à partir du modèle pour 4 fréquences différentes.

Nous avons déjà noté sur la figure 3.5 la présence sur les courbes d'accélération d'un premier pic dans les valeurs positives. La durée de ce pic est fixée par la fréquence de

commande et son amplitude augmente avec celle-ci. Il est frappant de remarquer que ce pic n'apparaît plus au niveau des courbes de déplacement de la figure 3.6. Au contraire, dès que la fréquence de commande dépasse environ 30 Hz , les déplacements deviennent très comparables entre eux avec une fréquence caractéristique qui semble être approximativement la fréquence d'amortissement du dispositif. Ces constatations montrent bien qu'en changeant la fréquence de commande on ne modifie pas en conséquence la fréquence du déplacement imposé. Ainsi, l'allure assez semblable des courbes à hautes fréquences explique que les estimations du temps de décollage ou de la durée du vol, déduites par résolution numérique du modèle, présentent des différences assez limitées au-delà de 30 Hz et absolument pas compatibles avec une dépendance où $f\Delta t_{vol}$ ne serait fonction que de Γ .

Notons également qu'à partir de l'équation générale (3.1), il est possible de calculer le signal de commande à fournir au pot vibrant pour imposer un déplacement réel ayant l'allure souhaitée en $a(1 - \cos(\omega t))$. L'expression ainsi obtenue est assez compliquée et la commande est difficile à réaliser de façon analogique. Il faudrait utiliser une carte numérique capable de générer exactement ce signal ou incorporer une boucle de rétroaction entre la mesure donnée à l'accéléromètre et la commande. Une autre possibilité consiste à imposer le déplacement par un système bielle-manivelle. Dans ce dernier cas, le déplacement n'est pas parfaitement sinusoïdal mais il est bien contrôlé.

Empilement granulaire secoué

La figure 3.7 présente l'évolution de l'accélération pour une secousse de fréquence 30 Hz et d'intensité $\Gamma \approx 2, 3$ et pour un empilement de billes de 1 mm de diamètre et de masse 1 kg . De la même façon que pour les sollicitations en vibrations, il est possible de modéliser très simplement un empilement de billes par une masse parfaitement inélastique. Le même type de résolution numérique permet alors de prédire la condition de décollage et la durée de vol de cette masse. Les trajectoires correspondantes sont présentées en pointillé sur la figure 3.7. Ici encore, il faut tenir compte du frottement des billes contre les parois qui nécessite d'introduire un seuil de décollage Γ_d supérieur à 1. Le modèle de la masse inélastique pourrait donc être adapté comme dans le cas du régime forcé sinusoïdal présenté dans l'annexe A.

L'allure observée sur la figure 3.7 est approximativement la même que celle obtenue à vide. La seule différence évidente concerne le pic de retombée des billes qui apparaît dès qu'on dépasse le seuil de décollage. L'atterrissage est marqué au niveau du signal mesuré à l'accéléromètre par des fluctuations d'amplitudes, d'autant plus importantes que la secousse

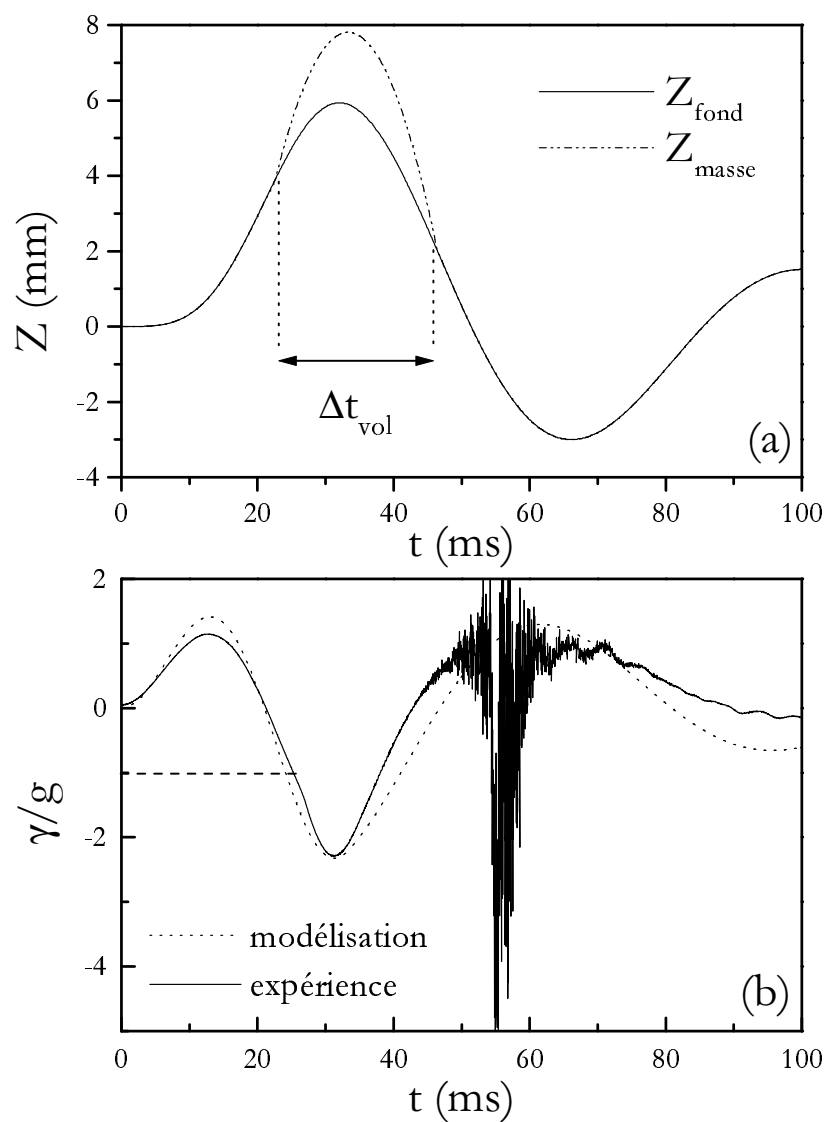


FIG. 3.7 – (a) Déplacements verticaux du fond et de la masse calculés numériquement à partir du modèle (sans prise en compte du frottement) pour une fréquence de 30 Hz et une intensité $\Gamma \approx 2, 3$. (b) Accélérations réduites γ/g mesurée à l'accéléromètre (trait plein) et déduite du modèle (trait en pointillé) pour la même secousse que dans le cas (a).

est intense, et de durée totale qui tend à augmenter très légèrement avec Γ .

Ces mesures ont été comparées à des observations réalisées simultanément à l'aide d'une caméra rapide FASTCAM (Kodak Photron) de fréquence 1000 images par seconde. Quand le seuil Γ_d est nettement dépassé, on constate qu'il y a décollage en bloc de l'empilement. Au cours de son vol, le milieu granulaire ne se dilate que très faiblement et sans qu'aucune fluidisation n'apparaisse dans sa partie supérieure, du moins dans la gamme d'intensité étudiée ($0 < \Gamma < 8$). Au moment de la retombée, on observe une onde de choc qui se propage à grande vitesse de bas en haut dans l'empilement. L'ordre de grandeur de la vitesse de propagation de cette onde peut être estimée à 10 m.s^{-1} . C'est une valeur un peu faible par rapport la valeur de 150 m.s^{-1} reportée par Gray (Gray et Rhodes, 1972) mais comparable aux mesures obtenues par Laroche et ses collaborateurs qui sont comprises entre 10 et 100 m.s^{-1} (Laroche et al., 1989). Près du seuil de décollage, l'envol effectif des billes devient difficile à observer. La valeur exacte de ce seuil Γ_d est donc délicate à évaluer directement avec les images. Sur le signal délivré par l'accéléromètre, le décollage des billes est déduit de l'observation d'un pic de retombée. Mais, légèrement au-dessus de ce seuil, ce pic se réduit nettement tandis qu'au-dessous de Γ_d , une faible déformation du signal peut être encore observée, liée à une légère agitation dans l'empilement, sans qu'il n'y ait pour autant de décollage massif et collectif des billes. Ces deux effets sont difficiles à distinguer l'un de l'autre et rendent donc assez approximative l'évaluation du seuil. Pour une fréquence de 30 Hz , on a estimé Γ_d entre 1,1 et 1,3.

À partir du signal donné par l'accéléromètre, nous avons obtenu des mesures approchées de t_d et Δt_{vol} en fonction de l'intensité Γ et de la fréquence f de la secousse. Ces estimations ont été comparées aux prédictions théoriques (modèle de la masse inélastique associé à l'intégration numérique de l'équation (3.2) en régime transitoire) : les valeurs t_d et Δt_{vol} ainsi obtenues ne correspondent pas exactement aux mesures expérimentales. Notamment, pour $f \geq 30 \text{ Hz}$, on observe expérimentalement que Δt_{vol} est quasiment indépendant de la fréquence, ce qui n'est pas exactement le cas en théorie. Cette différence avec la modélisation est très vraisemblablement due à l'écart entre les courbes expérimentales et les courbes théoriques : cet écart est particulièrement notable juste après la fin de la période de commande (figure 3.5). Or, à hautes fréquences, c'est précisément dans cette zone où expérience et théorie ne coïncident pas bien qu'est réalisée la condition de décollage $\gamma = -g\Gamma_d$. L'origine de cette faible influence avec la fréquence s'explique également par l'allure théorique du déplacement Z du récipient pour les différentes secousses. Comme on l'a déjà montré sur la figure 3.6, pour des fréquences supérieures à 30 Hz , les déplace-

ments théoriques sont de plus en plus proches les uns des autres. Ainsi, pour comparer les accélérations à différentes fréquences, il faut plutôt tracer γ en fonction de la phase $\phi = \omega t$ (figure 3.5), tandis que pour les déplacements verticaux Z nous avons utilisé le temps t (figure 3.6).

Les calculs théoriques et numériques prévoient aussi que la durée d'un vol Δt_{vol} dépend uniquement de la vitesse du fond du récipient au moment de l'envol des billes V_d . Cette vitesse de décollage déterminant également la hauteur maximale atteinte lors d'un vol libre, elle quantifie l'énergie cinétique fournie aux billes. Il est envisageable qu'elle joue un rôle important dans le processus de compaction. Les prédictions théoriques sont compatibles avec une dépendance linéaire entre V_d et $\sqrt{\Gamma^2 - 1}$:

$$V_d = k \frac{g\sqrt{\Gamma^2 - 1}}{\omega} \quad (3.3)$$

Le coefficient de proportionnalité k mesure en quelque sorte l'écart du comportement en secousse par rapport au comportement vibratoire présenté dans l'annexe A. En effet, dans le cas d'un déplacement purement sinusoïdal, la vitesse au moment du décollage de la masse inélastique vaut $a\omega \sin(\omega t_d)$ qui s'écrit aussi $\frac{g\sqrt{\Gamma^2 - 1}}{\omega}$. Le coefficient k est systématiquement plus grand que 1 et croît avec la fréquence f . Ceci signifie que pour une même accélération maximale $g\Gamma$, la vitesse au moment du décollage est plus élevée dans le cas d'une secousse que pour une vibration pure. Cette différence devient rapidement très importante quand la fréquence est augmentée. Quelques exemples de valeurs obtenues pour différentes fréquences sont présentées dans le tableau suivant :

| f (Hz) | 10 | 15 | 30 | 40 | 50 | 60 | 70 | 80 | 90 | 100 |
|----------|------|------|------|------|------|------|-------|-------|-------|-------|
| k | 1,49 | 1,68 | 3,29 | 4,93 | 6,75 | 8,58 | 10,54 | 12,41 | 14,37 | 16,29 |

Toutefois, une partie de cette énergie fournie aux billes au moment du décollage va être dissipée par les parois au cours du vol des billes. Cet effet peut s'observer indirectement en comparant les mesures de temps de vol Δt_{vol} obtenues pour des empilements de 1 kg de billes et pour une pièce métallique de même masse, mais sans contact avec les parois. Les billes frottent contre les parois pendant la montée et pendant la descente de l'empilement. Ceci diminue la durée totale du vol, de même que la dilatation maximale de l'empilement. Cet effet est mis en évidence sur la figure 3.8 dans laquelle on a représenté Δt_{vol} en fonction de Γ , pour des secousses à 30 Hz imposées à une masse non frottante de 1 kg et à des empilements de billes de verre de 0,5, 1, 3 et 5 mm de même masse totale. On constate bien que les temps de vol sont plus faibles pour les empilements de billes. Plus l'écart avec

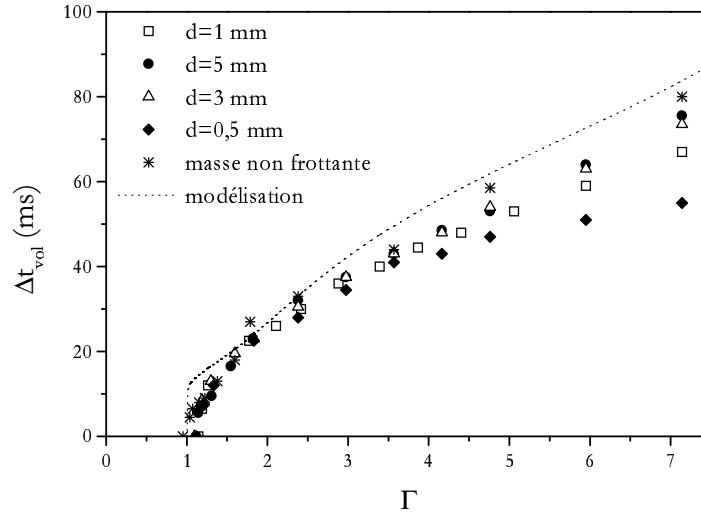


FIG. 3.8 – Durée de vol Δt_{vol} obtenues pour une masse de 1 kg sans contact aux parois (*) et pour des empilements de même masse constitués de billes de diamètre $0,5\text{ mm}$ (\blacklozenge), 1 mm (\square), 3 mm (\triangle) et 5 mm (\bullet). La courbe obtenue à partir du modèle de la masse inélastique est présentée en pointillé.

le cas non frottant est grand et plus le frottement billes-paroi doit être important. On voit que les billes de $0,5\text{ mm}$ apparaissent nettement plus "frottantes" que les autres billes. Les billes de 3 et 5 mm semblent avoir des coefficients de frottement sur les parois faibles et assez proches entre eux. Les billes de 1 mm sont légèrement plus "frottantes".

Ces constatations sont relativement bien validées par des mesures de coefficients de frottement. Celles-ci, réalisées au laboratoire Verres et Céramiques de l'Université de Rennes I par V. Le Houérou et J. C. Sangleboeuf, fournissent une estimation des différents coefficients de frottement entre les billes et la paroi en verre du récipient (valeurs moyennes obtenues pour des contraintes normales comprises entre $0,8$ à 1 N et une vitesse de translation constante de $0,1\text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$). Les valeurs obtenues sont les suivantes (on y a ajouté la valeur mesurée pour les billes de 10 mm) :

billes de $0,5\text{ mm}$: $\mu_{0,5} = 0,178 \pm 0,024$

billes de 1 mm : $\mu_1 = 0,149 \pm 0,024$

billes de 3 mm : $\mu_3 = 0,122 \pm 0,009$

billes de 5 mm : $\mu_5 = 0,160 \pm 0,026$

billes de 10 mm : $\mu_{10} = 0,172 \pm 0,026$

Mise à part la valeur correspondant aux billes de 5 mm qui semble un peu élevée par rapport aux observations de la figure 3.8, les estimations de ces coefficients de frottement sont en accord qualitatif avec les observations précédentes. On note par ailleurs que ces valeurs sont toutes assez faibles marquant ainsi un frottement modéré entre les billes et les parois du récipient.

Enfin, dans le cas de ces empilements de billes qui frottent au niveau des parois, on observe bien, comme on l'a dit, un seuil de décollage au-dessus de 1 ($1, 1 < \Gamma_d < 1, 3$). Par contre, la condition de décollage pour la masse "non-frottante" coïncide très bien avec $\Gamma = 1, 0$.

3.1.5 Bilan

Cette étude montre qu'il est délicat de faire varier la fréquence f .

En secousses, les différentes sollicitations ne sont plus équivalentes du point de vue de la forme obtenue pour l'accélération ou le déplacement vertical. Le changement de fréquence est loin de correspondre à un simple changement d'échelle temporelle.

Avec des vibrations sinusoïdales, dès qu'on travaille à intensité assez élevée, le problème de la déformation du signal limite fortement la précision des mesures et notamment l'évaluation du paramètre Γ . De plus, des effets de doublement de période risquent de se faire ressentir. Il n'est donc possible de faire varier la fréquence f que dans la limite des faibles valeurs de Γ . Son influence sur la compaction sera étudiée au chapitre 5 pour des intensités $\Gamma \leq 2$.

Après avoir caractérisé en détail la nature des différentes sollicitations délivrées par le pot vibrant, nous souhaitons à présent étudier plus spécifiquement l'évolution interne d'un empilement de billes soumis à une secousse.

3.2 Effet d'une secousse sur un empilement statique

3.2.1 Présentation

L'idée de départ est de coupler deux types de mesures : une mesure d'ensemble et une autre plus "locale". La mesure d'ensemble est réalisée par l'intermédiaire d'une mesure capacitive effectuée sur un grand volume de l'empilement (plus de la moitié). On en déduit ensuite une estimation de la compacité moyenne Φ dans ce volume. Cette grandeur caractérise l'évolution globale de l'empilement : elle est sensible au mouvement d'ensemble des grains ainsi qu'aux réarrangements géométriques de grande envergure. Il sera notamment

intéressant de voir si l'on peut évaluer un temps caractéristique de relaxation d'ensemble τ_Φ . Le second dispositif expérimental permet une mesure conductimétrique : on détermine la résistance d'ensemble R d'un empilement de billes globalement conducteur (mélange de billes conductrices et isolantes). En se plaçant près de la limite de conduction (seuil de percolation), la mesure devient très sensible et de faibles réarrangements géométriques au sein de l'empilement, mettant en jeu un petit nombre de contacts, peuvent fortement influencer sur la valeur de la résistance totale s'ils perturbent, même légèrement, un chemin conducteur de percolation. On peut espérer mettre en évidence l'existence de petits événements si ils sont localisés dans les zones de conduction où la mesure est très sensible. Là encore, on aimerait estimer un temps caractéristique τ_R pour cette relaxation, à un niveau plus local. On s'attend bien sûr à ce que τ_R soit supérieur à τ_Φ puisque, après une secousse, de petits mouvements peuvent encore exister sans pour autant changer de façon significative la densité moyenne de l'empilement. La mesure capacitive, sensible au mouvement d'ensemble, semble mieux adaptée à des secousses assez intenses et donc aux valeurs élevées de Γ . A l'inverse, la mesure de résistance risque d'être beaucoup trop fluctuante pour une secousse de forte intensité et sera vraisemblablement mieux adaptée aux faibles valeurs de Γ . Enfin, on peut raisonnablement envisager un changement de comportement autour du seuil Γ_d correspondant au décollage massif des grains par rapport au fond du récipient cylindrique.

3.2.2 Relaxation d'ensemble

Dispositif de mesures capacitives

La méthode consiste à mesurer la capacité du condensateur formé de deux électrodes séparées par un milieu diélectrique qui est donc ici l'empilement de billes. Le dispositif expérimental se compose de deux parties : une tête de mesure et un capacimètre. La tête de mesure est représentée sur le schéma de la figure 3.9. Deux électrodes de cuivre, notées E_1 et E_2 , sont positionnées face à face sur la paroi extérieure du cylindre contenant les billes. Elles ont chacune un angle d'ouverture de 120° et une hauteur $h = 25 \text{ mm}$. Un écran électrostatique en cuivre est fixé autour du cylindre avec un écartement de l'ordre de 2 cm . Il est relié à la masse et permet ainsi d'isoler la zone de mesure vis-à-vis de l'extérieur. Des fils soudés sur les deux électrodes E_1 et E_2 permettent de mesurer la capacité C_x du milieu diélectrique situé entre les électrodes par l'intermédiaire d'une carte d'acquisition rapide.

La mesure électrique est effectuée par un capacimètre à transfert de charges. Cette partie de notre étude a été menée en étroite collaboration avec Roland Faure, qui a réalisé le montage du capacimètre, et Blanche Dalloz-Dubrujeaud, de l'Institut Universitaire des

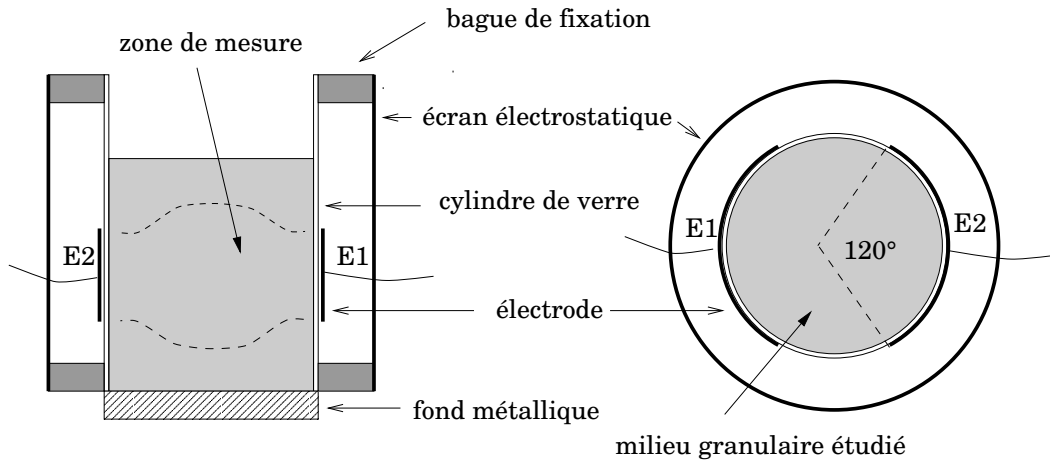


FIG. 3.9 – Dispositif capacitif en vue de face (à gauche) et vue de dessus en coupe (à droite).

Systèmes Thermiques Industriels (IUSTI) de Marseille. Le dispositif sert ici de "permittivimètre" en fournissant la mesure directe de la constante diélectrique ϵ du matériau situé entre les deux électrodes (Delmon et al., 1996). L'étalonnage s'effectue avec l'air, de permittivité relative $\epsilon_0 = 1$, et un matériau de permittivité relative connue. On utilise ici un bloc de PVC occupant tout le volume utile et de permittivité $\epsilon_{PVC} \approx 3,2$. Après un réglage minutieux, la tension mesurée est directement proportionnelle à la permittivité relative du milieu ($V_s = 1V \leftrightarrow \epsilon = 1$). L'appareil est alors prêt à déterminer la fraction volumique (compacité) d'un système diphasique, à savoir ici d'un empilement de billes de verre de permittivité ϵ_v connue. La mesure effectuée fournit la permittivité relative effective du milieu ϵ_{eff} à partir de laquelle, en utilisant la théorie des milieux effectifs, on peut déduire la fraction volumique Φ par la relation (3.4) (Delmon et al., 1996) où ϵ_0 est permittivité relative de l'air ($\epsilon_0 = 1$), ϵ_v celle du verre et ϵ_{eff} celle du mélange billes-air.

$$\Phi = \frac{(\epsilon_{eff} - \epsilon_0)(2\epsilon_{eff} + \epsilon_v)}{3\epsilon_{eff}(\epsilon_v - \epsilon_0)} \quad (3.4)$$

Les billes utilisées sont les mêmes que pour les expériences de compaction, à savoir des billes de verre de diamètre 1 et 0,5 mm et de masses volumiques respectives $\rho_b^1 \approx 2,53 \text{ g.cm}^{-3}$ et $\rho_b^{0,5} \approx 2,49 \text{ g.cm}^{-3}$. Elles sont présentées plus en détail au chapitre 4.

Une carte expérimentale de sensibilité réalisée par R. Faure révèle que le maximum de sensibilité se situe près des électrodes tandis que le minimum se trouve au centre. Par ailleurs, la zone de mesure est nettement plus étendue que le simple volume créé par les

deux électrodes en regard. En effet, la mesure est le résultat d'une moyenne sur toutes les lignes de champ électrique or celles-ci s'incurvent vers l'extérieur de la zone de mesure. On peut considérer que la zone de mesure totale s'étend, en plus du volume compris entre les deux électrodes, d'une demi-fois la hauteur des électrodes vers le haut et vers le bas comme schématisé sur la figure 3.9.

Résultats expérimentaux

Nous avons rencontré de grandes difficultés lors de la mise en œuvre de ces mesures capacitatives : la valeur mesurée s'avère extrêmement fluctuante selon l'environnement proche du dispositif et tout particulièrement en fonction du positionnement des câbles de mesure et surtout en fonction de la nature du support sur lequel repose le fond du cylindre. Ces problèmes nécessitent de réétalonner le dispositif chaque fois que la configuration est modifiée. On a, par contre, vérifié la reproductibilité des mesures dans une configuration donnée. La cause de ces problèmes semble venir du mauvais isolement du fond du cylindre : il devrait être parfaitement isolé et permettre ainsi de ne mesurer que la capacité entre les deux électrodes. Mais, selon la nature du support sur lequel il est posé et bien qu'il soit relié à la masse du circuit électrique, le fond du cylindre n'est pas parfaitement isolé vis à vis de l'extérieur et perturbe localement les lignes de champ modifiant très sensiblement la valeur de la capacité que l'on souhaite déterminer. Les mesures réalisées peuvent ainsi varier du simple au double suivant les configurations. Lors de tests préliminaires que nous avons réalisés à Marseille avec un cylindre en PVC et un fond également en PVC, ce type de difficultés n'était pas apparu. C'est donc vraisemblablement parce que le fond est métallique qu'il n'est pas parfaitement isolé. Nous avons tenté de remédier à ce problème en intercalant une pièce d'adaptation en PVC entre le pot vibrant et le fond du récipient mais sans réelle amélioration. Ces mesures ne permettent donc pas d'accéder à une valeur absolue de la compacité. Il faudrait réaliser un nouveau cylindre avec un fond en PVC ou envisager un dispositif de mesure plus astucieux. Toutefois, ces mesures peuvent donner une idée qualitative de l'allure de la relaxation structurale d'ensemble dans un empilement de billes après une secousse. Ces informations qualitatives sont suffisantes pour interpréter la réponse collective de l'empilement et les adaptations proposées n'ont donc pas été nécessaires.

La courbe 3.10 présente les évolutions de permittivité effective ϵ_{eff} d'un empilement de billes de verre de diamètre $d = 1\text{ mm}$ obtenues lors de secousses à différentes intensités Γ .

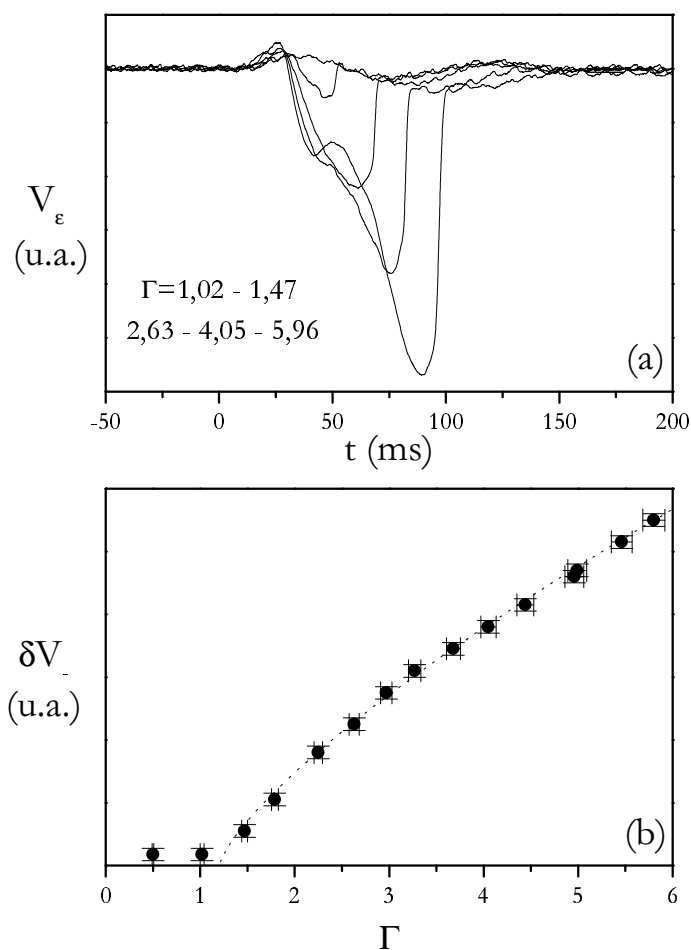


FIG. 3.10 – (a) Evolutions de la permittivité effective ϵ_{eff} d'un empilement de billes lors de secousses d'intensités Γ variables. L'amplitude δV_- du pic négatif augmente avec Γ . La tension V_ϵ correspondant à la permittivité effective ϵ_{eff} est tracée en unité arbitraire (u.a.). (b) Dépendance de l'amplitude du pic négatif δV_- avec Γ . On observe un changement de comportement au niveau du seuil de décollage, $\Gamma_d \approx 1,2$. Au-delà de ce seuil, une loi de puissance avec un exposant proche de $3/4$ est compatible avec les mesures.

On observe d'abord un faible pic positif au voisinage de l'instant où les billes décollent de la base du récipient. Ensuite la permittivité diminue assez rapidement, passe par un minimum, avant d'augmenter beaucoup plus rapidement vers un niveau constant c'est-à-dire vers une densité stabilisée. Le positionnement du minimum de cette phase de décompaction de l'empilement coïncide assez bien avec le moment où les billes retombent sur le fond du récipient (mesurée à l'accéléromètre). On note également que la partie finale du signal ne correspond pas exactement à un niveau constant : une légère ondulation apparaît. Elle est très vraisemblablement liée au déplacement d'ensemble du récipient. En effet, en fin de commande, on a vu que l'oscillateur est amorti librement pendant plusieurs dizaines de millisecondes. La mesure semble sensible uniquement au premier pic de cette phase d'amortissement.

Concernant le petit pic positif, nous pensons qu'il est en fait dû à un artefact de mesure lié au problème d'isolement du fond évoqué précédemment. En effet, ce pic n'avait pas été observé lors des essais préliminaires alors que ce problème d'isolement ne se posait pas. Nous pensons qu'il peut s'expliquer par l'apparition d'une couche d'air près du fond au moment du décollage : cette présence d'air de permittivité nettement plus faible que celle de l'empilement va, dans un premier temps, limiter la perturbation des lignes de champ induite par le fond tandis que l'empilement reste quasiment inchangé. La capacité mesurée doit donc légèrement augmenter. On constate expérimentalement que cet effet est assez peu dépendant de l'intensité de la secousse, ce qui est cohérent avec l'interprétation proposée. La suite de la secousse correspond au large pic négatif : la couche d'air devient plus importante tandis que l'empilement se dilate légèrement pendant son vol. La permittivité globale mesurée diminue donc et cela de façon d'autant plus marquée que la secousse est intense. L'amplitude maximale δV_- du pic négatif (en unité arbitraire) varie nettement avec Γ comme le montre la courbe 3.10. Ce pic est directement lié au décollage collectif de l'empilement et il n'apparaît qu'au-delà du seuil de décollage Γ_d . Ce seuil est, comme on l'a vu, assez difficile à établir. La courbe précédente nous permet cependant d'en fournir une estimation : $\Gamma_d \approx 1, 2$. Précisons enfin que lors des essais préliminaires, cette variation δV_- , proportionnelle au taux de décompaction $\delta\Phi$, est apparue indépendante de la fréquence de commande des secousses f .

Au bilan, même si les mesures semblent sujettes à des problèmes d'artefacts expérimentaux, elles fournissent une indication qualitative intéressante. Il apparaît ainsi que les variations de la permittivité moyenne dans l'empilement ne sont significatives que pendant

la phase de décollage de l'empilement. Lors de la retombée des billes, la permittivité d'ensemble croît pour se stabiliser très rapidement. A cette échelle macroscopique, il y a donc restructuration quasi-immédiate de l'empilement, sans relaxation ultérieure visible (si ce n'est celle liée à l'amortissement du récipient mais qui ne correspond pas à une évolution interne de l'empilement). Cette très grande rapidité lors de la dissipation de l'énergie acquise par les billes au cours de leur décollage ne permet pas, avec ce dispositif, d'identifier un temps caractéristique de relaxation d'ensemble, τ_Φ , comme envisagé initialement.

3.2.3 Réarrangements internes

Contexte général de l'étude

Les expériences précédentes avaient pour objet la mesure directe de la compacité d'ensemble d'un empilement lors d'une secousse. Ici, nous cherchons à sonder, plus localement et de façon plus fine, la structure de l'empilement pendant et surtout juste après une secousse. Dans le chapitre 1, nous avons introduit quelques notions élémentaires sur la géométrie d'un empilement granulaire. Il convient maintenant d'aller un peu plus loin dans la description géométrique et mécanique d'un tel empilement.

Une analyse structurale d'un empilement granulaire révèle en fait une grande hétérogénéité, tant du point de vue géométrique que mécanique. Cette hétérogénéité est intrinsèque à tout système. Ainsi, même pour un empilement cristallin, il existe toujours en réalité une légère polydispersité, suffisante pour briser l'ordre théorique attendu. Certains contacts ne sont plus assurés et le réseau correspondant n'est pas parfaitement régulier (Troader et Dodds, 1993). Cette hétérogénéité s'observe directement au niveau de la distribution des contraintes mécaniques dans l'empilement : il existe des chaînes de forces qui soutiennent la plus grande partie des efforts (Dantu, 1957; Duran, 1997). Il est possible de les visualiser directement par photoélasticité comme le montre la photographie de la figure 3.11 (Travers, 1988). On voit nettement apparaître des chaînes de forces ayant une longueur typique de l'ordre d'une dizaine de grains.

Notre objectif étant d'étudier l'évolution structurale d'un empilement à travers la variation de sa résistance globale, il faut se poser la question de savoir ce que mesure exactement cette résistance moyenne au niveau de l'empilement. Intéressons-nous d'abord à ce qui se passe à l'échelle du contact entre deux billes conductrices. Le comportement résistif se décompose en 3 résistances en série : la première est liée à la constriction des lignes de

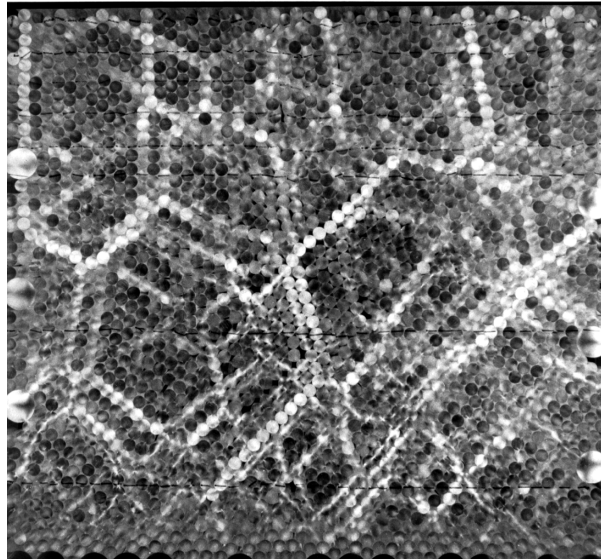


FIG. 3.11 – Visualisation par photoélasticité des chaînes de forces dans un empilement bi-dimensionnel ordonné, constitué de cylindres biréfringents et placé entre polariseurs croisés (Travers, 1988). Les cylindres les plus contraints sont les plus lumineux.

courant dans la zone de contact. La seconde a une origine microscopique due à la rugosité de surface au niveau du contact. La dernière est associée à une éventuelle pollution de la surface des billes (Chan et Tien, 1973). En général, pour des contacts sphériques, la résistance de constriction R_c est prédominante. Elle est directement reliée au rayon r_c de l'aire de contact et donc à la contrainte normale locale F_n . Dans l'hypothèse d'un contact élastique de type Hertz, on attend la relation $R_c \propto F_n^{-1/3}$ (Hertz, 1882; Holm, 1967). Le courant électrique suit alors préférentiellement les chaînes de forces au sein d'un empilement (une visualisation de tels chemins de conduction a été obtenue à l'aide d'une caméra infrarouge (Vandembroucq et al., 1997)). La résistance d'ensemble que l'on mesure correspond au comportement résistif global du réseau très complexe formé par ces résistances de contact. Elle est donc très sensible à des modifications, même limitées, de ce réseau des contraintes.

Dispositif conductimétrique

Le but est, comme on l'a dit, de mesurer la résistance totale R d'un empilement de billes et surtout les variations de celle-ci lors d'une secousse et de la phase de relaxation qui suit cette secousse. L'empilement de billes doit donc être globalement conducteur. Pour cela,

nous avons argenté des billes de verre selon la méthode des verriers vénitiens (annexe B). Argenter des billes de verre en surface plutôt qu'utiliser directement des billes conductrices (en acier par exemple) évite de trop grandes disparités au niveau des propriétés des billes (densité, résistance mécanique, etc). Ceci empêche d'éventuels problèmes de ségrégation lors de l'utilisation de mélanges entre billes conductrices et isolantes.

Le dispositif employé pour réaliser les mesures de résistances est constitué d'un cylindre de verre et de deux électrodes. L'état de surface de ces électrodes est crucial, il détermine en partie la qualité des mesures effectuées. Un contact "dur" entre les électrodes et les billes, c'est-à-dire un contact pour lequel l'aire totale de contact sera faible, entraîne une forte sensibilité de la mesure près des électrodes, au détriment de l'influence des contacts entre billes au sein de l'empilement. Il est donc plus intéressant de choisir des électrodes permettant un contact "mou" avec les billes. La mesure sera peu sensible aux contacts entre les électrodes et les billes et elle reflètera mieux l'évolution moyenne des contacts entre billes à l'intérieur de l'empilement. Cette condition de contact "mou" est réalisée en déposant une pellicule d'indium, métal très mou, sur les électrodes de mesure. Celles-ci sont en cuivre ou en alliage de cuivre (laiton) afin de faciliter le dépôt de l'indium.

Le positionnement des électrodes est également déterminant. Nous avons travaillé avec trois configurations différentes représentées sur la figure 3.12. La première consiste à placer une électrode circulaire au fond du cylindre et une autre posée sur l'empilement. Cette électrode supérieure est fixée sur un cylindre d'aluminium creux (pour limiter la surcharge) qui la guide parallèlement à l'axe du cylindre contenant les billes. La seconde disposition conserve la même électrode au fond du récipient. La deuxième électrode, également circulaire mais de plus petit diamètre, est posée sur le dessus de l'empilement ou enfouie en haut de l'empilement à quelques centimètres de la surface. Dans ces deux premiers cas, il y a perte de contact physique et donc électrique au niveau de l'électrode du fond, lorsque l'intensité des secousses dépasse le seuil de décollage Γ_d . La troisième configuration est proche de celle utilisée dans le dispositif capacitif : deux électrodes rectangulaires souples, de dimension $(40 \times 45) \text{ mm}^2$, sont fixées face à face sur la paroi intérieure du cylindre. Dans cette disposition, il y a moins de risques d'avoir une perte de contact électrique au sein de l'empilement. Par contre, des frottements et des glissements verticaux de billes sont induits au niveau des parois latérales et influent directement sur le contact électrique entre l'empilement et les électrodes. Dans tous les cas, les deux électrodes notées E_1 et E_2 sont reliées à une source de courant très stable délivrant un courant continu d'intensité 10 mA et

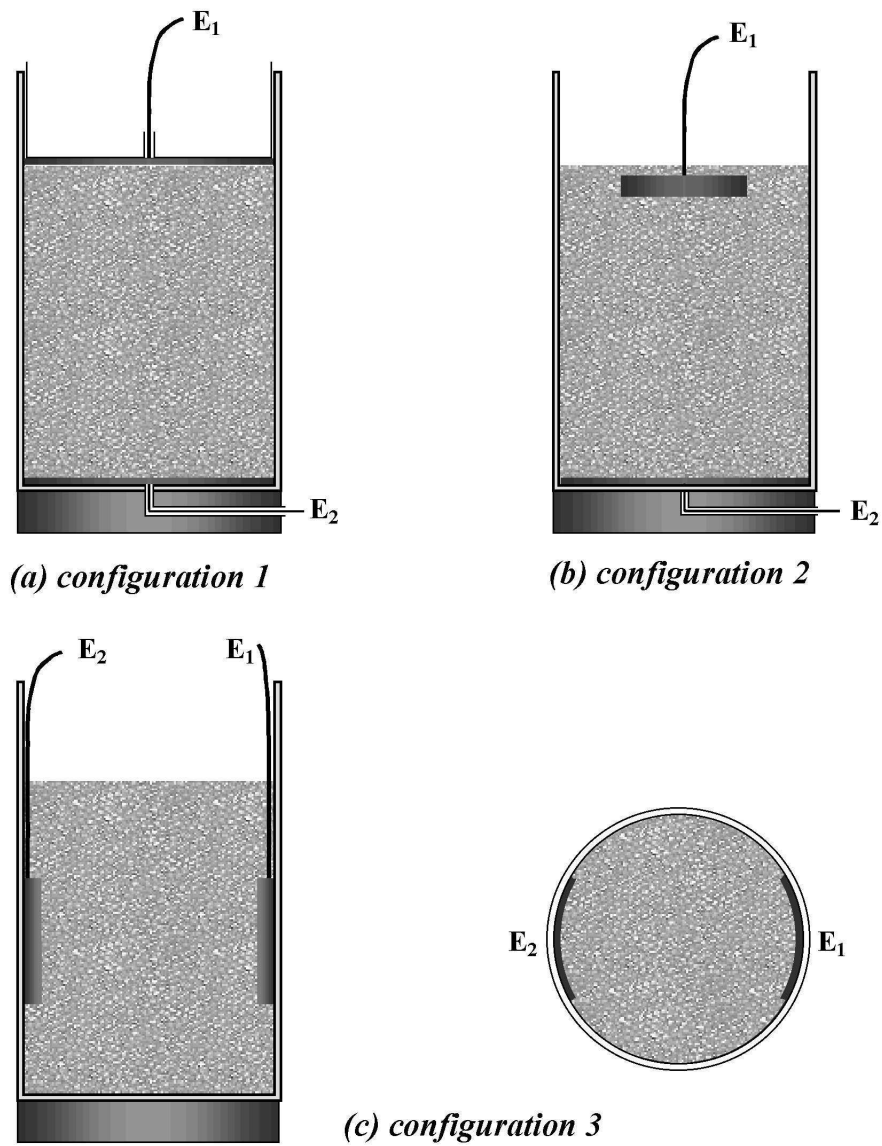


FIG. 3.12 – Dispositif conductimétrique avec les 3 configurations utilisées

une tension comprise entre $\pm V_{sat} \approx \pm 14 V$. On mesure, à l'aide d'une carte d'acquisition rapide, cette tension entre les deux électrodes et donc la résistance globale de l'empilement.

Evolution de la résistance

Pour confirmer l'intérêt qu'il y a à utiliser un mélange de billes conductrices/isolantes en travaillant juste au-dessus du seuil de percolation, des essais ont été effectués avec un empilement constitué uniquement de billes argentées. Concernant le positionnement des électrodes, ces mesures de la résistance totale de l'empilement ont été réalisées avec la configuration n°1. La résistance obtenue est très stable et ne varie significativement que lors du vol collectif des billes. Ainsi, avant et surtout après le pic de résistance associé au décollage, aucune évolution sensible du signal n'est décelée à l'exception de faibles fluctuations. On ne s'intéressera pas directement à ces fluctuations qui ont déjà été étudiées récemment (Bonamy, 2001; Vandewalle et al., 2001). La mesure s'avère donc très peu sensible car la conduction globale reste toujours largement assurée au sein de l'empilement quelle que soit l'agitation résiduelle qui peut apparaître après une secousse. Notons cependant que le pic de résistance observé est assez bien reproductible pour des secousses identiques. Ceci reste valable avec les deux autres configurations.

Pour augmenter la sensibilité de la mesure vis-à-vis de mouvements à l'intérieur, nous avons donc travaillé avec des mélanges de billes conductrices et de billes isolantes. Le seuil de percolation obtenu (seuil marquant la transition conducteur-isolant du comportement global de l'empilement) correspond à des compositions d'environ 35 à 40 % de billes argentées. Cette valeur est assez élevée par rapport aux travaux déjà existants (Bideau, 1983; Oger, 1987; Ammi, 1987), mais ceux-ci ont été réalisés avec des empilements ayant subi plusieurs cycles de pression (la densité ainsi que le nombre de contacts actifs sont donc plus élevés et expliquent que le seuil de percolation soit plus faible). Selon les proportions du mélange et les conditions de densité moyenne dans l'empilement, la résistance totale mesurée peut varier de l'ohm à la centaine d'ohms. Très près du seuil de percolation, la mesure devient extrêmement sensible et donc difficilement exploitable. Des mélanges à 41 % et 42 % de billes argentées nous ont semblé offrir le meilleur compromis pour les différentes configurations utilisées. La courbe 3.13 montre un exemple d'évolution mesurée pour de tels empilements après une secousse.

On constate principalement deux types de variation : une évolution lente, à l'échelle de la dizaine de secondes ou même plus, à laquelle se superposent ponctuellement des acci-

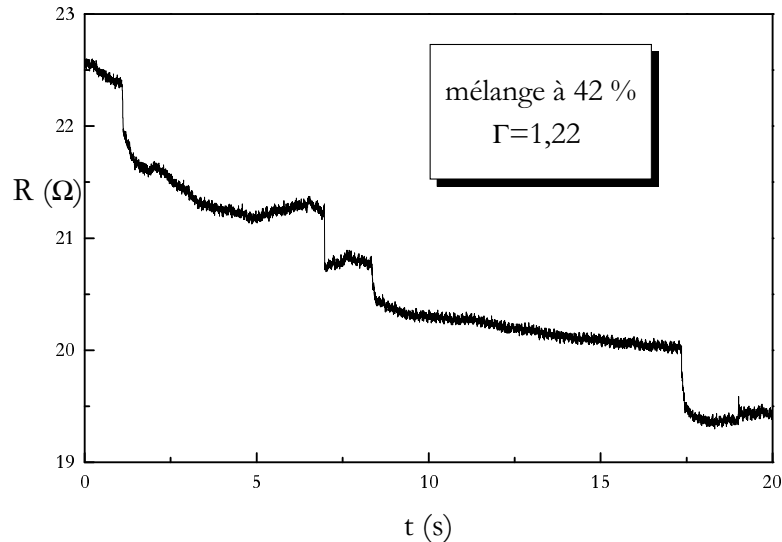


FIG. 3.13 – Allure type obtenue pour la résistance totale R d'un mélange de billes (42% de billes argentées) quelques secondes après une secousse d'intensité $\Gamma = 1,22$ et avec la configuration de mesure n°1. L'origine $t = 0$ est arbitraire.

dents caractérisés chacun par un saut brutal de la résistance. La variation lente correspond la plupart du temps à une diminution de la résistance mesurée. Elle a été systématiquement observée et peut se poursuivre plusieurs minutes après une sollicitation quelconque de l'empilement, même faible. Par contre, les sauts de résistance ne sont pas toujours visibles et leur nombre varie beaucoup selon les cas. Les allures obtenues avec les deux premières configurations sont assez comparables. Avec la configuration n°3, ces brusques variations de résistance apparaissent en plus grand nombre. C'est donc préférentiellement cette configuration que l'on utilise dans la suite afin d'analyser ces accidents et leur corrélation avec les sollicitations imposées à l'empilement.

Pour caractériser l'origine physique de ces deux comportements, des essais supplémentaires ont été effectués. On a d'abord réalisé un dispositif permettant de mesurer la résistance entre deux billes argentées, afin d'identifier la contribution individuelle d'un contact à la résistance totale mesurée. Un puits cylindrique est foré dans une pièce de PVC et deux billes conductrices y sont introduites. Le contact est assuré à la base par une plaque métallique et, sur le dessus, par une vis avec laquelle on vient presser sur la bille supérieure.

On observe alors une évolution, plus ou moins marquée selon la pression de la vis, et qui semble tout à fait de même nature que l'évolution lente constatée pour la résistance globale d'un empilement. Si le contact physique est faible (faible pression de la vis), cette évolution peut se prolonger sur plusieurs minutes. Par contre, nous n'avons jamais observé de saut ou d'accident dans ces mesures. Des essais complémentaires réalisés avec une seule bille et également avec des billes conductrices d'autre nature (en acier) mettent en évidence le même comportement générique.

Vieillessement des contacts

Cette composante lente du signal semble donc correspondre à une évolution localisée au niveau des contacts entre billes et reflète ainsi le vieillissement progressif qui apparaît individuellement au niveau de chaque contact. Les causes de ce vieillissement peuvent être multiples. On peut envisager par exemple une usure mécanique du contact (matage, détérioration du dépôt) ou encore des effets liés à la constriction des lignes de courant au niveau du contact (légère dilatation thermique des billes, création de microsoudures). Concernant cette dernière interprétation, nous avons remarqué au cours des mesures de résistance entre deux billes que, lorsqu'on coupe puis rallume le courant tout en maintenant le contact physique entre les deux billes, il y a une évolution très limitée de la résistance autour d'une nouvelle valeur moyenne qui est différente de l'ancienne. Dans quasiment tous les cas ce changement va dans le sens d'une diminution de la résistance, c'est-à-dire d'un meilleur passage du courant après cette phase d'extinction-réallumage. Ceci est peut-être causé par la création de petites soudures au niveau des contacts, ce qui a déjà été observé expérimentalement et serait une des explications microscopiques de l'effet Branly.

Toutefois, cette éventuelle altération électrique est beaucoup trop limitée pour expliquer l'évolution temporelle observée. Nous pensons plutôt que le processus prédominant dans ce vieillissement du contact est le fluage des microaspérités sous déformation plastique (Restagno, 2000). En effet, la plupart du temps et en particulier dans un régime de faibles contraintes locales, ce qui est le cas ici, le contact est en réalité géré par la rugosité des surfaces en regard. Or celles-ci ne sont absolument pas lisses au niveau microscopique. A cette échelle, l'aire effective du contact Σ_r correspond à la zone totale sur laquelle s'appuient les microaspérités en regard. Elle apparaît donc nettement plus petite que l'aire apparente Σ_a (celle qui interviendrait dans un contact parfait). Les contacts ont tendance à s'écraser lentement sous l'action de la contrainte locale à laquelle ils sont soumis et l'aire

réelle Σ_r augmente progressivement. Cet accroissement de Σ_r a été observé directement par microscopie (Dieterich et Kilgore, 1996). Il a été évalué indirectement par mesure du coefficient de frottement solide (Baumberger et al., 1999; Bureau et al., 2002). Les modèles de Tabor et Greenwood, couramment acceptés pour décrire la friction solide, prédisent en effet un coefficient de frottement statique proportionnel à l'aire réelle. En évaluant ce coefficient de frottement, on mesure donc la surface réelle Σ_r . De nombreuses expériences suggèrent une dépendance logarithmique avec le temps pour ce coefficient de frottement et donc également pour l'aire Σ_r (Heslot et al., 1994; Bureau et al., 2002) :

$$\Sigma_r(t) = \Sigma_0 \left[1 + m \ln \left(1 + \frac{t}{\tau} \right) \right] \quad \text{avec } m \sim 10^{-2} \quad (3.5)$$

Dans le cadre de nos mesures, la résistance totale R reflète plus ou moins directement la résistance de contact moyenne qui est donc inversement proportionnelle à l'aire réelle de contact Σ_r . On a constaté que, entre deux sauts abrupts, les signaux observés sont compatibles avec une dépendance logarithmique pour la conductance globale comme le montre la figure 3.14.

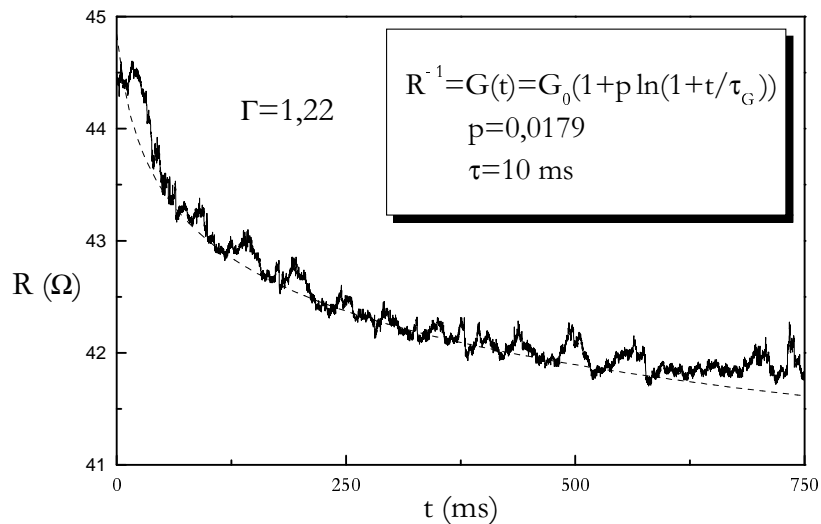


FIG. 3.14 – Exemple d'évolution lente de la résistance totale. Ce comportement est compatible avec une loi logarithmique (loi (3.6)).

On obtient des lois du type :

$$G = \frac{1}{R} = G_0 \left[1 + p \ln \left(1 + \frac{t}{\tau_G} \right) \right] \quad \text{avec, ici aussi, } p \sim 10^{-2} \quad (3.6)$$

Ces résultats tendent à confirmer l'hypothèse avancée : la composante lente mise en évidence dans l'évolution temporelle de la résistance totale d'un empilement de billes reflète le vieillissement moyen des contacts qui est associé à un tassement progressif des micro-contacts. Cette interprétation est également en accord avec l'étude des fluctuations électriques d'un empilement de billes d'acier : cette étude montre que les fluctuations de conductance sont provoquées par une désimbrication locale des microaspérités de contact (Bonamy, 2001).

Réarrangements localisés ?

L'interprétation des sauts de résistance est plus délicate et moins directe. Du fait du principe même de la mesure qui se place près du seuil de percolation, il est possible que ces accidents soient également dus au vieillissement des contacts. En effet, si le contact en question est situé à un endroit particulièrement sensible, il peut avoir un impact très net sur la résistance globale. Par exemple, un contact entre deux grains situés chacun le long d'un bras conducteur va, lors de son vieillissement, modifier le réseau de conduction dans des proportions qui peuvent devenir importantes. C'est aussi le cas d'un contact qui permet par exemple de connecter un bras mort au réseau de conduction. Cependant, les changements de résistance observés semblent quand même trop brusques pour être interprétés par ce vieillissement des contacts. En effet, le vieillissement implique que le contact est déjà établi et donc que le courant électrique peut circuler dans la zone de contact. Or, ces variations très rapides font plus penser à des créations ou des ruptures de contacts électriques qu'à des évolutions continues au niveau de ces contacts.

Une interprétation alternative consiste alors à suggérer que ces sauts de résistance proviennent d'effets dynamiques plus ou moins collectifs. Ces accidents seraient causés par de faibles déplacements géométriques localisés au niveau d'un ou de plusieurs contacts voisins. Ainsi, si un tel réarrangement local perturbe un chemin de percolation assurant le passage du courant, il peut, comme on vient de le montrer, fortement modifier la résistance totale du système même si les déplacements correspondants pour les billes restent très limités. Pour tenter de valider cette hypothèse, nous avons entrepris de corrélérer les sauts

de résistance avec les pics du signal de l'accélération ressentie dans l'empilement. Pour cela on a utilisé un accéléromètre très sensible, généralement employé pour étudier des secousses sismiques, qui peut détecter des vibrations parasites très petites. Une assez bonne corrélation a été observée même si elle n'est pas systématique : il arrive que de brusques variations de résistance se déclenchent sans pic d'accélération ou que certaines secousses parasites de faibles amplitudes ne changent pas la valeur de la résistance totale. Enfin, l'hypothèse semble également confirmée par l'évolution de la résistance observée après une secousse. Une allure type est présentée sur la courbe 3.15. On a ici travaillé avec un mélange à 41 % de billes argentées et dans la configuration n°3 (électrodes positionnées latéralement).

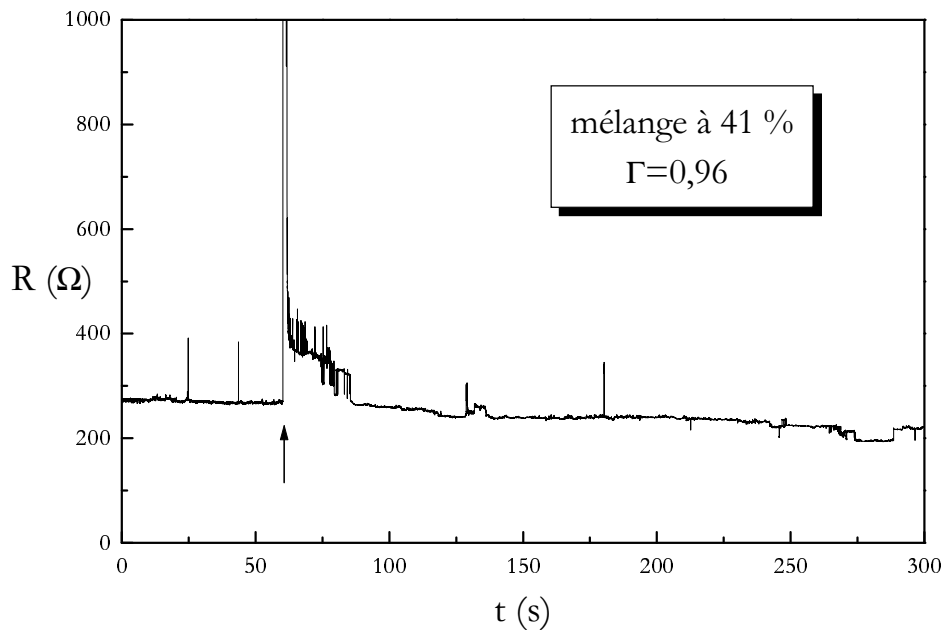


FIG. 3.15 – Exemple de fluctuations de la résistance R d'un mélange à 41 % de billes conductrices (configuration de mesure n°3) lors d'une secousse d'intensité $\Gamma = 0,96$. La flèche désigne le moment où la secousse est déclenchée après environ une minute d'acquisition. La durée de vol des billes est extrêmement rapide à cette échelle et seul le pic qui sature à 1000 Ω correspond à ce décollage massif de l'empilement. On observe une intensification nette du nombre de sauts de résistance après la retombée des billes.

Sur ce type de courbe, même si des sauts apparaissent spontanément et notamment avant la secousse, la fréquence d'apparition de ces accidents a tendance à croître après

le choc. Cette augmentation du nombre de sauts peut se prolonger sur des périodes de quelques secondes à quelques minutes suivant l'intensité de la secousse et la densité initiale de l'empilement. Les mesures sont peu reproductibles et ne permettent pas de quantifier de façon très satisfaisante un temps caractéristique de relaxation. On constate cependant que la durée pendant laquelle de l'"agitation" électrique est créée dans l'empilement peut être longue (jusqu'à 3 ou 4 minutes), ce qui est assez surprenant. Il faut toutefois se rappeler qu'au niveau macroscopique, et comme l'ont montré les mesures capacitives, la densité moyenne de l'empilement reste rigoureusement constante pendant ce même laps de temps. Cette intensification du nombre de sauts de résistance est donc vraisemblablement liée à des mouvements de très faible amplitude, sans conséquence à l'échelle de l'empilement mais suffisants pour modifier localement un ou plusieurs contacts.

Des expériences plus complètes ont été réalisées en effectuant des séries de 3 à 5 acquisitions de 5 minutes chacune pour différentes valeurs de Γ . La densité de sauts est plus facilement observée sur le signal de dérivée de la résistance totale comme le montre la figure 3.16. Une augmentation notable du nombre de sauts après une secousse est nettement mise en évidence. Par ailleurs ces sauts apparaissent par bouffées ce qui correspond peut-être à des effets collectifs de propagation de microdéplacements le long de contacts voisins et en suivant alors préférentiellement le réseau de forces. Notons qu'il faut distinguer ici 3 réseaux a priori différents : le réseau de percolation qui va permettre le contact géométrique de billes conductrices d'un bout à l'autre de l'empilement, le réseau de forces qui marque les contacts actifs du point de vue mécanique et qui peut être à l'origine de petits déplacements localisés, et enfin le réseau électrique de conduction qui dépend directement des deux précédents.

Une autre constatation concerne la durée de cette période d'intensification des sauts : elle dépend de Γ mais aussi de la résistance R_s de l'empilement statique juste avant la secousse. Or cette valeur de R_s est fortement liée à la densité initiale de l'empilement : un mélange dense et donc de coordinence de contact élevée (i.e. le nombre moyen de billes voisines au contact) assure une meilleure conduction électrique et offre ainsi une plus faible résistance au courant. R_s diminue donc quand la densité augmente, ce que l'on a effectivement observé expérimentalement. On ne s'attend toutefois pas à ce qu'il y ait un lien univoque simple entre R_s et la compacité moyenne Φ . Ainsi, dans des empilements denses et donc de résistances statiques R_s faibles, on observe de moins en moins de sauts. Ceci peut s'expliquer en partie par la stabilité mécanique accrue de l'empilement qui diminue

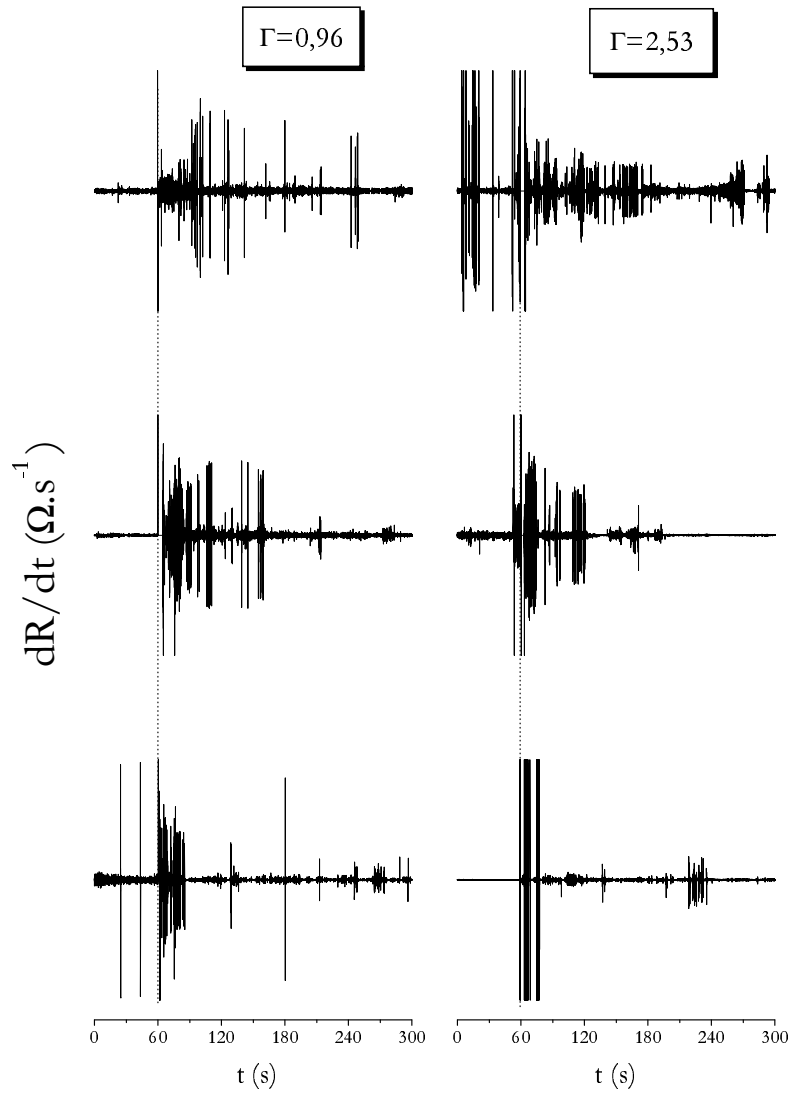


FIG. 3.16 – Exemples de courbes dérivées $\frac{dR}{dt}$ pour 3 secousses d'intensité $\Gamma = 0,96$ (courbes de gauche) et 3 secousses d'intensité $\Gamma = 2,53$ (courbes de droite). Les lignes verticales en pointillé indiquent le moment où l'empilement est secoué, approximativement au bout d'une minute d'acquisition pour une durée totale de 5 minutes. Les signaux ont été écrêtés pour offrir une meilleure lisibilité sur ces courbes.

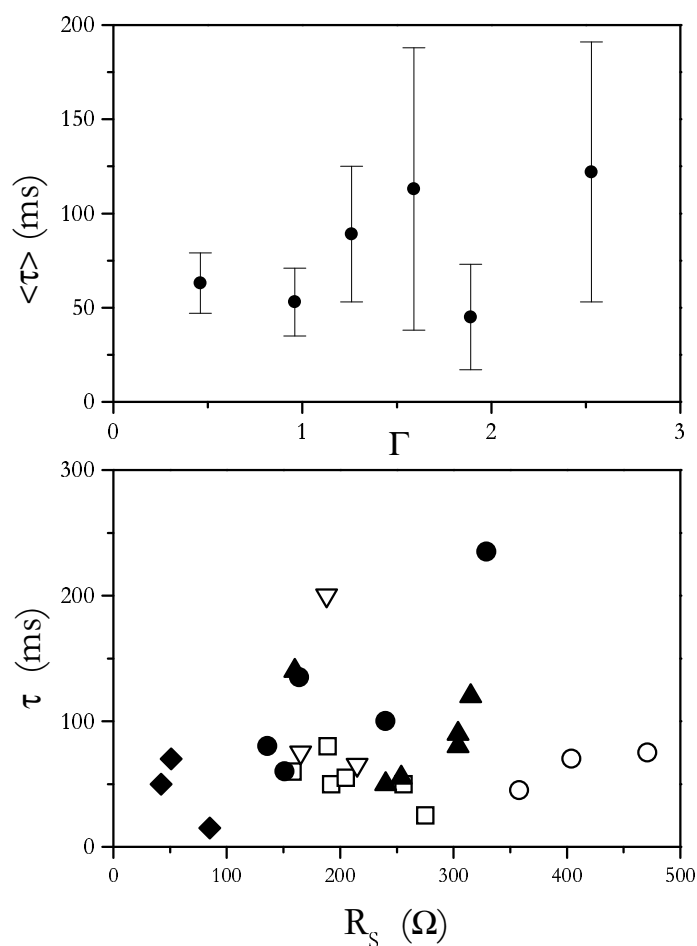


FIG. 3.17 – Récapitulatif des temps de relaxation lente τ estimés lors des différentes mesures réalisées. Courbe du haut : temps caractéristique moyen $\langle \tau \rangle$ en fonction de Γ (chaque point est une moyenne obtenue pour les différentes valeurs de la résistance statique R_S et donc de la compacité moyenne Φ avec lesquelles on a travaillé). Courbe du bas : différents temps de relaxation mesurés en fonction de la résistance statique R_S des empilements de départ. Ces résultats ont été obtenus pour les intensités de secousse suivantes : $\Gamma = 0,46$ (\circ), $\Gamma = 0,96$ (\square), $\Gamma = 1,26$ (\blacktriangle), $\Gamma = 1,59$ (∇), $\Gamma = 1,89$ (\blacklozenge) et $\Gamma = 2,53$ (\bullet)

les possibilités de mouvement. Cependant de très faibles déplacements peuvent toujours exister. Par contre, ils n'auront pas le même effet sur la résistance moyenne. En effet, dans ces empilement plus dense, le nombre de chemins conducteurs augmentent nettement. En conséquence l'influence d'un petit déplacement modifiant légèrement un seul de ces chemins est moindre et peut ne plus être visible du tout au niveau de la résistance totale : la mesure devient aveugle vis à vis de ces faibles déplacements localisés. Il faudrait alors se rapprocher un peu plus du seuil de percolation pour que la mesure redevienne suffisamment sensible. Une composition du mélange conducteur/isolant serait alors bien adaptée à une certaine gamme de densité moyenne de l'empilement. Ce genre de difficultés directement liées à la nature de la mesure confirme l'impossibilité de quantifier avec précision un temps caractéristique d'agitation. A titre indicatif, la courbe 3.17 présente les temps de relaxation estimés lors des différentes expériences que nous avons réalisées.

Au bilan, notons bien que la nature même de ces petits réarrangements ne peut être établie clairement. S'agit-il de faibles glissements entre billes sans réelle perte de contact ou de réorganisations plus conséquentes de la structure locale ? Par ailleurs, quel peut être potentiellement l'effet cumulé de ces petits événements dynamiques sur l'ensemble de l'empilement ?

Expériences complémentaires

L'apparition de ces réarrangements sur des temps longs après une sollicitation mécanique courte pourrait éventuellement avoir une influence sur le processus de compaction. En effet, une séquence de compaction est réalisée par une série de secousses, séparées entre elles par un délai Δt donné, et assurant l'évolution progressive de l'empilement de billes à travers une succession d'états métastables statiques. Selon le délai entre deux secousses consécutives, le nombre de ces petits réarrangements localisés va augmenter et pourrait, à terme, modifier au niveau macroscopique la structure d'ensemble du système. Pour tester cette influence éventuelle du délai Δt , nous avons effectué des expériences de compaction lente en faisant varier ce temps entre deux secousses. Le dispositif expérimental, présenté au chapitre 4, permet de mesurer assez localement la compacité d'un empilement. La figure 3.18 présente les courbes de compaction obtenues pour les 3 délais suivants : $\Delta t = 1 \text{ s}$, 10 s et 100 s .

On constate que les courbes sont identiques à la précision de mesure près. L'existence de ces petits réarrangements locaux ne semble donc pas avoir d'incidence sur le com-

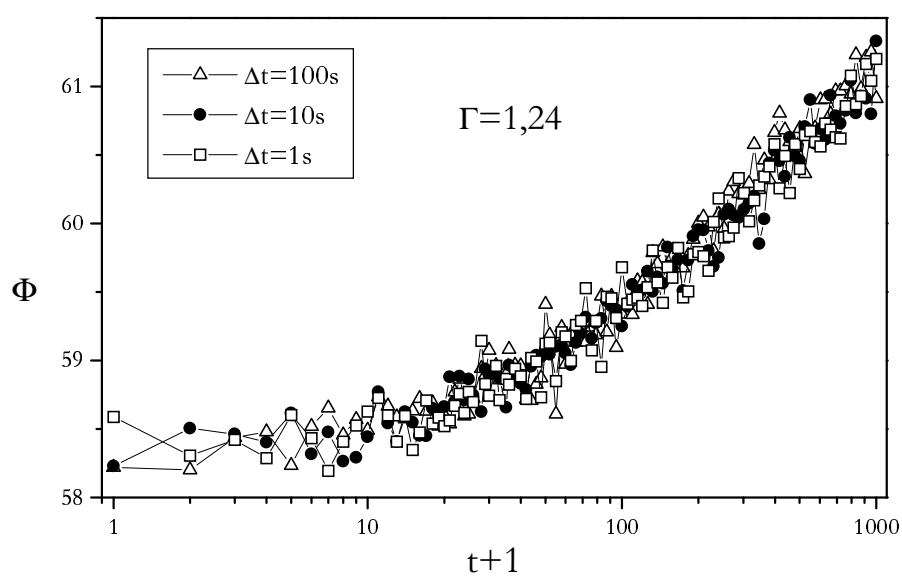


FIG. 3.18 – Courbes de compaction obtenues avec des délais entre secousses $\Delta t = 1\text{ s}$ (\square), 10 s (\bullet) et 100 s (\triangle). Ces mesures ont été effectuées sur une même zone de l'empilement, sans sonder au-delà afin d'éviter l'utilisation des moteurs et de limiter ainsi au maximum d'éventuelles vibrations parasites au sein de l'empilement.

portement macroscopique d'un empilement. Ceci tend à confirmer que l'amplitude de ces micro-déplacements reste extrêmement limitée.

3.3 Conclusion

Ces mesures expérimentales, couplant une caractérisation d'ensemble d'un empilement de billes à une mise en évidence de petits événements plus localisés, permettent de faire un premier bilan concernant la réponse dynamique d'un système de billes à une sollicitation extérieure. La relaxation macroscopique est immédiate par rapport à l'échelle temporelle de l'expérience : elle est de l'ordre de la milliseconde (fréquence d'échantillonnage utilisée : $f_{ech} = 10\text{ kHz}$). La dissipation de l'énergie potentielle fournie lors de la secousse se fait donc quasi-instantanément au moment de la retombée des billes sur le fond du cylindre. La compacité moyenne se stabilise aussitôt et reste inchangée par la suite même si des mouvements très limités perdurent dans l'empilement. Ces mouvements se caractérisent par des réarrangements localisés de très faibles amplitudes, ne dépassant pas l'échelle du contact entre grains, ou peut-être un peu plus collectifs. Ils apparaissent en plus ou moins grand nombre selon l'intensité de la secousse et peuvent persister pendant plusieurs minutes après celle-ci. Toutefois, ils restent parfaitement invisibles et sans effet au niveau macroscopique.

Dans le cadre de la compaction lente obtenue par des secousses répétées, la durée exacte laissée entre deux sollicitations successives n'a donc pas une grande importance. Toutefois, la présence de ce délai, même court (de l'ordre de quelques centaines de millisecondes), est nécessaire afin d'éviter tout effet dynamique parasite comme des doublements de périodes ou des ondes de surface qui apparaissent avec des vibrations d'intensités suffisantes (Douady et al., 1989).

Chapitre 4

Etude de la compaction granulaire : dispositif gammamétrique

L'objectif de cette étude de la compaction est de suivre l'évolution d'un empilement granulaire lors d'une séquence de secousses : l'empilement va progressivement se densifier, se compacter, jusqu'à éventuellement atteindre un état final stationnaire si la relaxation est suffisamment rapide. Pour analyser avec précision la variation du système au cours de sa compaction, nous avons mis au point un dispositif permettant de caractériser au mieux un empilement granulaire. Le dispositif est décrit en détail dans ce chapitre tandis qu'une étude complète de la densification sera présentée dans le chapitre suivant avec notamment l'influence de différents facteurs susceptibles d'agir sur ce processus.

4.1 Description

Le récipient contenant l'empilement de billes ainsi que le pot vibrant délivrant les sollicitations verticales sont les mêmes que ceux employés lors de l'étude de la réponse dynamique à une secousse présentée au chapitre 3. L'échantillon étudié est donc un cylindre de verre de diamètre intérieur $D = 95,4 \text{ mm}$ contenant une masse totale de 1 kg de billes ; les caractéristiques de ces billes sont fournies plus loin. Le récipient est fixé sur le pot vibrant électromagnétique et l'ensemble est installé sur un banc piloté par des moteurs pas à pas. Ceux-ci assurent des déplacements suivants les trois axes x , y , z , et une rotation autour de l'axe vertical z . Une photographie du dispositif et un schéma de principe sont présentés sur la figure 4.1.

La mesure est fondée sur l'absorption d'un rayonnement γ à travers l'empilement, ce qui permet de déduire la compacité dans la zone de mesure. Une source de césium enfermée

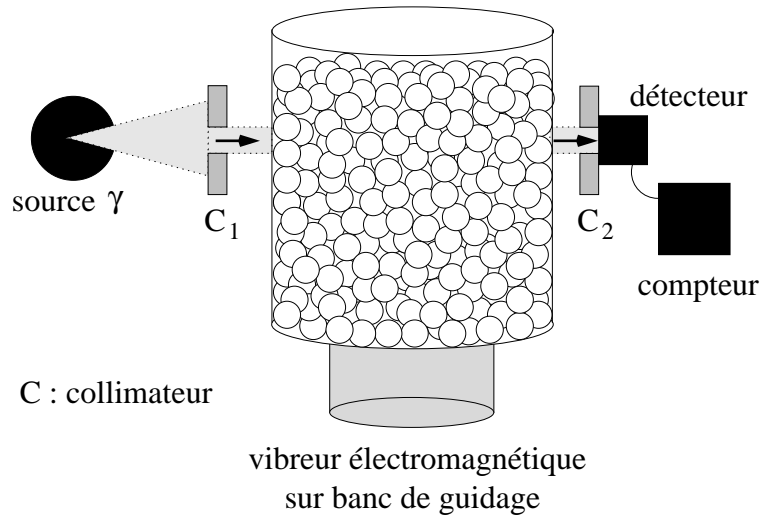


FIG. 4.1 – Schéma de principe et photographie du dispositif. Sur la photographie, on repère en particulier la source de Césium en haut à gauche et le scintillateur qui lui fait face à droite. Intercalé dans le faisceau, le récipient rempli de billes est fixé sur le pot vibrant lui-même arrimé au banc de guidage.

dans une chape de plomb émet un faisceau de photons d'énergie $E = 662 \text{ keV}$ avec une activité totale d'environ 330 mCi soit $1,22 \cdot 10^{10} \text{ Bq}$ (400 mCi au moment de son achat il y a près de 8 ans). A la sortie de la source, ce faisceau est de forme conique avec une ouverture d'environ 4° . Il est ensuite collimaté à l'aide de trois briques de plomb de 5 cm d'épaisseur et percées en leur centre d'un trou circulaire (rayon $\sigma = 5 \text{ mm}$). Ces briques de collimation et de protection absorbent, en dehors des trous de guidage, plus de 99 % des photons qui les traversent. Les deux premiers collimateurs sont placés entre la source et l'échantillon. Pour des raisons de sécurité, le premier est accolé à la source et sert également d'obturateur (un électro-aimant commandé par un interrupteur permet de déplacer la brique pour ouvrir ou fermer le faisceau). Le troisième collimateur est fixé devant le détecteur de mesure. Le faisceau de mesure est un cône de très faible ouverture et on peut donc le considérer à bords quasiment parallèles lorsqu'il traverse l'empilement de billes. Une brique en alliage d'aluminium (absente sur la photographie de la figure 4.1) est placée dans le faisceau, au début de la chaîne de collimation, pour l'atténuer légèrement afin d'éviter la saturation du détecteur à vide, c'est-à-dire en l'absence de billes dans le récipient. Ce détecteur est un scintillateur couplé à un photo-multiplicateur. Le signal mesuré est traité par un compteur qui donne au final le nombre de coups obtenu et le temps de comptage. Cette chaîne de détection sera présentée plus en détail par la suite.

Les dispositifs de positionnement et de détection sont effectués par des modules spécifiques pilotés par un ordinateur via des liaisons RS232. Les différents programmes de pilotage et d'acquisition de données ont été mis au point avec le logiciel Testpoint.

4.2 Principe de la mesure

La mesure étant déduite du taux d'absorption d'un rayonnement de photons γ , il convient de faire quelques rappels sur ce type de rayonnement : son interaction avec la matière, sa détection et sa mesure (Blanc, 1980; Blanc, 1993; Meyerhof, 1970; LCPC, 1966; Gauthier, 1970).

4.2.1 Rayonnement γ

La réaction radioactive génératrice des photons γ est la désintégration du $^{137}_{55}\text{Cs}$ en $^{137}_{56}\text{Ba}$. Cette désintégration se passe en deux étapes : transition β^- vers un état excité puis réorganisation à l'intérieur du noyau et désexcitation vers l'état stable avec émission d'un photon γ d'énergie $E = h\nu = 662 \text{ keV}$. Il s'agit donc d'un rayonnement électromagnétique

classique mais à haute énergie. L'émission est aléatoire et suit une loi de Poisson (Gauthier, 1970). Ce rayonnement interagit avec la matière environnante et s'atténue progressivement. Selon la gamme d'énergie des photons incidents et la densité du milieu traversé, les différents processus d'interaction envisageables sont la diffusion moléculaire (effet Rayleigh), la diffusion Compton, l'effet photoélectrique et la production de paires (effet de matérialisation).

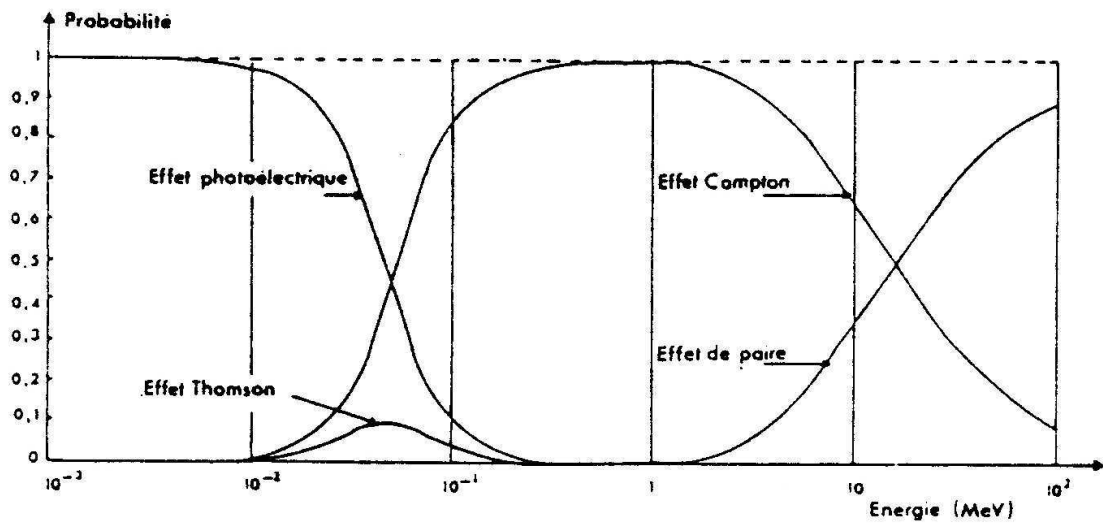


FIG. 4.2 – Probabilités des quatre principaux phénomènes d'interaction des photons pour une cible en aluminium et en fonction de l'énergie des photons incidents. Pour les photons d'énergie 662 keV provenant du ^{137}Cs , on vérifie bien que l'interaction prédominante est, de loin, l'effet Compton.

La figure 4.2 compare l'importance relative de ces processus en fonction de l'énergie du rayonnement pour une cible en aluminium. Pour la source de césium d'énergie 662 keV , seuls l'effet photoélectrique et l'effet Compton peuvent être envisagés. De plus, dans le cas d'un milieu constitué d'éléments légers ayant des numéros atomiques Z inférieurs à 20 comme l'aluminium, l'effet photoélectrique est nul. Il reste nettement négligeable devant l'effet Compton tant que $Z \leq 26$. Dans notre dispositif, le faisceau collimaté ne traverse que du verre et un alliage d'aluminium. Ces matériaux ne contenant que des éléments "légers" ($Z \leq 20$), l'interaction rayonnement-matière est limitée à l'effet Compton. Ce processus correspond à une collision élastique entre un photon incident et un électron que l'on peut considérer comme libre et au repos (son énergie de liaison dans l'atome est négligeable

devant celle du photon). Après la collision, le photon est diffusé avec un angle φ par rapport à sa direction incidente tandis que l'électron est émis avec un angle θ par rapport à cette même direction. La conservation de l'énergie et de la quantité de mouvement montre que le photon diffusé a perdu de l'énergie : il y a donc changement de longueur d'onde en fonction de l'angle φ :

$$\lambda - \lambda_0 = \Lambda(1 - \cos \varphi) \quad (4.1)$$

Λ est la longueur d'onde Compton et vaut $\Lambda = \frac{h}{m_e c} = 0,0243 \text{ \AA}$.

La fraction de l'énergie initiale transmise à l'électron correspond à l'*absorption*, tandis que la part conservée par le photon caractérise la *diffusion*. Du point de vue global, lorsque des rayons γ traversent la matière, chaque photon γ peut soit ne pas interagir soit être définitivement éliminé du faisceau par absorption ou diffusion. Ceci entraîne une atténuation exponentielle de l'intensité du faisceau avec l'augmentation d'épaisseur de l'absorbant. Cette atténuation peut être interprétée comme une probabilité d'interaction lors de la traversée d'un matériau. Ainsi, si un faisceau incident d'intensité I traverse un matériau homogène d'épaisseur dx , la perte d'intensité du faisceau est donnée par :

$$dI = -\mu I dx \quad (4.2)$$

La constante de proportionnalité μ est le *coefficient d'atténuation linéaire* mais elle est souvent appelée coefficient d'absorption linéaire bien que la diffusion et l'absorption contribuent à l'atténuation du faisceau. Notons aussi que l'on utilise en général le *coefficient massique*, $\mu' = \mu/\rho$, où ρ est la masse volumique du milieu traversé. μ s'exprime généralement en cm^{-1} et μ' en $cm^2.g^{-1}$. Connaissant la composition massique du matériau (fractions massiques x_i) et les coefficients massiques de chaque élément (μ'_i), il est alors possible d'évaluer le coefficient massique du matériau par :

$$\mu' = \sum x_i \mu'_i \quad (4.3)$$

Pour un milieu d'épaisseur totale L , l'équation (4.2) s'intègre et donne la loi exponentielle suivante, appelée loi de Beer-Lambert :

$$I = I_0 e^{-\mu L} \quad (4.4)$$

A partir de cette formule, on peut définir l'épaisseur moitié par $L_{1/2} = \frac{\ln 2}{\mu}$. Elle caractérise l'épaisseur d'un matériau donné nécessaire pour atténuer d'un facteur deux l'intensité du faisceau incident. Ainsi, le choix d'utiliser des écrans en plomb s'explique par la faible valeur de $L_{1/2}$ du plomb pour l'énergie incidente de 662 keV ($L_{1/2}^{Pb} \simeq 0,65 \text{ cm}$).

4.2.2 Méthode de détection

L'appareillage de détection est constitué d'un scintillateur couplé à un photo-multiplicateur, et d'un spectromètre mono-canal (modèle SEP 1620 de marque NOVELEC).

Le scintillateur est un matériau qui devient fluorescent par absorption d'énergie incidente (Simonnet et Oria, 1990; Blanc, 1993). Pour des photons γ , on utilise un cristal d'iodure de sodium (NaI) activé au thallium. Le principe du détecteur à scintillation est le suivant : un photon incident est converti en un "flash" lumineux, ou scintillation (le taux de conversion est de l'ordre de 4.10^4 photons lumineux pour un photon γ d'énergie 662 keV (Miyajima et al., 1993)). Les photons lumineux ainsi créés sont transformés en électrons au contact d'une photocathode, puis ces électrons sont accélérés et amplifiés par les dynodes multiplicatrices du photo-multiplicateur. Le signal électrique obtenu est une impulsion très brève dont l'amplitude maximale est directement proportionnelle à l'énergie du photon incident. Ce signal est alors traité par le spectromètre : un amplificateur à gain variable et un sélecteur d'amplitude permettent de ne compter que les impulsions d'amplitude correspondant à la gamme présélectionnée. Un module de comptage affiche soit le nombre d'impulsions captées à l'entrée du module pendant un temps donné (t compris entre $0,01\text{ s}$ et 100 h), soit le temps nécessaire à l'obtention d'un nombre donné d'impulsions (N compris entre 1 et 10^4).

La limitation de la mesure provient du temps de scintillation ou "temps mort" du détecteur : ce temps τ_m , intrinsèque au scintillateur, est estimé à $1,6\ \mu\text{s}$ par le constructeur. L'observation d'une impulsion à l'oscilloscope montre effectivement que $\tau_m \approx 2\ \mu\text{s}$. Les effets de temps mort apparaissent lorsque l'intensité du faisceau incident devient trop importante. Le détecteur ne parvient plus à suivre le débit de photons. On montre que la mesure d'activité saisie par le détecteur est liée à l'activité incidente par $A_{mes} = \frac{A_{inc}}{1 + \tau_m A_{inc}}$ (Shollenberger et al., 1997). Tant que A_{inc} reste inférieure à 3.10^4 Bq , l'écart relatif entre la mesure et la valeur réelle ne dépasse pas $0,5\%$. On travaillera toujours dans cette gamme et c'est pour cette raison qu'une brique d'aluminium est intercalée dans le faisceau, afin d'éviter la saturation du scintillateur à vide.

4.2.3 Mesure d'absorption par gammamétrie

Le dispositif est destiné à mesurer l'absorption directe du faisceau. On s'est placé pour cela dans une situation de *bonne géométrie*, c'est-à-dire qu'on a collimaté le faisceau pour obtenir un faisceau parallèle et fin de photons. Seuls les photons n'ayant subi aucune

interaction peuvent alors atteindre le détecteur. Cependant un petit nombre de photons diffusés sous de faibles angles ou diffusés plusieurs fois parviennent également jusqu'au scintillateur.

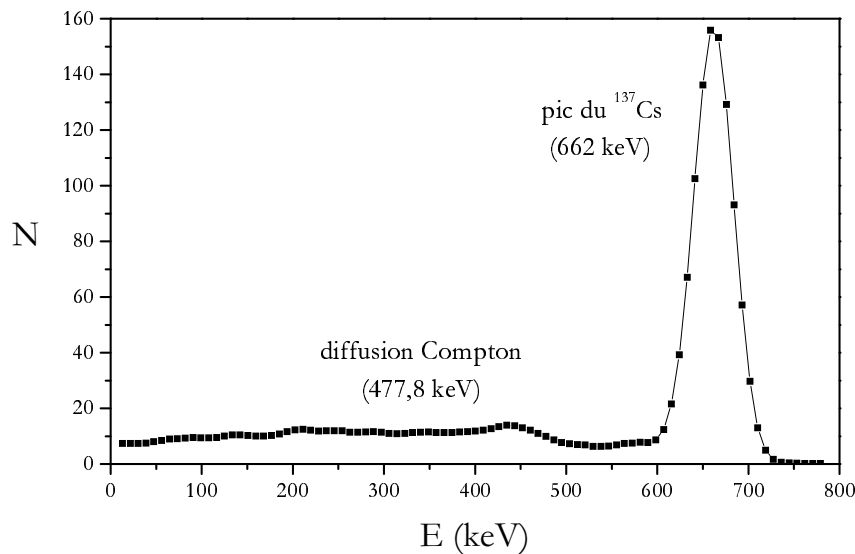


FIG. 4.3 – Spectre différentiel en énergie de la source. On trace le nombre N d'impulsions mesurées dans chaque fenêtre en énergie ($\Delta E \approx 8 \text{ keV}$). Une brique d'aluminium est placée dans le faisceau pour éviter de saturer le scintillateur.

La figure 4.3 présente le spectre différentiel en énergie de la source de ^{137}Cs utilisée dans le dispositif. On observe principalement un pic centré sur l'énergie incidente $E = 662 \text{ keV}$ qui correspond, comme on l'a dit, aux photons n'ayant subi aucune interaction entre la source et le détecteur. Au-dessous d'un seuil situé aux alentours de 480 keV , on note une légère activité : ce sont les photons diffusés une ou plusieurs fois par effet Compton.

Le réglage du spectromètre permet de ne sélectionner que les impulsions du pic d'absorption centré autour de 662 keV en plaçant un seuil de discrimination vers 600 keV (seuls les photons d'énergie supérieure à 600 keV sont comptés). On réalise donc une double sélection des photons : une sélection spatiale du fait de la petite taille du faisceau et de sa collimation, et une sélection en énergie pour ne compter que les photons incidents non absorbés. Dans ces conditions, la formule (4.2) est valable avec μ qui désigne cette fois le *coefficient d'absorption linéaire* du milieu. En réalité, on constate une légère différence

entre la valeur de μ obtenue expérimentalement et la valeur prédite par la théorie. Cette différence est liée aux écarts existants par rapport à des conditions géométriques idéales et au fait que le phénomène n'est pas toujours pur (incertitude de l'émission γ , défauts du dispositif électronique, etc). Par conséquent, on introduit le rapport $K = \frac{\mu_{exp}}{\mu_{th}}$ qui est légèrement inférieur à 1 et qui, dans la même géométrie, reste inchangé quelle que soit la nature du matériau analysé. Dans la suite, on gardera la notation μ pour désigner la valeur expérimentale du coefficient d'absorption.

4.2.4 Compacité effective

Le passage du taux d'absorption, mesuré par la chaîne de détection, à la compacité locale de la zone de mesure pose un problème. En effet, nous avons jusqu'à présent raisonné sur un milieu homogène pour lequel un coefficient d'absorption intrinsèque peut être défini. Or, le milieu que nous souhaitons étudier est un empilement granulaire. C'est donc un mélange binaire constitué de billes de verre, de coefficient d'absorption μ donné, et d'air pour lequel on peut négliger toute interaction avec les photons γ . Une représentation de la zone de mesure est proposée sur le schéma de la figure 4.4 : il s'agit de la région où le faisceau quasi-cylindrique intercepte le récipient, lui aussi cylindrique, contenant l'empilement de billes. Le rayon σ du faisceau étant assez petit par rapport au diamètre D du récipient, cette zone est voisine d'un cylindre de rayon σ et de longueur $L \approx D$.

Dans un tel milieu hétérogène, on peut toujours appliquer la formule de Beer-Lambert (4.4) à condition d'introduire une longueur effective L_{eff} pour le milieu sondé par le faisceau. Ainsi, pour un temps de comptage donné, le taux de transmission du faisceau à travers la zone de l'empilement traversée permet de définir cette longueur :

$$T = \frac{N}{N_0} = e^{-\mu L_{eff}} \quad (4.5)$$

où N et N_0 sont respectivement le nombre de photons détectés en présence et en l'absence de billes dans le récipient. Cette longueur L_{eff} représente l'épaisseur de verre pur équivalent à la même absorption que celles des billes de verre situées dans la zone de mesure. On en déduit alors une compacité effective, définie par $\Phi_{eff} = \frac{L_{eff}}{L}$. Toutefois, cette compacité effective ne correspond pas exactement à la compacité réelle de la zone de mesure, $\Phi = \frac{V_{billes}}{V}$, où V , le volume de la zone de mesure, vaut $V = \pi\sigma^2 L$. Une description plus détaillée de ce problème ainsi qu'une généralisation de la loi de Beer-Lambert sont proposées dans l'annexe C. On peut résumer simplement la question en raisonnant sur la probabilité d'absorption pour un photon traversant le milieu considéré. En effet, pour une trajectoire

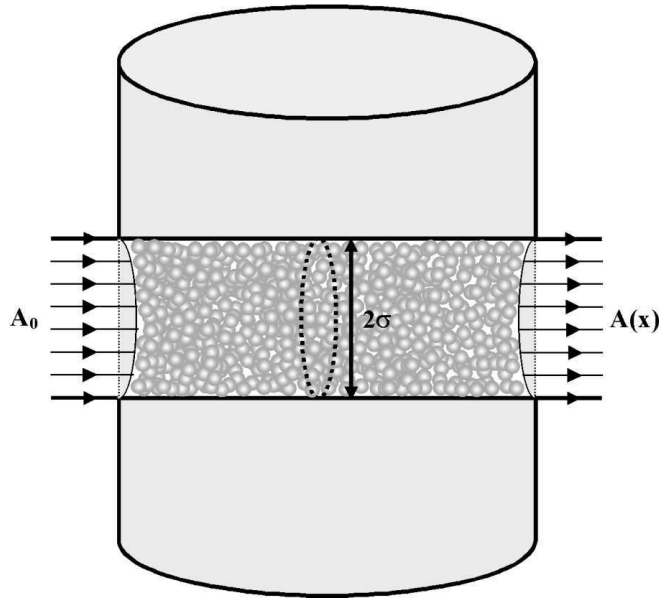


FIG. 4.4 – Schéma représentant la zone de l'empilement qui est traversée par le faisceau. Pour des billes de 1 mm de diamètre, la largeur du faisceau correspond environ à 10 tailles de billes comme sur le schéma. Par contre, les dimensions du récipient ne sont pas à l'échelle.

donnée, c'est-à-dire une droite parallèle à l'axe du faisceau, la probabilité que le photon parvienne jusqu'au détecteur s'écrit $p = e^{-\mu l}$ où l correspond à la longueur cumulée de matière réellement traversée ; on parlera d'intercept entre la trajectoire et les billes. Le taux d'absorption mesuré est alors la moyenne de ces probabilités, soit $T = \langle e^{-\mu l} \rangle$. La notation $\langle . \rangle$ désigne ici la moyenne sur la distribution $P(l)$ des intercepts. Or la compacité réelle de la zone de mesure peut également être obtenue à partir de cette distribution : $\Phi = \frac{\langle l \rangle}{L}$. On constate alors que la valeur Φ_{eff} déduite de la mesure d'absorption est différente de la compacité réelle Φ comme le montre l'expression suivante :

$$\Phi_{eff} = -\frac{1}{\mu L} \ln(\langle e^{-\mu l} \rangle) \neq \frac{\langle l \rangle}{L} = \Phi \quad (4.6)$$

Il reste donc à savoir quel est l'ordre de grandeur de l'erreur commise en assimilant Φ_{eff} à Φ . Ceci impose de connaître la distribution $P(l)$. L'approche théorique semblant assez délicate, nous avons préféré travailler sur des empilements obtenus à l'aide de simulations numériques. Nous avons ainsi calculé la distribution des intercepts et estimé l'écart entre Φ_{eff} et Φ dans le cas d'un faisceau parallèle de section quelconque et sur une large gamme d'empilements désordonnés, allant des faibles compacités moyennes (proches de $\Phi_{RLP} \approx 56\%$) jusqu'à des systèmes beaucoup plus denses (aux alentours de $\Phi_{RCP} \approx 64\%$).

Dans tous les cas, l'écart relatif est resté très limité, inférieur ou égal à 1,5 %. Par ailleurs, la distribution semble bien approchée par une loi gaussienne. Tous ces résultats sont présentés plus en détail dans l'annexe C. L'écart entre Φ et Φ_{eff} étant faible, on ne fera plus dans la suite la distinction entre ces deux valeurs.

4.2.5 Sensibilité et précision de la mesure

La sensibilité de la mesure dépend directement du taux d'absorption T :

$$T = \frac{N}{N_0} = e^{-\mu\Phi L} \quad (4.7)$$

Ainsi, par exemple, pour un coefficient d'absorption μ donné, il faut choisir au mieux l'épaisseur traversée par le faisceau. Une valeur trop faible limite la sensibilité car N reste proche de N_0 . Mais une valeur trop élevée de l'épaisseur restreint aussi la sensibilité car N devient très faible. La valeur optimale peut se déduire de la formule suivante (Blanc, 1980) :

$$\frac{\partial}{\partial \mu} \left(\frac{\partial T}{\partial L} \right) = 0 \quad (4.8)$$

On en déduit la condition $L_{opt} = \frac{1}{\mu\Phi}$. Les coefficients d'absorption des différentes billes utilisées sont tous du même ordre de grandeur, $\mu \sim 0,2 \text{ cm}^{-1}$, et on peut prendre $\Phi \sim 0,6$ comme valeur typique pour la compacité. Dans ces conditions, la valeur optimale est $L_{opt} \sim 8 \text{ cm}$. Le diamètre du récipient, $D = 9,54 \text{ cm}$, est proche de ce cas optimal et permet donc de travailler avec une très bonne sensibilité.

Du fait du caractère aléatoire de l'émission radioactive des photons γ , les taux de comptage N et N_0 sont distribués selon des lois normales de moyennes \bar{N} et \bar{N}_0 et d'écart types $\sigma = \sqrt{\bar{N}}$ et $\sigma_0 = \sqrt{\bar{N}_0}$ (Gauthier, 1970). L'erreur absolue d'un taux de comptage N vaut $u\sigma$ avec u qui est choisi afin que la valeur mesurée lors d'un comptage ait une probabilité P d'appartenir à l'intervalle $\bar{N} \pm u\sigma$. En physique nucléaire, on travaille généralement avec $P = 0,84$ qui correspond à $u = \sqrt{2}$. Pour avoir une excellente précision, on choisit ici $P = 0,95$, obtenu pour $u = 2$. L'écart type de la compacité Φ se calcule alors en appliquant le théorème de Taylor (Shollenberger et al., 1997) (on considère ici que μ et L sont parfaitement connus) :

$$|d\Phi| = \sqrt{\left(\frac{\partial \Phi}{\partial N} dN\right)^2 + \left(\frac{\partial \Phi}{\partial N_0} dN_0\right)^2}$$

D'où,

$$|d\Phi| = \sqrt{\left(\frac{-1}{\mu L} \frac{dN}{N}\right)^2 + \left(\frac{-1}{\mu L} \frac{dN_0}{N_0}\right)^2}$$

Et enfin, en remplaçant $\frac{dN}{N}$ par $\frac{2}{\sqrt{N}}$,

$$|d\Phi| = \frac{2}{\mu L} \sqrt{\frac{1}{N} + \frac{1}{N_0}} \quad (4.9)$$

Les taux de comptage étant d'autant plus élevés que le temps de mesure est grand, la précision de la mesure sera meilleure pour un temps de comptage important. Toutefois, ce temps est limité par la capacité du compteur (N ne peut dépasser 10^6) et par la durée totale d'une expérience qui doit rester dans des limites raisonnables. Le choix d'un temps de mesure de 1 minute nous a semblé le meilleur compromis entre temps expérimental et précision. On a alors comme valeurs typiques $N_0 \sim 5 \cdot 10^5$ et $N \sim 1,6 \cdot 10^5$ qui permettent d'évaluer la précision absolue $\Delta\Phi \approx 0,003$ soit, si on exprime Φ en pourcentage comme on le fera par la suite, $\Delta\Phi \approx 0,3\%$.

4.3 Grandeurs mesurées

4.3.1 Mesures directes

Deux types de grandeurs peuvent être directement mesurées par le dispositif de densitométrie : le profil vertical de compacité et la compacité moyenne de l'empilement.

Le profil est déduit d'une série de mesures effectuées à altitude z donnée. Lors de chacune de ces mesures, le récipient est maintenu en rotation autour de son axe de façon à tourner d'exactly un tour pendant la durée de la mesure (1 minute). On obtient ainsi la compacité moyenne $\phi(z)$ de toute la couche située à l'altitude z et d'épaisseur correspondant au diamètre du faisceau (2σ). Notons que dans cette mesure, le poids statistique de la zone centrale de l'empilement est nettement plus important que celui de la zone périphérique près de la paroi du récipient. On limite ainsi l'effet des parois sur la valeur de la compacité globale, effet qu'on a déjà évoqué dans les chapitres précédents. Le pas de mesure, $\Delta z \approx 1,7 \text{ mm}$, est choisi plus petit que la taille du faisceau de façon à obtenir une bonne résolution. Le nombre total de mesures est de l'ordre de 60 et l'acquisition complète d'un profil dure donc environ 1 heure. Ce temps très long interdit de faire beaucoup de mesures de profil si l'on veut conserver une durée totale d'expérience acceptable. C'est pourquoi on utilise une autre estimation, celle de la compacité moyenne, qui permet un gain de temps conséquent.

Cette compacité moyenne $\langle\Phi\rangle$ est obtenue en combinant, pour le récipient contenant l'empilement, une translation verticale et une rotation autour de son axe. La course verticale

est de 6 à 7 *cm* et la rotation est deux fois plus rapide que pour une mesure de profil, le récipient effectuant deux tours pendant l'acquisition. Le faisceau explore donc un volume de forme assez complexe (pseudo-hélicoïdale) et dont la compacité est supposée représentative de l'ensemble de l'empilement sur toute la hauteur sondée. Pour vérifier cela, on peut comparer les mesures de $\langle \Phi \rangle$ et celles déduites du profil de compacité sur la même zone. La figure 4.5 montre que ces deux mesures sont tout à fait en accord : les écarts constatés sont dans les barres d'erreur relatives au caractère aléatoire du rayonnement et données par la formule (4.9).

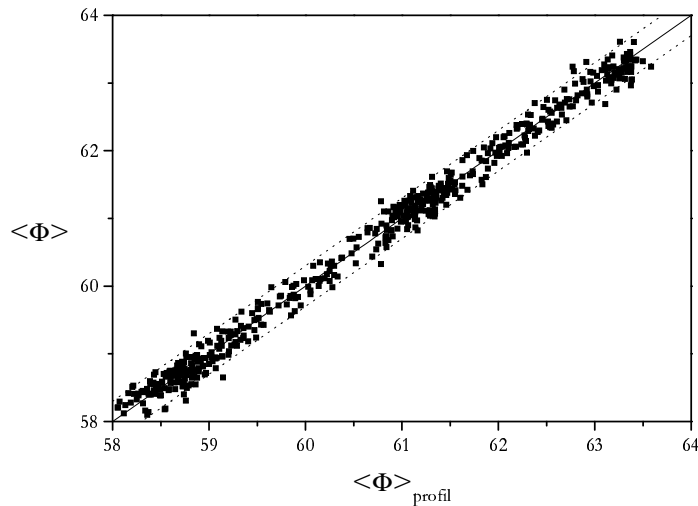


FIG. 4.5 – Comparaison entre les mesures de $\langle \Phi \rangle$ obtenues directement et celles déduites d'une évaluation du profil de compacité. On constate que les deux mesures sont équivalentes aux barres d'erreur près qui sont représentées par les droites en pointillé ($\Delta\Phi = \pm 0,3\%$).

Toutes ces mesures sont obtenues en inversant la formule (4.7) et nécessitent donc de connaître les valeurs de référence N_0 correspondantes. Il est possible de faire un profil de référence avant de commencer une expérience afin d'obtenir les valeurs $N_0(z)$ et N_0 associées aux deux mesures $\Phi(z)$ et $\langle \Phi \rangle$. Cependant, cette méthode est assez lourde et nous a semblé mal adaptée (elle ne permet notamment pas de s'adapter aux légères variations des valeurs de référence constatées au cours du temps). La méthode retenue consiste à mesurer une valeur de référence lors de chaque acquisition de profil : seules les dernières mesures de $N(z)$ au-dessus de l'empilement, dans la partie la plus haute du récipient, sont prises en compte et fournissent la valeur moyenne N_0 que l'on utilise indistinctement pour $\Phi(z)$

et $\langle \Phi \rangle$. Par ailleurs, on a vérifié que la valeur N_0 ainsi estimée était bien compatible avec celle pouvant être mesurée sur tout le reste du récipient lorsque celui-ci est vide. Cette méthode est plus rapide et permet de mieux synchroniser mesures de référence et mesures de compacités.

Pour être tout à fait complet, il faut également noter le rôle joué par la taille et la forme du faisceau dans les mesures réalisées. En effet, on ne mesure pas directement la compacité du milieu sur une couche horizontale infiniment fine et située en z mais à travers une moyenne spatiale sur toute l'étendue du faisceau cylindrique de rayon σ et centré sur z . Cette moyenne s'exprime mathématiquement par l'intermédiaire du produit de convolution (noté $*$). Ainsi, le taux de transmission mesuré T est relié au taux de transmission théorique \tilde{T} qui serait obtenu pour un faisceau infiniment fin :

$$T = g * \tilde{T}$$

Cette fonction de transfert g a été mesurée expérimentalement ; ces travaux sont présentés dans l'annexe D. Elle est nulle en dehors de $[-\sigma, +\sigma]$ et est normée :

$$\int_{-\infty}^{+\infty} g(u) du = \int_{-\sigma}^{+\sigma} g(u) du = 1$$

4.3.2 Mesures indirectes

A partir du profil vertical de compacité, il est possible d'évaluer l'énergie potentielle moyenne dans l'empilement, c'est-à-dire l'altitude moyenne des billes dans le récipient. En effet, cette altitude moyenne $\langle Z \rangle$ se déduit de $\Phi(z)$ par la formule :

$$\langle Z \rangle = \frac{\int_0^{\infty} z \Phi(z) dz}{\int_0^{\infty} \Phi(z) dz} \quad (4.10)$$

Pour utiliser cette formule, on peut sans problème tronquer l'intégration au delà de z_{max} , la hauteur maximale de mesure. Par contre, se pose le problème de la valeur de la compacité en 0. En effet, cette valeur n'est pas mesurable directement vu la taille du faisceau. La plus petite hauteur pour laquelle on peut faire une mesure de compacité est $z = \sigma$ (σ est le rayon du faisceau). Mais, en pratique, on commence les mesures à partir d'une valeur z_{min} légèrement supérieure pour éviter une surestimation de la compacité que pourrait provoquer une absorption parasite des photons par le fond en dural. On doit donc se contenter d'estimer $\Phi(z = 0)$ en extrapolant le profil jusqu'à 0.

Par ailleurs, avec ce dispositif, il est tout à fait envisageable d'évaluer le profil radial de compacité à une hauteur donnée. La méthode est fondée sur le principe de la transformation d'Abel et nécessite le recours à des lois polynomiales approchant au mieux les courbes expérimentales (Shollenberger et al., 1997). Des essais ont été réalisés sur cette base et sont présentés dans l'annexe E. Ils ont montré que les profils étaient extrêmement plats, les écarts semblant provenir plus de la technique d'inversion que de la mesure elle-même. L'acquisition d'un tel profil nécessitant de surcroît un grand nombre de mesures et donc une durée importante, nous n'avons pas exploré davantage cette voie.

4.4 Billes utilisées

4.4.1 Présentation générale

Toutes nos expériences ont été conduites avec des empilements constitués de billes de verre de différentes tailles. Les diamètres moyens annoncés de ces billes sont les suivants : $d = 0,5, 1, 3, 5$ et 10 mm . Ces billes ont des formes plus ou moins sphériques. Ainsi, la photographie 4.6 obtenue avec un microscope à balayage électronique montre que les billes de 1 mm sont bien sphériques et monodisperses. Cela semble être également le cas pour les billes de 3 et 5 mm . Par contre les billes de 10 mm ne sont que très grossièrement sphériques et celles de $0,5 \text{ mm}$ ont des distributions de tailles et de formes assez variées comme on peut le constater sur la photographie 4.7.

4.4.2 Caractérisation

Les distributions de tailles des billes de $0,5$ et 1 mm ont été analysées plus en détail à l'aide d'un granulomètre laser. Pour les billes de 1 mm , on retrouve bien une population présentant une faible polydispersité et de diamètre moyen $\bar{d} = 1,12 \text{ mm}$ (calculé à partir du volume moyen). Par contre, les billes de $0,5 \text{ mm}$ sont nettement plus polydisperses et sont constitués en fait de deux populations : des billes de diamètre moyen légèrement supérieur à $0,5 \text{ mm}$ et une poudre plus fine en quantité non négligeable. La séparation entre ces deux populations est assez nette et apparaît aux alentours de $300 \mu\text{m}$. Dans la plupart des expériences réalisées avec ces billes, on a fait en sorte de sélectionner au préalable les billes en tailles en les tamisant entre deux tamis de $315 \mu\text{m}$ et $560 \mu\text{m}$.

Nous avons également cherché à mesurer la masse volumique ρ_b de ces différentes billes. Pour les plus petites billes ($d = 0,5$ et 1 mm), ρ_b a été évaluée avec une très bonne précision par un picnomètre à hélium de type *Accupic 1330*. Pour les autres billes, les

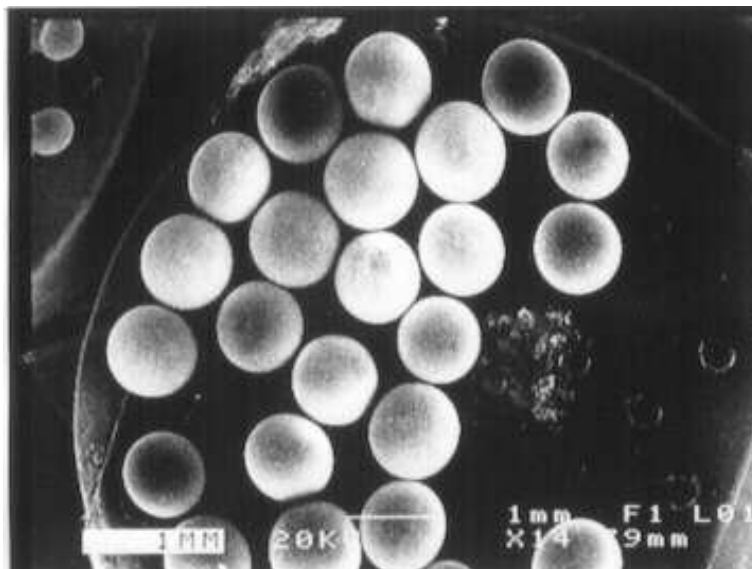


FIG. 4.6 – Photographie au microscope électronique des billes de diamètre moyen 1 *mm*. Elles apparaissent sphériques et assez monodisperses.

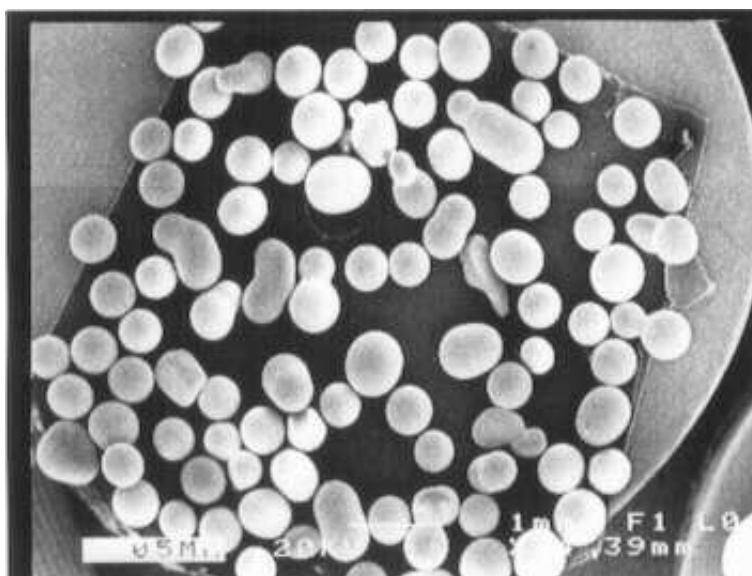


FIG. 4.7 – Photographie au microscope électronique des billes de diamètre moyen 0,5 *mm*. Les formes sont souvent éloignées de la sphère et on note une nette polydispersité.

masses volumiques sont obtenues à partir d'une mesure par déplacement d'eau : une masse M connue de billes est plongée dans une éprouvette graduée partiellement remplie d'eau et la variation de volume V mesurée dans l'éprouvette permet d'estimer la densité des billes par $\rho_b = \frac{M}{V}$. Plusieurs séries de mesures ont été réalisées de façon à améliorer la précision. Par ailleurs, si l'on compte le nombre de billes plongées dans l'eau, on peut également en déduire le diamètre moyen \bar{d} . Les différentes valeurs obtenues sont présentées dans le tableau suivant :

| d (mm) | ρ_b ($g.cm^{-3}$) | \bar{d} (mm) |
|--------|--------------------------|-----------------|
| 0,5 | $2,4928 \pm 0,0005$ | × |
| 1 | $2,531 \pm 0,003$ | 1,12 |
| 3 | $2,530 \pm 0,008$ | $3,30 \pm 0,02$ |
| 5 | $2,581 \pm 0,008$ | $4,96 \pm 0,06$ |
| 10 | $2,567 \pm 0,007$ | $9,98 \pm 0,02$ |

La dernière grandeur caractéristique mesurée pour ces billes est le coefficient d'absorption au rayonnement γ pour une énergie de 662 keV : c'est la grandeur la plus importante dans le cadre de notre étude. Sa valeur peut être calculée à partir de la composition massique du matériau. Cette composition n'étant pas connue pour ces billes, nous l'avons estimée grâce à une analyse spectrale au microscope à balayage électronique (microanalyse X en dispersion d'énergie). Cette méthode quantitative de type ZAF fournit la composition par éléments, sur une surface donnée et sur une profondeur de pénétration de l'ordre de $5\text{ }\mu\text{m}$ dans cette gamme de densité. Pour obtenir la composition interne des billes, elles ont été coupées en deux et polies. Des analyses ont alors été réalisées sur des surfaces importantes et sur plusieurs billes de même diamètre. On en a déduit une composition massique moyenne pour chaque type de billes. Connaissant les valeurs tabulées des coefficients d'absorption de chaque élément, on estime à partir de la formule (4.3) la valeur théorique du coefficient d'absorption massique μ'_{th} , et du coefficient d'absorption linéaire $\mu_{th} = \mu'_{th}\rho_b$, de chaque lot de billes. Les résultats sont présentés dans le tableau suivant :

| d (mm) | μ'_{th} ($cm^2.g^{-1}$) | μ_{th} (cm^{-1}) |
|--------|-------------------------------|--------------------------|
| 0,5 | 0,07678 | 0,1914 |
| 1 | 0,07665 | 0,1940 |
| 3 | 0,07679 | 0,1943 |
| 5 | 0,07659 | 0,1977 |
| 10 | 0,07664 | 0,1967 |

4.5 Etalonnage

4.5.1 Repérage de l'axe vertical

Pour repérer l'axe vertical du récipient, on réalise une série de mesures en faisant varier régulièrement sa position y perpendiculairement à l'axe du faisceau. On part d'une situation où le récipient très excentré n'est pas traversé par le faisceau. Le récipient est alors progressivement recentré entre chaque mesure d'un pas δz puis décentré à nouveau de l'autre côté. Lors de ces mesures le récipient est rempli de billes de façon à travailler avec une bonne sensibilité. La figure 4.8 montre l'allure de la courbe obtenue pour le taux de comptage $N(y)$ ou plus précisément ici pour l'activité $A(y)$.

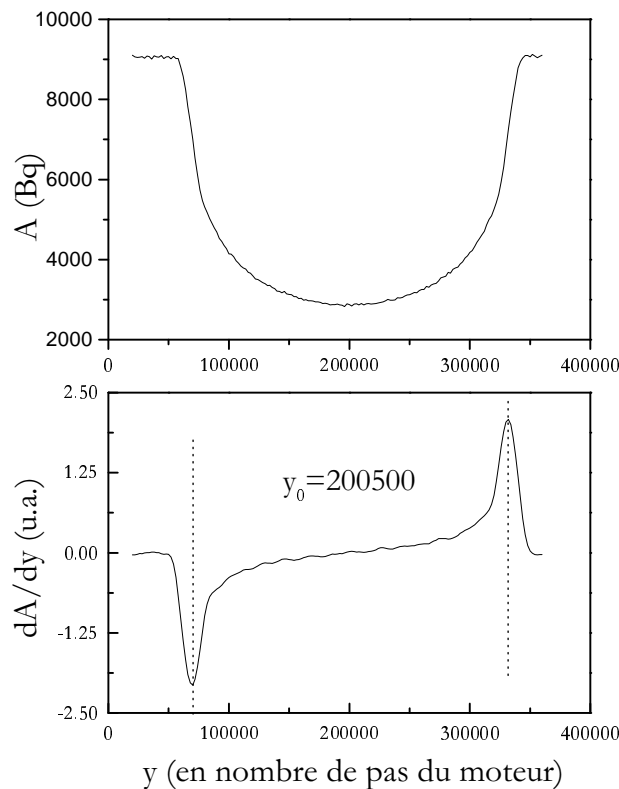


FIG. 4.8 – La courbe du haut représente la variation de l'activité mesurée ($\Delta t = 30$ s) en fonction de la translation horizontale y de l'axe vertical du récipient perpendiculairement à l'axe du faisceau. Sur la courbe du bas, on a tracé la dérivée de la courbe précédente. On détermine alors précisément les deux pics y_1 et y_2 correspondants aux bords du récipient.

Cette courbe $A(y)$ est parfaitement symétrique. La détermination du centre de symétrie fournit la position de l'axe du récipient. En dérivant N , on voit sur la figure 4.8 que l'on fait distinctement apparaître deux pics dont on peut déterminer avec précision les positions y_1 et y_2 . La position de l'axe est alors déduite directement : $y_0 = \frac{y_1 + y_2}{2}$.

4.5.2 Repérage de la base

On repère la cote correspondant au fond du récipient par une méthode assez similaire. Une série de mesures est réalisée à hauteurs régulièrement espacées. Pour la première mesure, le faisceau se trouve au-dessous de la base et traverse donc la pièce de fixation du récipient, puis on baisse progressivement l'ensemble (pot vibrant + récipient) jusqu'à ce que le faisceau ne traverse plus que le seul récipient. Cette procédure est répétée deux fois : la première fois à vide et la seconde avec un matériau homogène placé dans le récipient (un bloc en aluminium). On fait ensuite le rapport des deux mesures obtenues, $N_1(z)$ et $N_2(z)$. On s'affranchit ainsi de la partie du signal directement liée à la pièce de fixation, aux parois et au fond en aluminium du récipient. Il ne reste que la variation due exclusivement au bloc d'aluminium. Ce rapport $R(z) = \frac{N_1(z)}{N_2(z)}$ est présenté sur la figure 4.9.

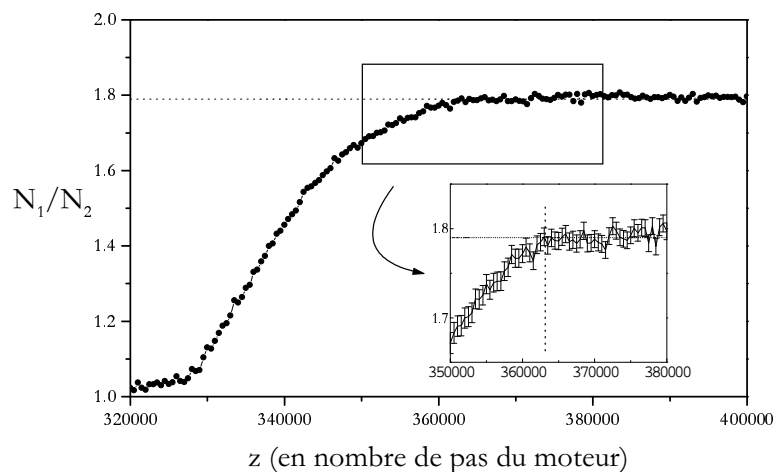


FIG. 4.9 – Rapport entre les taux de comptage N_1 et N_2 mesurés à vide et en présence d'un bloc de dural en fonction de la position verticale relative z du faisceau. L'insert présente un zoom sur la zone de transition où ce rapport devient constant. On en déduit la position z_0 à partir de laquelle le faisceau ne traverse plus le fond du récipient.

On constate notamment que R ne passe pas brusquement de 1 à sa valeur finale mais que cette évolution est lissée par la fenêtre de mesure du faisceau. La position de la base du récipient correspond donc approximativement à la hauteur z pour laquelle la moitié de la variation a été effectuée et elle est assez délicate à mesurer. On peut par contre estimer la hauteur z_{min} à partir de laquelle le rapport R devient constant. z_{min} est donc le positionnement minimal permettant au faisceau de ne pas intercepter le fond du récipient, et c'est la hauteur à partir de laquelle on commencera les mesures de $\langle \Phi \rangle$ et de $\Phi(z)$. La position du fond du récipient se déduit par : $z_0 = z_{min} - \sigma$. Notons enfin que ces positions dépendent de la charge totale du récipient car la masse mobile du pot vibrant est maintenue par un système de fixation équivalent à un ressort (voir chapitre 3). Ces mesures ont donc été réalisées avec une même surcharge totale $\Delta M = 1 \text{ kg}$ correspondant à la masse de billes utilisée dans les expériences.

4.5.3 Coefficient d'absorption

Nous avons déjà calculé les coefficients d'absorption théoriques des billes utilisées. Mais on a vu que les coefficients obtenus expérimentalement étaient légèrement plus faibles d'un facteur K . Ce facteur K est principalement lié à la géométrie du dispositif et on peut considérer qu'il reste le même pour les différentes billes. Il faut donc déterminer K pour un type de billes et en déduire ensuite les coefficients d'absorption expérimentaux des autres billes. Ceci a été réalisé avec les billes de 1 mm .

Pour effectuer cet étalonnage, on travaille avec la grandeur Ψ directement tirée du taux d'absorption : $\Psi(z) = \ln\left(\frac{N_0(z)}{N(z)}\right)$. Ce terme est relié à la compacité par $\Psi(z) = \mu L \Phi(z)$. On pose $\alpha = \mu L \approx \mu D$. A partir d'une mesure de profil, on peut évaluer l'intégrale I_Ψ définie par :

$$I_\Psi = \int_0^\infty \Psi(z) dz$$

Ce calcul nécessite ici aussi d'extrapoler Ψ jusqu'à 0. On cherche ensuite à exprimer I_Ψ en fonction de la masse M de l'empilement. En effet, M vérifie :

$$M = \iiint \rho_b dV = \int_0^\infty \rho_b \Phi(z) S dz = \rho_b S \int_0^\infty \Phi(z) dz$$

où S est la surface horizontale du récipient cylindrique et vaut $S = \frac{\pi D^2}{4}$.

On en déduit donc la relation suivante :

$$I_{\Psi} = \alpha \frac{M}{\rho_b S} \quad (4.11)$$

La méthode employée consiste alors à évaluer I_{Ψ} pour des empilements de différentes masses, entre 500 et 1100 g (la masse totale de la surcharge est toutefois maintenue approximativement constante en rajoutant quand cela était nécessaire du lest posé sur le haut du récipient). Pour chaque masse, on a réalisé des mesures sur deux empilements fabriqués de façon très différente. Le premier, peu dense, est construit par une méthode que l'on présentera au paragraphe suivant (méthode 1). Le second, nettement plus dense, est obtenu en secouant le récipient. A partir de ces mesures doubles, on peut estimer des barres d'erreur pour chaque valeur de I_{Ψ} . La figure 4.10 représente la courbe de I_{Ψ} en fonction de $\frac{M}{\rho_b S}$.

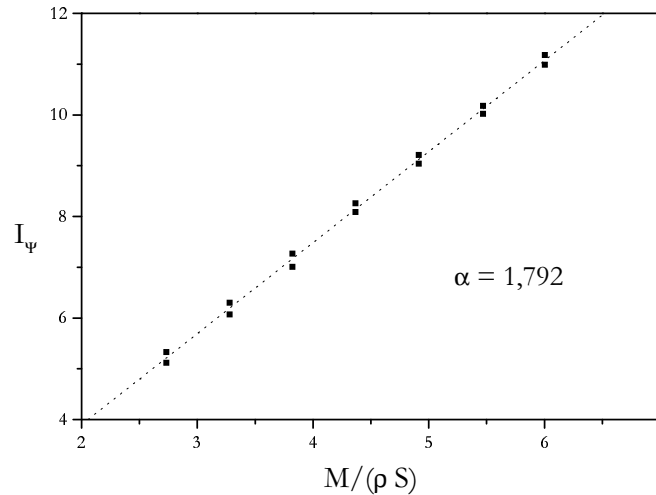


FIG. 4.10 – Courbe d'étalonnage représentant la valeur I_{Ψ} , définie dans le texte, en fonction du rapport $\frac{M}{\rho_b S}$. La pente fournit la valeur $\alpha = \mu D$.

On obtient bien une droite passant quasiment par 0. La pente de cette droite permet d'estimer avec précision la valeur du coefficient α pour ces billes de 1 mm : $\alpha^1 = (\mu D)_{exp}^1 = 1,792$.

D'où $\mu_{exp}^1 = 0,1878 \text{ cm}^{-1}$ et $K = \frac{\mu_{exp}^1}{\mu_{th}^1} = 0,968$.

On peut alors en déduire les coefficients α_{exp} et μ_{exp} pour les autres lots de billes :

| d (mm) | α_{exp} | μ_{exp} (cm^{-1}) |
|----------|----------------|---------------------------|
| 0,5 | 1,768 | 0,1853 |
| 1 | 1,792 | 0,1878 |
| 3 | 1,795 | 0,1882 |
| 5 | 1,826 | 0,1914 |
| 10 | 1,817 | 0,1905 |

On a vérifié que les valeurs moyennes de compacité obtenues pour les billes de 1 mm avec ce coefficient expérimental sont en accord avec une estimation basée sur une mesure de la hauteur des empilements. Cette confrontation est présentée sur la figure 4.11 et conforte, aux barres d'erreur près, la validité de l'étalonnage.

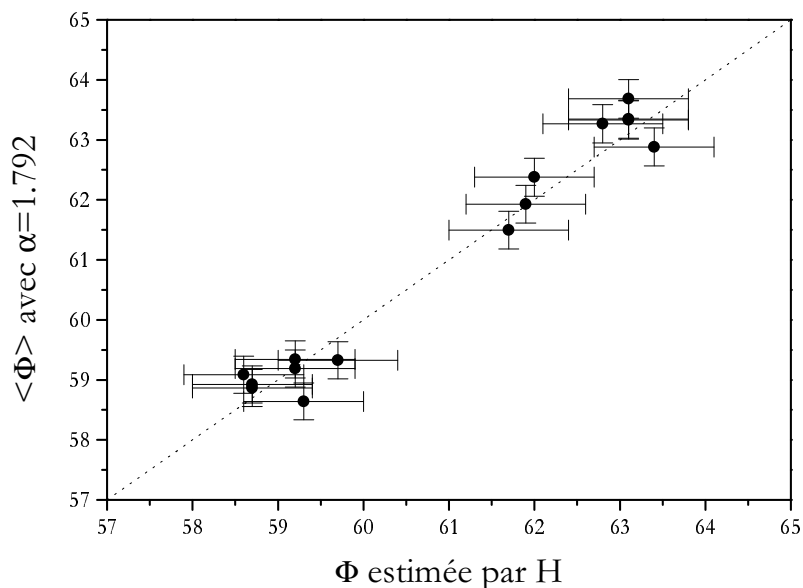


FIG. 4.11 – Courbe de vérification comparant les valeurs de $\langle \Phi \rangle$ obtenues avec l'étalonnage précédent à celles, moins précises, déduites d'une mesure de la hauteur H de l'empilement. L'accord est satisfaisant et valide notre procédure d'étalonnage.

4.6 Fabrication des empilements de départ

Pour permettre une étude comparative de la compaction dans différentes conditions expérimentales, il est indispensable de toujours travailler à partir de la même situation de départ. Cet empilement initial doit donc être réalisé de façon reproductible. Il doit aussi être peu dense si l'on souhaite analyser la densification du milieu. En effet, l'accroissement de compacité obtenu est alors plus grand et offre une meilleure précision lors de la recherche de lois d'ajustement. Pour les billes de 1 mm de diamètre, différentes méthodes de préparation d'un empilement ont été testées. La méthode retenue, notée méthode 1, permet d'obtenir un empilement de faible compacité qui nous servira d'empilement de départ dans la plupart de nos expériences. Cependant, il peut être utile dans certains cas d'avoir un empilement initial de forte densité. Nous avons donc mise au point une seconde méthode, la méthode 2, qui fournit un empilement de départ nettement plus dense. La figure 4.12 présente les deux profils verticaux de compacité obtenus par la méthode 1 et par la méthode 2. Chaque profil est une moyenne sur 10 réalisations différentes.

4.6.1 Méthode 1 : empilement lâche

Les billes sont versées à débit assez élevé (de l'ordre de 50 g.s^{-1}) sur un tamis de maillage 2 mm fixé sur le haut du récipient cylindrique. Un second cylindre de verre, de diamètre plus faible, a été introduit au préalable à l'intérieur du récipient. Ce cylindre est muni à sa base d'une grille horizontale de pas 10 mm . Une fois le récipient rempli, le cylindre intérieur est retiré à vitesse régulière. L'empilement ainsi construit est peu dense et reproductible. La compacité moyenne $\langle\Phi\rangle$ se situe systématiquement dans la gamme : $\langle\Phi\rangle = 58,3 \pm 0,4\%$. La barre d'erreur est liée en partie aux erreurs de reproductibilité et à l'incertitude de mesure ($\Delta\Phi \approx 0,3\%$). Sur le profil vertical moyen de compacité de la figure 4.12, la compacité apparaît assez homogène à l'exception du haut de l'empilement qui est plus dense. On peut interpréter qualitativement l'allure de ce profil. L'empilement obtenu à la fin de la première étape a une compacité intermédiaire, de l'ordre de 60% : les billes se déposent de façon assez collective du fait du débit élevé et peuvent créer localement de petites voûtes. L'utilisation du tamis assure une bonne reproductibilité de cette phase de dépôt en assurant notamment une répartition spatiale assez homogène. Le passage de la grille à travers l'empilement permet d'aérer davantage la structure et diminue encore la compacité finale. Cet effet de décompaction est moins efficace dans la partie haute de l'empilement et le gain en compacité est ainsi moins marqué.

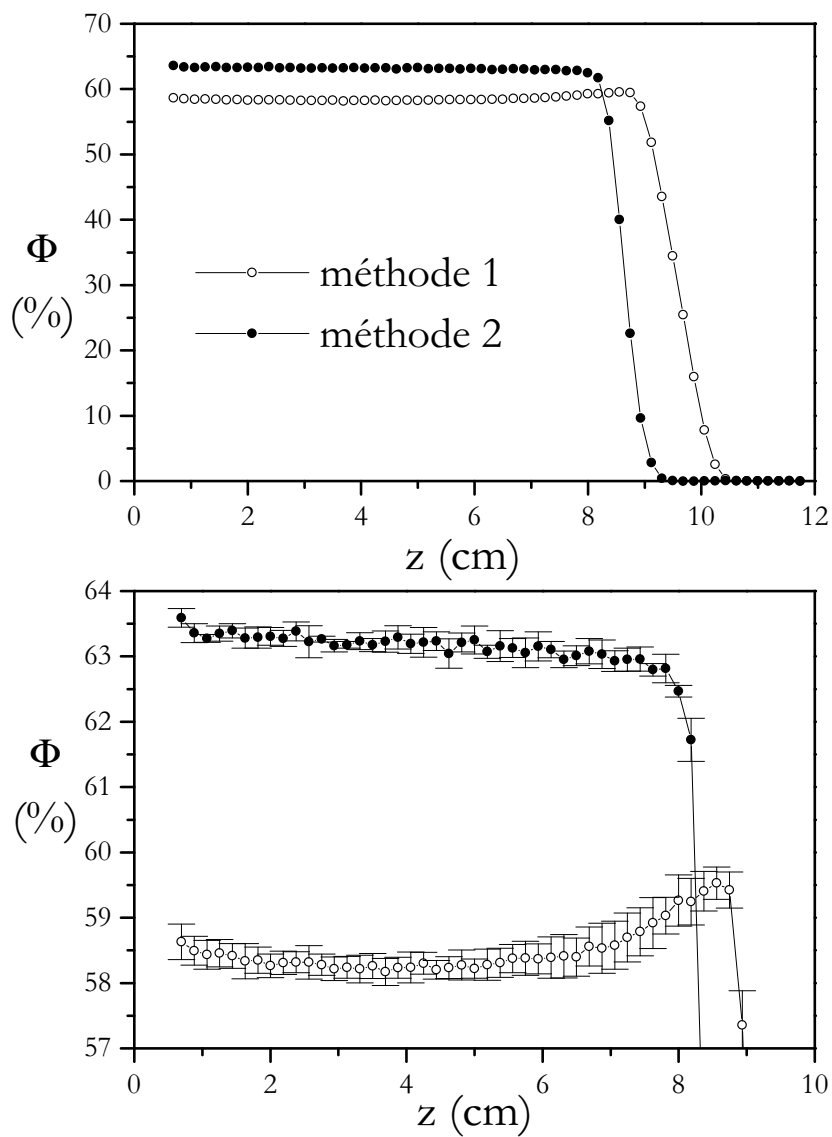


FIG. 4.12 – Les figures représentent les profils verticaux de compacité des empilements obtenus à partir des deux méthodes de construction. Ces profils sont des moyennes sur 10 réalisations. La figure du bas est un zoom sur la zone d'intérêt située entre 57 et 64 %.

4.6.2 Méthode 2 : empilement dense

Les billes se déposent dans le récipient après avoir traversé deux tamis successifs fixés sur le haut du récipient. Le débit est nettement plus faible que dans la première méthode (de l'ordre de 5 à 10 $g.s^{-1}$). Les tamis ont des maillages respectifs de 1,4 mm pour celui du dessus et 2 mm pour celui du dessous. L'empilement final est dense, proche de la limite de "l'empilement aléatoire dense" : $\langle \Phi \rangle = 63,2 \pm 0,3\%$. La barre d'erreur correspond ici à l'incertitude de mesure. Le profil moyen présenté sur la figure 4.12 est légèrement décroissant avec la hauteur. Cette forte compacité est principalement liée au faible débit utilisé et aux tamis qui permettent une répartition spatiale des billes. Les billes tombent en une pluie quasi-homogène et de faible intensité. On se rapproche du cas limite où les billes se déposent individuellement. Chaque bille arrive au sommet de l'empilement avec l'énergie acquise pendant sa chute et, comme elle est peu gênée par la présence de billes voisines, elle peut explorer un grand nombre de configurations jusqu'à trouver un minimum local d'énergie potentielle. L'empilement se construit assez lentement mais avec une forte compacité. Le léger gradient négatif observé sur le profil se comprend par la diminution de la distance de chute au fur et à mesure que l'empilement se forme.

Pour les billes de tailles différentes, ces deux méthodes ont été adaptées en conservant autant que possible les mêmes rapports entre les diamètres des billes et les pas des grilles employées. Toutefois, pour les billes les plus grosses, on n'utilisera plus de tamis fixés sur le haut du récipient.

4.7 Comparaison avec le dispositif utilisé à Chicago

Notre dispositif expérimental présente plusieurs différences avec celui de l'équipe de Chicago décrit au chapitre 1. Il possède tout d'abord un écartement latéral beaucoup plus important, de l'ordre de $N_h = \frac{D}{d} \approx 100$ (pour les billes de 1 mm de diamètre) contre $N_h^{Chicago} \sim 10$ (D et d sont respectivement les diamètres du récipient et des billes). Ce choix vise à limiter au maximum l'effet géométrique des parois qui a une portée d'environ 10 tailles de grains (Ben Aïm, 1970). On se place ainsi dans des conditions expérimentales a priori plus générales dans la mesure où les effets parasites que peuvent induire la présence des parois (mise en ordre locale, cristallisation) perturberont nettement moins l'évolution d'ensemble du système. Il sera également possible d'utiliser des billes de tailles différentes afin d'analyser l'impact de l'écartement latéral sur le processus de compaction.

Une seconde distinction entre les deux dispositifs concerne le rapport d'aspect des empilements étudiés. Le dispositif de Chicago est constitué d'un tube de diamètre $1,88\text{ cm}$ rempli de billes sur une hauteur d'environ 87 cm , soit un rapport hauteur sur largeur de l'ordre de 50. Nous travaillons à l'inverse avec un rapport d'aspect proche de 1. Cette différence géométrique a une incidence sur la pression verticale au sein d'un empilement statique. En effet, dans un tube étroit, la résultante verticale des contraintes à une hauteur donnée n'est pas égale au poids total de la partie supérieure de l'empilement. Une portion de ce poids est redistribuée vers les parois qui supportent donc une fraction plus ou moins grande de la charge supérieure (Duran, 1997). Cet écrantage de la contrainte verticale moyenne a été modélisée pour la première fois par Janssen (Janssen, 1895). Cette saturation est exponentielle avec une longueur caractéristique, dite longueur d'écrantage, de l'ordre du diamètre du récipient. Ainsi, avec le dispositif de Chicago, la pression verticale est constante dans la quasi-totalité de la hauteur d'un empilement statique tandis que dans nos échantillons, la pression verticale P ne sature pas et conserve une allure proche du cas hydrostatique ($P - P_0 \propto h$). Un lecteur intéressé par cet "effet Janssen" pourra se reporter aux thèses de P. Claudin ou de L. Vanel (Claudin, 1999; Vanel, 1999). Toutefois, dans quelles limites ces disparités au niveau des contraintes mécaniques peuvent-elles jouer un rôle lors de l'évolution dynamique de l'empilement ? Pour des secousses de faibles intensités, on reste proche du régime statique et cet effet Janssen est tout à fait envisageable. Lors de secousses plus énergétiques, le comportement dynamique devient plus complexe et d'autres effets sont à prendre en compte (collisions multiples entre les billes, mouvements de glissement importants à la paroi latérale, onde de choc lors de la retombée de l'empilement sur le fond du récipient,...). Toutefois les parois influent très certainement la dynamique de l'empilement.

Une dernière différence notable réside dans le frottement entre les billes et la paroi latérale. Les auteurs des diverses expériences réalisées à Chicago précisent en effet que l'utilisation de parois très lisses et de billes présentant un faible coefficient de frottement statique leur a permis de supprimer toute convection lors des séquences de compaction (Knight et al., 1993; Knight et al., 1995). Pour notre part, nous avons travaillé avec des billes de verre de différents diamètres et des parois également en verre. La paroi latérale du récipient n'a pas subi de traitement spécifique et les coefficients de frottement entre cette paroi et les différentes billes utilisées sont assez faibles. Les mesures de ces coefficients présentées

au chapitre 3 restent comprises entre 0,12 et 0,18. Malgré ces conditions de frottement très limitées, de la convection a systématiquement été observée dans nos expériences, à forte comme à faible intensité de secousse ou de vibration. Il nous semble donc plus vraisemblable de penser que ce sont principalement les conditions géométriques particulières (écartement faible, rapport d'aspect élevé) qui limitent drastiquement la convection dans le dispositif de l'équipe de Chicago. En effet, un écartement latéral faible impose une forte contrainte géométrique dans l'empilement limitant ainsi un déplacement relatif entre les billes en contact avec la paroi et leurs voisines. Un rapport d'aspect élevé va également être défavorable à la formation de rouleaux de convection de grande taille dans l'empilement et une éventuelle mise en tas à la surface sera très peu visible.

4.8 Bilan

A la suite des différentes mises au point et de l'étalonnage du dispositif gammamétrique, nous disposons d'un outil très performant capable de sonder assez finement et avec précision la densité d'un empilement de billes. A l'aide des diverses mesures qui peuvent être réalisées (compacité moyenne, profil vertical de compacité, énergie potentielle moyenne), nous allons à présent étudier la densification lente de cet empilement lorsqu'il est soumis à des secousses verticales répétées.

Chapitre 5

Etude de la compaction granulaire : observations expérimentales

A l'aide du dispositif gammamétrique que l'on vient de présenter, il est désormais possible de suivre la densification lente d'un empilement de billes sous sollicitations verticales répétées. Par ailleurs, comme on l'a précisé à la fin du chapitre 4, la géométrie même du dispositif est à l'origine de mouvement de convection à l'intérieur du récipient. Ainsi, une séquence de secousses ou de vibrations a pour effet non seulement de compacter progressivement l'empilement, mais aussi d'induire un flux collectif de billes à l'intérieur de l'échantillon. Ces deux phénomènes de compaction et de convection sont indissociables dans nos expériences. D'autres types de mesures expérimentales ont été utilisées pour analyser spécifiquement la convection.

Dans la suite, nous présentons séparément, dans les deux premiers paragraphes de ce chapitre, les comportements génériques de ces deux phénomènes. Plusieurs paramètres extérieurs peuvent modifier ces comportements (intensité et fréquence des sollicitations, tailles des billes, condition mécanique imposée à l'empilement). Plutôt que d'analyser indépendamment ces effets sur la compaction et la convection, nous avons préféré, par souci de clarté, regrouper ces résultats et les présenter en parallèle dans une même partie.

5.1 Phénoménologie de la compaction

Nous étudions ici la compaction lente d'un empilement de billes à l'aide du dispositif gammamétrique. L'allure générale des courbes de densification est analysée, notamment en recherchant une loi d'ajustement satisfaisante. Nous nous intéressons également à l'évolution au niveau des profils de compacité et comparons les différents états stationnaires

obtenus en fin de compaction. Plusieurs résultats confirmant l'analogie avec les systèmes vitreux sont présentés ainsi qu'un changement de comportement qui apparaît autour du seuil de décollage en accélération.

5.1.1 Conditions expérimentales

Les différents résultats présentés dans ce paragraphe ont été obtenus pour des empilements de billes de 1 mm de diamètre et avec des sollicitations de type secousse à la fréquence de 30 Hz. Une description précise de cette secousse a été donnée au chapitre 3. L'intensité des secousses est toujours paramétrée par l'accélération sans dimension $\Gamma = \frac{\gamma_{max}}{g}$ où g correspond à l'accélération de la pesanteur et où γ_{max} désigne, en valeur absolue, l'amplitude du pic négatif d'accélération mesurée expérimentalement. Un délai de l'ordre $\Delta t \approx 0,7$ s est imposé entre deux secousses successives. Ce délai ne sert pas véritablement à la relaxation de l'empilement puisqu'on a vu au chapitre 3 que cette relaxation était quasi-instantanée à l'échelle de l'empilement. Il vise plutôt à éviter des effets intrinsèques à une vibration continue comme des doublements de période ou des ondes de surface (Douady et al., 1989; Jaeger et al., 1996; Clément, 1998). Enfin, pour minimiser les interactions cohésives entre les billes, nous avons réalisé toutes ces expériences sous humidité contrôlée, comprise entre 50 et 60 %. Dans ces conditions, les interactions électrostatiques, qui deviennent importantes en atmosphère sèche, et les forces capillaires, très notables à forte humidité, peuvent être négligées.

Plusieurs séquences de densification, de 10^4 jusqu'à plus de 10^6 secousses, ont été réalisées avec des intensités Γ comprises entre 0 et 10. L'empilement de départ est celui construit par la méthode 1 et a une compacité initiale $\langle \Phi \rangle = 58,3 \pm 0,4$ % (paragraphe 4.6). La compacité moyenne $\langle \Phi \rangle$ et le profil vertical de compacité $\Phi(z)$ sont évaluées régulièrement. Ces mesures sont coûteuses en temps, particulièrement l'acquisition d'un profil qui dure environ une heure. Comme on sait que l'évolution étudiée est lente et ne nécessite pas une évaluation systématique qui fournirait des informations redondantes, nous avons espacé régulièrement ces mesures sur une échelle de temps logarithmique de façon à limiter la durée totale d'une séquence. Ainsi notre résolution temporelle se décompose en 2 acquisitions de profil par décade et 50 mesures de compacité moyenne par décade (sauf bien sûr pendant la première décade où l'on réalise des mesures systématiques de $\langle \Phi \rangle$). La durée totale de ces différentes séquences de secousses peut aller d'une vingtaine d'heures à plus d'une semaine.

5.1.2 Allure générale

Ces nombreuses expériences permettent de suivre l'évolution progressive de la compacité moyenne $\langle \Phi \rangle$, du profil de compacité $\Phi(z)$ et de l'énergie potentielle moyenne $\langle Z \rangle$ déduite du profil. Par la suite, le numéro de la secousse est appelée "temps" même s'il ne correspond pas directement au temps physique.

La figure 5.1 montre l'allure typique de l'évolution temporelle de la compacité moyenne $\langle \Phi \rangle$. Les courbes présentées sont soit des résultats bruts, soit des moyennes sur 2 réalisations. On observe une densification lente et progressive de l'empilement jusqu'à atteindre, au bout d'un temps caractéristique plus ou moins long, un état stationnaire final de compacité $\langle \Phi \rangle_{ss}$. En comparaison des représentations en échelle linéaire et en échelle logarithmique du temps, on constate que cette dynamique lente nécessite le recours à l'échelle logarithmique. De façon à pouvoir représenter l'empilement de départ ($t = 0$) sur cette échelle, on utilisera la variable $t + 1$ comme sur la figure 5.1.

Cette extrême lenteur du comportement est caractéristique d'un effet auto-inhibiteur : au fur et à mesure que l'empilement se densifie, le temps caractéristique de la compaction augmente. Ainsi, plus le système se rapproche de l'équilibre et plus sa dynamique de relaxation ralentit. Cet effet est mis en évidence sur la figure 5.2 : nous étudions la cinétique de compaction à partir d'une étape intermédiaire qui est prise comme nouveau point de départ. C'est-à-dire que l'empilement obtenu après un certain nombre de secousses t_w va servir de nouvelle situation initiale. On fixe ainsi une nouvelle origine de temps ($t \rightarrow t - t_w$) et on s'intéresse à l'évolution ultérieure constatée à partir de cet empilement de départ : $\langle \Phi \rangle_w(t) = \langle \Phi \rangle(t + t_w)$ avec $t = 1, 2, \text{etc.}$

Chaque courbe $\langle \Phi \rangle_w$ fournit alors un temps caractéristique de compaction $\tau_{1/2}$ qui dépend de t_w . Ce temps correspond au nombre de secousses nécessaire à la compacité $\langle \Phi \rangle_w$ pour atteindre la moitié de son accroissement total. A partir de ces courbes $\langle \Phi \rangle_w$, on peut également déduire un temps caractéristique τ_{KWW} grâce à une loi d'ajustement de type Kohlrausch-Williams-Watts sur laquelle nous reviendrons plus tard (formule (5.6)). La figure 5.2 montre bien que ces deux temps caractéristiques $\tau_{1/2}$ et τ_{KWW} augmentent avec t_w c'est-à-dire au fur et à mesure que l'empilement se compacte. On constate par ailleurs que l'utilisation de la loi d'ajustement permet de réduire sensiblement les fluctuations par rapport à l'estimation directe de $\tau_{1/2}$.

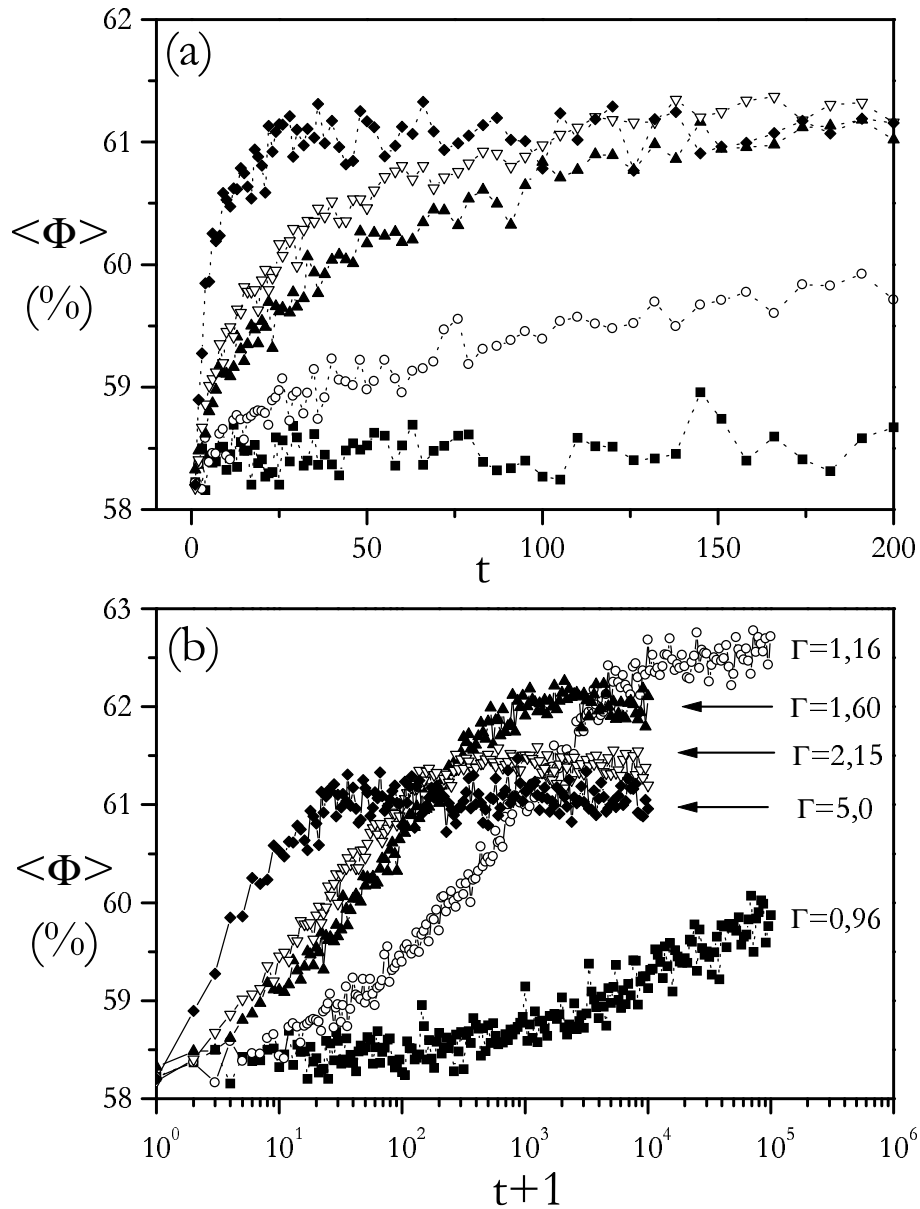


FIG. 5.1 – Evolution de la compacité moyenne $\langle \Phi \rangle$ en fonction du nombre de secousses t pour différentes valeurs de l'intensité Γ des secousses. Les courbes sont représentées en échelle linéaire (a) et logarithmique (b) du temps. Dans ce dernier cas, on utilise la variable $t + 1$ de façon à faire apparaître la valeur initiale sur la figure.

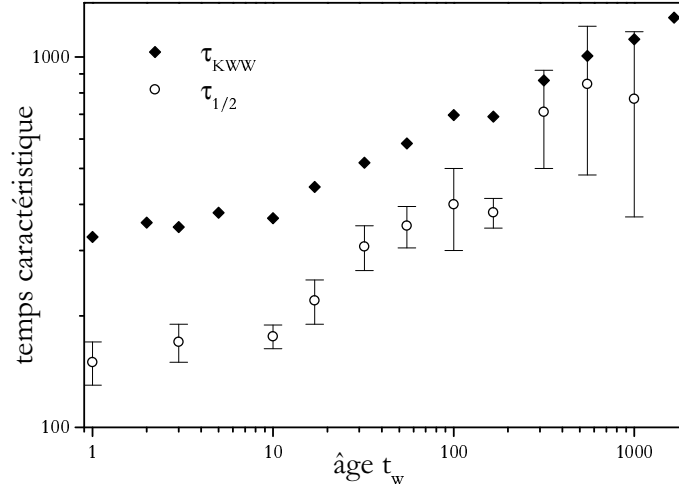


FIG. 5.2 – Mise en évidence du caractère auto-inhibiteur de la compaction à travers l’augmentation du temps caractéristique de relaxation en fonction de l’âge t_w de l’empilement sous secousses. On évalue directement un temps $\tau_{1/2}$ à partir des courbes expérimentales (○) et un temps τ_{KWW} , déduit d’une loi d’ajustement (◆).

L’évolution temporelle de l’énergie potentielle moyenne $\langle Z \rangle$ est du même type que celle de $\langle \Phi \rangle$ avec, cette fois, une diminution lente jusqu’à la valeur finale $\langle Z \rangle_{ss}$. Plusieurs courbes sont présentées sur la figure 5.3 correspondant aux mêmes valeurs de Γ que celles proposées dans la figure 5.1 mais avec un plus petit nombre de points expérimentaux étant donné que les valeurs de $\langle Z \rangle$ sont déduites des mesures de profil, lesquelles ne sont réalisées que toutes les demi-décades. Sur ces deux courbes, on constate que l’empilement stationnaire final est d’autant plus dense que l’intensité des secousses est faible : $\langle \Phi \rangle_{ss}$ diminue avec Γ tandis que $\langle Z \rangle_{ss}$ augmente. Mais, en contrepartie, le temps nécessaire pour atteindre cet état final devient de plus en plus grand. Pour les plus faibles valeurs de Γ , ce temps peut dépasser l’échelle temporelle accessible expérimentalement. Cependant, on peut continuer à observer une évolution même au-dessous du seuil de décollage des billes. En effet, au chapitre 3, on a estimé ce seuil Γ_d à environ 1,2 et, sur les figures 5.1 et 5.3, la courbe de compaction obtenue pour $\Gamma = 0,96$ ($\Gamma < \Gamma_d$) est présentée. La densification est extrêmement lente mais elle existe de façon manifeste. Par contre, dans cette gamme d’intensités Γ , on ne peut avoir accès qu’au début du phénomène de compaction. Une étude plus complète du comportement au niveau de ce seuil est détaillée par la suite.

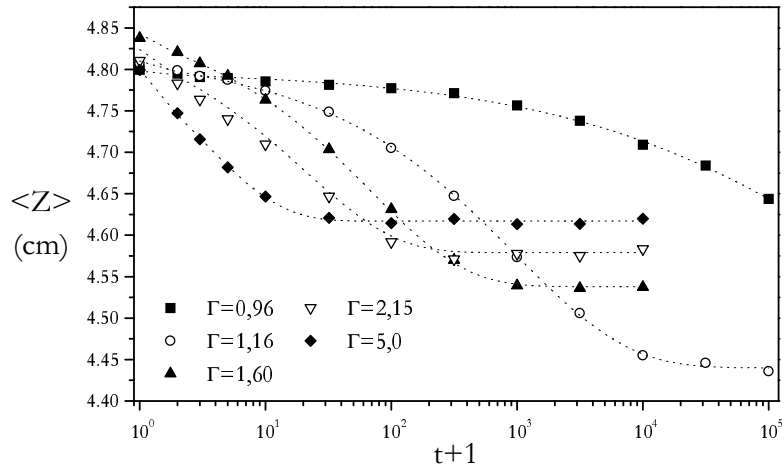


FIG. 5.3 – Evolution de la compacité moyenne $\langle Z \rangle$ en fonction du nombre de secousses t pour différentes valeurs de l'intensité Γ des secousses. Les courbes en pointillé sont des lois d'ajustement de type Kohlrausch-Williams-Watts sur lesquelles nous reviendrons plus tard (formule (5.6))

Si l'on compare l'allure de cette compaction aux résultats précédemment obtenus par l'équipe du James Frank Institute de Chicago (chapitre 1), plusieurs différences assez nettes apparaissent. Tout d'abord, les courbes brutes que nous obtenons sont nettement moins fluctuantes que celles de Chicago qui nécessitent de moyennner sur 5 réalisations. Par ailleurs, l'allure générale de la compaction diffère de façon assez significative, notamment aux temps longs. En effet, la relaxation finale vers un état stationnaire n'avait pas été clairement établie jusqu'à présent, tandis que nos résultats la mettent très distinctement en évidence. On retrouve bien sûr des courbes d'évolution extrêmement lentes dans les deux études, mais, à intensité de secousse Γ fixée, la dynamique est nettement plus rapide dans nos expériences. Cette différence de temps caractéristique de relaxation semble particulièrement notable pour les plus grandes valeurs de Γ . Alors que, dans ce cas, nous obtenons un état stationnaire final au bout de 10 à 100 secousses, les courbes d'évolution observées à Chicago ne sont pas encore stabilisées après 10^4 secousses. C'est vraisemblablement la disparité au niveau des contraintes latérales qui provoque ces différences de comportement. Il est possible que, dans les essais de Chicago, l'effet des parois limite l'impulsion réellement

ressentie dans l'empilement. Pour des secousses très énergétiques, on peut penser que le réseau de forces de contact entre les billes, rendu très résistant par ces effets de bords, parvient à encaisser une grande partie de la sollicitation. L'accélération des secousses serait alors écrêtée en conséquence. Ceci expliquerait pourquoi, dans les expériences réalisées à Chicago, dès que $\Gamma \gtrsim 3$, les courbes mesurées sont quasiment toutes identiques (voir la figure 1.5 dans le chapitre 1).

5.1.3 Dynamique de la compaction

Pour analyser de façon plus quantitative cette dynamique de compaction, nous souhaitons dans un premier temps évaluer le plus précisément possible un temps caractéristique de densification. Dans un second temps, nous cherchons une fonction d'ajustement décrivant au mieux l'allure générale des courbes de compaction et fournissant de ce fait un outil d'analyse utile.

Temps caractéristique de compaction

Ce temps représentatif de la vitesse de densification peut être obtenu de plusieurs façons. Si une loi analytique conduit à un ajustement satisfaisant des courbes expérimentales, on peut directement en extraire un temps caractéristique. On obtient alors des valeurs précises par minimisation de l'écart quadratique entre les mesures expérimentales et l'ajustement proposé. Mais cette méthode est dépendante du choix de la loi analytique utilisée. Il est donc nécessaire que cette loi soit fiable sur toute la plage expérimentale explorée. La recherche de la loi la mieux adaptée est présentée au paragraphe suivant. Mais tout d'abord, pour s'affranchir de ce choix arbitraire, nous avons effectué une série de mesures permettant d'évaluer expérimentalement un temps caractéristique de compaction.

Une étude de ce type a déjà été réalisée lors du travail sur la simulation numérique dans le chapitre 2. Ici, les expériences ont été mises en œuvre de façon analogue : on compare deux séquences de secousses réalisées pour une même intensité Γ mais à partir de situations initiales différentes. En partant de l'empilement peu dense obtenu par la méthode 1 ($\langle\Phi\rangle = 58,3 \pm 0,4\%$), on observe une compaction du type de celles présentées précédemment. Lorsque l'empilement initial est construit par la méthode 2 ($\langle\Phi\rangle = 62,3 \pm 0,3\%$), il se décompacte progressivement jusqu'à converger vers le même état final que dans le premier cas. Un exemple de ces expériences de convergence est montré sur la figure 5.4. Ces expériences confirment qu'un empilement secoué avec une intensité Γ donnée relaxe

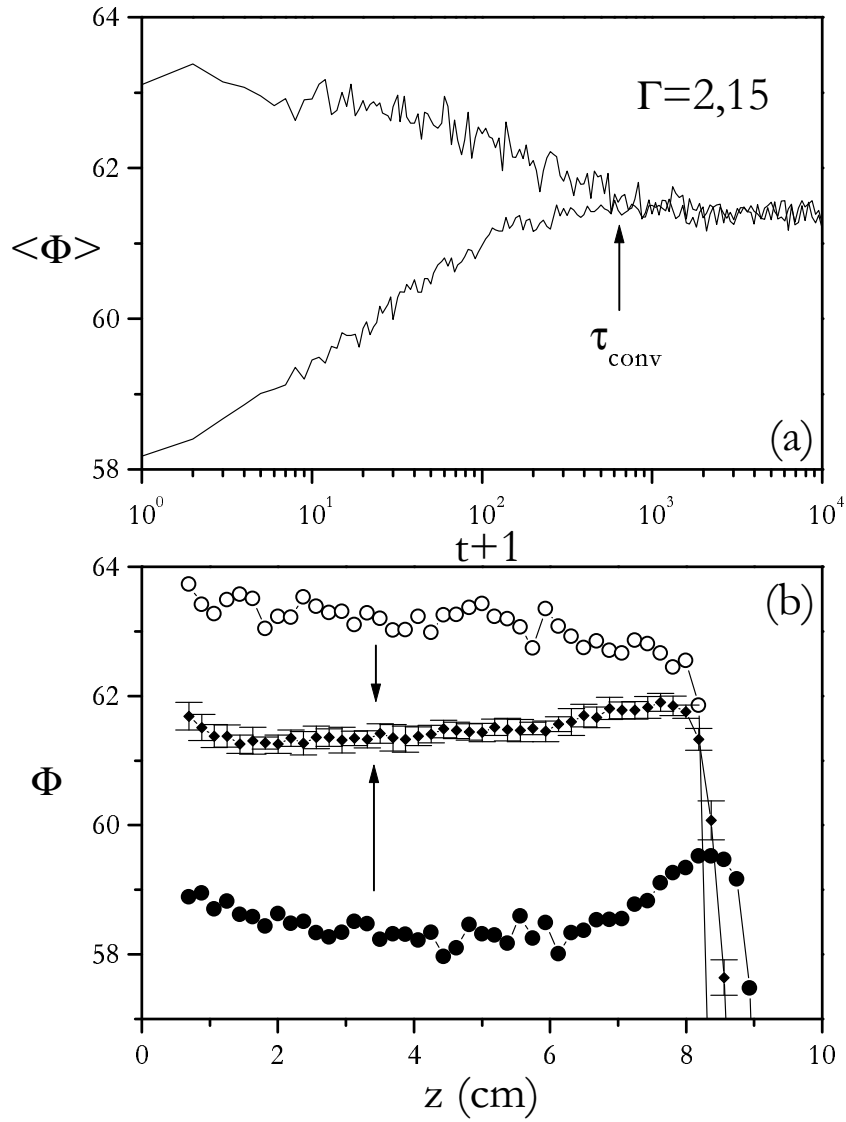


FIG. 5.4 – Convergence des courbes de compaction et de décompaction obtenues pour $\Gamma = 2,15$ et observées au niveau de la compacité moyenne $\langle \Phi \rangle$ (a) et du profil vertical de compacité $\Phi(z)$ (b). Un temps caractéristique de convergence τ_{conv} peut être estimé au moment où les courbes de compacité se rejoignent.

vers un état stationnaire final unique, indépendant de l'état initial du système. Cette unicité de l'état final, pour une valeur de Γ donnée, est mise en évidence par la convergence des compacités moyennes $\langle \Phi \rangle$ mais aussi des profils de compacité. Quelle que soit la situation de départ, il y a bien convergence vers un même état d'équilibre qui n'est fonction que de la nature de la sollicitation. A partir de ces courbes, il est possible d'estimer un temps de convergence τ_{conv} au moment où les deux courbes se rejoignent. Dans ces essais, les configurations initiales utilisées sont un empilement peu dense, proche de la limite de "l'empilement aléatoire lâche" ($\Phi_{RLP} \approx 55\%$), et un empilement très dense qui correspond quasiment à "l'empilement aléatoire dense" ($\Phi_{RCP} \approx 64\%$). La plupart des empilements se trouvant dans une situation intermédiaire vis à vis de ces deux limites, le temps τ_{conv} peut être interprété comme le temps de mémoire d'un empilement sous sollicitation donnée. En effet, ce temps correspond au nombre maximal de secousses que requiert un empilement pour "oublier" complètement son état initial et toute son histoire antérieure. Dans la figure 5.7 proposée dans le paragraphe suivant, nous présentons l'évolution de ce temps τ_{conv} et sa comparaison avec un autre temps caractéristique fourni cette fois par une loi d'ajustement fiable. Mais auparavant, nous allons présenter la démarche suivie pour obtenir cette loi d'ajustement.

Recherche d'une loi d'ajustement

Il s'agit de proposer une loi analytique permettant de décrire de façon fiable et univoque l'évolution observée expérimentalement. Nous allons passer en revue les différentes lois déjà proposées dans des études précédentes. Ces lois sont testées et critiquées à la lumière de nos résultats expérimentaux. Tout au long de cette étude, nous nous reporterons à la figure 5.5. Cette figure montre en effet, à fin de comparaison, les différentes lois d'ajustement proposées pour une courbe de compaction typique : celle obtenue pour $\Gamma = 1,60$.

Dans les expériences réalisées à Chicago, la loi empirique (5.1), en inverse du logarithme du temps, avait été proposée :

$$\langle \Phi \rangle(t) = \langle \Phi \rangle_{\infty} - \frac{\Delta \langle \Phi \rangle_{\infty}}{1 + B \ln(1 + \frac{t}{\tau})} \quad (5.1)$$

Des différences importantes ont été constatées entre la dynamique de compaction obtenue à Chicago et celle de nos propres expériences. Cette loi (5.1) risque donc de ne plus être compatible avec nos résultats. En effet, comme le montre la figure 5.5, elle présente un bon accord sur le début de la courbe typique de compaction, mais elle ne parvient pas à décrire

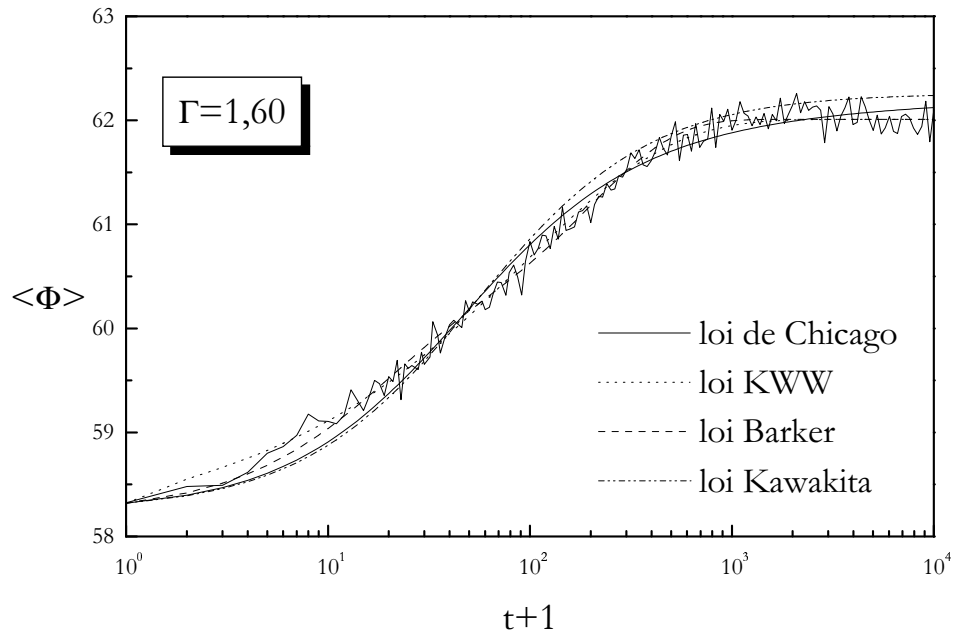


FIG. 5.5 – Courbe de compaction obtenue pour $\Gamma = 1,60$. On compare sur cet exemple les différentes lois d'ajustement évoquées dans le texte : loi empirique proposée à Chicago (courbe en trait plein), loi KWW (courbe en pointillé), loi de Barker et Mehta (courbe en tirets) et la loi de Kawakita (courbe en trait mixte).

de façon satisfaisante la relaxation finale vers l'état stationnaire. En particulier, la valeur obtenue pour le paramètre $\langle \Phi \rangle_\infty$ est systématiquement plus élevée que la valeur $\langle \Phi \rangle_{ss}$ mesurée en fin d'expérience. Dans certains cas, $\langle \Phi \rangle_\infty$ peut même dépasser nettement la limite de 64 % correspondant à "l'empilement aléatoire dense". On retrouve donc le même type de difficultés que celles rencontrées dans l'étude numérique du chapitre 2. Par ailleurs, cette forte surestimation de la compacité asymptotique qu'impose la loi (5.1) apparaissait déjà dans les résultats de l'équipe de Chicago (figure 1.9 du chapitre 1) où les valeurs obtenues pour $\langle \Phi \rangle_\infty$ allaient jusqu'à 70 %. Elle a également été notée dans une étude expérimentale plus récente (Lesaffre, 2001), en particulier pour des empilements saturés avec des huiles de viscosités variables. Les effets hydrodynamiques ralentissent alors le processus et permettent une observation beaucoup plus nette de la partie finale de la relaxation. Les auteurs de cette dernière étude proposent de modifier cette loi en remplaçant au dénominateur le paramètre B par un terme en exponentielle croissante du temps $B(t) = B_0 e^{(t/t_s)}$. Cette adaptation permet de mieux rendre compte de la relaxation finale vers l'état stationnaire et fournit pour $\langle \Phi \rangle_\infty$ des valeurs beaucoup plus faibles et compatibles avec les mesures expérimentales. Toutefois, cette modification peut sembler artificielle. Notamment, le choix de conserver la dépendance logarithmique impose d'ajouter un paramètre supplémentaire. Or ce paramètre correspond à un second temps caractéristique dont on ignore l'origine physique. Quel processus serait la cause de cette saturation de la dynamique en fin de compaction ?

On envisage plutôt de rechercher d'autres lois d'ajustement possibles. En s'inspirant des travaux antérieurs sur le sujet, présentés dans le chapitre 1, plusieurs choix s'offrent à nous. Nous avons ainsi testé la loi en double exponentielle proposée par Barker et Mehta (Barker et Mehta, 1993), où $X = \langle \phi \rangle$ ou $\langle Z \rangle$:

$$X(t) = X_\infty - \Delta X_{ind} \exp\left(-\frac{t}{\tau_{ind}}\right) - \Delta X_{col} \exp\left(-\frac{t}{\tau_{col}}\right) \quad (5.2)$$

Comme on l'a déjà vu, ce modèle élémentaire postule deux comportements bien distincts basés sur deux modes de réarrangements, l'un individuel et l'autre collectif, avec des temps caractéristiques τ_{ind} et τ_{col} . La relaxation d'ensemble est prise comme la simple somme des relaxations spécifiques à chaque type de réorganisation locale et supposées chacune exponentielle. L'accord est assez correct pour la compacité $\langle \Phi \rangle$ (voir figure 5.5) mais nettement moins bon pour l'énergie potentielle $\langle Z \rangle$. Par ailleurs, cette loi impose 5 paramètres dont uniquement deux peuvent être déduits des courbes expérimentales à partir des

valeurs initiale et finale de X . Comme en plus l'approche de départ distingue très schématiquement des comportements purement individuels ou purement collectifs, cette loi n'a pas été retenue par la suite.

Une autre loi empirique, proposée tour à tour par Kawakita, dans le cadre de la compaction en génie civil (Kawakita et Lüdde, 1970; Yamashiro et al., 1983), et par Sone, lors d'essais avec certaines denrées alimentaires (Sone, 1972; Malave et al., 1985), est souvent utilisée dans des expériences de compaction. Nous rappelons ici cette loi déjà introduite au chapitre 1 et qui relie linéairement la diminution relative de volume par rapport à l'empilement de départ, $C_N = \frac{V_0 - V_N}{V_0}$, au nombre cumulé de sollicitations N :

$$\frac{N}{C_N} = \frac{N}{a} + \frac{1}{ab} \quad (5.3)$$

Plusieurs résultats expérimentaux montrent que cette relation linéaire est bien vérifiée pour une large gamme de dispositifs et de matériaux (Yamashiro et al., 1983; Malave et al., 1985; Yu et Hall, 1994). Toutefois, ces essais ont été réalisés sur des séquences de compaction courtes ne dépassant généralement pas une centaine de sollicitations. Nous avons donc testé cette loi sur nos résultats expérimentaux et obtenu également une bonne linéarité qui semble se maintenir également pour des temps beaucoup plus longs. Cependant, ce bon ajustement n'est que relatif. En effet, l'écriture spécifique de la loi (5.3) impose cette dépendance linéaire : la valeur de C_N est relativement faible, en particulier dès que la compaction devient assez lente, et c'est rapidement N qui devient dominant dans le rapport $\frac{N}{C_N}$. Cette relation linéaire est donc créée assez artificiellement. Pour comparer cette loi aux autres, il faut se placer dans les mêmes conditions de représentation. On réécrit donc la loi (5.3) pour exprimer la compacité $\langle \Phi \rangle(t)$ en fonction du nombre de secousses t . Pour cela la compacité finale $\langle \Phi \rangle_\infty = \frac{\langle \Phi \rangle_0}{1-a}$ et le "temps caractéristique" de la compaction (correspondant à la moitié de l'accroissement total de la compacité) $\tau_{1/2} = \frac{1}{(1-a)b}$, sont introduits. On obtient alors :

$$\langle \Phi \rangle(t) = \langle \Phi \rangle_0 + \frac{\langle \Phi \rangle_\infty - \langle \Phi \rangle_0}{1 + \frac{\tau_{1/2}}{t}} \quad (5.4)$$

Si l'on teste maintenant cette nouvelle loi (5.4), le résultat obtenu n'est absolument pas satisfaisant comme on peut le voir sur la figure 5.5. Seule l'estimation de la compacité finale $\langle \Phi \rangle_\infty$ semble assez fiable. Or, comme il est possible d'évaluer a uniquement sur le

début de la compaction, on peut déduire une valeur approchée dans la compacité finale avant d'avoir atteint l'état stationnaire. Par ailleurs, on a également vérifié que $1 - a$ est proportionnel à Φ_0 , confirmant ainsi que $\langle \Phi \rangle_\infty$ est indépendant de la compacité de départ. Toutefois, ces estimations ne sont plus correctes lorsque la compaction devient trop lente, à savoir lorsque $\Gamma \leq 1, 2$ dans nos expériences.

Enfin, nous émettons ici des réserves sur l'interprétation physique à donner aux deux paramètres a et b . En effet, Yamashiro et ses collaborateurs (Yamashiro et al., 1983) ont observé une assez bonne corrélation entre le paramètre $1/b$ et la "cohésion" au sein de l'empilement étudié (mesurée par des essais de cisaillement mais sans plus de précision sur la méthode exacte), et également entre $1/a$ et la fluidité du milieu (estimée par mesure du débit à travers un entonnoir). Ces résultats suggèrent donc que a et b sont principalement dépendants des caractéristiques intrinsèques du matériau granulaire utilisé. Et, par suite, pour un matériau donné, les courbes de compaction devraient alors être à peu près identiques. Or, pour un même type de billes, nous observons des comportements très différents en fonction de l'intensité des secousses avec des valeurs correspondantes pour les paramètres a et b qui sont très variables en fonction de Γ et aussi de la compacité de départ. L'interprétation proposée n'est donc pas satisfaisante.

Une autre formulation empirique est également parfois utilisée ; l'équation de Heckel modifiée (Yu et Hall, 1994) :

$$\langle \Phi \rangle_\infty - \langle \Phi \rangle(t) = (\langle \Phi \rangle_\infty - \langle \Phi \rangle_0) \exp(-Kt^\beta) \quad (5.5)$$

Cette loi n'est autre que la loi de Kohlrausch-Williams-Watts ou fonction KWW qui est très connue en physique des verres. C'est en effet la fonction qui semble la mieux adaptée pour décrire l'évolution d'un système thermique hors équilibre. Cette loi offre un très bon ajustement dans de nombreux cas de relaxation vitreuse et pour des systèmes très variés (Götze et Sjögren, 1992; Ediger et al., 1996). Toutefois, elle ne semble pas avoir d'interprétation physique à l'échelle microscopique (Phillips, 1996). Nous l'écrivons plutôt sous la forme suivante :

$$\langle \Phi \rangle(t) = \langle \Phi \rangle_\infty - \Delta \langle \Phi \rangle_\infty \exp(-(\frac{t}{\tau})^\beta) \quad (5.6)$$

Cette loi KWW avait été testée sans véritable succès dans les expériences de l'équipe de Chicago. Ici, au contraire, elle traduit très bien nos résultats expérimentaux. Le très bon ajustement fourni par cette loi de Kohlrausch-Williams-Watts, qui apparaît déjà sur

la figure 5.5, peut-être encore davantage mis en évidence. Ainsi, la figure 5.6 présente un grand nombre de courbes $\langle\Phi\rangle(t)$ obtenues pour une large gamme d'intensités Γ .

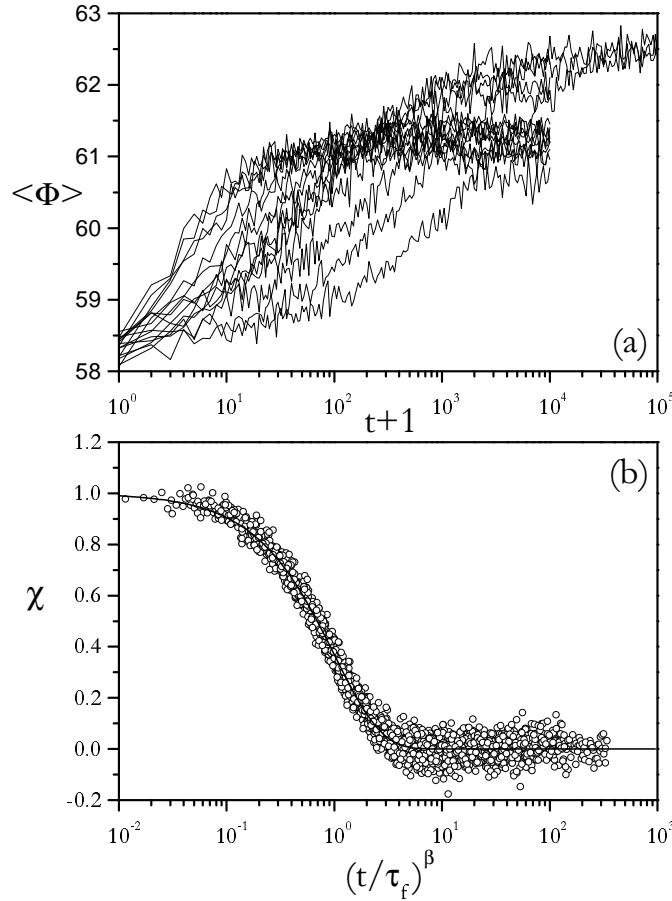


FIG. 5.6 – (a) Courbes de compaction obtenues pour $\Gamma = 1, 16, 1,35, 1,48, 1,60, 1,76, 1,95, 2,15, 2,46, 2,75, 3,15, 4,20, 5,0, 6,0$ et $8,1$. (b) Regroupement des points expérimentaux sur une courbe maîtresse en traçant le taux d'accroissement réduit en compacité χ en fonction de $\left(\frac{t}{\tau_f}\right)^\beta$.

On obtient alors une courbe maîtresse lorsqu'on trace la totalité de ces points expérimentaux en reportant, en fonction de $\left(\frac{t}{\tau}\right)^\beta$, la valeur du taux relatif de compaction χ qui s'écrit :

$$\chi = \frac{\langle\Phi\rangle_{ss} - \langle\Phi\rangle(t)}{\langle\Phi\rangle_{ss} - \langle\Phi\rangle(0)}$$

Il est possible d'obtenir une courbe maîtresse du même type avec l'énergie potentielle $\langle Z \rangle$. Des exemples des lois KWW utilisées sont représentés sur la figure 5.3. On constate qu'elles offrent également un très bon ajustement avec les points expérimentaux.

La relation (5.6) impose a priori 4 paramètres parmi lesquels 2 peuvent être directement obtenus à partir des valeurs expérimentales. Ainsi, $\langle \Phi \rangle_\infty$ correspond à $\langle \Phi \rangle_{ss}$ et $\Delta \langle \Phi \rangle_\infty$ s'écrit $\langle \Phi \rangle_{ss} - \langle \Phi \rangle(0)$. Par ailleurs, nous avons déjà précisé au chapitre 2 que cette loi fait apparaître un temps caractéristique τ directement comparable aux estimations expérimentales puisqu'il est indépendant des autres paramètres. Tandis que cette propriété n'est pas vérifiée dans le cas de la loi logarithmique (5.1).

La loi de Kohlrausch-Williams-Watts nous semble donc la mieux adaptée à l'étude de la cinétique de compaction. Du fait de son utilisation très fréquente dans le cadre de la relaxation des verres, ce choix renforce encore un peu plus l'analogie avec les systèmes vitreux.

L'emploi de la loi de Kohlrausch-Williams-Watts (5.6) permet désormais une étude quantitative de la compaction. Cette analyse se fait principalement à travers le temps caractéristique τ_{KWW} obtenu par minimisation de l'ajustement. Nous avons noté précédemment que l'influence de l'intensité Γ des secousses est déterminante sur l'allure de la compaction et tout particulièrement sur sa vitesse. Nous pouvons décrire quantitativement cet effet en comparant les temps caractéristiques obtenus pour les différentes valeurs de Γ . Comme ces temps varient de façon très importante, nous les présentons dans la figure 5.7 par l'intermédiaire de leurs logarithmes tracés en fonction de l'inverse de l'intensité Γ . Sur cette figure, ce sont les valeurs des temps caractéristiques fournies par ajustement de différentes courbes de compacité $\langle \Phi \rangle$ qui sont représentées. La figure montre la dépendance de 3 temps caractéristiques différents : les temps fournis par la loi KWW pour des courbes de compaction et de décompaction ainsi que le temps de convergence déduit directement de ces courbes comme on l'a expliqué au paragraphe 5.1.3. Notons que le processus de décompaction apparaît systématiquement plus lent que la compaction. C'est donc principalement le temps de décompaction qui fixe la valeur du temps de convergence comme on l'observe sur la figure.

Pour ces 3 temps caractéristiques de relaxation, $\tau_{compaction}$, $\tau_{décompaction}$ et τ_{conv} , une dépendance linéaire est obtenue entre leurs logarithmes et l'inverse de l'intensité (Γ^{-1}). Cette relation suggère une loi de type Arrhenius qui caractérise un processus thermiquement

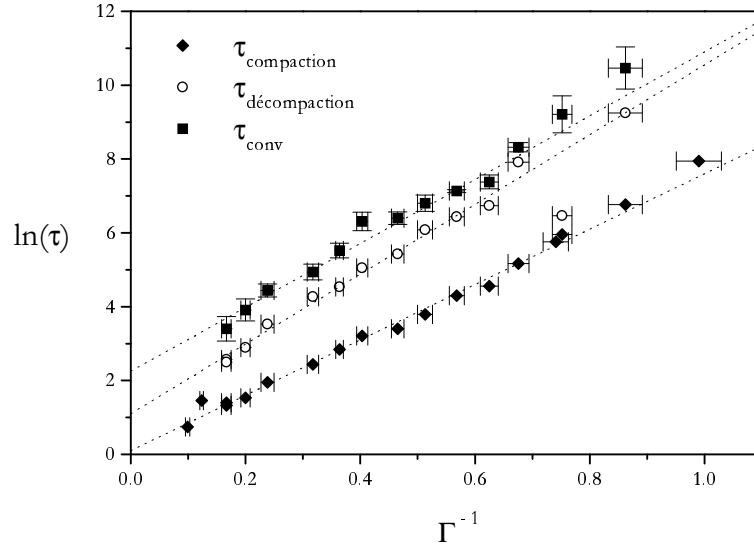


FIG. 5.7 – Logarithme du temps caractéristique $\ln \tau$ représenté en fonction de Γ^{-1} . Les trois temps étudiés correspondent aux courbes de compaction, décompaction et convergence. Les droites en pointillé sont des ajustements linéaires comparables à des lois d'Arrhenius.

activé (Ediger et al., 1996) mais dans lequel le rôle couramment tenu par la température est joué par l'intensité Γ des secousses :

$$\tau(\Gamma) = \tau_0 \exp\left(\frac{\Gamma_0}{\Gamma}\right) \quad (5.7)$$

Les différentes valeurs obtenues pour les deux paramètres τ_0 et Γ_0 sont :

$$\begin{aligned} \text{compaction} &: \tau_0 \approx 1,1 \text{ et } \Gamma_0 \approx 7,5 \\ \text{décompaction} &: \tau_0 \approx 3,0 \text{ et } \Gamma_0 \approx 9,45 \\ \text{convergence} &: \tau_0 \approx 7,4 \text{ et } \Gamma_0 \approx 9,5 \end{aligned}$$

Le temps τ_0 est l'extrapolation de la loi (5.7) quand Γ tend vers l'infini. Toutefois, cette limite d'une secousse d'intensité infinie n'est pas évidente à analyser et on peut penser que le comportement à très fortes valeurs de Γ risque d'être différent. Nous n'avons donc pas d'interprétation physique simple de ce temps τ_0 . Par contre, le paramètre Γ_0 fournit une valeur caractéristique de l'intensité Γ qui peut s'interpréter comme une mesure intrinsèque de la capacité du matériau à se restructurer sous l'effet de secousses. La valeur plus élevée obtenue en décompaction montre que le milieu éprouve plus de difficultés à se restructurer

lorsqu'il se trouve dans des configurations de départ denses. Au contraire, en compaction, cette valeur est plus faible et l'évolution se fait plus facilement.

Pour les courbes d'énergie potentielle $\langle Z \rangle$, les temps caractéristiques, tirés de la loi (5.6), ont une allure tout à fait comparable. Notons également que, dans ces expériences, nous nous plaçons dans la gamme d'intensités supérieures ou égales au seuil de décollage Γ_d ($\Gamma_d \approx 1,2$). Une étude spécifique au voisinage de ce seuil est proposée un peu plus loin au paragraphe 5.1.7.

On peut également s'intéresser à la valeur du paramètre β tirée de la loi KWW. Le terme "d'exponentielle étirée" est donné à cette loi lorsque les valeurs du coefficient β sont comprises entre 0 et 1 : l'évolution est alors plus lente que l'exponentielle simple ($\beta = 1$). La figure 5.8 représente ce coefficient β obtenu par ajustement de l'énergie potentielle $\langle Z \rangle$ pour les différentes courbes de compaction et de décompaction. Il se situe bien dans la gamme $[0, 1]$. Les valeurs de β fournies par ajustement de la compacité $\langle \Phi \rangle$ sont plus fluctuantes mais ont sensiblement la même dépendance avec Γ .

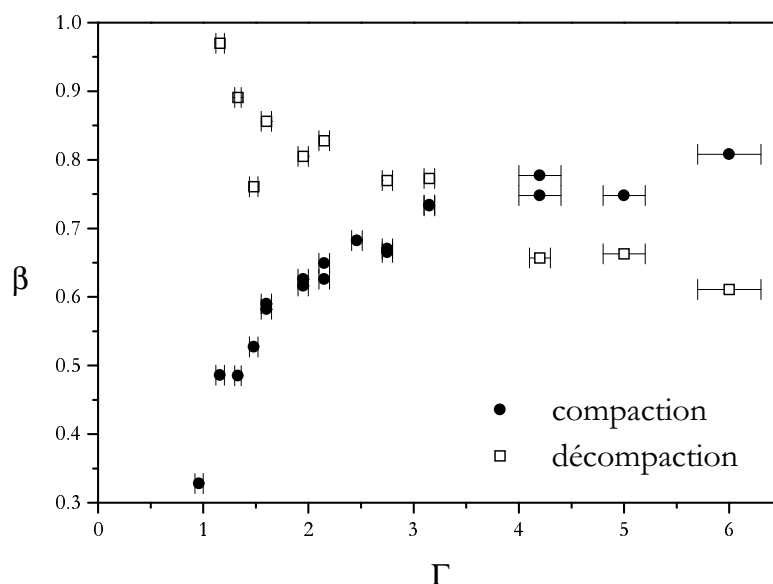


FIG. 5.8 – Dépendance en fonction de Γ du paramètre β déduit de l'ajustement par la loi KWW des courbes de compaction et de décompaction de l'énergie potentielle $\langle Z \rangle$.

Il semble admis que ce paramètre β ne peut pas être déduit d'une interprétation au niveau microscopique : il apparaît simplement comme un paramètre ajustable (Phillips, 1996). Les valeurs obtenues restent toujours dans la gamme $0 < \beta < 1$ mais varient beaucoup selon les systèmes étudiés (Götze et Sjögren, 1992; Phillips, 1996). La plupart du temps, ces valeurs sont comprises entre 0,3 et 1 comme c'est le cas pour nos mesures. Pour les verres *fragiles*, β est voisin de 0,5. Souvent β diminue avec la température T (Ediger et al., 1996), ce que l'on retrouve ici pour les séquences de compaction en remplaçant T par Γ . Des valeurs expérimentales de β ont déjà été obtenues dans le cadre de la compaction d'un empilement de billes et se situent entre 0,7 et 1 (Yu et Hall, 1994), ce qui est tout à fait compatible avec nos résultats.

Notons enfin que si β ne semble pas avoir d'interprétation microscopique, τ correspond directement au temps caractéristique de la relaxation. Il quantifie la facilité avec laquelle les arrangements sont progressivement effectués au sein de l'empilement jusqu'à l'état d'équilibre final. Cette valeur τ apparaît donc très représentative de la compaction à l'inverse de β . Ceci est d'autant plus vrai qu'on observe une faible dépendance de τ avec β : c'est-à-dire que, si au lieu de laisser β comme paramètre libre on lui impose une valeur fixe (par exemple $\beta = 0,6$), cette contrainte supplémentaire affecte peu, tout au moins en échelle logarithmique, la valeur de τ déduite de l'ajustement de la loi KWW. Les courbes $\tau(\Gamma)$ se révèlent donc comme étant un outil très intéressant pour étudier la compaction. On utilisera ce type de courbe pour analyser l'influence de différents facteurs sur le processus de densification.

5.1.4 Evolution du profil vertical de compacité

Le dispositif expérimental donnant accès au profil vertical de compacité, il est très intéressant d'analyser l'évolution de ce profil au cours de la compaction de l'empilement. L'objectif principal est de déterminer si le processus de densification présente des hétérogénéités spatiales ou si la restructuration se fait de façon homogène dans l'empilement. Un exemple de cette évolution est montré sur la figure 5.9. Les profils $\Phi(z)$ mesurés à différentes étapes d'une séquence de compaction d'intensité $\Gamma = 2, 15$ sont tracés côte à côte le long d'un troisième axe correspondant au temps sur une échelle logarithmique. Un profil est tracé approximativement pour chaque demi-décade. Ces profils sont limités à la zone de compacité la mieux adaptée à notre étude, entre 56 et 62 %, pour permettre une meilleure observation de la densification. La représentation tridimensionnelle permet de constater

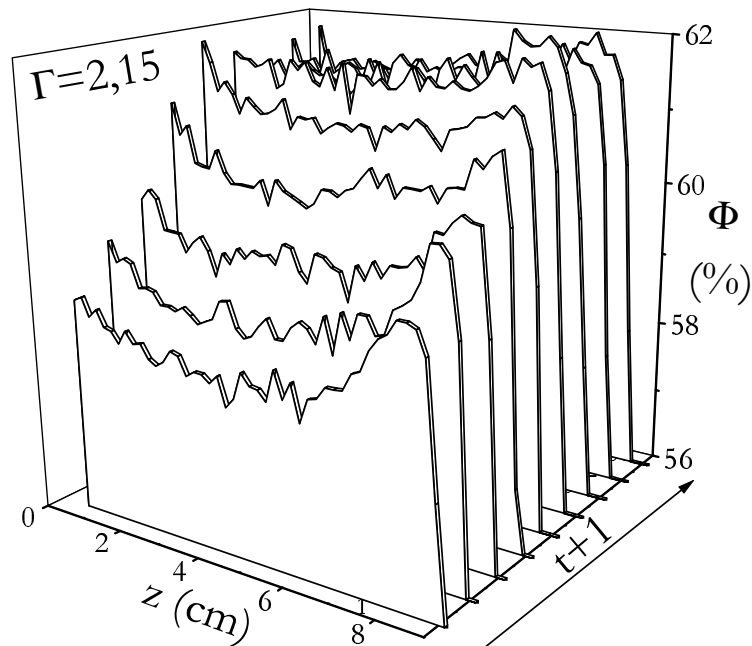


FIG. 5.9 – Evolution sur échelle logarithmique du temps des profils verticaux de compacité $\Phi(z)$ représentés entre 56 et 62 %.

directement l'absence d'hétérogénéités marquées. La compaction se fait de façon continue dans le temps et homogène dans l'espace. En particulier, on n'observe pas de front de densification ascendant ou descendant. Notons que cette constatation est en contradiction avec certains résultats obtenus par modélisation numérique (Barker et Mehta, 2000). Seule la partie supérieure de l'empilement, qui est initialement plus dense, subit une densification moins marquée que le reste du milieu. Au terme de la relaxation, l'empilement atteint un profil final dont les expériences de convergence montrent qu'il s'agit d'un profil stationnaire indépendant de l'empilement de départ.

Il apparaît donc que la compaction est homogène dans l'empilement, sans front de densification induit par le fond de l'empilement ou par la surface libre. Mais que se passe-t-il si une hétérogénéité existe initialement dans le milieu ? Pour étudier cet effet, nous avons réalisé un empilement de départ dont la partie inférieure a été construite par la méthode 2 et la partie supérieure par la méthode 1. On obtient ainsi un empilement de forte compacité dans sa moitié basse et peu dense dans la moitié haute. La délimitation entre les deux états de compacité se fait de façon nette sur une distance de l'ordre du

centimètre. Nous souhaitons observer l'évolution de cette frontière au cours d'une séquence de secousses. La figure 5.10 présente les résultats obtenus pour des secousses d'intensité $\Gamma = 2,0$.

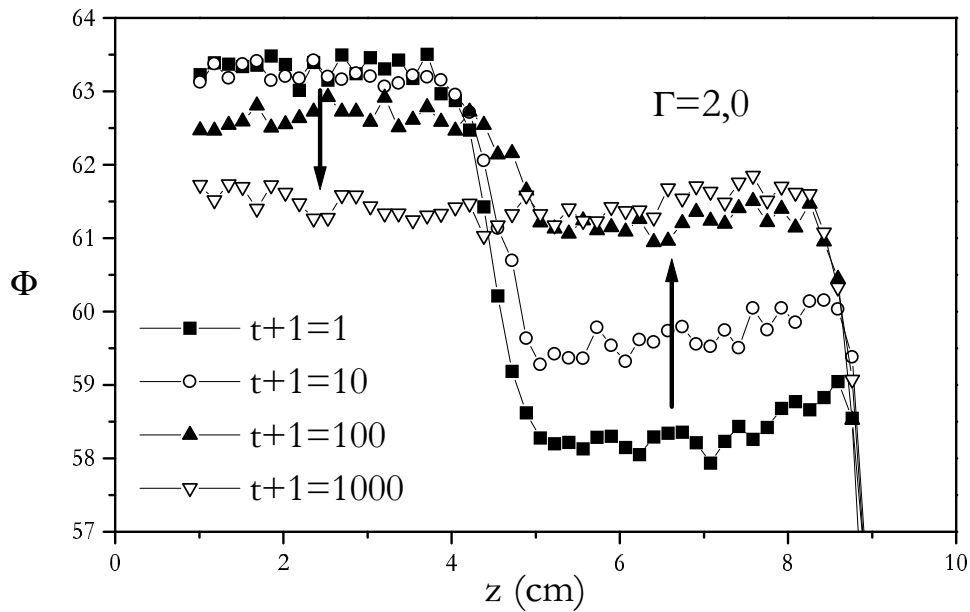


FIG. 5.10 – Evolution temporelle du profil de compacité $\Phi(z)$ dans le cas où l'empilement de départ est très dense dans sa moitié inférieure et nettement moins dans sa moitié supérieure.

On voit sur la figure qu'il n'y a pas d'évolution significative de cette frontière. Les parties haute et basse de l'empilement se compactent et décompactent respectivement, mais la frontière entre les deux parties ne s'élargit pas ou alors très faiblement : il n'y a pas de diffusion de l'interface. Ainsi, à une hauteur donnée dans l'empilement, les billes se restructurent sans influence notable de la densité des couches voisines. La compaction apparaît donc comme un *processus local* : les réarrangements ne dépendent que de la densité locale du milieu sur une échelle de quelques grains. Comme dans les expériences de convergence, on constate que la compaction de la zone peu dense est plus rapide que la décompaction de la partie dense. D'autres essais ont été réalisés pour des valeurs plus faibles et plus élevées de Γ ainsi qu'avec des billes de 5 mm de diamètre : le même type de comportement a été observé.

5.1.5 Caractérisation des états stationnaires

Les différentes expériences ont établi que l'empilement secoué à intensité contrôlée Γ relaxe plus ou moins rapidement vers un état final stationnaire. Nous nous intéressons ici à ces états stationnaires et à leur dépendance avec Γ . Ces états sont caractérisés par leur compacité moyenne $\langle \Phi \rangle_{ss}$ et par leur profil vertical de compacité $\Phi_{ss}(z)$. Les profils de ces différents états stationnaires sont représentés sur la figure 5.11.

Une première constatation concerne l'allure des profils au niveau de la surface libre. Pour les plus faibles intensités ($\Gamma \lesssim 2$), la taille de l'interface s'élargit d'autant plus nettement que Γ diminue. Cet effet est lié à une inclinaison de la surface supérieure de l'empilement. Cette instabilité de la surface est principalement causée par un flux convectif très faible mais qui a des effets spectaculaires aux temps longs. Elle sera étudiée en détail dans le paragraphe 5.2 consacré spécifiquement à cette convection. Par ailleurs, ces profils stationnaires $\Phi_{ss}(z)$ sont assez homogènes avec toutefois un léger gradient positif ($\frac{d\Phi}{dz} > 0$) et une petite augmentation de compacité à la base de l'empilement qui semblent plus visibles pour $\Gamma > 2$. L'existence de ce gradient est en accord qualitatif avec les mesures de l'équipe de Chicago qui montrent que la compacité est plus élevée dans le haut de la colonne (Knight et al., 1995). Cependant, dans leur étude, cette différence n'est plus observée pour les plus fortes valeurs de Γ . Une étude numérique confirme également l'existence de ce gradient positif (Barrat et Loreto, 2000). Par contre ce modèle prévoit une sur-densification dans la partie la plus haute de l'empilement qui n'est pas véritablement observée expérimentalement. Notons aussi que, dans la simulation numérique présentée au chapitre 2, nous avons obtenu le résultat inverse concernant le gradient de compacité. Les causes éventuelles de ce gradient négatif ont été évoquées à cette occasion.

La figure 5.12 montre la dépendance de la compacité stationnaire $\langle \Phi \rangle_{ss}$ et de l'énergie potentielle stationnaire $\langle Z \rangle_{ss}$ avec l'intensité Γ . La compacité stationnaire $\langle \Phi \rangle_{ss}$ est décroissante avec Γ et présente une modification du comportement dans la zone $1,5 < \Gamma < 2,0$. L'énergie potentielle $\langle Z \rangle_{ss}$ est elle décroissante, mais avec la même rupture de pente. C'est très vraisemblablement l'inclinaison de la surface supérieure de l'empilement au-dessous de ce seuil qui est à l'origine de ce changement de comportement. Pour des valeurs plus élevées de Γ , $\langle \Phi \rangle_{ss}$ et $\langle Z \rangle_{ss}$ semblent atteindre des valeurs limites notées respectivement $\langle \Phi \rangle_{ss}^\infty$ et $\langle Z \rangle_{ss}^\infty$. Ces valeurs correspondent au cas limite où Γ tend vers l'infini, situation peu réaliste pour laquelle nous n'avons pas d'interprétation directe.

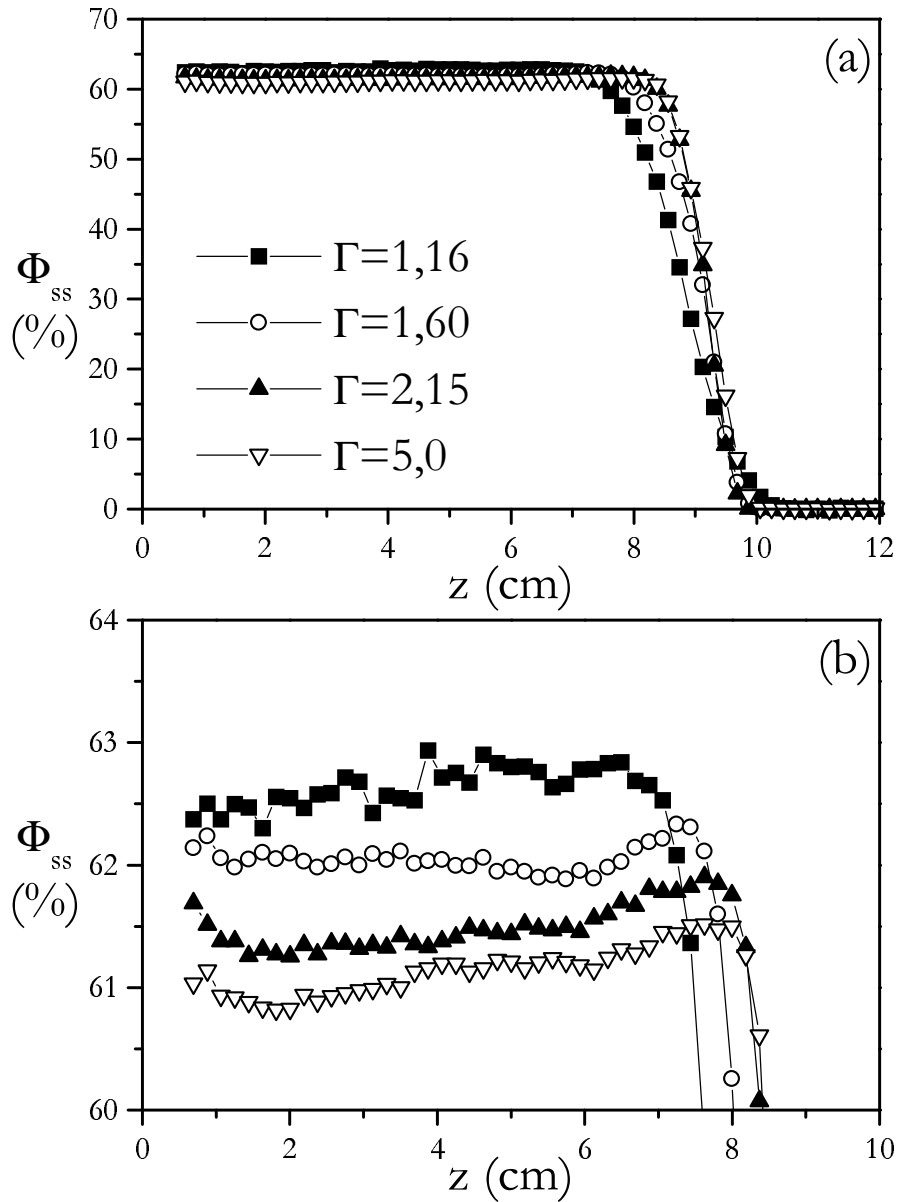


FIG. 5.11 – Représentations des profils de compacité des états stationnaires $\Phi_{ss}(z)$ obtenus pour différentes valeurs de Γ . Les profils sont tracés soit en totalité (a), soit en agrandissement entre 60 et 64 % (b).

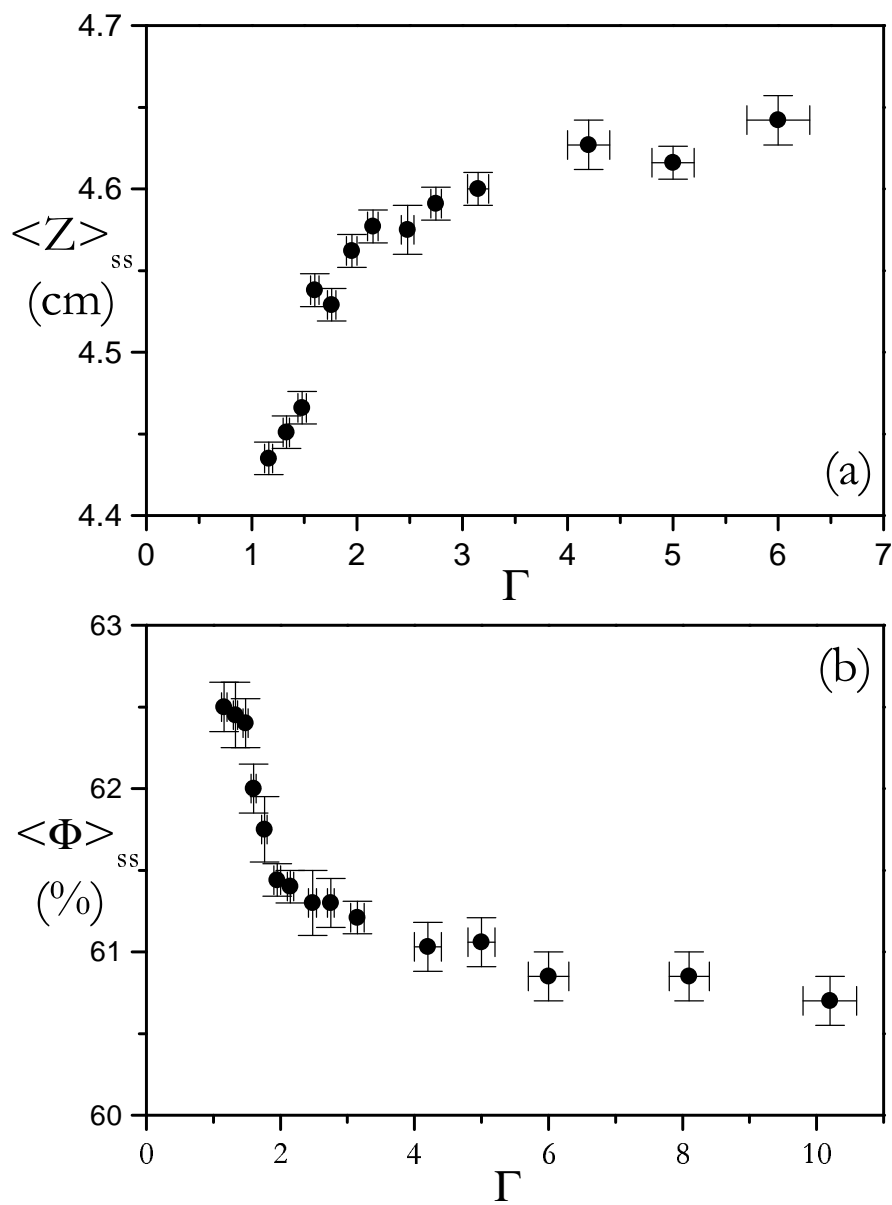


FIG. 5.12 – Energie potentielle moyenne $\langle Z \rangle_{ss}$ (a) et compacité moyenne $\langle \Phi \rangle_{ss}$ (b) des états stationnaires obtenus pour les différentes valeurs de Γ utilisées.

Concernant les valeurs maximales de la compacité finale, une limite semble atteinte vers 62,5 %, c'est-à-dire au-dessous de la compacité de "l'empilement aléatoire dense" et également au-dessous de la compacité de l'empilement construit par la méthode 2. On en déduit qu'aucune mise en ordre n'apparaît dans ces empilements les plus denses. Ceci est aussi visible au niveau des profils stationnaires. Il y a donc là une différence nette vis-à-vis des mesures réalisées à Chicago où certains empilements dépassent dans des proportions importantes la limite de "l'empilement aléatoire dense" (Nowak et al., 1997). Dans ce cas, c'est vraisemblablement une mise en ordre près des parois qui intervient. Par ailleurs, on voit qu'une méthode judicieusement choisie comme la méthode 2 permet d'obtenir un système reproductible et de densité supérieure à ce que peut offrir une séquence de compaction. La compaction par secousses verticales n'est donc pas nécessairement la méthode la plus efficace, et certainement pas la plus rapide, pour obtenir un empilement granulaire dense.

Toutefois, l'étude de la compaction n'en reste pas moins très intéressante notamment en ce qui concerne l'analogie avec les verres et autres systèmes thermiques hors équilibre.

5.1.6 Comportements vitreux

Cette analogie apparaît à plusieurs niveaux dans nos résultats. En premier lieu, c'est l'extrême lenteur de la relaxation qui marque l'aspect vitreux du comportement des empilements sous secousses. En particulier, la loi (5.7) reliant le temps caractéristique de relaxation et l'intensité des secousses, $\tau(\Gamma)$, est très similaire aux lois obtenues pour des verres *forts*¹.

Cette cinétique lente peut également être mise en évidence par des expériences d'hystérésis du même type que celles réalisées à Chicago et présentées au chapitre 1 (Nowak et al., 1997; Nowak et al., 1998). La procédure utilisée ici est la suivante : des séquences de 1000 secousses à intensité Γ donnée sont successivement imposées à un même empilement. D'une séquence à l'autre, l'intensité est augmentée ou réduite. On effectue d'abord une augmentation de Γ de 0,5 à 3 par incrément $\Delta\Gamma = +0,5$. Puis l'intensité est diminuée de 3 à 0,5 par incrément $\Delta\Gamma = -0,5$. Enfin, Γ est à nouveau amené de 0,5 à 3 avec le même incrément $\Delta\Gamma = +0,5$. La figure 5.13 présente la courbe obtenue.

¹verres dont les temps de relaxation ont, en échelle logarithmique, une dépendance linéaire avec l'inverse de la température (voir chapitre 1)

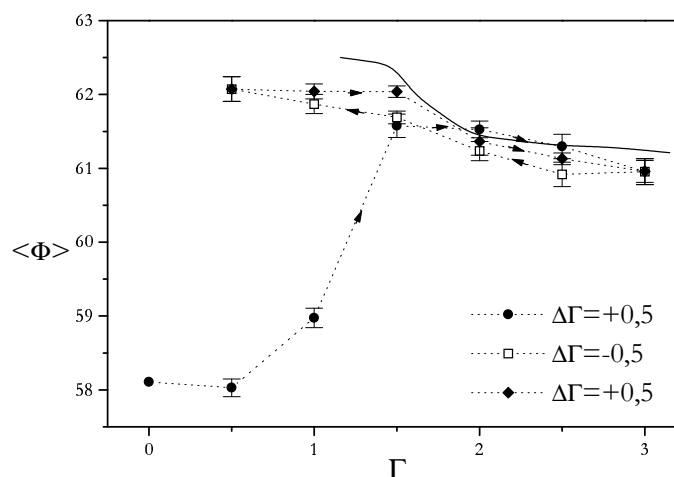


FIG. 5.13 – Compacités mesurées au terme d’une succession de séquences de secousses à intensité Γ fixée. D’une séquence à l’autre, l’intensité Γ est d’abord augmentée (\bullet), puis diminuée (\square) et enfin augmentée à nouveau (\blacklozenge). La courbe en trait plein représente les valeurs stationnaires de compacité obtenues dans les expériences précédentes (figure 5.12).

On observe d’abord une augmentation de la compacité en fin de séquence jusqu’à $\Gamma = 1,5$. Elle décroît ensuite légèrement. Lorsque l’intensité Γ est diminuée, la compacité repasse par les mêmes points, entre 3 et 1,5, puis continue à augmenter légèrement. Pour la dernière phase amenant à nouveau Γ de 0,5 à 3, la compacité repasse par les mêmes points. Elle suit à-peu-près la courbe réversible qui correspond aux valeurs de $\langle \Phi \rangle_{ss}$ atteintes pour des séquences de compaction complètes. Ces observations confirment donc qu’entre $\Gamma = 0$ et 1,5, la compaction est trop lente pour permettre une densification totale après 1000 secousses. Par contre, au-delà ($1,5 < \Gamma < 3$) ou si l’empilement à compacter est déjà très dense ($0,5 < \Gamma < 1,5$), l’état stationnaire est quasiment atteint sur ces courtes séquences de 1000 secousses.

Nous avons également cherché à mettre en évidence l’effet mémoire qui est aussi caractéristique des systèmes vitreux et qu’on a déjà présenté au chapitre 1. Toutefois, des essais réalisés avec des procédures semblables² à celles effectuées sur le dispositif de Chi-

²Trois empilements de même compacité, mais obtenus de façons différentes, sont ensuite sollicités avec une même intensité de secousses Γ (voir chapitre 1).

cago (Josserand et al., 2000) n'ont pas donné de résultats très satisfaisants : les différences de comportement liées aux histoires différentes n'apparaissent quasiment pas. Cet effet semble difficile à mettre en évidence avec notre dispositif et doit donc être très peu marqué dans cette configuration. Vraisemblablement, c'est là encore les différences de diamètres des récipients par rapport à la taille des billes, qui peuvent être invoquées. Le faible diamètre utilisé à Chicago doit favoriser un certain blocage de la structure lorsqu'on change les conditions de sollicitations. A l'inverse, un écartement important permet une restructuration plus rapide et une adaptation quasi-immédiate à un changement d'intensité Γ .

Une dernière mise en évidence classique de la relaxation vitreuse consiste à observer du "vieillessement" au niveau des fonctions de corrélations temporelles. Ce vieillissement a déjà été introduit et discuté au chapitre 1. Les fonctions de corrélation présentent des lois d'échelle avec un temps caractéristique de relaxation qui augmente avec l'âge du système. Nous avons cherché à mettre en évidence ce vieillissement dans nos expériences. La compacité $\langle\Phi\rangle$ étant assez bruitée, les fonctions de corrélation construites à partir de cette grandeur sont extrêmement fluctuantes et nécessitent de moyenner sur un grand nombre de réalisations, ce qui s'avère très couteux en temps. Nous avons donc travaillé avec l'énergie potentielle $\langle Z\rangle$ pour étudier la fonction de corrélation suivante, assez proche de celle utilisée dans le chapitre 2 sur la simulation numérique :

$$C(t, t_w) = \frac{\overline{\langle Z\rangle(t + t_w)\langle Z\rangle(t_w)}}{(\overline{\langle Z\rangle(t_w)})^2} \quad (5.8)$$

La notation \bar{x} désigne la moyenne statistique de la grandeur x sur 10 réalisations d'une même expérience. Par ailleurs, la fonction $C(t, t_w)$ n'est pas normalisée de façon à tendre vers 0 aux temps longs car cela impose de connaître la valeur asymptotique de $\langle Z\rangle$ qui est difficile à évaluer avec précision.

Dans ces conditions, la figure 5.14 montre les différentes fonctions $C(t, t_w)$ obtenues pour des âges t_w variables et pendant des séquences de secousses d'intensité $\Gamma = 1,06$. Pour des valeurs plus grandes de Γ , la séparation temporelle des courbes est moins nette. L'effet de vieillissement est mis en évidence qualitativement sur cette figure. Une étude plus quantitative a été tentée mais elle nécessite une statistique beaucoup plus grande, ce qui impose des temps d'expérimentation trop longs pour rentrer dans le cadre de cette étude. Dans l'état actuel de nos résultats, aucune réponse ne peut être donnée concernant les lois d'échelle de ce vieillissement granulaire. Pour espérer obtenir de telles indications, il faut trouver un meilleur compromis entre précision et durée d'une mesure. Nos mesures

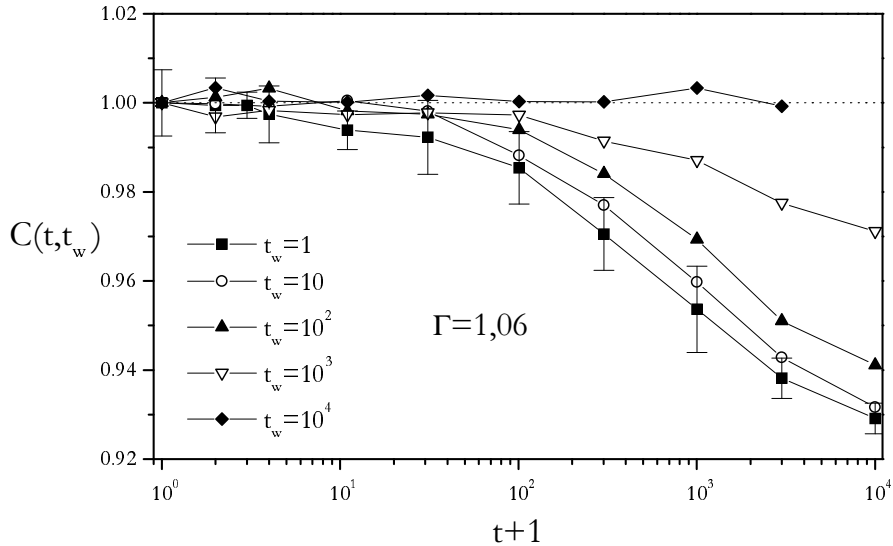


FIG. 5.14 – Evolution temporelle des fonctions de corrélation $C(t, t_w)$ selon l'âge t_w du système. Les courbes se séparent nettement, mettant en évidence des effets de vieillissement.

sont précises mais trop longues. Des mesures plus rapides, quittes à être moins précises, seraient sans doute plus adaptées. On peut envisager l'utilisation de nouvelles techniques comme par exemple des mesures du coefficient de transmission optique (Pitois et al., 2000).

5.1.7 Changement de comportement autour du seuil de décollage

La loi cinétique $\tau(\Gamma)$ de la figure 5.7 a été obtenue pour des valeurs de Γ supérieures au seuil de décollage Γ_d . On a vu au chapitre 3 que ce seuil se situe vers 1,2. Or, selon que les secousses sont réalisées au-dessus ou au-dessous de ce seuil, le comportement dynamique de l'empilement est très différent. Dans le premier cas, il effectue un vol collectif pendant lequel le milieu se dilate légèrement avant de retomber et de rentrer en collision avec le fond du récipient. Une onde de choc se propage alors de bas en haut dans l'empilement. Une telle évolution pendant chaque secousse offre la possibilité à l'empilement de se restructurer et de modifier progressivement sa compacité. Mais que se passe-t-il au-dessous de ce seuil de décollage ? Nous avons déjà noté au début de ce paragraphe, sur les figures 5.1 et 5.3, que pour une intensité $\Gamma = 0,96$ il y a une compaction manifeste de l'empilement. Toutefois, cette densification est extrêmement lente et ne permet d'avoir accès qu'à la phase initiale

de la relaxation. Il est donc difficile dans ces conditions de savoir si la loi d'ajustement de Kohlrausch-Williams-Watts reste bien adaptée. Partant de l'hypothèse que cette loi est encore utilisable au-dessous de Γ_d , nous avons cherché à estimer le temps caractéristique de relaxation pour ces faibles valeurs de γ . Une difficulté apparaît alors lorsqu'on souhaite minimiser l'erreur entre la loi KWW et la courbe expérimentale. En effet, ne connaissant pas la valeur asymptotique $\langle \Phi \rangle_{ss}$, cette minimisation est délicate et risque d'être peu fiable. Cependant, les résultats obtenus juste au-dessus du seuil (figure 5.12) nous incitent à penser que cette valeur stationnaire doit être de l'ordre de 62,5 à 63 %. Le paramètre τ est alors déduit de la loi KWW en imposant la valeur de 62,5 % lors de l'ajustement. Les résultats obtenus sont présentés sur la figure 5.15.

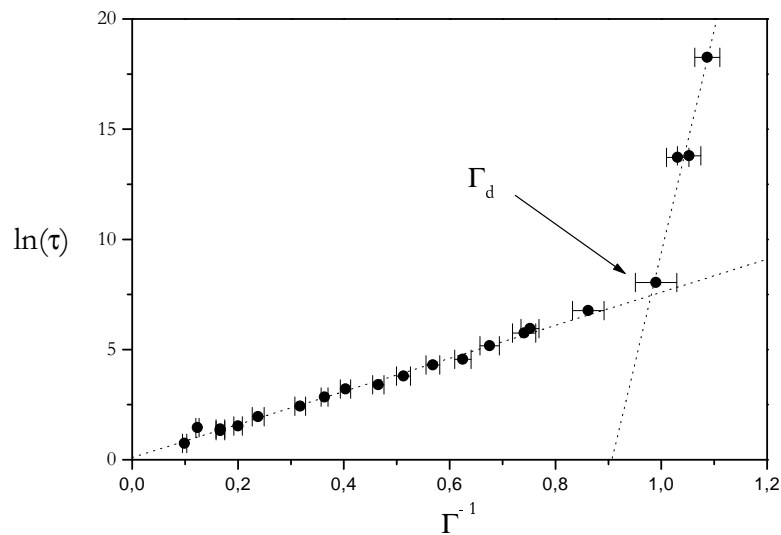


FIG. 5.15 – Mise en évidence sur la loi cinétique $\tau(\Gamma)$ d'un changement de comportement approximativement au niveau du seuil de décollage en accélération Γ_d .

On observe un changement de comportement net qui se produit au voisinage du seuil de décollage ($\Gamma_d \approx 1,2$ soit $\Gamma_d^{-1} \approx 0,85$). On constate en particulier que la cinétique de la compaction est encore plus lente au-dessous du seuil Γ_d . L'allure de la loi cinétique reste éventuellement compatible avec une dépendance linéaire de $\ln \tau$ avec Γ^{-1} . La précision des mesures ne permet cependant pas de déduire la pente de cette seconde loi, de type Arrhenius.

Ce type de dynamique vitreuse pour un milieu granulaire faiblement perturbé a déjà été observé expérimentalement par G. D'Anna et G. Gremaud (D'Anna et Gremaud, 2001). Leur dispositif permet de mesurer les fluctuations angulaires en torsion d'un oscillateur placé à l'intérieur d'un empilement de billes de diamètre $1,1\text{ mm}$. L'empilement est vibré ou secoué sans variation notable de compacité (le système doit donc être proche de l'état stationnaire correspondant à l'intensité de la sollicitation). L'étude de ces fluctuations fournit un temps de relaxation structurale. La dépendance de ce temps avec l'intensité Γ se traduit par une loi proche des lois de Vogel-Fulcher-Tammann utilisées pour les verres *fragiles* (voir chapitre 1). Ces expériences apportent une mise en évidence supplémentaire du caractère vitreux des milieux granulaires sous faibles sollicitations.

5.1.8 Premier bilan

Au bilan, nos expériences révèlent donc une compaction lente qui atteint un *état stationnaire* final après un temps de relaxation plus ou moins long. Son évolution est très bien modélisée par la *loi de Kohlrausch-Williams-Watts* en exponentielle étendue qui permet d'évaluer un temps caractéristique de relaxation τ . La loi cinétique $\tau(\Gamma)$ est compatible avec une *relation d'Arrhenius* : $\ln \tau \propto \Gamma^{-1}$. Un *changement de comportement* apparaît au voisinage du seuil de décollage : au-dessous de ce seuil, une loi du même type semble correcte, mais avec une pente plus élevée correspondant à une cinétique encore plus lente. Concernant les profils de compacité, la compaction apparaît comme un *processus local* donnant lieu à une densification *homogène* dans l'empilement.

Par ailleurs, un comportement convectif est également observé dans l'ensemble de l'empilement. Nous allons à présent étudier cette convection qui se produit parallèlement à la compaction. Ensuite, l'influence sur ces deux phénomènes, compaction et convection, de différents paramètres comme la taille des billes, la présence d'une surcharge de masse variable ou la fréquence lors de séquences de vibrations, sera analysée au paragraphe 5.3.

5.2 Phénoménologie de la convection

5.2.1 Présentation et rappels

Nous avons déjà précisé que notre dispositif expérimental présente un écartement latéral beaucoup plus grand que celui de l'équipe de Chicago. Cette forte diminution de la contrainte géométrique latérale va réduire fortement l'influence des parois et autoriser l'ap-

parition de mouvements de convection simultanément à la densification de l'empilement. Ainsi, outre cette compaction, étudiée directement à travers les mesures de compacité, nos expériences mettent systématiquement en évidence de la convection qui joue donc un rôle non négligeable dans la relaxation du milieu granulaire. Ce paragraphe propose des rappels sur la convection, suivis d'une étude du régime convectif spécifique à notre dispositif.

La convection dans les milieux granulaires sous sollicitations répétées, introduite succinctement au chapitre 1, correspond aux déplacements collectifs, spatialement corrélés, des grains les uns par rapport aux autres. Le moteur de ces déplacements est le frottement entre les parois du récipient et les billes : les billes en contact avec ces parois subissent des frottements et se déplacent donc moins que celles situées à l'intérieur du milieu. Ce déséquilibre entre la périphérie et le cœur de l'empilement induit des mouvements collectifs des grains à l'échelle du récipient : on observe des rouleaux de convection, de forme et de taille imposées par le frottement et par la géométrie du récipient. Par ailleurs, l'influence de la pression de l'air interstitiel est déterminante et a été mise en évidence dans différentes expériences (Laroche et al., 1989; Pak et al., 1995; Behringer et al., 2002). En effet, lors du décollage collectif des grains, un vide partiel apparaît à la base de l'empilement provoquant un flux d'air ambiant vers cette zone. Cet air se retrouve ensuite comprimé quand les grains retombent et traverse à nouveau l'empilement. Ces flux peuvent entraîner avec eux des grains et créer ainsi un mouvement convectif d'ensemble. Ce mécanisme peut être directement à l'origine de la formation d'un tas à la surface libre d'un matériau granulaire vibré. Cette mise en tas n'est plus observée à basses pressions ou avec des grains de grande taille, typiquement $d \geq 1 \text{ mm}$ (Pak et al., 1995). La perméabilité de l'empilement, qui est proportionnelle au carré du diamètre des grains (Guyon et al., 2001), est alors suffisamment grande pour relaxer rapidement les surpressions.

Une étude très complète de la convection en géométrie cylindrique a été réalisée par la même équipe de chercheurs de Chicago (Knight et al., 1996) : des mesures de déplacements à l'aide de traceurs ont été couplées à une visualisation du champ de vitesse par imagerie à résonance magnétique (IRM). Dans le premier cas, leur dispositif est un cylindre de rayon $28,5 \text{ mm}$ dont les parois internes sont traitées afin de contrôler le frottement et d'obtenir des résultats reproductibles (des billes de verre de diamètre $0,5 \text{ mm}$ ont été collées à la paroi avec de la résine). Le récipient est rempli sur une hauteur d'environ 20 cm de billes de verre monodisperses de taille variable et, pendant cette phase de remplissage, des traceurs

(billes colorées) sont placés le long de l'axe vertical à intervalle régulier. Le cylindre, dans lequel on a au préalable réalisé un vide partiel, est ensuite soumis soit à des secousses verticales espacées dans le temps, soit à une vibration sinusoïdale continue. L'intensité de cette sollicitation est ici aussi paramétrée par Γ . A l'aide d'une caméra en visée sur le dessus du récipient, on repère le temps t (en nombre de cycles) au bout duquel un traceur donné arrive à la surface de l'empilement. La figure 5.16 montre la relation observée entre ce temps t et la profondeur z à laquelle était placé le traceur.

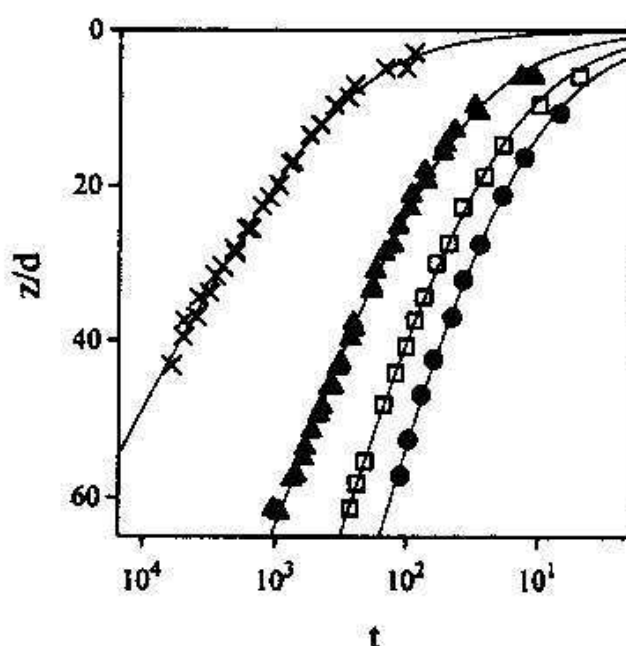


FIG. 5.16 – Profondeur initiale et adimensionnée $\frac{z}{d}$ du traceur représentée en fonction du temps au bout duquel il atteint la surface supérieure de l'empilement. Les différentes courbes correspondent à $\Gamma = 3,0$ (\times), $\Gamma = 6,0$ (\blacktriangle), $\Gamma = 9,0$ (\square) et $\Gamma = 12,0$ (\bullet).

Sur une large gamme de fréquence ($15 \text{ Hz} < f < 100 \text{ Hz}$) et d'accélération ($3 < \Gamma < 13$) et pour trois tailles de billes ($d = 1 \text{ mm}$, 2 mm et $3,5 \text{ mm}$), les courbes obtenues sont compatibles, à quelques déviations près, avec la loi suivante où interviennent une longueur ξ et un temps τ :

$$z(t) = \xi \ln\left(1 + \frac{t}{\tau}\right) \quad (5.9)$$

Et le champ de vitesse le long de l'axe central s'exprime alors :

$$v(z, r = 0) = \frac{\xi}{\tau} e^{-\frac{z}{\xi}} \quad (5.10)$$

On obtient ainsi une vitesse exponentiellement décroissante avec la profondeur dans l'empilement. L'échelle de longueur caractéristique est ξ et la vitesse maximale est fixée par le rapport ξ/τ . Les dépendances des paramètres ξ et τ avec d , f et Γ sont présentées dans la figure 5.17.

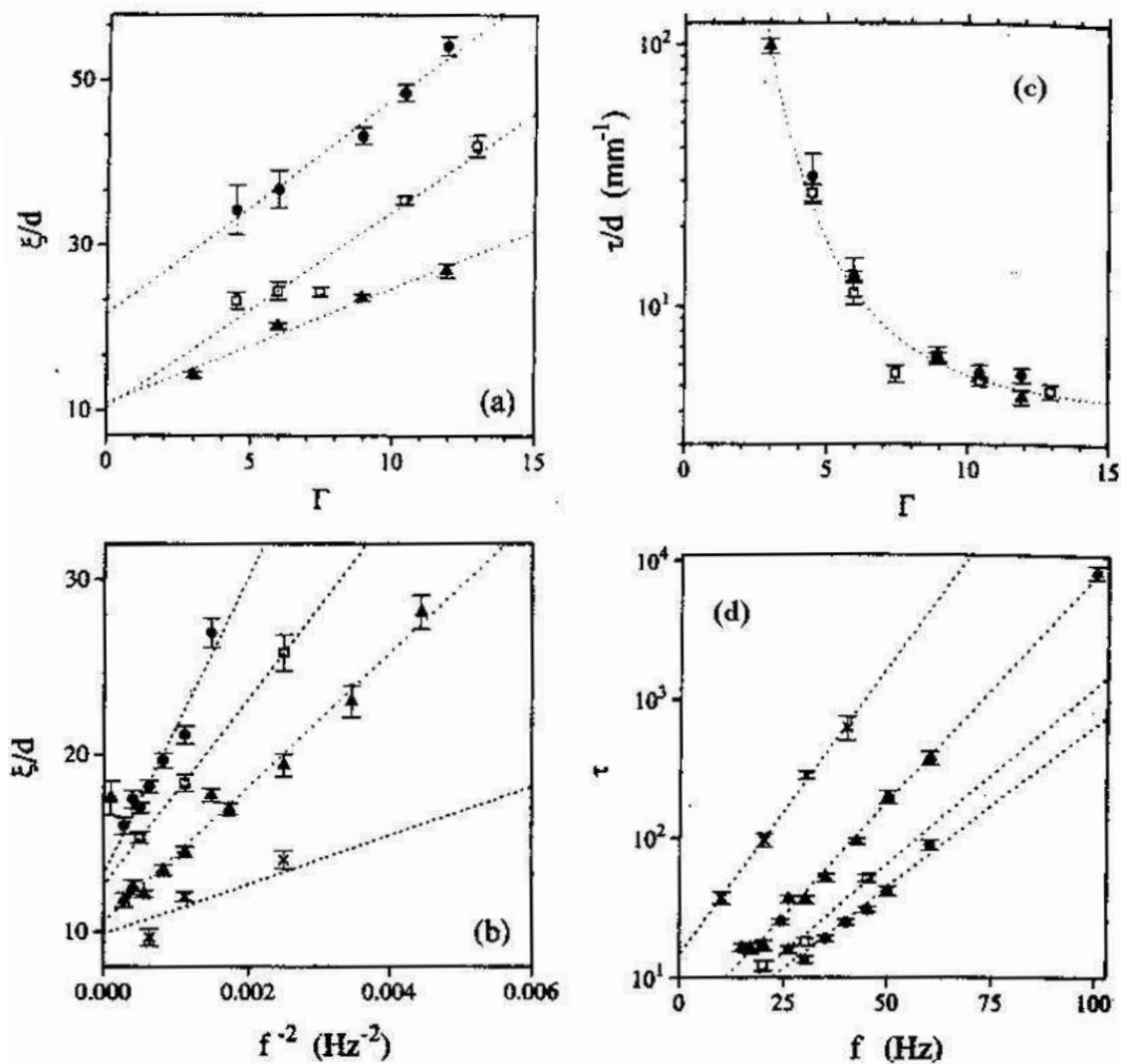


FIG. 5.17 – (a) ξ/d et (c) τ/d en fonction de Γ pour $f = 30,5 \text{ Hz}$ et $d = 1 \text{ mm}$ (\bullet), 2 mm (\square) et $3,5 \text{ mm}$ (\blacktriangle). (b) ξ/d en fonction de f^{-2} et (d) τ en fonction de f pour $d = 3,5 \text{ mm}$ et $\Gamma = 3,0$ (\times), $4,5$ (\blacktriangle), $9,0$ (\square) et $12,0$ (\bullet).

A partir de ces courbes expérimentales, les lois de variation suivantes ont été proposées :

$$\frac{\xi}{d} \propto \Gamma \quad \text{et} \quad \frac{\xi}{d} \propto f^{-2} \quad (5.11)$$

$$\frac{\tau}{d} \propto (\Gamma - \Gamma_*)^{-\beta} \quad \text{et} \quad \tau \propto \exp\left(\frac{f}{f_0}\right) \quad (5.12)$$

avec $\Gamma_* \approx 1,2$, $\beta \approx 2,5$ et $f_0 \approx 35 Hz$ pour $\Gamma = 6$.

Ces résultats suggèrent que ξ est proportionnel à $\frac{\Gamma}{f^2}$ c'est-à-dire à l'amplitude a de la vibration dans le cas modèle d'une oscillation sinusoïdale continue ($z = a \sin(\omega t)$). Par ailleurs, la valeur obtenue pour f_0 est de l'ordre de grandeur de la fréquence correspondant au temps de chute libre d'un grain sur une distance égale à son diamètre ($f_g = (g/d)^{1/2} \approx 50 Hz$ pour $d = 3,5 mm$).

Les mesures réalisées grâce à l'IRM ont été obtenues avec des graines de pavot, très bien adaptées à cette technique, et dans des récipients de rayon $R = 6,4 mm$, $12,7 mm$ et $19,1 mm$. La taille moyenne des graines est de $1 mm$. L'IRM permet d'observer le profil de vitesse dans le cylindre. Une allure typique de ce champ est tracée sur la figure 5.18.

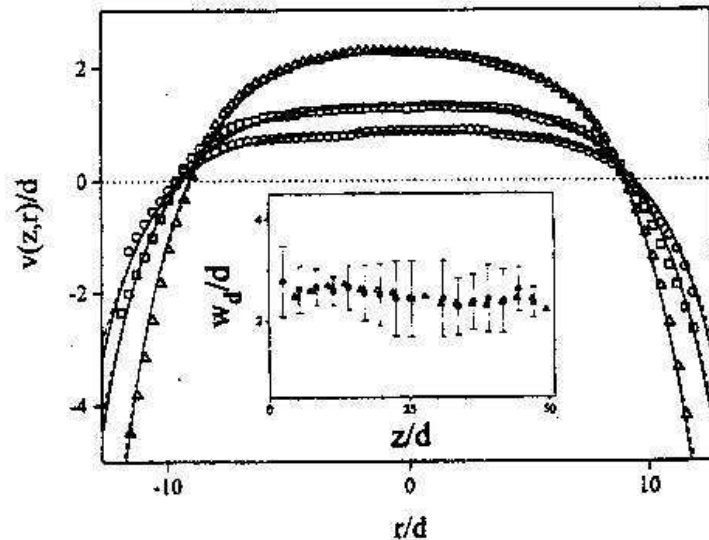


FIG. 5.18 – Vitesses $v(z,r)/d$ mesurées dans le cylindre de rayon $R/d = 12,7$, pour $\Gamma = 6$ et en fonction de r/d et pour trois profondeurs différentes dans l'empilement : $z/d = 9,2$ (Δ), $z/d = 26,5$ (\square) et $z/d = 42,8$ (\circ). L'insert représente la largeur w_d/d du flux ascendant en fonction de la profondeur z/d dans l'empilement.

Le profil obtenu est axisymétrique et on peut définir un champ de vitesse $v(z, r)$. Deux lois empiriques, que nous ne présenterons pas ici, ont été proposées pour transcrire analytiquement l'allure obtenue. On observe un rouleau de convection de forme toroïdale, avec un flux ascendant dans la partie centrale et un flux descendant près des parois. La largeur w_d du flux ascendant est indépendante de la hauteur dans l'empilement et semble être proportionnelle à la taille du récipient. Il a également été montré qu'en modifiant l'inclinaison des parois par rapport à la verticale ou en diminuant le frottement aux parois, il était possible d'inverser ce flux convectif (Knight, 1997).

5.2.2 Expériences

Dans notre dispositif, les conditions expérimentales sont assez semblables, notamment en ce qui concerne les secousses imposées au système, avec cependant certaines différences : la hauteur de l'empilement est plus petite (de l'ordre de 10 cm) et le diamètre du cylindre plus élevé ($D = 95,4 \text{ mm}$). Les parois sont en verre, sans traitement de surface particulier, et l'empilement n'est pas placé sous vide partiel. Les empilements sont constitués de billes de verre de diamètre $d = 1 \text{ mm}$, $d = 5 \text{ mm}$ et $d = 10 \text{ mm}$. Ces tailles permettent d'éviter les problèmes liés à la présence d'air entre les grains (Behringer et al., 2002).

Les expériences sont réalisées de la façon suivante : après fabrication d'un empilement assez lâche (méthode 1), des traceurs (billes colorées) sont placés à la surface de l'empilement près de la paroi du récipient. On suit alors le déplacement de ces traceurs au niveau de la paroi en prenant régulièrement des photographies en vue radiale. Pour les billes de 5 et de 10 mm, on repère individuellement les billes colorées, tandis que pour les billes de 1 mm, on s'intéresse à toute une ligne de traceurs. Les traceurs utilisés sont obtenus après un bain dans de la teinture textile et un séchage à l'étuve. Ce traitement modifie leurs propriétés de surface mais, comme ils sont en nombre limité, ces traceurs n'affectent pas le comportement convectif d'ensemble ni l'absorption au rayonnement γ .

Observations à la surface

Dans ces expériences sur la convection comme dans celles sur la compaction présentées au paragraphe 5.1, la constatation la plus frappante concerne l'évolution de la symétrie du système : il n'y a plus de symétrie cylindrique. On observe cette dissymétrie à travers le déplacement des traceurs et l'évolution de la surface de l'empilement. En effet, la surface de l'empilement est instable et il y a *mise en tas* progressive jusqu'à obtention d'une

interface stationnaire. La dynamique de cette mise en tas peut s'observer de façon indirecte par l'élargissement de l'interface sur les profils de compacité. L'évolution de ces profils a été présentée au paragraphe 5.1 sur la figure 5.9. Elle a approximativement la même allure et le même temps caractéristique de relaxation que les courbes de compaction en $\langle \Phi \rangle$ ou en $\langle Z \rangle$. L'état final de la surface libre dépend directement de l'intensité Γ des secousses comme le montre la figure 5.19.

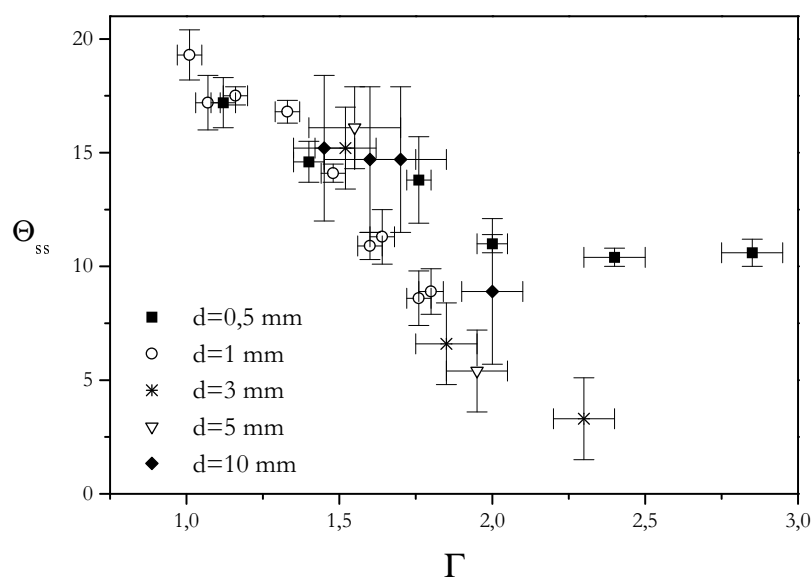


FIG. 5.19 – Influence de Γ sur l'inclinaison de la surface libre de l'empilement stationnaire atteint après un grand nombre de secousses. Les résultats ont été obtenus pour trois tailles de billes ($d = 1, 5$ et 10 mm).

Au-dessous d'une valeur critique $\Gamma_{tas} \approx 2$, l'interface est un plan incliné sur toute la largeur du cylindre, imposant ainsi un plan de symétrie vertical (i.e. le plan orthogonal au plan incliné et contenant l'axe vertical du récipient cylindrique). On peut mesurer l'inclinaison Θ_{ss} de la surface avec l'horizontale. Elle est d'autant plus élevée que Γ est faible comme le montre la figure 5.19. Cet "angle de repos dynamique" reste toutefois inférieur à l'angle de repos intrinsèque des billes. Sur la figure, on constate également que les empilements de billes de diamètre $0,5$ mm présentent un comportement différent dont on parlera au paragraphe 5.3.3. Par ailleurs, à quelques exceptions près, l'orientation dans le plan horizontal de cette surface inclinée a pratiquement toujours la même direction

(à l'intérieur d'une plage d'environ 45°). L'inclinaison de la surface est donc provoquée de façon assez reproductible, très vraisemblablement à cause d'un défaut de verticalité. Toutefois, des mesures faites à l'aide d'un niveau électronique de précision semblent montrer que ce défaut angulaire est très faible, inférieur à $0,1^\circ$. De plus, la surface est parfois inclinée suivant la même orientation mais dans le sens inverse. Ceci confirme également que cet écart par rapport à la verticale est faible, sinon le sens d'inclinaison serait toujours le même.

Au-dessus du seuil Γ_{tas} , la mise en tas vérifie approximativement la symétrie cylindrique et présente une forme à-peu-près conique de plus en plus aplatie lorsque Γ augmente.

Aux alentours de Γ_{tas} , on observe des situations intermédiaires, la hauteur maximale de l'interface n'étant ni sur la paroi, ni au centre du cylindre. Ces différents résultats sont résumés dans le schéma de la figure 5.20.

Observations dans l'empilement

Si l'on étudie maintenant le mouvement des traceurs, on observe également cette brisure de symétrie cylindrique et la présence d'un plan vertical de symétrie, non seulement pour $\Gamma < \Gamma_{tas}$ mais aussi au-dessus de ce seuil. Nous présentons ici les observations générales faites lors d'essais avec des billes de 1, 5 et 10 mm soumises à des secousses créées par une vibration sinusoïdale de fréquence $f = 30 Hz$. Quelques légères différences de comportement ont ponctuellement été notées, notamment avec d'autres tailles de billes ou en vibration continue.

Pour des secousses de faibles intensités Γ , la surface libre s'incline progressivement. On observe alors, près de la paroi, un flux convectif descendant dans la zone où l'empilement a la hauteur la plus élevée. Ce flux augmente avec Γ et le champ de déplacement a une forme approximativement parabolique aplatie comme le montre une des photographies sur la figure 5.21. Dans la zone diamétralement opposée, c'est-à-dire la zone où la hauteur de l'empilement est la plus faible, les déplacements de billes, relativement à la surface supérieure, restent extrêmement limités (voir les photographies de la figure 5.21).

Dans le régime de plus fortes sollicitations ($\Gamma > \Gamma_{tas}$), la symétrie plane est encore observée bien que la surface supérieure soit peu ou pas inclinée. Il y a, sur toute la paroi latérale du cylindre, un flux descendant de particules. Ce flux n'est pas partout de même intensité, deux orientations diamétralement opposées sont privilégiées et marquent la présence d'un plan de symétrie. Cette variation d'intensité donne ici aussi une allure parabolique aplatie

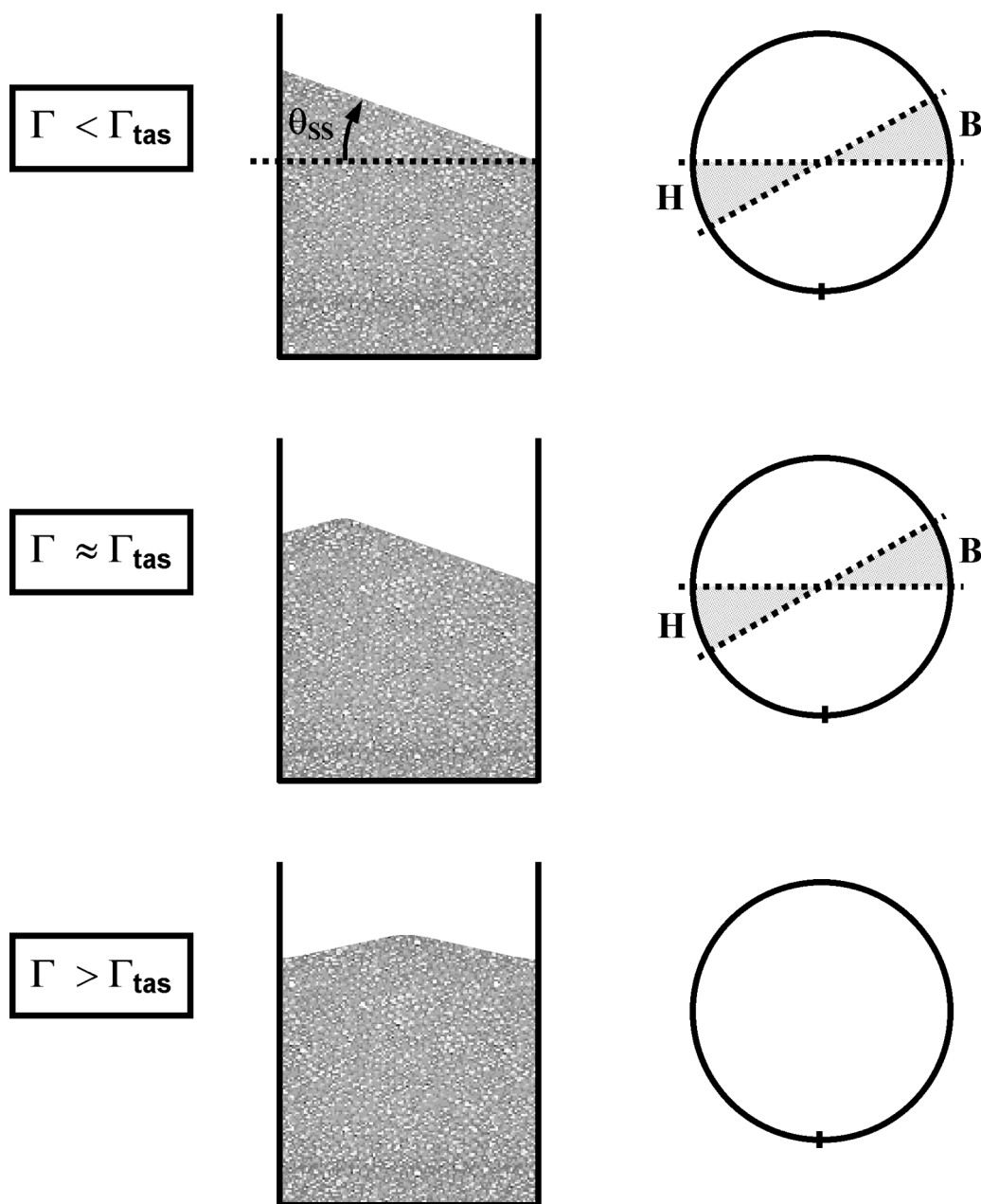


FIG. 5.20 – Représentation schématique de l'allure des empilements obtenus en fin de compaction. Les dessins de gauche représentent une vue en coupe dans le plan vertical de symétrie. Ceux de droite correspondent à une vue de dessus. Pour $\Gamma < \Gamma_{tas}$, la surface est inclinée d'un angle θ_{ss} avec l'horizontale. Le plan vertical de symétrie se trouve dans le secteur angulaire représenté en hachuré sur la vue de dessus. **H** désigne le haut de la surface et **B** sa base. Pour $\Gamma \approx \Gamma_{tas}$, la surface est inclinée suivant deux plans dont l'un est plus grand que l'autre. Ces plans laissent apparaître un plan de symétrie situé, sur la vue de dessus, dans la même plage angulaire. Pour $\Gamma > \Gamma_{tas}$, la surface ne définit plus de plan de symétrie et elle est de forme approximativement conique très aplatie.

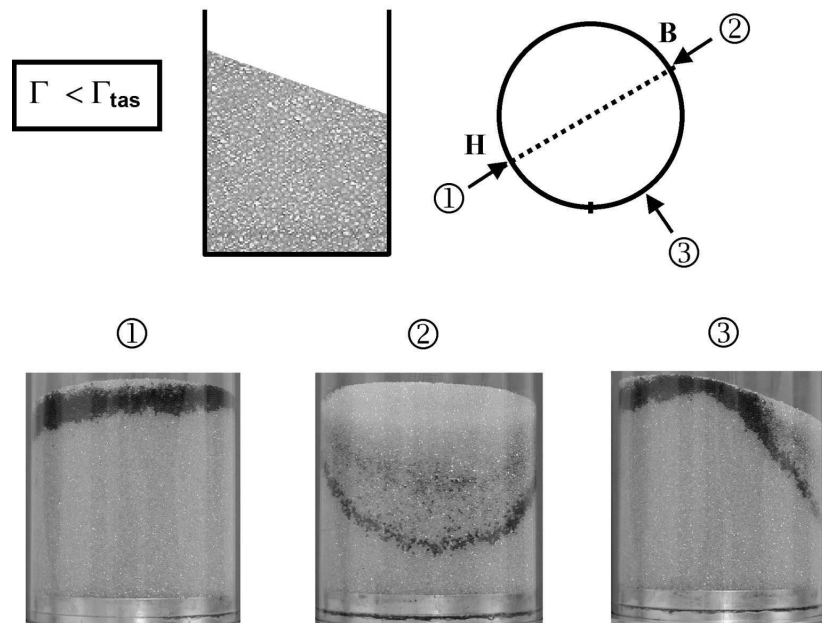


FIG. 5.21 – Le schéma du haut reprend celui de la figure 5.20 et les photographies (1), (2) et (3) montrent les déplacements des traceurs suivant ces trois vues dans le cas où $\Gamma < \Gamma_{tas}$.

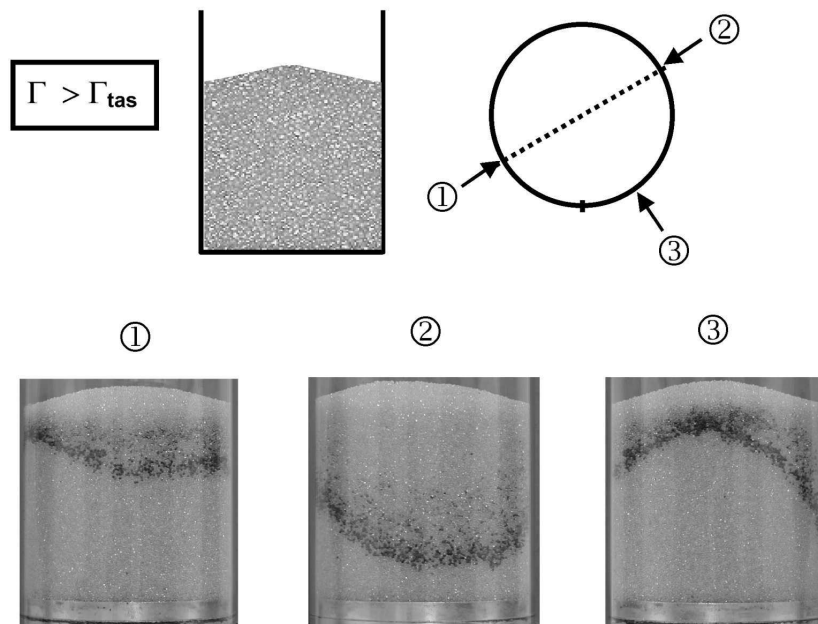


FIG. 5.22 – Le schéma du haut reprend celui de la figure 5.20. La droite en pointillé sur la vue de dessus désigne le plan de symétrie, qui ne se déduit pas directement de la forme de la surface libre, mais qui apparaît au niveau des déplacements des traceurs. Les photographies (1), (2) et (3) montrent ces déplacements suivant ces trois vues dans le cas où $\Gamma > \Gamma_{tas}$.

au champ de déplacement. On note également un déséquilibre en intensité entre ces deux flux principaux. Au bout d'un certain temps, on observe dans les zones à faible convection une forte déformation de la couche de traceurs initialement horizontale, comme le montre la figure 5.22. Ce déséquilibre semble moins marqué lorsque Γ augmente. On se rapproche alors progressivement d'un flux axisymétrique.

5.2.3 Vitesse de convection à la paroi

Pour rendre compte de l'importance de ce phénomène, notamment avec l'intensité des secousses, on cherche à quantifier le flux convectif. Pour cela, on étudie la trajectoire verticale des traceurs situés dans la zone où le mouvement des billes est le plus intense. Plusieurs exemples de ces déplacements descendants sont proposés sur la figure 5.23 : il y a une diminution rapide de l'altitude pendant le début de la compaction, puis la variation devient plus lente et régulière. Ce type de comportement est obtenu systématiquement, qu'on se place au-dessus ou au-dessous de Γ_{tas} .

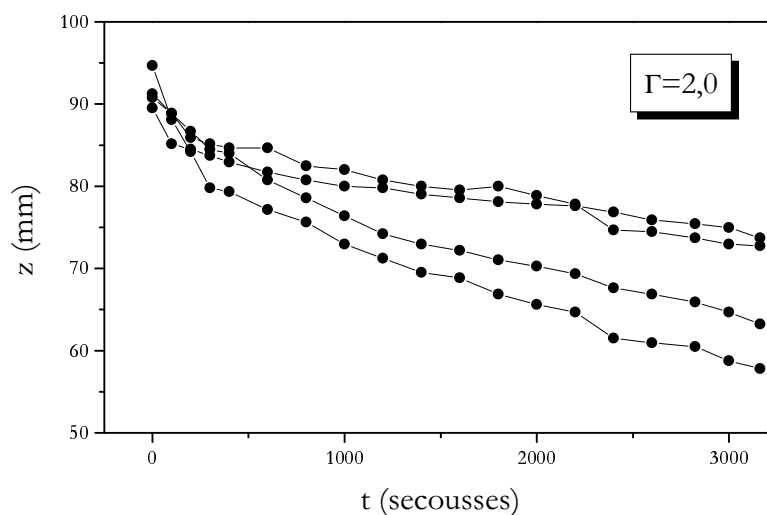


FIG. 5.23 – Evolution au cours du temps des positions verticales dans l'empilement de 4 traceurs pour des secousses d'intensité $\Gamma = 2,0$ et avec des billes de diamètre $d = 5\text{ mm}$. Après un régime transitoire, on observe une décroissance à peu près linéaire.

On peut en déduire une vitesse de descente, v_z , le long de ces trajectoires. L'incertitude de mesure est réduite autant que possible en faisant une moyenne statistique sur plusieurs

trajectoires (de l'ordre de 4 ou 5). On obtient ainsi une estimation de la vitesse de convection moyenne à la paroi, $\langle v_z \rangle$, dans la zone de plus forte activité. La figure 5.24 présente cette vitesse moyenne obtenue à partir des trajectoires de la figure 5.23.

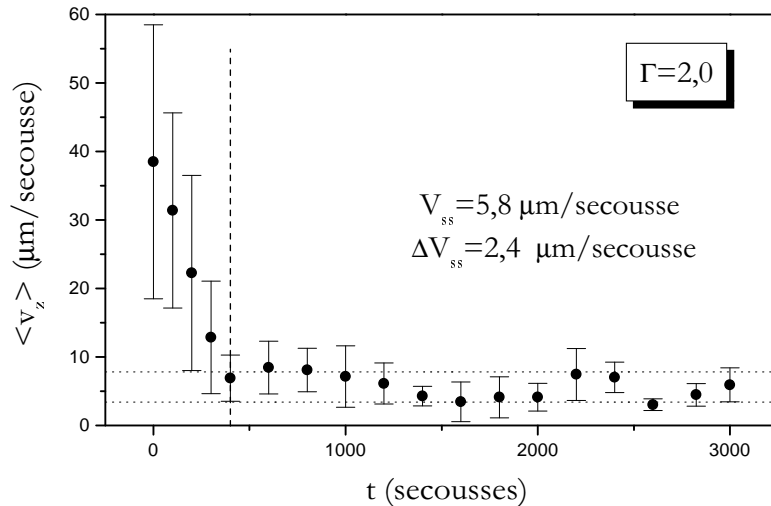


FIG. 5.24 – Evolution temporelle de la vitesse de descente moyenne calculée à partir des trajectoires de la figure 5.23. Au bout d'environ 500 secousses (temps transitoire symbolisé sur la figure par la droite verticale en tirets), la vitesse se stabilise à une valeur stationnaire que l'on peut estimer à $V_{ss} = 5,8 \pm 2,4 \mu\text{m}/\text{secousse}$. Les deux lignes horizontales en pointillé délimitent l'intervalle de tolérance de cette estimation.

Il y a un régime transitoire pendant lequel la vitesse décroît assez nettement avant d'atteindre une valeur stationnaire plus ou moins constante. Comme l'empilement est lui-même en cours de compaction, plutôt que de calculer la vitesse $\langle v_z \rangle$ dans le référentiel du cylindre, on peut utiliser la position des traceurs par rapport à la surface locale de l'empilement pour faire le calcul. Toutefois, la différence entre ces deux vitesses n'est notable que dans le régime transitoire au-delà duquel la compaction devient très limitée sur cette échelle de temps. Au final, on peut raisonnablement quantifier l'intensité de la convection à travers la vitesse stationnaire V_{ss} ainsi obtenue. Cette valeur ne donne qu'un ordre de grandeur du fait des imprécisions de la mesure. Cependant, compte tenu de la forte variation de V_{ss} avec Γ , cette estimation assez grossière semble suffisante. En effet, V_{ss} est extrêmement sensible à l'intensité Γ , imposant ainsi d'utiliser la représentation de la figure 5.25 qui montre la variation de $\ln(V_{ss})$ avec Γ pour les trois tailles de billes étudiées.

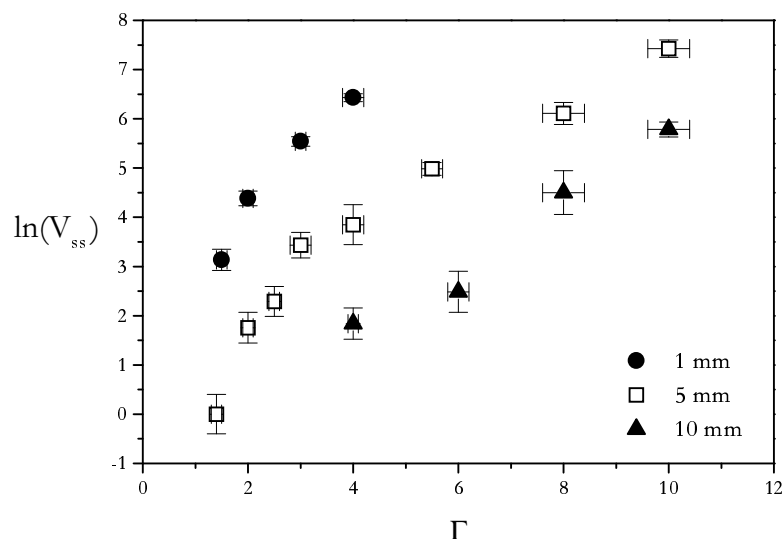


FIG. 5.25 – Variation de la vitesse stationnaire de convection V_{ss} avec l'intensité Γ des secousses pour les trois tailles de billes étudiées. V_{ss} est exprimée en $\mu\text{m}/\text{secousse}$.

Notons qu'avec notre dispositif l'évolution temporelle de la vitesse descendante près des parois semble atteindre une valeur quasi-stationnaire, ce qui est en désaccord avec la loi (5.10) en exponentielle décroissante obtenue dans les expériences de Chicago pour la vitesse maximale du flux central ascendant. Ceci peut s'expliquer par les différences expérimentales, notamment en ce qui concerne la hauteur de l'empilement ou le frottement aux parois. Il se peut aussi que notre mesure ne soit pas assez fine pour observer une éventuelle décroissance aux temps longs.

5.2.4 Proposition d'interprétation

Comme on l'a vu, notre dispositif ne nous permet d'étudier la cinétique de convection qu'au niveau des parois. Il n'est pas possible de sonder l'intérieur de l'empilement pour en déduire, par exemple, le champ de vitesse comme dans l'étude menée par Knight (Knight et al., 1996) et qui utilise la technique de l'IRM. Par conséquent, l'interprétation que nous proposons ici n'est qu'une hypothèse plausible mais non vérifiable.

L'idée de départ se base sur la présence d'un rouleau de convection de forme toroïdale à l'intérieur du récipient. Cette forme correspond bien au champ de vitesse mesuré par Knight et a également été obtenue par modélisation numérique (Talbot et Viot, 2002). Nous pensons que, sous certaines conditions, ce régime de convection peut se déstabiliser très lentement, mais avec des conséquences visibles aux temps longs. Nous avons noté que la convection présente un régime transitoire, plus ou moins long suivant la valeur de Γ , pendant lequel les vitesses de convection sont plus élevées et fluctuantes. Ce comportement transitoire est associé à une densification initiale assez nette. Notons que le terme "initial" peut correspondre ici à plusieurs milliers de cycles lorsque l'empilement n'est que faiblement sollicité. Nous pensons que, pendant ce régime initial, un petit défaut de verticalité intrinsèque au dispositif est suffisant pour déséquilibrer faiblement la répartition de masse. En effet, il a été mis en évidence que la vitesse de convection à la paroi diminue lorsque cette paroi est inclinée vers l'extérieur de l'empilement (Knight, 1997). L'effet inverse se produit de l'autre côté du récipient. Ce déséquilibre impose ainsi un plan de symétrie vertical dans une zone assez précise. Il crée une légère accumulation de masse d'un côté du récipient, ce qui a tendance à briser la symétrie cylindrique du rouleau de convection. Par conservation de la masse, la surface de l'empilement tend à s'incliner. L'évolution ultérieure dépend alors de l'intensité des sollicitations.

Cas $\Gamma < \Gamma_{tas}$

Si Γ est faible, l'inclinaison de la surface libre n'est quasiment pas perturbée par les secousses. Les écoulements de surface, qui tendent à aplanir l'interface, restent très limités et ont un effet d'autant plus négligeable que Γ est faible. L'instabilité persiste et la dissymétrie s'accroît. La forme toroïdale du flux de convection est de plus en plus distordue. Les mouvements se font presque uniquement au niveau du plan de symétrie. En s'éloignant de ce plan, les vitesses s'atténuent progressivement et expliquent l'allure parabolique très aplatie observée au niveau des déplacements. Dans ce plan de symétrie, il y a deux rouleaux de convection dont l'un devient progressivement prédominant tandis que l'autre est extrêmement réduit avec des vitesses devenant quasiment nulles. La surface est formée de deux plans inclinés dont l'un grandit jusqu'à faire disparaître complètement l'autre.

Plus Γ est petit et plus l'effet modérateur des écoulements de surface diminue. La surface parvient alors à se maintenir inclinée à un angle Θ_{ss} de plus en plus élevé. La valeur maximale envisageable pour Θ_{ss} correspond à l'angle d'avalanche qui serait atteint pour $\Gamma \rightarrow 0$. Mais une autre limitation apparaît alors, celle du temps d'évolution qui

devient gigantesque et empêche l'obtention d'un état stationnaire dès que Γ est trop petit. Pour les champs de vitesse et de déplacement, on peut envisager, dans le régime initial, le régime intermédiaire et le régime stationnaire final, les allures qualitatives présentées sur la figure 5.26.

Cas $\Gamma \sim \Gamma_{tas}$

La compétition entre les écoulements de surface et la déstabilisation du flux convectif limite l'inclinaison de la pente. Les mouvements sont un peu moins localisés dans le plan de symétrie et, dans ce plan, la différence de tailles et d'intensités des rouleaux de convection est plus limitée. La surface présente alors une allure stationnaire avec une hauteur maximale qui n'est plus située au niveau de la paroi mais entre la paroi et le centre. La surface est donc composée de deux plans inclinés de tailles différentes. Ces résultats sont synthétisés sur le schéma de la figure 5.26.

Cas $\Gamma > \Gamma_{tas}$

Les écoulements de surface stabilisent l'empilement et la dissymétrie initiale ne parvient pas à se développer. La surface supérieure conserve à peu près la symétrie cylindrique avec une forme de cône très aplati. Le flux de convection garde un profil toroïdal avec vraisemblablement une légère dissymétrie de révolution. L'allure correspondante est schématisée sur la figure 5.26.

Cette interprétation nous semble satisfaisante pour expliquer les différentes observations expérimentales. Mais elle reste bien sûr au stade de l'hypothèse et demande une validation expérimentale que nous ne pouvons malheureusement pas apporter.

Par ailleurs, il est important de s'intéresser aux ordres de grandeur des vitesses de convection. Les différentes valeurs que nous avons obtenues pour V_{ss} s'étendent sur plusieurs décades : approximativement entre $1 \mu m/secousse$ et $1 mm/secousse$ pour des valeurs de Γ comprises entre 1,4 et 10 selon la taille des billes. Les mesures de Knight sont du même ordre de grandeur (Knight et al., 1996). En remettant ces vitesses à l'échelle des billes, on voit qu'il faut parfois plus de 1000 secousses avant qu'une bille ne se déplace d'une distance égale à son diamètre. Pour des valeurs encore plus faibles de Γ , l'évaluation de V_{ss} n'est plus réalisable. Pour gagner en temps d'expérimentation, on peut alors travailler en vibration et estimer une vitesse cumulée V_{max} qui sera toujours supérieure à V_{ss} . La méthode sera

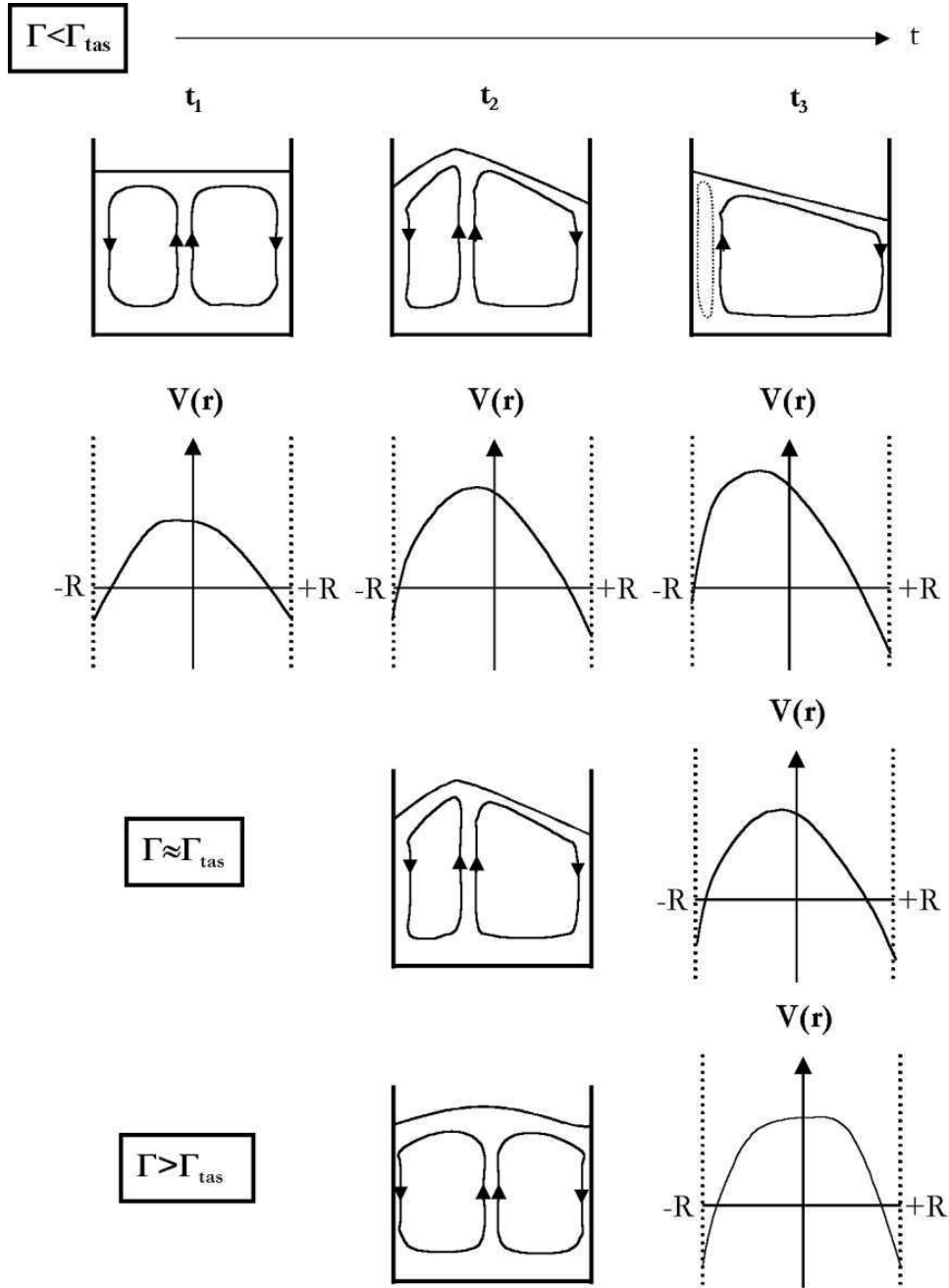


FIG. 5.26 – Illustration de l'interprétation proposée. Les schémas représentent en coupe, dans le plan de symétrie, les déplacements associés aux rouleaux de convection et les différents champs de vitesse $V(r)$. Pour le cas $\Gamma < \Gamma_{tas}$, la situation est représentée pour trois temps intermédiaires. Dans les deux autres cas, seules les situations stationnaires finales sont schématisées.

présentée en détail au paragraphe 5.3. L'ordre de grandeur de ces vitesses a été estimé approximativement jusqu'à $10^{-2} \mu\text{m}/\text{cycle}$ pour des billes de 1 mm et Γ plus petit que 1. Il faut donc 10^5 cycles pour observer le déplacement d'une bille sur une distance égale à son diamètre ! Ce que nous voulons souligner ici c'est que ce flux de convection est très limité en intensité. Les valeurs de V_{max} sont nettement plus petites que les vitesses mesurées dans différentes études sur la convection (Knight et al., 1996; Knight, 1997; Painter et Behringer, 2000). Et pourtant, cette convection extrêmement faible, qui est négligeable pour tous les processus rapides, peut avoir des conséquences spectaculaires aux temps longs. Ainsi, étudiant la compaction sur une échelle de temps très grande, nous avons vu apparaître cette convection et tout particulièrement à travers l'inclinaison progressive de la surface libre de l'empilement. On peut penser que le défaut de verticalité ne va jouer que sur le temps caractéristique et l'orientation de cette déstabilisation. La brisure de symétrie serait donc liée aux conditions de sollicitations et non pas créée par ce défaut du dispositif. Ce type d'inclinaison spontanée de la surface a ainsi déjà été observée avec des cellules parallélépipédiques quasi-2D (Evesque et Rajchenbach, 1989) ou 3D (Aoki et al., 1996). Dans notre cas, une meilleure verticalité augmentera juste le temps de vie de la surface initiale horizontale. Cependant, pour de faibles valeurs de Γ , ce temps devient vite gigantesque. En guise d'exemple, pour un empilement de billes de 1 mm ayant subi plus de $3 \cdot 10^5$ secousses d'intensité $\Gamma = 0,96$, l'inclinaison de la surface supérieure commence juste à apparaître.

5.2.5 Résumé de la phénoménologie

La convection qui se manifeste conjointement à la compaction dans un empilement faiblement sollicité est à l'origine d'une déstabilisation du milieu. Elle donne lieu à une **brisure de symétrie cylindrique** et à la création d'un plan vertical de symétrie. Ces évolutions sont visualisées par des différences de vitesse et de déplacement des billes situées près des parois en fonction de leur écartement angulaire par rapport au plan de symétrie. Mais surtout, pour des sollicitations très faibles ($\Gamma < \Gamma_{tas}$ avec $\Gamma_{tas} \sim 2$), on observe une **inclinaison** progressive de la surface libre de l'empilement. Un état stationnaire est atteint, pour lequel on peut estimer une vitesse descendante de convection V_{ss} et une inclinaison finale Θ_{ss} si $\Gamma < \Gamma_{tas}$. Θ_{ss} augmente si Γ est diminuée car la surface parvient de mieux en mieux à maintenir son inclinaison. Enfin, c'est l'intensité Γ des secousses qui gouverne l'intensité du flux de convection, évaluée par l'intermédiaire de V_{ss} .

Pour élargir notre étude au-delà de la simple influence de Γ sur la cinétique de la convection, nous avons cherché à analyser l'impact éventuel d'autres paramètres : la présence d'une surcharge, la taille des billes utilisées, les conditions de frottement, la fréquence des sollicitations. Cette étude a été menée parallèlement pour la compaction et pour la convection.

5.3 Influence des différents paramètres

Nous exposons donc dans ce paragraphe la dépendance des deux phénoménologies précédemment décrites à divers caractéristiques ou paramètres du système. Dans un premier temps, une surcharge de masse variable est placée sur le dessus de l'empilement lors des secousses. Nous présentons ensuite des résultats obtenus pour des sables et pour des billes de tailles différentes. Enfin, en se plaçant dans le cas d'un empilement vibré et non secoué, nous analysons l'influence de la fréquence de vibration pour des valeurs de Γ modérées.

5.3.1 Effet d'une surcharge

Placer une surface plane lestée sur le haut de l'empilement a des effets à deux niveaux. Du point de vue géométrique, toute inclinaison de la surface supérieure de l'empilement est interdite. Du point de vue mécanique, cela permet d'imposer à l'empilement une pression verticale variable. Peut-on ainsi supprimer la convection ? Ou augmenter la compacité maximale en fin de compaction ?

Nous présentons ici une étude de l'influence d'une surcharge sur la dynamique et les états stationnaires de la compaction et de la convection. Nous avons travaillé avec un empilement de billes de 5 mm de diamètre. La surcharge est placée sur le dessus de l'empilement dont on a au préalable aplani la surface. Il s'agit d'un cylindre muni d'un fond horizontal plat et partiellement évidé pour alléger l'ensemble, son diamètre extérieur est choisi légèrement inférieur au diamètre intérieur du récipient et la nature du fond peut être modifiée. Ce dispositif permet à la charge de se déplacer sous l'effet des secousses et avec un frottement limité du fait de l'espace ménagé avec la paroi du récipient. Quelle que soit la surface en contact avec l'empilement, la partie de la surcharge qui frotte au niveau des parois reste toujours la même. Comme on l'a dit, on impose à la surface libre de l'empilement de rester horizontale tout en permettant aux billes de se restructurer lors des phases de secousses. Il est également possible de faire varier la masse totale de la surcharge, en la lestant plus ou moins, et de modifier la nature du fond plan en contact avec les billes.

On a travaillé avec trois types de surcharges : une surcharge rugueuse constituée de billes de différentes tailles collées dans un arrangement désordonné sur une surface plane, une surcharge lisse en alliage d'aluminium (dural) et une surcharge lisse en laiton. Dans tous les cas, la présence d'une surcharge a pour effet de réduire fortement la vitesse de convection tout en ralentissant la compaction de l'empilement. Nous avons réalisé des études plus systématiques avec la surcharge rugueuse. La figure 5.27 compare ainsi la dépendance de V_{ss} avec Γ avec et sans la surcharge rugueuse.

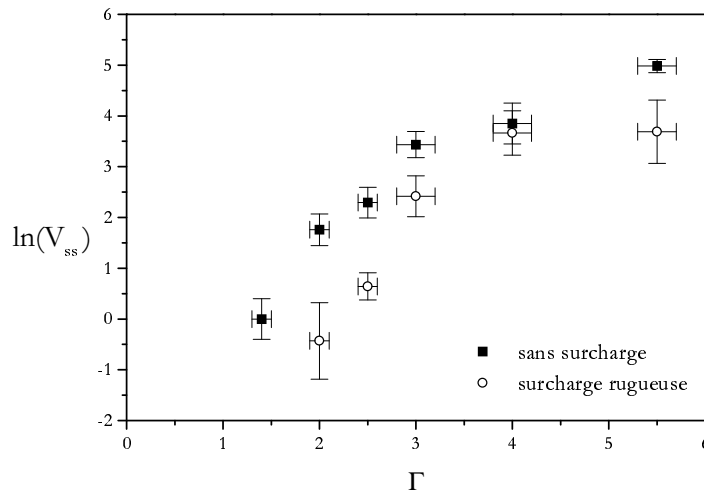


FIG. 5.27 – Comparaison de l'intensité de la convection avec et sans surcharge rugueuse à la surface libre de l'empilement. Pour toutes les valeurs de Γ , la vitesse stationnaire de convection V_{ss} est systématiquement plus faible en présence de la surcharge.

La présence de la surcharge empêche effectivement la mise en tas de la surface de l'empilement mais, pour autant, on constate que la convection conserve à peu près les mêmes propriétés de symétrie que celles décrites précédemment : la surcharge semble juste ralentir le phénomène.

En changeant la masse totale ΔM de la surcharge, on observe peu de variation : il y a une très faible diminution de V_{ss} quand ΔM augmente. Par contre, la nature de la surface en contact avec les grains semble déterminante. Ainsi, avec une surcharge rugueuse, la diminution de la convection est limitée. Elle devient plus conséquente pour la surface en laiton et encore plus pour la surface en dural. Plusieurs facteurs peuvent être invoqués pour expliquer ce ralentissement, et en particulier le coefficient de frottement du système

surface-billes de même que son coefficient de restitution. Toutefois, cette étude rapide ne nous a pas permis d'identifier la cause exacte de cet effet de ralentissement.

L'effet de la surcharge est assez comparable pour les courbes de compaction. La densification est ralentie mais conserve la même allure qualitative, ce qui permet d'utiliser encore la loi d'ajustement de Kohlrausch-Williams-Watts. La relation $\tau(\Gamma)$ déduite pour une surcharge en dural semble conserver approximativement la dépendance linéaire entre $\ln \tau$ et Γ^{-1} comme le montre la figure 5.28.

Les temps τ obtenus avec la surcharge sont systématiquement supérieurs à ceux obtenus sans surcharge. La figure 5.28 présente aussi l'évolution de ce temps τ pour la surcharge en dural et à intensité Γ donnée quand on fait varier sa masse totale ΔM . τ augmente alors légèrement mais semble rapidement se stabiliser dès que la masse ΔM devient assez grande. Toutefois les modifications observées restent assez limitées.

Des différences un peu plus nettes apparaissent au niveau de la compacité finale $\langle \Phi \rangle_{ss}$ atteinte par le système : elle augmente notablement par rapport au cas sans surcharge comme le montre la figure 5.29. Dans le cas sans surcharge, la variation de $\langle \Phi \rangle_{ss}$ est très importante pour $1 < \Gamma < 2$. Au contraire, en présence de surcharge, la variation est beaucoup plus limitée, très vraisemblablement parce que la surcharge empêche l'inclinaison de la surface supérieure de l'empilement. Par ailleurs, à intensité Γ donnée, l'influence de la masse ΔM de la surcharge est similaire à celle observée pour le temps τ : augmentation légère puis saturation.

Au bilan, on voit que la présence d'une surcharge verticale peut avoir une influence à trois niveaux différents. Il y a d'abord la contrainte géométrique qui interdit l'inclinaison éventuelle de la surface supérieure de l'empilement et semble jouer sur la compacité finale atteinte par le système, qui est plus grande. Dans un second temps, le frottement entre la surface horizontale de la surcharge et les billes modifie de façon plus ou moins marquée la cinétique de la convection et de la compaction. Cette modification est peu marquée pour une surface rugueuse composée de billes de verre et pour une surface en laiton. Elle l'est davantage pour une surface en dural. Enfin, l'effet de la pression imposée par cette surcharge est assez faible. Elle tend à ralentir la cinétique tout en permettant un gain en compacité. Ce gain en compacité reste toutefois limité et sature rapidement quand on augmente la pression. A titre comparatif, les expériences réalisées par Youd (Youd, 1972) et par Tokue (Tokue, 1976) n'avaient pas révélé d'influence notable de la pression verticale

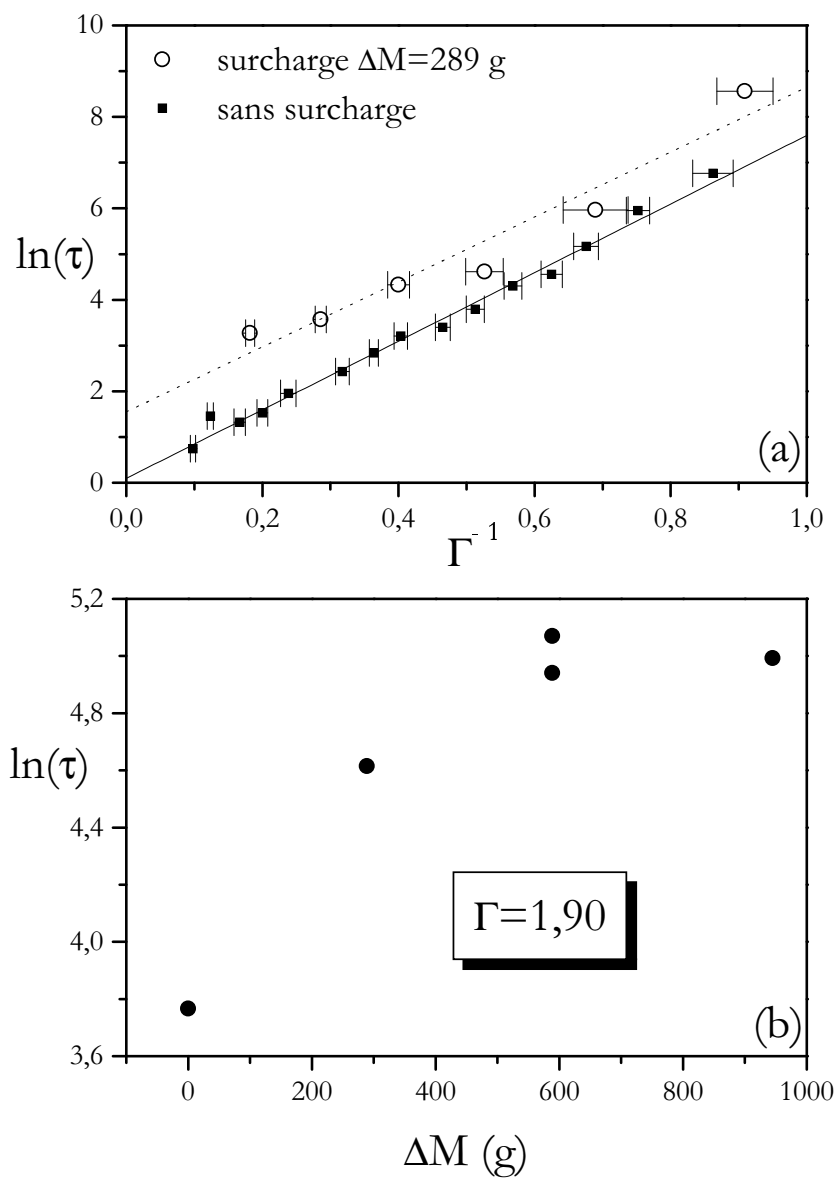


FIG. 5.28 – (a) Lois cinétiques $\tau(\Gamma)$ obtenues sans surcharge et avec une surcharge en dural $\Delta M = 289$ g. (b) Variation de $\ln \tau$ avec la masse ΔM de la surcharge en dural placée sur le dessus de l'empilement et pour des secousses d'intensité $\Gamma = 1,90$.

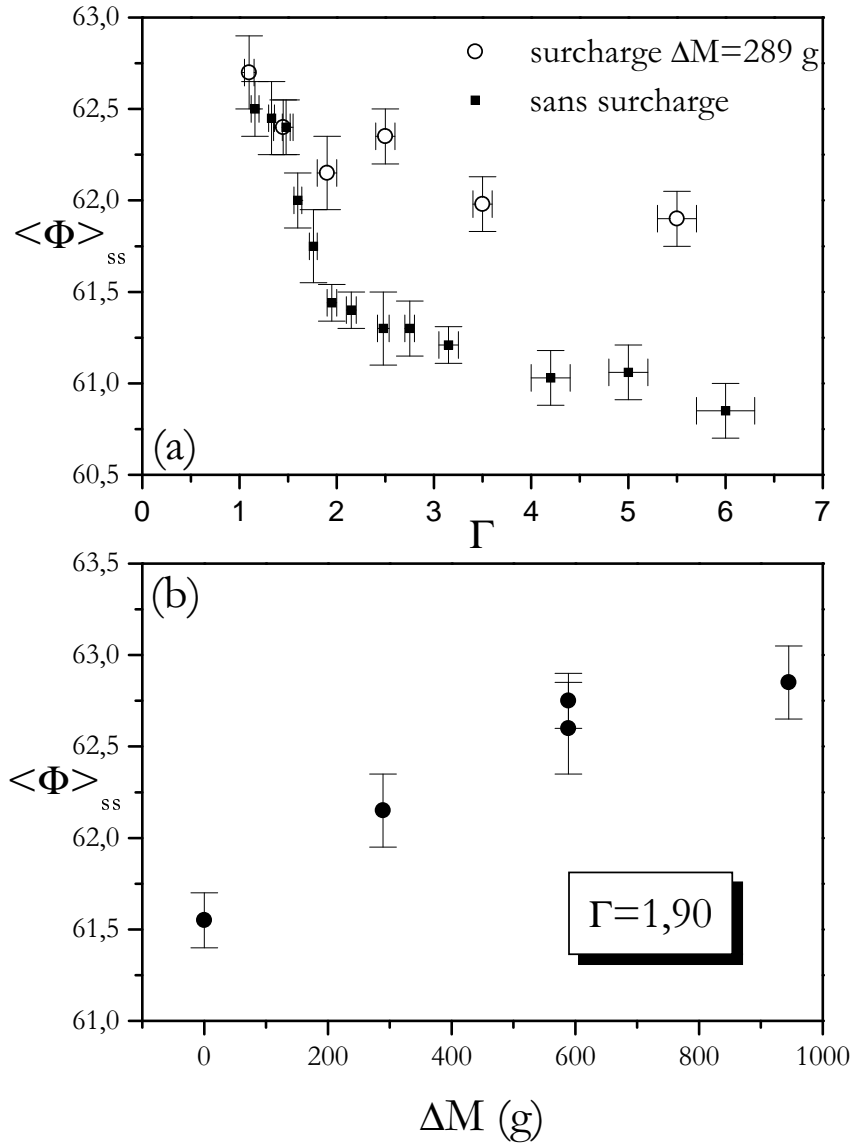


FIG. 5.29 – a) Dépendance de la compacité stationnaire $\langle \Phi \rangle_{ss}$ avec Γ , obtenue sans surcharge et avec une surcharge en dural ($\Delta M = 289$ g). (b) Variation de $\langle \Phi \rangle_{ss}$ avec la masse ΔM de la surcharge en dural placée sur le dessus de l'empilement et pour des secousses d'intensité $\Gamma = 1,90$

lors de séquences de densification. Dans les deux cas, les essais étaient effectués avec des pressions verticales nettement plus grandes que celles utilisées ici. On peut alors penser que le régime de saturation est atteint dans ces expériences, ce qui explique cette non-influence de la surcharge verticale.

Une surcharge peut donc permettre d'éviter la mise en tas de l'empilement et d'atteindre une compacité finale qui est un peu plus élevée mais également un peu plus longue à obtenir. Cependant il n'est pas utile d'imposer une pression trop élevée car il y a une saturation rapide de cet effet.

5.3.2 Effet de la forme des grains

Quelques expériences de compaction ont été réalisées avec deux sables de natures différentes. Le premier est un sable qui provient de la Loire et présente donc des grains "roulés" c'est-à-dire de forme lissée et assez peu anguleuse. Le second sable est extrait d'une carrière située à Malroche, près de Rennes. Les grains ont cette fois des formes variées qui peuvent être très anguleuses, on parle de sable "concassé". L'intérêt de ces essais est de replacer notre étude dans la cadre d'une compaction plus proche des applications industrielles.

Pour ces sables qui se rapprochent davantage des matériaux granulaires industriels, on peut envisager principalement deux différences importantes avec le cas d'un empilement de billes de verre sphériques. La première concerne le frottement effectif entre le milieu et les parois : il est plus élevé avec ces sables du fait notamment de la forme des grains. Nous n'avons pas mesuré les coefficients de frottement correspondants, mais on peut très raisonnablement penser que le coefficient de frottement du sable de Malroche est plus élevé que celui du sable de Loire, lui-même supérieur à celui des billes de verre qui est de l'ordre de 0,12 à 0,18 (voir chapitre 3). Cette relation d'ordre est confirmée par l'inclinaison obtenue pour la surface libre des empilements aux faibles intensités de secousses : cette inclinaison est plus nette avec les deux sables, surtout pour le sable "concassé". Par ailleurs, contrairement aux billes de verre, ces deux sables présentent une certaine polydispersité. Le sable de Loire a été tamisé entre 1 et 1,6 mm et le sable de Malroche entre 0,5 et 2 mm. Les tailles moyennes sont donc de l'ordre de 1 mm. Par comparaison avec les billes de verre de 1 mm, on cherche à établir les modifications de comportement que vont amener ces différences de frottement, de forme des grains et de polydispersité.

La figure 5.30 montre, pour chacun de ces deux sables, une courbe de compaction obtenue pour des secousses d'intensité $\Gamma \approx 2,5$. Les coefficients d'absorption ont été estimés

par comparaison avec des mesures de compacité obtenues directement par mesure de la hauteur des empilements. On a alors besoin des densités des sables : elles sont évaluées par mesure de déplacement d'eau dans une éprouvette graduée, méthode déjà présentée au chapitre 4. Du fait des différences de frottement entre billes, les compacités sont nettement plus faibles pour ces sables que pour les empilements de billes de 1 mm.

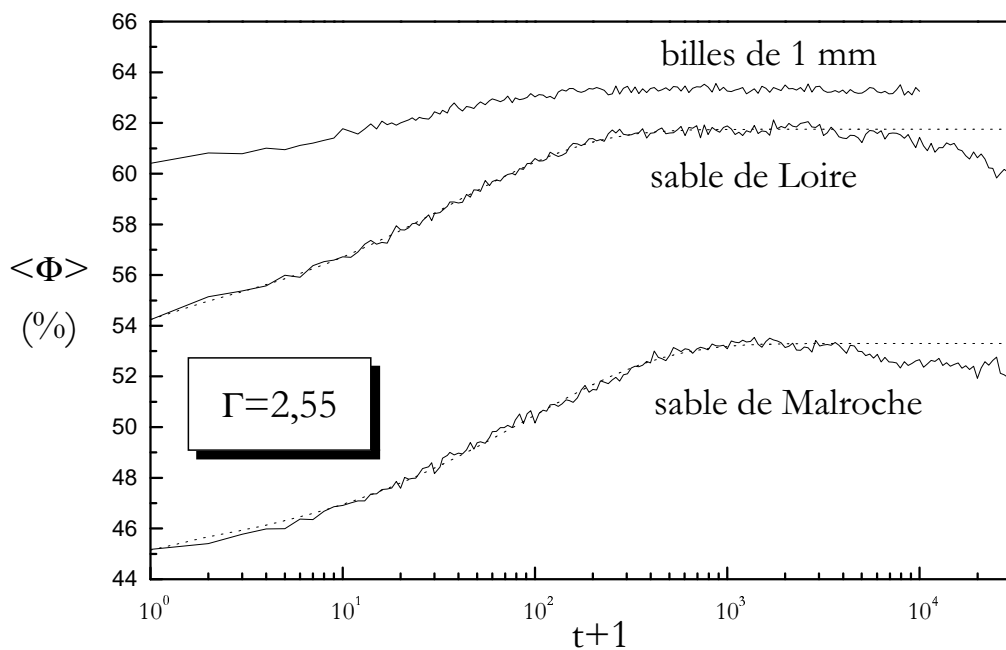


FIG. 5.30 – Courbes de compaction obtenues à $\Gamma = 2,55$ pour les deux sables étudiés et, en guise de comparaison, pour les billes de verre de 1 mm de diamètre. Dans ce dernier cas, la courbe a été décalée de $\Delta\Phi = 2\%$ de façon à améliorer la lisibilité de la figure. Les courbes en pointillé correspondent à des lois d'ajustement KWW.

Sur ces courbes, on observe deux comportements bien séparés sur l'échelle temporelle. Au début, l'empilement se compacte de façon semblable aux empilements de billes étudiés au paragraphe 5.1. La loi d'ajustement de Kohlrausch-Williams-Watts reste là encore une bonne approximation. Aux temps plus longs, la compacité diminue progressivement dans des proportions plus ou moins importantes. Nous pensons que cette décompaction s'explique par de la ségrégation de taille due à la polydispersité des grains. En effet, en fin de séquence de compaction, on observe dans les empilements une sélection des grains par

taille, particulièrement visible pour le sable "concassé". Les plus gros grains semblent se trouver préférentiellement près des parois, dans les zones où le flux de convection est important. L'augmentation relative de cette population des plus gros grains dans ces zones où le frottement gère directement l'intensité de la convection n'est pas sans conséquence : l'état stationnaire de convection est progressivement modifié avec pour effet cette diminution de compacité dans l'empilement.

Cette interprétation est confirmée par d'autres essais réalisés avec les billes de $0,5\text{ mm}$ de diamètre. Nous avons précisé au chapitre 4 que ces billes sont tamisées car elles présentent deux populations assez bien séparées en tailles. Mais si on effectue des séquences de compaction sans tamiser préalablement les billes, on observe exactement la même allure que sur la figure 5.30. Après tamisage, la diminution en fin de séquence disparaît complètement et l'état stationnaire n'évolue pas aux temps longs.

Intéressons-nous maintenant aux phases de compaction obtenues pour ces deux sables. En limitant l'ajustement de la loi KWW à ces phases initiales de compaction, on en déduit les paramètres τ et β . La figure 5.31 présente les valeurs obtenues et les compare au cas des billes de diamètre $d = 1\text{ mm}$. On constate que les valeurs de β sont assez comparables, celles obtenues avec le sable de Malroche étant peut-être légèrement plus faibles que les autres. Concernant les valeurs de τ , elles sont manifestement plus élevées pour les sables et la compaction est donc ralentie. Ce ralentissement est plus important pour le sable "concassé". Les effets liés à la polydispersité jouant aux temps très longs, le frottement effectif entre le milieu granulaire et les parois du récipient semble être ici à l'origine de ce ralentissement.

Au bilan, dans ces conditions de sollicitations modérées, des effets de ségrégation apparaissent mais sur une échelle de temps plus grande que les effets de densification. Pour des tailles de grains comparables, la cinétique de la compaction est d'autant plus rapide que l'empilement a un frottement limité aux parois. Cette élévation du frottement effectif entre le milieu et les parois est principalement liée aux formes assez irrégulières des grains de sable par rapport aux billes lisses et sphériques utilisées précédemment. Mais ces effets de formes peuvent également jouer à un niveau géométrique, en particulier pour le sable "concassé", en rendant plus difficiles les réarrangements collectifs au sein du milieu. La compaction d'ensemble s'en trouve ralentie.

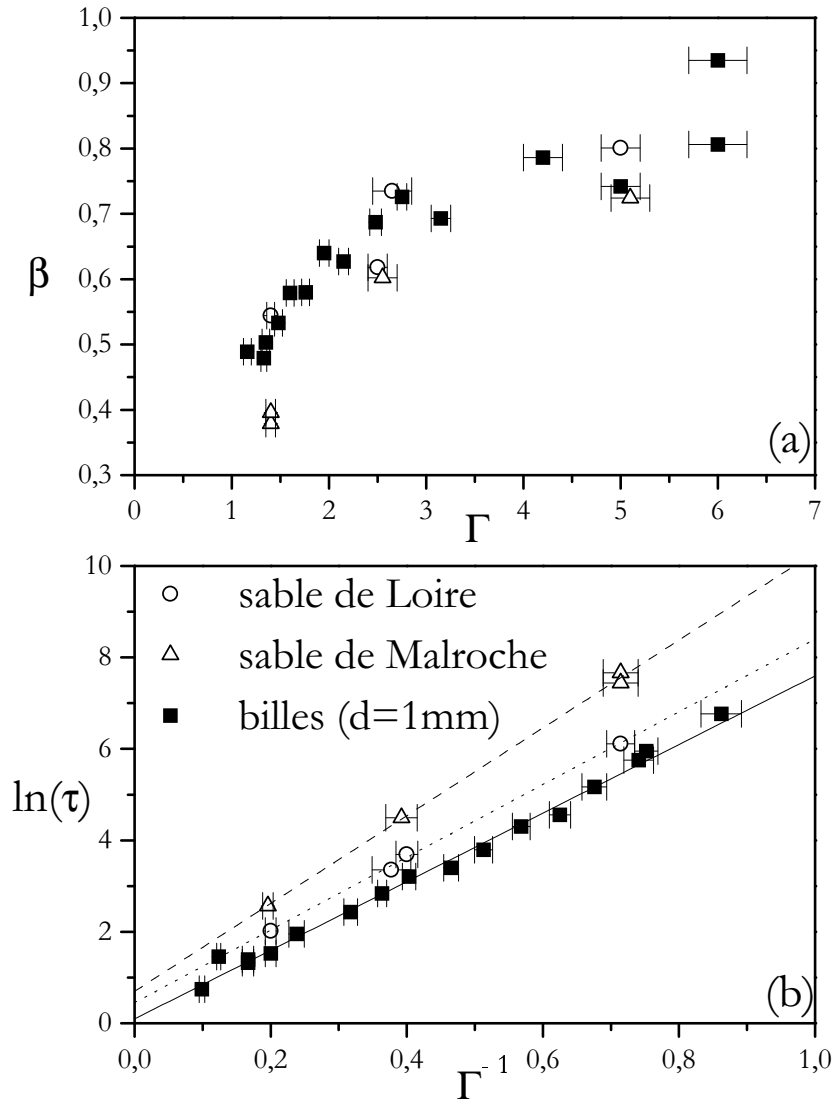


FIG. 5.31 – Les deux paramètres (a) β et (b) τ (en échelle logarithmique) sont représentés en fonction respectivement de Γ et Γ^{-1} pour les deux sables étudiés et pour les billes de verre de 1 mm de diamètre.

5.3.3 Influence de la taille des billes

Une étude de l'influence de la taille des billes a été menée de façon très complète lors des expériences de compaction et façon plus rapide pour les essais en convection.

Cas de la compaction

Pour ces expériences, nous avons travaillé avec le même dispositif mais en utilisant des billes de tailles différentes : $d = 0,5 \text{ mm}$, $d = 1 \text{ mm}$ (cas présenté dans le paragraphe 5.1), $d = 3 \text{ mm}$, $d = 5 \text{ mm}$ et $d = 10 \text{ mm}$. Les deux derniers cas nous placent dans des conditions d'écartement comparables à celles des expériences réalisées à Chicago ($N_h = \frac{D}{d} \approx 10$).

Les premiers essais avec les billes les plus grosses ont montré qu'en plus de la compaction une cristallisation pouvait apparaître. Le paragraphe 5.3.5 est consacré à cette cristallisation. Elle semble principalement induite par le fond plan à la base du récipient cylindrique. Pour s'en affranchir dans l'étude spécifique de la compaction, nous avons fixé des fonds rugueux à la base du récipient. Ces surfaces rugueuses ont été fabriquées en collant sur une surface en dural des billes de différentes tailles et dans un arrangement désordonné. Deux fonds ont ainsi été réalisés : le fond rugueux n°1 est obtenu en collant des billes de diamètre 0,5, 1 et 2 mm ; le fond rugueux n°2 est construit avec des billes de diamètre 5, 7 et 10 mm. L'effet de ces fonds rugueux n'est notable que pour les empilements de plus grosses billes. Ainsi, pour des empilements de billes de 0,5 et 1 mm de diamètre, nous n'avons constaté aucune différence entre les expériences réalisées avec le fond rugueux n°1 et celles réalisées avec un fond lisse à la base du récipient (comme celles présentées au paragraphe 5.1 dans le cas des billes de 1 mm). Les séquences de compaction pour des empilements de billes de 0,5, 1 et 3 mm sont effectuées avec le fond rugueux n°1. Le fond rugueux n°2 est utilisé pour compacter des empilements de billes de 5 et 10 mm. Les empilements de départ sont obtenus par des méthodes similaires à la méthode 1 mais en adaptant au mieux le pas des tamis et des grilles aux différentes tailles des billes.

Les différentes courbes ne sont pas présentées ici car il est difficile, notamment pour des problèmes d'échelle (les valeurs absolues des compacités varient beaucoup en fonction de la taille des billes) de les tracer simultanément tout en gardant une bonne lisibilité. Ce que l'on a remarqué en premier, c'est que, pour une intensité Γ donnée, on obtient des courbes qui sont nettement séparées. Ce paramètre Γ ne peut pas donc à lui seul décrire le phénomène de compaction. La taille des billes doit être prise en compte soit directement,

soit par l'intermédiaire de l'écartement latéral $N_h = \frac{D}{d}$ (avec D le diamètre du récipient et d celui des billes), marquant ainsi l'influence des parois sur le processus de densification. Par ailleurs, pour les différentes courbes obtenues, l'allure générale reste la même et la loi d'ajustement de Kohlrausch-Williams-Watts continue d'être applicable. Ces courbes présentent des fluctuations plus marquées pour les billes les plus grosses et particulièrement pour celles de diamètre 10 mm . Les évaluations de τ et β sont alors moins précises et il faudrait réaliser des moyennes statistiques sur un plus grand nombre de réalisations pour améliorer la qualité de ces estimations. Pour comparer les différents cas, la loi cinétique $\tau(\Gamma)$ est un outil bien adapté. La figure 5.32 confronte les différentes lois obtenues avec les tailles de billes utilisées. Les dépendances de β avec Γ sont également présentées.

On constate en premier lieu que les valeurs de β sont assez dispersées. Pour une intensité Γ donnée, β semble diminuer si on augmente le diamètre des billes. Concernant les lois cinétiques, la dépendance linéaire entre $\ln \tau$ et Γ^{-1} , obtenue avec les billes de 1 mm , reste acceptable pour les billes de $0,5\text{ mm}$, mais pas pour les billes plus grandes. Par ailleurs, dans des conditions de sollicitations identiques (i.e. même valeur de Γ), le temps caractéristique τ augmente de façon assez nette lorsque la taille des billes est plus importante. Seules les billes de $0,5\text{ mm}$ présentent une exception puisqu'elles ont des valeurs de τ plus élevées que celles des billes de 1 mm . On reparlera du cas de ces billes qui ont également des comportements différents concernant la convection. Au bilan, mise à part la singularité de comportement de ces billes de $0,5\text{ mm}$, l'augmentation de la taille des billes, c'est-à-dire la réduction de l'écartement latéral N_h d'environ 100 à 10, tend à ralentir la compaction dans des proportions qui peuvent devenir assez importantes. Cette constatation est en accord avec les expériences de référence de Chicago dans lesquelles l'écartement latéral N_h est de l'ordre de 10 et les temps caractéristiques de relaxation observés sont très élevés.

Des différences apparaissent aussi au niveau de l'état stationnaire final. La figure 5.33 montre les diverses courbes obtenues pour $\langle \Phi \rangle_{ss}$ et pour $\langle Z \rangle_{ss}$. Dans le cas des billes de $0,5$ et de 1 mm , il y a une diminution de $\langle \Phi \rangle_{ss}$ assez nette dans la zone $1 < \Gamma < 2$. Cette diminution semble toujours apparaître pour les plus grandes billes mais elle se fait sur une gamme d'intensité Γ de plus en plus large. La même observation est faite pour l'énergie potentielle $\langle Z \rangle_{ss}$. Afin de comparer plus directement les courbes entre elles, nous avons évalué les écarts qui séparent ces grandeurs de leurs valeurs asymptotiques correspondant au cas $\Gamma \rightarrow \infty$: $\langle \Phi \rangle_{ss}^\infty$ et $\langle Z \rangle_{ss}^\infty$. Ces valeurs ont été estimées dans le cas où $\Gamma = 10$.

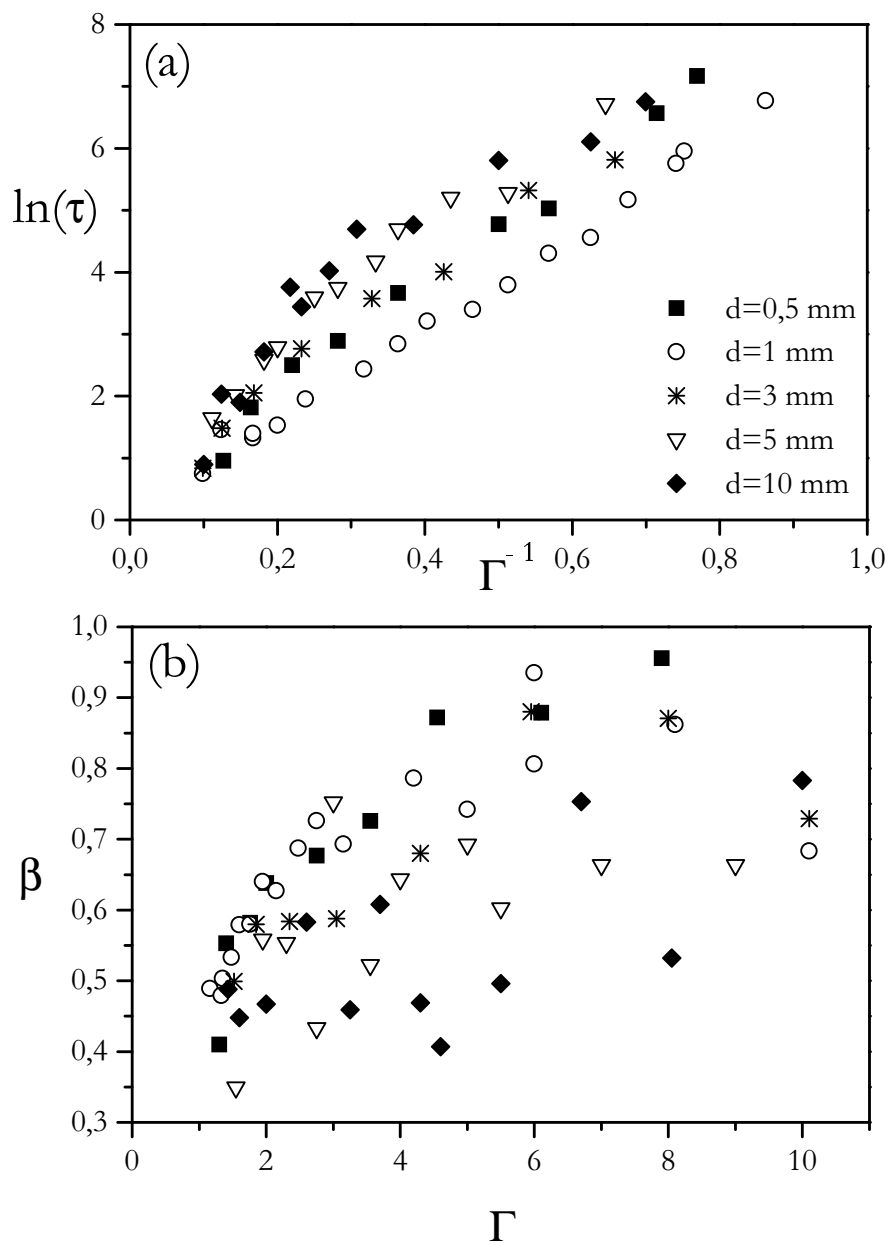


FIG. 5.32 – Les deux paramètres (a) τ (en échelle logarithmique) et (b) β sont représentés en fonction respectivement de Γ^{-1} et de Γ et pour les différentes tailles de billes étudiées : $d = 0,5 \text{ mm}$ (■), 1 mm (○), 3 mm (*), 5 mm (▽) et 10 mm (◆).

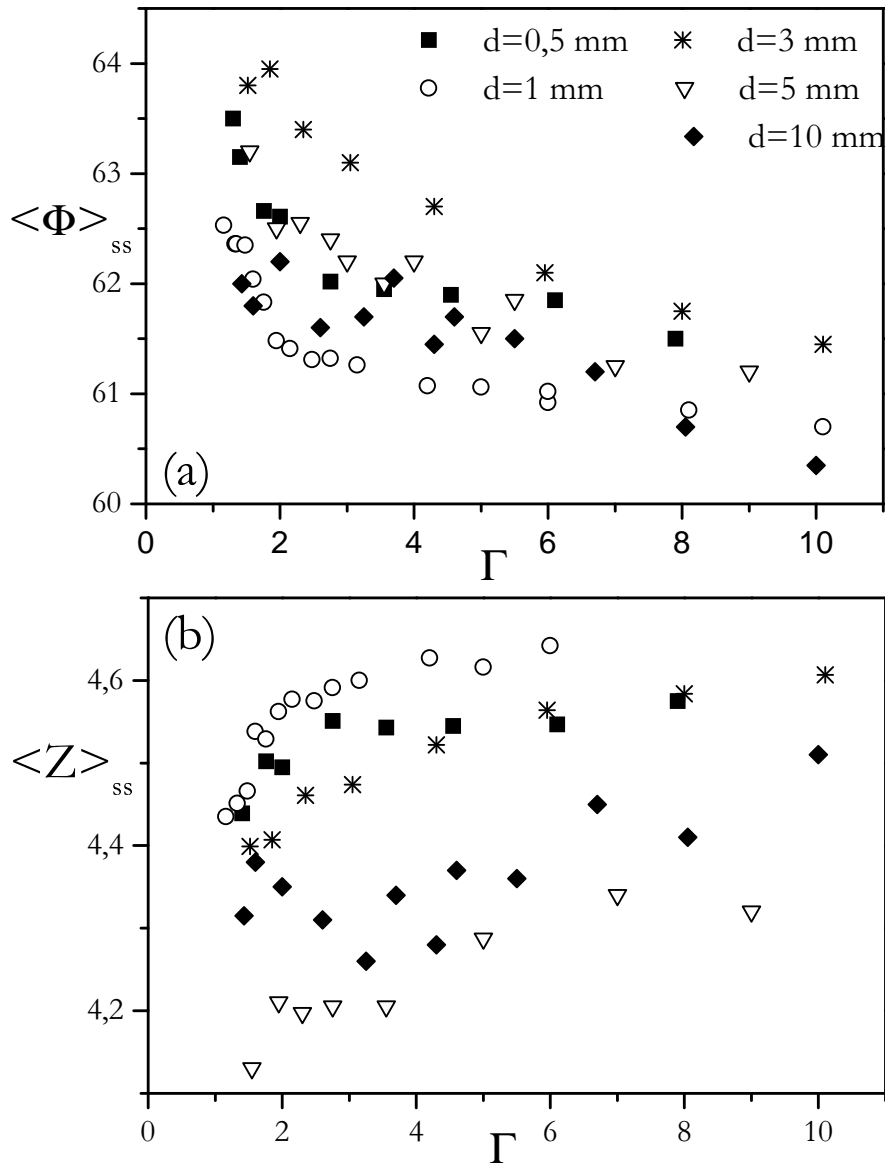


FIG. 5.33 – Courbes représentant (a) la compacité moyenne stationnaire $\langle \Phi \rangle_{ss}$ et (b) l'énergie potentielle moyenne stationnaire $\langle Z \rangle_{ss}$ en fonction de Γ et pour les différentes tailles de billes étudiées : $d = 0,5 \text{ mm}$ (■), 1 mm (○), 3 mm (*), 5 mm (▽) et 10 mm (◆).

Nous souhaitons trouver un paramètre qui permette de regrouper des différentes courbes. Comme on l'a vu, Γ ne permet pas ce regroupement et il apparaît une dépendance avec le diamètre d des billes. Partant de ce constat, nous avons cherché un paramètre simple qui soit fonction de Γ et de d . On peut alors s'inspirer de l'analyse du modèle classique d'une masse inélastique posée sur un fond oscillant ($z = a \cos(\omega t)$), présenté dans l'annexe A. Outre Γ , construit à partir de l'accélération maximale, deux autres paramètres apparaissent naturellement : ν qui est la vitesse maximale normalisée par la vitesse caractéristique des billes en chute libre \sqrt{gd} et δ qui correspond au déplacement maximal compté en diamètre d'une bille. Ils s'écrivent tous les deux en fonction de Γ et d :

$$\Gamma = \frac{a\omega^2}{g} \quad (5.13)$$

$$\nu = \sqrt{\frac{g}{d}} \frac{\Gamma}{\omega} \quad (5.14)$$

$$\delta = \frac{g\Gamma}{d\omega^2} \quad (5.15)$$

Ces relations imposent également une dépendance avec la fréquence que nous testerons par la suite. En ce qui concerne la dépendance avec le diamètre d , les deux choix d'échelle envisageables sont en $\Gamma d^{-1/2}$ et en Γd^{-1} . Seule la première offre un résultat intéressant : les différents points expérimentaux peuvent se regrouper de façon assez satisfaisante si nous les traçons en fonction de $\Gamma d^{-1/2}$. Cette proposition de remise à l'échelle est illustrée sur la figure 5.34. Le paramètre $\Gamma d^{-1/2}$ n'est pas sans dimension et on l'évalue ici avec d exprimé en millimètres. Les deux relations générales entre $\langle \Phi \rangle_{ss} - \langle \Phi \rangle_{ss}^\infty$ et $\Gamma d^{-1/2}$ et entre $\langle Z \rangle_{ss}^\infty - \langle Z \rangle_{ss}$ et $\Gamma d^{-1/2}$ sont éventuellement compatibles avec des lois exponentielles. Mais la dispersion des points expérimentaux ne permet pas de tirer davantage d'informations de ces relations. Le paramètre β suit à peu près la même loi d'échelle.

Par contre, si on trace les lois cinétiques $\tau(\Gamma)$ de la figure 5.32 en fonction du même paramètre $\Gamma d^{-1/2}$, il n'y a pas véritablement de regroupement. Ceci peut sous-entendre que τ présente également une dépendance en d . Dans cette optique, il est possible d'obtenir une courbe maîtresse bien meilleure en traçant $\tau d^{1/2}$ en fonction de $\Gamma d^{-1/2}$ comme le montre la figure 5.35 (d est exprimé en mm). Seuls les points obtenus avec les billes de $0,5 mm$ s'écartent notablement de cette courbe. Nous n'avons aucune justification théorique pour introduire ce terme correctif en $d^{1/2}$ mais nous constatons juste qu'il permet une nette amélioration dans la recherche d'une loi générale.

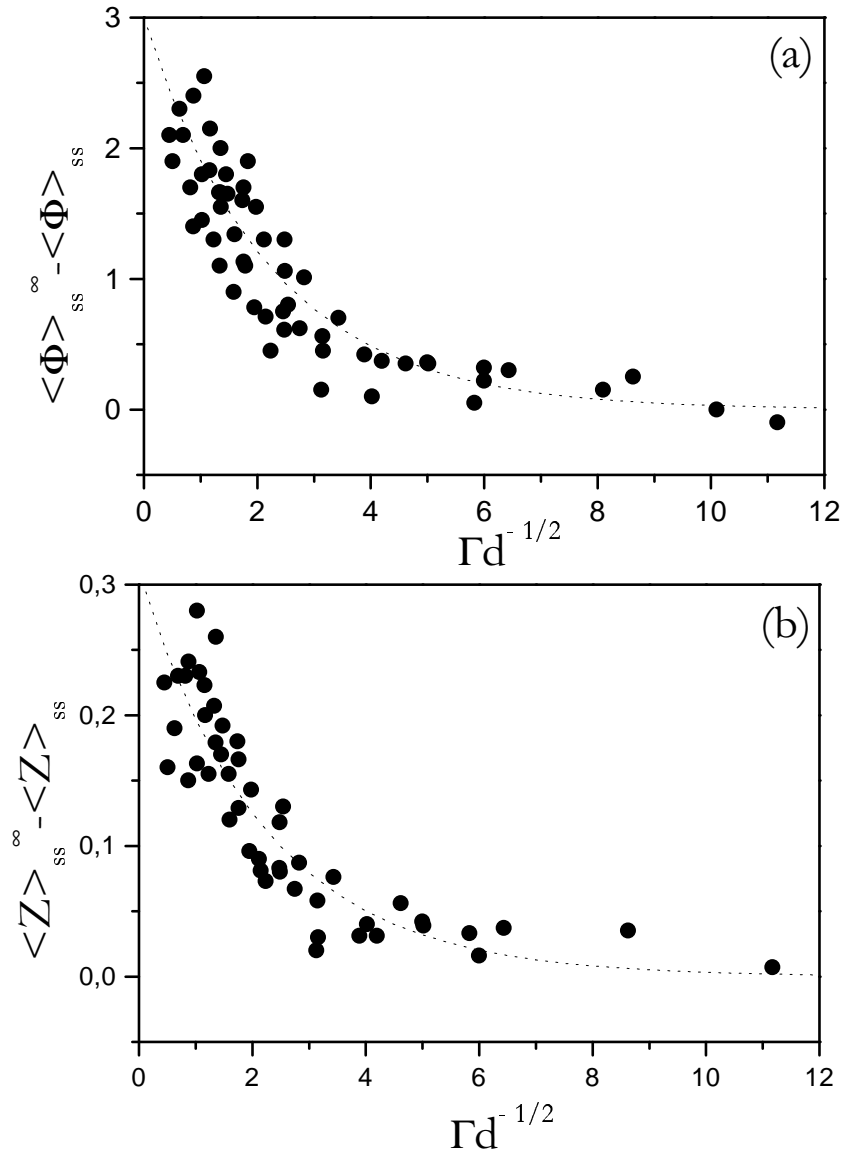


FIG. 5.34 – Remise à l'échelle obtenue en traçant (a) $\langle \Phi \rangle_{ss} - \langle \Phi \rangle_{ss}^\infty$ et (b) $\langle Z \rangle_{ss}^\infty - \langle Z \rangle_{ss}$ en fonction de $\Gamma d^{-1/2}$ pour les différentes tailles de billes étudiées : $d = 0,5 \text{ mm}$ (■), 1 mm (○), 3 mm (*), 5 mm (▽) et 10 mm (◆). Les courbes en pointillé représentent des lois exponentielles éventuellement compatibles avec les points expérimentaux.

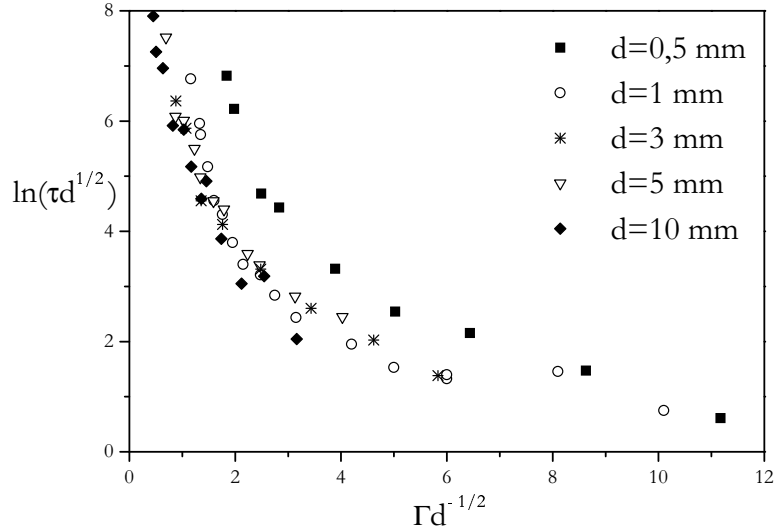


FIG. 5.35 – Proposition de remise à l'échelle pour τ en traçant $\tau d^{1/2}$ en fonction de $\Gamma d^{-1/2}$ pour les différentes tailles de billes étudiées : $d = 0,5 \text{ mm}$ (■), 1 mm (○), 3 mm (*), 5 mm (▽) et 10 mm (◆).

Cependant, il est possible d'analyser différemment ces lois cinétiques $\tau(\Gamma)$. On constate en effet sur la figure 5.32 qu'une relation simple de type Arrhenius entre τ et Γ , telle que celle obtenue avec les billes de 1 mm , n'est pas généralisable aux autres billes. On peut alors chercher un autre type de relation. Nous avons vu dans le cadre des systèmes vitreux que la dépendance de type Arrhenius correspond aux verres *forts*. Ces systèmes sont toutefois assez minoritaires et une formulation plus générale existe pour les verres *fragiles*. C'est la loi de Vogel-Fulcher-Tammann, notée VFT.

$$\tau = \tau_0 \exp\left(\frac{B}{T - T_\infty}\right) \quad (5.16)$$

Une version modifiée de cette loi a été proposée par D'Anna pour un empilement granulaire vibré à de faibles intensités Γ (D'Anna et Gremaud, 2001). Dans ce cas, ce n'est plus Γ qui joue le rôle de la température mais $(\Gamma - \Gamma_\infty)^p$ avec $p \approx 0,5$ et $\Gamma_\infty \approx 0,05$. Pour les valeurs de Γ utilisées ici, $(\Gamma - \Gamma_\infty)^p \approx \Gamma^p$. En s'inspirant de cette relation, nous pouvons modéliser assez correctement les différentes lois cinétiques par la formulation suivante :

$$\tau = \tau_0 \exp\left(\left(\frac{\Gamma_0}{\Gamma}\right)^p\right) \quad (5.17)$$

La figure 5.36 présente les courbes obtenues. Des trois paramètres τ_0 , p et Γ_0 , c'est Γ_0 qui semble le plus intéressant. Il donne une certaine estimation de la facilité avec laquelle un empilement peut être compacté à écartement fixé. L'influence de l'écartement N_h sur Γ_0 est également représentée sur la figure 5.36 : Γ_0 augmente fortement quand N_h diminue tandis que l'influence de l'écartement ne se fait plus ressentir au-delà de $N_h \approx 50$.

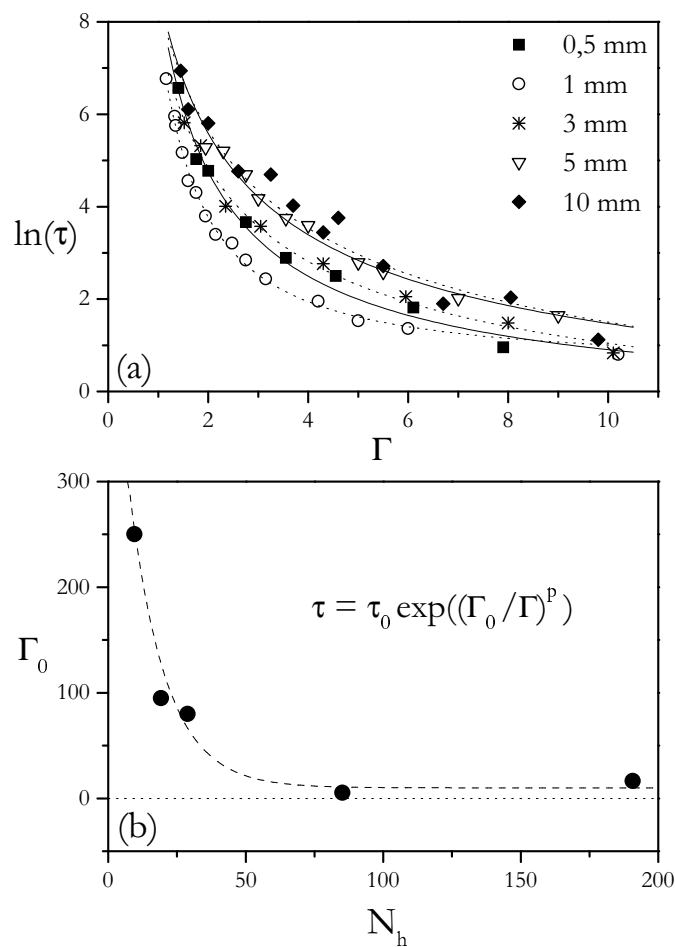


FIG. 5.36 – (a) Lois cinétiques $\tau(\Gamma)$ et ajustements selon la relation (5.17) pour les différentes tailles de billes étudiées : $d = 0,5 \text{ mm}$ (■), 1 mm (○), 3 mm (*), 5 mm (▽) et 10 mm (◆). (b) Dépendance du paramètre Γ_0 avec l'écartement latéral N_h . La courbe en pointillé est une loi exponentielle éventuellement compatible avec les valeurs obtenues.

Cas de la convection

La même étude a été menée dans le cas de la convection mais cette fois avec seulement trois tailles de billes distinctes : $d = 1, 5$ et 10 mm . L'observation des mouvements de convection au sein de l'empilement a montré qualitativement des comportements similaires pour les trois tailles de billes : déstabilisation et inclinaison progressive de la surface libre des empilements, passage d'une symétrie cylindrique à une symétrie plane. Les mesures correspondantes de V_{ss} ont déjà été présentées sur la figure 5.25. Pour une valeur de Γ donnée, on constate que la convection est ralentie lorsque le diamètre des billes est plus grand. Comme pour la compaction, ceci montre que le seul paramètre Γ n'est pas suffisant à décrire ce phénomène et que la taille des billes (ou l'écartement latéral) doit être également prise en considération.

Concernant la dépendance exacte avec la taille des billes, on peut essayer la même loi d'échelle que dans les expériences de compaction. La figure 5.37 montre que les courbes obtenues pour les trois tailles de billes (figure 5.25) se regroupent assez bien lorsqu'elles sont tracées en fonction de $\Gamma d^{-1/2}$.

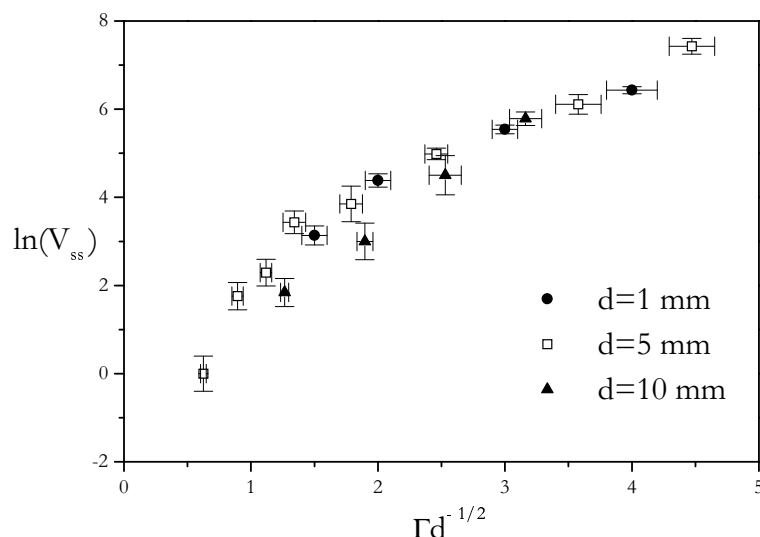


FIG. 5.37 – Vitesse stationnaire de convection tracée en fonction du paramètre $\Gamma d^{-1/2}$ (où d est exprimé en mm). Les courbes obtenues pour différentes tailles de billes semblent assez bien se regrouper suivant une courbe unique.

Nous n'avons actuellement aucune interprétation physique pour ces différentes "courbes maîtresses". Il ne s'agit que de propositions de remise à l'échelle. Toutefois, elles suggèrent l'utilisation du paramètre $\Gamma d^{-1/2}$ ou de la vitesse réduite ν comme paramètre de contrôle. Pour tester cette éventualité, il est possible d'analyser l'influence de la fréquence f des sollicitations. Ces résultats seront ensuite comparés à la dépendance prédite par l'expression de ν , donnée dans la formule (5.14), qui prévoit une variation en Γf^{-1} .

Avant cela, arrêtons-nous un instant sur le cas particulier des billes de $0,5\text{ mm}$ de diamètre qui présentent des différences de comportement assez notables par rapport aux autres billes.

Cas particulier des billes de diamètre $d = 0,5\text{ mm}$

Nous venons de voir que, dans le cadre de la compaction, ces billes ne semblent pas suivre exactement le même type de comportement que les billes de plus grandes tailles. Des essais rapides en convection semblent confirmer cette observation. On constate aussi des différences concernant l'inclinaison de la surface libre de l'empilement. Celle-ci se maintient même pour des valeurs élevées de Γ et présente dans ce cas une valeur à peu près constante comme le montre la figure 5.19.

Plusieurs causes peuvent justifier cette différence de comportement. Nous avons déjà constaté au chapitre 3 que ces billes sont légèrement plus "frottantes" que les autres, ce qui conduit notamment à des durées de vol plus courtes. Cette différence de coefficient de frottement est liée à la nature des billes mais aussi à leur forme dont on a vu qu'elle ne présente pas une bonne "sphéricité". Cette augmentation du frottement effectif ralentit la dynamique de l'empilement et donc sa densification. De plus, ces billes assez irrégulières vont moins facilement se réarranger et donc limiter là encore la compaction. Ce même effet, lié à la forme des grains et au frottement effectif, est aussi constaté pour les deux sables étudiés précédemment au paragraphe 5.3.2.

D'autre part, pour ces billes assez petites, l'influence du fluide interstitiel peut commencer à se faire sentir. Ainsi, on a vu au début du paragraphe 5.2 que la limite pour de tels effets peut être fixée vers $d = 1\text{ mm}$. Par exemple, dans l'étude de Laroche et de ses collaborateurs, cette influence est encore observée avec des billes de diamètres compris entre $0,63$ et $0,80\text{ mm}$ (Laroche et al., 1989). Pour des billes de petites tailles ($d \lesssim 1\text{ mm}$), l'évolution de l'empilement sous sollicitations risque donc de s'écarter de plus en plus du comportement général présenté dans notre étude.

5.3.4 Influence de la fréquence de vibration

Nous avons étudié au chapitre 3 l'effet d'une variation de la fréquence de commande sur l'allure d'une secousse. Nous avons ainsi observé que les allures sont loin de correspondre à un simple changement d'échelle de temps et rendent difficile la comparaison entre les secousses obtenues à différentes fréquences. Pour ces raisons, nous avons préféré solliciter les empilements par des vibrations sinusoïdales continues pour pouvoir facilement faire varier la fréquence. Le chapitre 3 a montré que cette étude n'est envisageable que dans la limite des faibles intensités ($\Gamma \leq 2$), afin d'éviter de trop fortes perturbations du signal à l'accéléromètre ou des effets de doublement de la période.

Quelques essais ont été réalisés dans le cadre de la compaction. Nous avons constaté que la densification sous vibration présente la même allure générale que celle sous secousses et permet l'utilisation de la loi d'ajustement KWW. Pour la même fréquence de commande, $f = 30 \text{ Hz}$, les compacités stationnaires ainsi que les valeurs de β sont assez comparables. Par contre, les temps caractéristiques τ , comptés en nombre de cycles, sont beaucoup plus grands en vibration. Ce résultat se comprend assez bien à partir d'une des constatations du chapitre 3 : pour une même valeur de Γ , la vitesse au moment du décollage des billes est plus élevée dans le cas d'une secousse que pour une vibration sinusoïdale (voir la formule (3.3)). La modélisation théorique suggère un rapport de l'ordre de 3 entre les deux pour la fréquence de 30 Hz . Or, le carré de cette vitesse quantifie approximativement l'énergie fournie à l'empilement. Comme elle est plus grande lors d'une secousse, la compaction par secousses va être plus rapide. Dès que l'intensité Γ devient trop grande, des changements apparaissent très certainement à cause d'effets de doublement de période. En particulier, la compacité finale est fortement perturbée par rapport au comportement sous secousses. Ces effets sont visibles à partir de $\Gamma \gtrsim 2,0 - 2,5$. Quoiqu'il en soit, pour ces valeurs, l'estimation de Γ commence à devenir assez imprécise.

Si on compare la convection sous vibration et la convection sous secousses, on observe le même effet de ralentissement de la cinétique. Pour analyser l'influence de la fréquence dans ces essais de convection en vibration, nous avons travaillé avec une nouvelle vitesse, V_{max} , plutôt que V_{ss} . En effet, pour les essais à faible intensité Γ dans lesquels la convection est extrêmement limitée, l'évaluation de V_{ss} devient trop délicate. La vitesse "cumulée" V_{max} se définit alors à partir du déplacement vertical total Δz_{total} mesuré au bout d'une durée de vibration Δt_{total} :
$$V_{max} = \frac{\Delta z_{total}}{\Delta t_{total}}$$

Etant donné l'évolution temporelle de la vitesse de convection qui diminue pour se stabiliser à sa valeur stationnaire V_{ss} (voir figure 5.24 au paragraphe 5.2), on en déduit que V_{max} majore systématiquement V_{ss} . Cette nouvelle grandeur V_{max} fournit une estimation plus approximative de l'intensité du flux de convection mais elle offre, en contrepartie, la possibilité d'évaluer l'ordre de grandeur de cette intensité de convection dans des cas où elle reste extrêmement limitée. Les valeurs les plus faibles de V_{max} ainsi obtenues sont d'environ $10^{-2} \mu m/cycle$ et correspondent à des durées de vibration de près d'une journée afin de mesurer un déplacement significatif. Nous avons travaillé avec les fréquences suivantes : $f = 15, 30, 50, 75$ et $100 Hz$. Plusieurs mesures sont présentées dans la figure 5.38, pour trois valeurs de la fréquence de commande f .

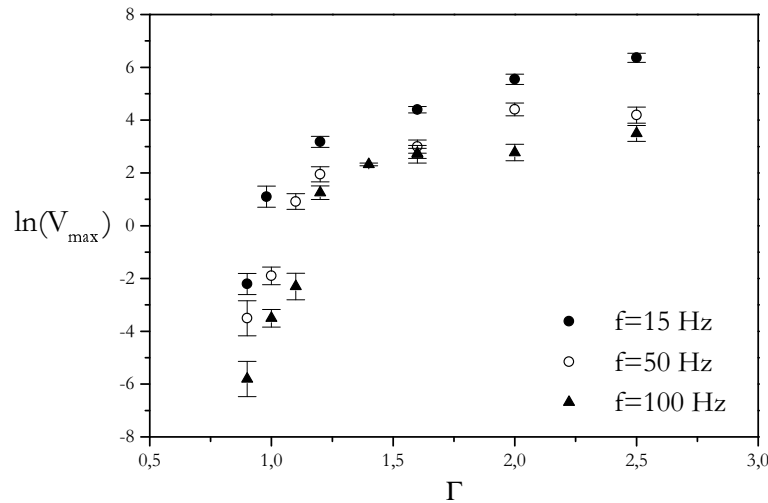


FIG. 5.38 – Influence de la fréquence sur l'intensité du phénomène de convection, quantifiée par V_{max} . Cette intensité décroît lorsque la fréquence augmente. Pour ne pas surcharger la figure, seules les courbes obtenues avec $f = 15 Hz$ (\bullet), $50 Hz$ (\circ) et $100 Hz$ (\blacktriangle) sont représentées.

Lors de ces essais, nous avons constaté que l'intensité de la convection diminue quand f augmente, mis à part les points obtenus pour $f = 15 Hz$ et $f = 30 Hz$ qui sont quasiment confondus. Par ailleurs, de la convection est visible même pour de faibles valeurs de Γ . Nous avons ainsi pu mesurer des déplacements à temps très longs pour des valeurs de Γ descendant jusqu'à $\Gamma \approx 0,90$. Au-dessous, le temps requis pour une telle observation devient trop grand et ne permet pas d'envisager une estimation expérimentale. On ne peut

donc pas dire s'il existe un seuil de convection en accélération Γ . Par contre, l'apparition de convection au-dessous du seuil de décollement Γ_d est clairement mise en évidence. Notons que des études théoriques et expérimentales confirment l'existence de flux convectif pour $\Gamma < 1$ (Poeschel et Schwager, 2002). Enfin, il apparaît que le comportement convectif est modifié selon qu'on se place au-dessus ou au-dessous du seuil de décollement. Cette modification est illustrée sur la figure 5.39 pour une fréquence de vibration $f = 100 \text{ Hz}$.

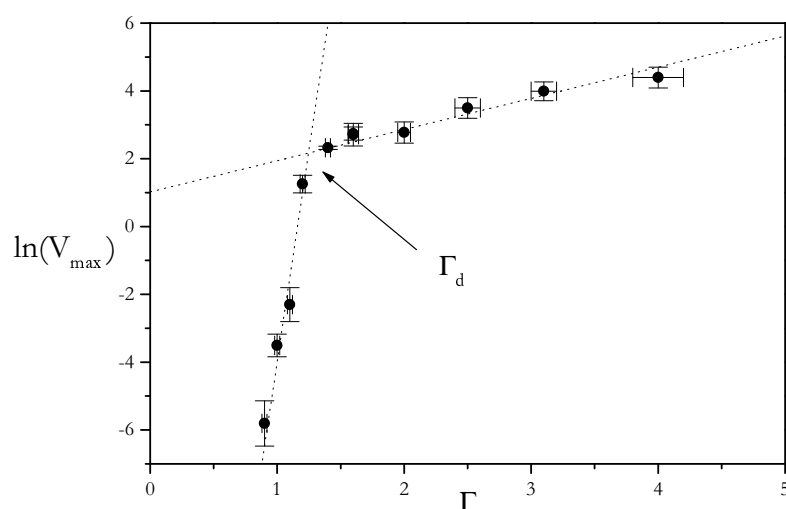


FIG. 5.39 – Changement de comportement autour du seuil de décollement Γ_d mis en évidence à travers la dépendance du logarithme de la vitesse de convection $\ln(V_{\max})$ avec Γ .

Ce changement de comportement a déjà été observé dans l'étude de la compaction au paragraphe 5.1. La mise en évidence est ici plus nette grâce à l'utilisation de V_{\max} qui fournit un ordre de grandeur de l'intensité de la convection même quand la cinétique est quasiment gelée. Il y a une rupture de pente très importante qui permet d'évaluer assez précisément le seuil de décollement. Sur la figure 5.39 avec $f = 100 \text{ Hz}$, on trouve $\Gamma_d \approx 1,2$. C'est sensiblement la même valeur que l'on obtient avec les autres fréquences étudiées.

Par contre, la dépendance de la convection avec la fréquence de vibration ne semble pas pouvoir s'exprimer directement en fonction du paramètre ν . En effet, nous n'avons pas observé de regroupement des courbes de la figure 5.38 lorsqu'elles sont tracées en fonction de ν plutôt qu'en fonction de Γ .

5.3.5 Effets de bords et cristallisation

Nous avons vu précédemment que l'écartement latéral entre les parois influence directement la compaction granulaire. Mais, pour des empilements de billes quasiment monodisperses, ce faible écartement va également intensifier les effets de bords. Ces derniers peuvent alors induire une cristallisation de l'empilement. Cette cristallisation a été observée dans nos expériences lors de séquences de compaction de billes de 5 et 10 mm avec un fond lisse à la base du récipient. Plusieurs études ont déjà montré qu'une cristallisation pouvait apparaître dans un empilement sous sollicitations (Scott et al., 1964; Owe Berg et al., 1969; Pouliquen et al., 1997; Nicolas et al., 2000).

La figure 5.40 présente un exemple de cristallisation obtenu avec des billes de diamètre 5 mm secouées avec une intensité $\Gamma = 5, 0$. On observe une évolution en deux phases distinctes. Sur les trois premières décades, il s'agit d'une compaction habituelle où l'ajustement KWW reste tout à fait valable. Mais aux temps plus longs, la compacité recommence à augmenter du fait d'une mise en ordre à la base de l'empilement. Comme le montrent les différents profils de compacité sur la figure 5.40, cette cristallisation est créée au niveau du contact avec le fond et se propage progressivement dans la partie supérieure de l'empilement. Cette propagation est extrêmement lente.

A la suite de plusieurs essais, nous avons constaté que cette cristallisation apparaissait à des temps d'autant plus longs que Γ est faible. Sur les quelques points dont nous disposons, une loi de type Arrhenius est éventuellement envisageable. Par ailleurs, si l'on change la nature du fond, on modifie nettement ce temps d'attente avant cristallisation. Avec un fond rugueux, ce temps augmente encore et nous n'avons pas observé de cristallisation pour les séquences de compaction réalisées (à l'exception d'un cas à $\Gamma = 2, 0$ et après 10^5 secousses).

Afin d'activer cette cristallisation, nous avons fabriqué un fond cristallin. Toutefois, les essais préliminaires ne se sont pas révélés beaucoup plus nets que dans le cas du fond lisse. Nous avons également constaté une mauvaise reproductibilité de ces expérimentations. L'état partiellement cristallin de l'empilement est fragile et peut parfois disparaître complètement. Enfin, il semble y avoir un conflit entre cette cristallisation interne de type CFC imposée par le fond et la mise en ordre périphérique induite par les parois latérales. Nous avons pu observer de façon très nette cette compétition dans une de nos expériences. C'est la seule fois durant laquelle l'empilement a été cristallisé pratiquement dans son ensemble. La photographie 5.41 montre un détail de cet empilement ordonné.

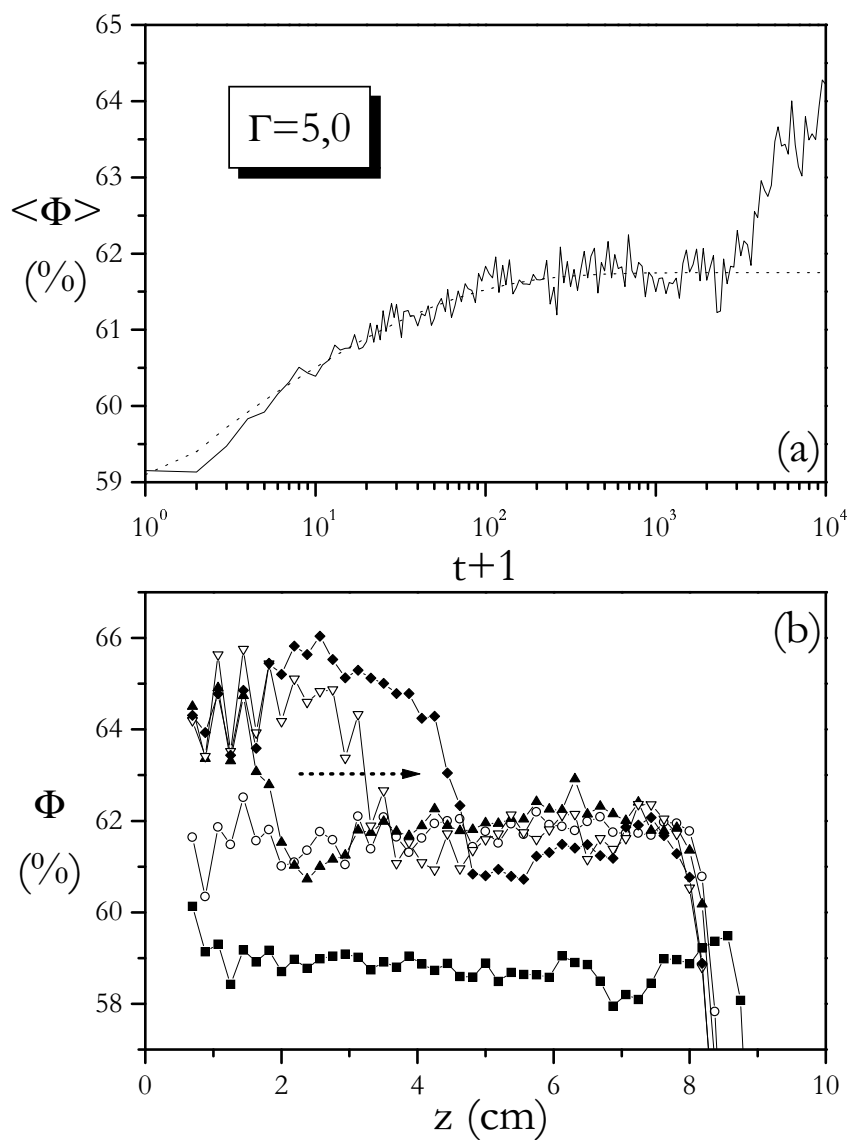


FIG. 5.40 – (a) Evolution temporelle de la compacité moyenne pour $\Gamma = 5,0$ et avec des billes de 5 mm de diamètre. Un ajustement KWW est représenté en pointillé et reste valable pour environ les 3 premières décades. (b) Profils de compacité aux différents temps $t = 0$ (■), $t = 1000$ (○), $t = 3162$ (▲), $t = 5495$ (▽) et $t = 10000$ (◆).

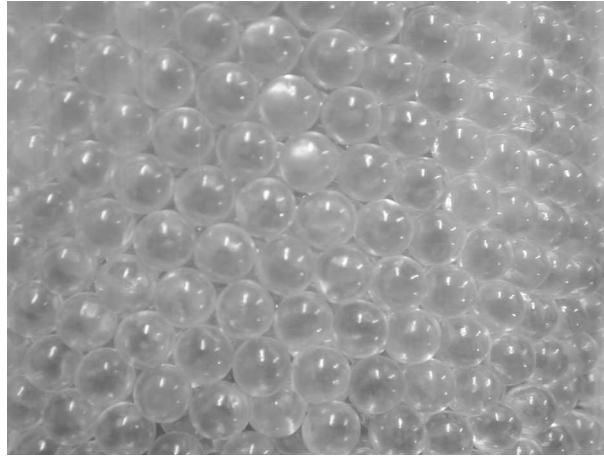


FIG. 5.41 – Détail de la cristallisation visible à la paroi du récipient.

L'étude de cette cristallisation apparaît donc très intéressante mais, par manque de temps, nous n'avons malheureusement pas pu la poursuivre au-delà de ces essais préliminaires. Même si elle est tout à fait envisageable, une telle étude s'avère délicate du fait des difficultés de reproductibilité et des très longs temps d'expérimentation qui sont requis.

5.4 Synthèse et interprétation

Suite à l'étude des différentes influences (taille, forme, fréquence...), le cadre d'utilisation de la loi d'ajustement de Kohlrausch-Williams-Watts apparaît extrêmement large. Dans tous les cas, cette loi reste applicable, sauf pour certains effets parasites de type ségrégation ou cristallisation apparus aux temps longs. La "robustesse" de cette loi en fait un outil très performant notamment à travers l'estimation du temps caractéristique de compaction τ . Nous avons ainsi pu mettre en évidence que l'augmentation du frottement effectif entre le milieu et les parois latérales, tout comme la présence d'une surcharge sur le haut de l'empilement, entraînent un ralentissement notable de la compaction. Le même effet est observé lorsque la taille des billes augmente, c'est-à-dire lorsque l'écartement latéral est abaissé. Ces diverses modifications ont également montré que le paramètre Γ n'est pas suffisant pour décrire la compaction granulaire. Un ou plusieurs autres paramètres doivent être envisagés.

5.4.1 Recherche d'un paramètre de contrôle

Au fur et à mesure de l'analyse des différentes influences, nous avons cherché à faire apparaître un paramètre de contrôle unique permettant de regrouper les différentes mesures expérimentales. Nous avons déjà montré que trois paramètres de contrôle peuvent être directement suggérés par le modèle de la masse inélastique (voir annexe A) :

$$\Gamma = \frac{a\omega^2}{g} \quad ; \quad \nu = \sqrt{\frac{g}{d}} \Gamma \quad ; \quad \delta = \frac{g\Gamma}{d\omega^2}$$

Ces paramètres ont déjà été utilisés dans des études antérieures et pour des situations assez variées. Par exemple, pour un matériau granulaire vibré simulé par un algorithme de dynamique moléculaire, on peut obtenir des rouleaux de convection dont l'intensité semble directement reliée à la vitesse de vibration $a\omega$ et donc à ν (Saluela et al., 1999). Des études sur les ondes de surface dans des empilements vibrés proposent d'utiliser l'énergie cinétique sans dimension $E = \frac{m(a\omega)^2}{mgd} = \nu^2$ (Pak et Behringer, 1993). On peut citer encore des expériences sur le temps de montée d'une grosse bille parmi un empilement de billes plus petites lorsque celui-ci est vibré : le nombre de cycles nécessaires à la remontée de la grosse bille jusqu'à la surface semble dépendre uniquement de δ (Vanel et al., 1997). Les travaux de D'Anna, déjà présentés au paragraphe 5.1, mettent en évidence des lois de type Vogel-Fulcher-Tammann dans lesquelles le paramètre de contrôle le mieux adapté semble être $\frac{\Gamma^{1/2}}{\omega}$ (D'Anna et Gremaud, 2001). Ceci est compatible avec l'utilisation de δ . Enfin, dans le cadre de la compaction granulaire, l'étude de Lesaffre et de ses collaborateurs suggère l'utilisation de l'énergie de vibration $E = \nu^2$ (Lesaffre, 2001).

Par ailleurs, notons que ces trois paramètres ne sont pas indépendants puisqu'ils sont directement reliés par $\nu^2 = \Gamma\delta$.

Cependant, dans nos expériences, même si l'analyse de l'influence de la taille des billes nous suggère ν comme un candidat potentiel, la dépendance en fréquence ne confirme pas cette hypothèse. Cette constatation tendrait à prouver que le paramètre ν n'est pas à même de décrire simplement la compaction. Mais il se peut aussi que notre étude de l'influence de la fréquence ne soit pas bien adaptée à cette recherche d'un paramètre de contrôle. En effet, nous avons déjà insisté au chapitre 3 sur les limites de notre dispositif concernant la variation de la fréquence, en secousses comme en vibrations : un changement de fréquence ne correspond pas à une simple dilatation de l'échelle de temps mais modifie également l'allure de la sollicitation. Ceci est donc peut-être à l'origine de l'inadéquation du paramètre ν dans nos essais.

D'autres études, avec des dispositifs assez similaires, semblent assez proches d'une telle dépendance unique en ν ou en δ . C'est le cas des travaux de Knight sur la convection présentés au paragraphe 5.2.1 (Knight et al., 1996). On peut obtenir des lois générales de dépendance assez satisfaisantes en représentant ξ en fonction de δ , comme l'ont suggéré les auteurs, mais aussi τ en fonction de ν . Ces lois sont représentées sur la figure 5.42 où l'on a reporté tous les points expérimentaux des figures 5.17.

Notons bien que ces expériences sont réalisées pour des valeurs de Γ plus élevées que dans nos essais et, en particulier, nettement au-dessus du seuil de décollement Γ_c tandis que nous avons travaillé autour de ce seuil. Il se peut alors que le paramètre ν ne soit plus adapté près du seuil. En effet, au-dessous de ce seuil, D'Anna suggère plutôt l'utilisation de δ ou plus précisément de $\frac{\Gamma^{1/2}}{\omega}$.

5.4.2 Changement de comportement au seuil de décollement

Si effectivement le paramètre de référence est ν au-dessus du seuil et δ au-dessous, cela signifie qu'on passe d'une situation dans laquelle la vitesse du fond semble déterminante à une situation dans laquelle c'est le déplacement qui pilote la dynamique de l'empilement. Comment interpréter ce changement de comportement au seuil de décollement ? Pour l'heure, nous ne pouvons qu'émettre les hypothèses suivantes :

Au-dessus du seuil de décollement, les réarrangements internes peuvent se faire pendant le vol "libre" de l'empilement mais surtout au moment de la retombée des billes sur le fond du récipient. Lors du décollement, une certaine quantité d'énergie est cédée à l'empilement. Une partie de cette énergie est dissipée de façon assez désordonnée pendant le vol, par frottement et par collisions. Lors de la retombée, on a vu qu'une onde de choc se propage de bas en haut dans le milieu. L'énergie restante est donc dissipée dans l'empilement par l'intermédiaire de cette onde cohérente qui va permettre une structuration locale de l'empilement au cours de sa propagation. Ceci justifie vraisemblablement qu'au niveau des profils de compacité, la densification apparaisse comme un processus local. On voit aussi dans cette hypothèse que c'est la vitesse de retombée des billes qui fixe l'énergie fournie à l'empilement par l'onde de choc. Cette vitesse doit être liée à la vitesse maximale de la sollicitation de manière assez directe. Laroche et ses collaborateurs ont par exemple montré que, pour une fréquence de vibration donnée, la célérité de l'onde est quasi-linéaire avec Γ (Laroche et al., 1989). On comprend ainsi pourquoi le choix de ν peut sembler bien adapté.

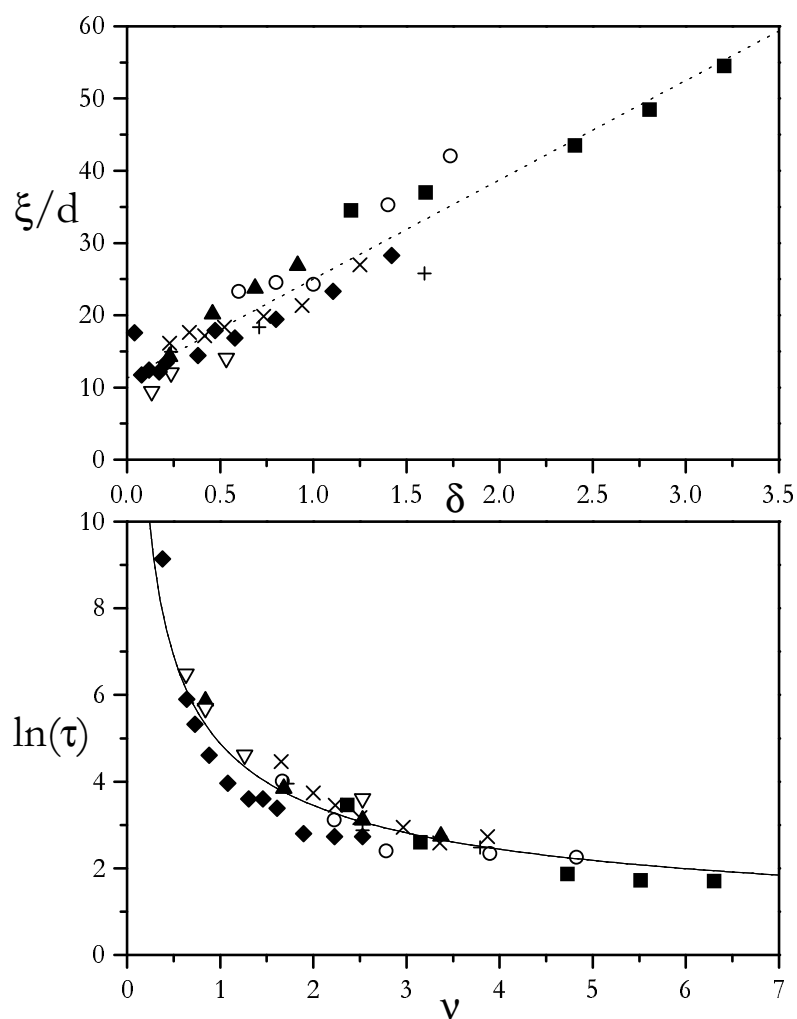


FIG. 5.42 – Longueur caractéristique réduite, ξ/d , et temps caractéristique, τ , représentés en fonction respectivement des paramètres sans dimension δ et ν . Tous les points de la figure 5.17, correspondant aux résultats expérimentaux obtenus par Knight (Knight et al., 1996), ont été reportés sur cette figure.

Au-dessous du seuil, on ne peut plus évoquer ce mouvement collectif à l'origine de l'onde de restructuration. Toutefois, une compaction a été observée mais avec une cinétique beaucoup plus lente. Il faut alors envisager de petits mouvements individuels induits dans l'empilement. Au niveau de certains défauts locaux de structure, de tels déplacements sont tout à fait possibles. Ces glissements doivent se faire sur des distances extrêmement faibles avec des effets très limités sur la structure locale. Mais, au bout d'un très grand nombre de sollicitations, ces petits réarrangements entraînent progressivement une évolution structurale sur l'ensemble de l'empilement. L'observation d'une agitation diffusive dans un empilement faiblement vibré tend à confirmer cette idée (D'Anna et Gremaud, 2001). Il a également été observé, juste avant une avalanche ou un glissement de terrain, des événements dits "précurseurs" qui correspondent vraisemblablement au même type de déstabilisations localisées (Staron et al., 2001). Ces petits arrangements qui peuvent apparaître pour des sollicitations même très modérées sont encore mal connus. Et nous ne saurions justifier pourquoi l'utilisation du paramètre δ , ou plutôt de la loi d'échelle $\frac{\Gamma^{1/2}}{\omega}$, semble a priori bien adaptée à l'étude de leur évolution dynamique.

Dans les deux cas, la géométrie joue un rôle déterminant : la contrainte géométrique entre grains contrôle la façon dont l'énergie est localement utilisée lors des arrangements. Ceci justifie qu'on retrouve des comportements très proches de ceux des verres, en particulier au niveau de la cinétique de relaxation. Comme l'énergie fournie localement est beaucoup faible et de nature différente au-dessous du seuil, on comprend également que le comportement soit modifié avec une cinétique de relaxation fortement ralentie.

Conclusions et perspectives

Au cours de ce travail, nous avons utilisé une modélisation numérique et des dispositifs expérimentaux variés dans le but d'étudier l'effet de secousses verticales sur un empilement granulaire. Effet à court terme avec l'analyse de la relaxation rapide du milieu suite à une seule secousse : quelle est l'allure du passage dynamique d'une configuration statique à une autre ? Mais c'est surtout l'effet à long terme que nous avons étudié. Les différents empilements statiques obtenus par une succession de secousses se densifient progressivement. Nous avons souhaité reprendre des expériences réalisées à Chicago au milieu des années 90 et qui nous semblaient poser quelques problèmes. En particulier, un écartement latéral très faible rendait le milieu granulaire très sensible aux effets de bord et une loi empirique pour la cinétique de compaction (en logarithme du nombre de secousses) demandait à être confirmée.

Le premier outil utilisé est une modélisation numérique. Partant d'une situation très simple mais qui offre cependant une représentation assez "réaliste" d'un empilement de billes, le modèle est bien validé par rapport aux expériences existantes. Il permet de retrouver toute la phénoménologie dont le trait principal est une densification très lente. La cinétique logarithmique peut-être utilisée mais une loi de Kohlrausch-Williams-Watts (KWW) semble mieux adaptée. Cette dernière, qui est couramment employée pour décrire la relaxation des verres, confirme une forte analogie entre les milieux granulaires faiblement sollicités et les systèmes vitreux au sens large. Analogie rendue encore plus nette par la mise en évidence de vieillissement. L'obtention d'une *analyse statistique* de l'espace des pores constitue l'atout principal de notre modélisation. Une distribution volumique des pores est calculée à l'aide de la tessellation de Voronoï. Elle présente un maximum, correspondant approximativement au volume d'un site octaédrique, et une queue plus large, compatible avec une loi de Poisson, dans la zone des pores de plus grandes tailles. Au cours de la compaction, cette queue se réduit progressivement tandis que la partie associée aux plus petits pores varie très peu. Nous pensons que les pores les plus gros sont initialement déformés et

que ces déformations s'estompent pendant la densification sans perturber notablement les pores plus petits. Ce modèle présente de fortes limitations, notamment parce qu'il exclue toute notion de contact entre billes, et ne peut pas être directement applicable à des cas réels de compaction. Il peut cependant donner des idées, fournir des scénarii possibles, pour comprendre l'influence de la géométrie sur la restructuration locale d'un milieu sous sollicitations.

Plusieurs dispositifs expérimentaux ont été mis en œuvre pour étudier la réponse dynamique d'un empilement de billes à une secousse. Nous avons ainsi couplé des mesures capacitives, des mesures conductimétriques et quelques observations directes à l'aide d'une caméra rapide. Le dispositif capacitif permet une mesure d'ensemble tandis que la conduction près du seuil de percolation offre une mesure très sensible à toute évolution interne même minime. Les films montrent que l'empilement décolle en masse au-dessus d'un seuil en accélération légèrement supérieur à 1 du fait du frottement latéral. Sa dilatation reste très limitée et lors de sa retombée une onde de choc est observée. A l'échelle de l'empilement, il y a une *dissipation quasi-immédiate* et la relaxation ne dure pas plus de quelques millisecondes. A un niveau plus local, des signatures de "réarrangements" internes persistent pendant des temps très longs, jusqu'à plusieurs minutes. Par contre, la nature de ces "mouvements" n'est pas établie : s'agit-il de simples pertes de contact entre deux grains voisins ou de réarrangements plus collectifs ?

L'analyse de l'évolution aux temps longs est obtenue principalement grâce à un dispositif de gammamétrie. Il permet de sonder assez finement des empilements de billes et d'en déduire la compacité moyenne, la profil vertical de compacité et l'énergie potentielle moyenne. Par ailleurs, les empilements étudiés sont placés dans des conditions d'écartement différentes des expériences de Chicago de façon à limiter les effets de bords. Une phénoménologie très générale a été mise en évidence pour cette compaction aux temps longs avec une densification progressive puis une stabilisation autour d'un état stationnaire. La compaction présente une dynamique qui peut devenir extrêmement lente. Pour la décrire, la loi logarithmique initialement proposée est définitivement repoussée au profit de la *loi de Kohlrausch-Williams-Watts* qui apparaît comme un outil très bien adapté. Le temps caractéristique qu'elle fournit a une dépendance de type Arrhenius avec l'accélération Γ qui joue ici le rôle d'une *température équivalente*. Un autre résultat très intéressant concerne la nature du processus de compaction. L'évolution des profils de compacité, en particulier

dans le cas où il y a une forte hétérogénéité spatiale, montre que la compaction est un processus *local* : la densification dans une couche horizontale de l'empilement s'avère en effet peu sensible à la compacité dans les couches voisines. Quelques essais spécifiques ont également mis en évidence un vieillissement structural.

Parallèlement à la compaction, des mouvements convectifs sont engendrés dans le milieu. Les deux phénomènes apparaissent donc couplés. Cette convection est extrêmement limitée mais devient visible aux temps longs. On observe alors une *brisure de symétrie* éventuellement marquée par une inclinaison de la surface libre de l'empilement. Cette déstabilisation est vraisemblablement amorcée par un léger défaut de verticalité puis alimentée par le frottement aux parois. Elle s'estompe dès que l'intensité des secousses augmente suffisamment. La pente inclinée ne peut alors plus se maintenir du fait des écoulements de surface. Le rapport d'aspect du récipient, proche de 1, rend particulièrement visibles ces effets convectifs bien que le frottement aux parois reste faible ($\mu \sim 0,15$). Il faut donc s'attendre à ce qu'une telle convection apparaisse assez systématiquement dans la plupart des cas concrets de compaction. Toutefois, elle n'a d'effets qu'aux temps longs et reste négligeable dans tous les processus à dynamiques rapides. Le *temps d'observation* est donc ici déterminant.

Nous avons analysé parallèlement l'influence de différents paramètres sur la compaction et la convection. Au bilan, nous retenons qu'une augmentation du frottement aux parois, une diminution de l'écartement latéral ou l'apposition d'une surcharge sur l'empilement, ralentissent fortement l'évolution sous secousses. Dans tous les cas, la loi KWW reste adaptée. Pour des écartements faibles, de la cristallisation peut également apparaître. Enfin, pour la compaction comme pour la convection, un *changement de comportement* très net est observé autour du seuil de décollage en accélération Γ_d . Au-dessus de ce seuil, l'empilement se restructure de façon assez collective lors du passage de l'onde de choc cohérente créée par la collision avec le fond du récipient. Au contraire, au-dessous de Γ_d , ce sont de petits événements individuels, proches des "précurseurs" observés juste avant des avalanches, qui vont amener à une restructuration d'ensemble. Celle-ci n'apparaît qu'au bout de temps très longs, mais se fait avec une plus grande efficacité et avec un gain final de compacité plus important. La manière exacte dont l'énergie est injectée dans l'empilement joue donc un rôle crucial.

Au bilan, les différents outils utilisés ont permis des observations complémentaires. Celles-ci confirment encore davantage l'analogie entre les milieux granulaires sous sollicitations modérées et les systèmes vitreux. Dans notre étude, cette analogie se caractérise particulièrement par une relaxation de type Kohlrausch-Williams-Watts, des lois cinétiques proches des lois d'Arrhenius ou de Vogel-Fulcher-Tammann et des effets de vieillissement. Soulignons ici que la loi KWW semble très robuste vis-à-vis des différents paramètres extérieurs. Ce comportement "vitreux" met en évidence le rôle fondamental de la géométrie dans les réarrangements structuraux amenant à la compaction d'un empilement sous secousses. Les contraintes stériques gèrent la façon dont l'énergie fournie à l'ensemble de l'empilement est redistribuée localement. Elles contrôlent ainsi la cinétique des différents phénomènes associés : compaction, convection, cristallisation...

A la suite de cette étude, plusieurs prolongements expérimentaux sont envisageables. Moyennant un investissement conséquent en temps, les essais préliminaires sur le vieillissement peuvent être poursuivis dans le but d'obtenir une loi d'échelle caractérisant cet effet et permettant de tester les nombreux modèles théoriques et numériques qui présentent du vieillissement. Les expériences sur la cristallisation nécessitent également des temps de mesure très longs mais offrent des perspectives encourageantes, notamment avec l'obtention d'un front ascendant de cristallisation. Il pourrait aussi être opportun de modifier la géométrie du récipient pour éviter au maximum des conflits entre la cristallisation interne et la mise en ordre induite par les parois. Il serait alors très intéressant d'analyser l'influence des différents paramètres (intensité Γ des secousses, écartement latéral, coefficient de frottement...) sur la vitesse de ce front de cristallisation. Concernant la compaction, il reste encore à tester l'"universalité" de la phénoménologie observée, en particulier vis-à-vis de modifications de la forme des grains ou des conditions d'humidité. Ceci a déjà été amorcé dans cette étude mais un travail important reste à faire. On peut espérer à terme obtenir des tendances générales applicables à une grande variété de matériaux. Au niveau plus local, les expériences de tomographie X réalisées à l'ESRF semblent prometteuses et seront très vraisemblablement poursuivies. Enfin, le comportement spécifique observé dans le cas des plus faibles sollicitations est extrêmement intéressant. Le fait que de petits effets individuels puissent, aux temps longs, avoir des conséquences aussi spectaculaires est très intrigant. Ces petits événements, assez comparables aux "précurseurs" d'avalanches, peuvent rentrer à ce titre dans le cadre général de la lutte préventive contre certains risques naturels (avalanches, glissements de terrains,...).

Annexe A

Modèle d'une masse inélastique sur un fond oscillant

Ce modèle d'une masse inélastique sur un fond oscillant est assez ancien. Il est notamment utilisé pour décrire l'évolution progressive vers le chaos par cascade sous-harmonique (scénario de Feigenbaum) (Mehta et Luck, 1990; Luck et Mehta, 1993). Nous ne nous intéresserons pas ici à ce type de comportements qui apparaît dès que l'accélération devient suffisamment importante et nous nous attacherons uniquement à la gamme des basses accélérations dans laquelle ont été réalisées la plupart de nos expériences. Pourquoi s'intéresser à la dynamique d'une masse inélastique? Parce que dès qu'un empilement contient un grand nombre de billes, il présente un coefficient de restitution effectif quasiment nul (Duran, 1997). Le comportement global de l'empilement est donc équivalent à celui d'un ensemble inélastique bien que chacune des billes peut être individuellement très élastique.

Résolution du modèle

Le modèle précis est constitué d'une masse m parfaitement inélastique, assimilée à un point matériel, posée sur un plateau oscillant. Cette oscillation sinusoïdale a une amplitude de déplacement a et une fréquence f (pulsation ω). Ce problème classique est presque totalement soluble (Suzuki et al., 1968; Gray et Rhodes, 1972; Mehta et Luck, 1990; Duran, 1997). La figure A.1 présente un schéma illustrant la situation et définissant le repère utilisé.

Dans le référentiel absolu, le mouvement du fond est donné par $z_f = a \sin(\omega t)$. Celui de la masse est $z = z_f + u$ où u désigne l'écartement de la masse par rapport au fond. L'accélération de la masse vaut donc $\ddot{z} = -\omega^2 a \sin(\omega t) + \ddot{u}$. Tant que la masse reste en contact avec le plateau, deux forces s'appliquent sur elle : son poids $m \vec{g}$ et la réaction \vec{N}

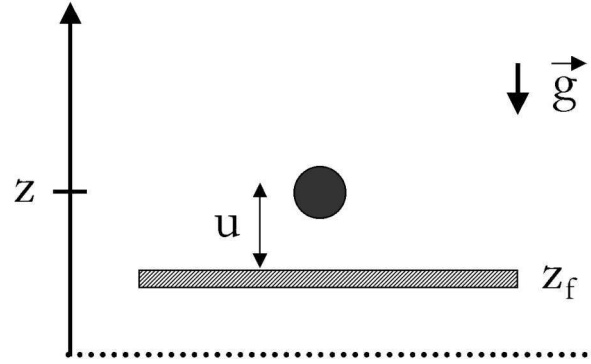


FIG. A.1 – Schéma de la situation : la cote du fond oscillant est notée z_f , celle de la masse z et u désigne l'écart entre les deux.

du plateau. Le principe fondamental de la dynamique s'écrit suivant l'axe vertical :

$$m\ddot{z} = -mg + N \quad (\text{A.1})$$

La condition de décollage correspond à la perte de contact avec le plateau et donc à l'annulation de la réaction N . Par ailleurs, au moment du décollage, on a encore $u = \dot{u} = \ddot{u} = 0$ puisqu'on est dans le cas limite du contact. Le décollage se fait donc quand l'accélération imposée à la masse par le plateau parvient à compenser la pesanteur, soit :

$$\ddot{z} = -g \iff \omega^2 a \sin(\omega t) = g$$

On pose

$$\Gamma = \frac{a\omega^2}{g} \quad (\text{A.2})$$

Il n'y a donc décollage que si $\Gamma > 1$. Cette condition vérifiée, l'instant du décollage se déduit directement :

$$t_d = \frac{1}{\omega} \arcsin\left(\frac{1}{\Gamma}\right) \quad (\text{A.3})$$

Après le décollage, la masse effectue un vol parabolique. Les conditions pour la vitesse V_d et l'altitude z_d au début de ce vol, c'est-à-dire au moment du décollage, s'expriment en fonction de Γ à l'aide des expressions (A.2) et (A.3) :

$$V_d = \dot{z}(t = t_d) = a\omega \cos(\omega t_d) = a\omega \sqrt{1 - \frac{1}{\Gamma^2}} = \frac{g}{\omega} \sqrt{\Gamma^2 - 1} \quad (\text{A.4})$$

$$z_d = z(t = t_d) = a \sin(\omega t_d) = \frac{a}{\Gamma} = \frac{g}{\omega^2} \quad (\text{A.5})$$

Pendant le vol, la distance entre la masse et le plateau s'écrit :

$$u(t > t_d) = \frac{g}{\omega^2} + \frac{g}{\omega}(\Gamma^2 - 1)(t - t_d) - \frac{g}{2}(t - t_d)^2 - a \sin(\omega t)$$

La masse retombe donc sur le plateau quand u s'annule à nouveau ; on note t_r l'instant correspondant. Cette condition peut s'exprimer assez simplement en introduisant la phase $\phi = \omega t$ et la différence de phase associée au temps de vol $\Delta\phi = \phi_r - \phi_d = \omega(t_r - t_d)$:

$$F(\Delta\phi) = 1 - \cos(\Delta\phi) - \frac{(\Delta\phi)^2}{2} + \sqrt{\Gamma^2 - 1}(\Delta\phi - \sin(\Delta\phi)) = 0 \quad (\text{A.6})$$

De cette équation implicite $F(\Delta\phi) = 0$, on peut déduire le temps de vol $\Delta t_{vol} = \frac{\Delta\phi}{\omega}$. Ce modèle prévoit notamment que $\omega\Delta t_{vol}$ ne dépend que de Γ .

On peut également prévoir à partir de cette équation (A.6) la condition de résonance qui marque la première étape vers un comportement chaotique. Ces résonances sont obtenues quand $\Delta\phi = 2\pi n$ et correspondent à des harmoniques par rapport à la période du fondamental associée au mouvement du plateau. L'apparition de la période double se fait à $\Gamma_{n=1} = 3, 15$.

Paramètres de contrôle

Le paramètre Γ , défini par la relation (A.2), est très important puisqu'il détermine la condition de décollage de la masse. Cependant, l'équation (A.6) montre que la durée de vol ne dépend pas uniquement de Γ mais aussi de ω . On peut donc chercher à définir d'autres paramètres de contrôle que cette accélération réduite. Le choix le plus simple consiste à prendre les deux paramètres construits à partir de la vitesse maximale $a\omega$ et du déplacement maximal a . Pour adimensionner ces grandeurs, on se place dans le cas où ce n'est plus une masse inélastique qui est placée sur le fond oscillant mais un empilement de billes de diamètre d . Les échelles de vitesse et de longueur associées à ces billes sont alors respectivement \sqrt{gd} et d . D'où l'on tire les paramètres sans dimension :

$$\nu = \frac{a\omega}{\sqrt{gd}} = \sqrt{\frac{g}{d}} \frac{\Gamma}{\omega} \quad \text{et} \quad \delta = \frac{a}{d} = \frac{g\Gamma}{d\omega^2} \quad (\text{A.7})$$

Il est aussi envisageable de construire ces paramètres à partir de la vitesse V_d et du déplacement z_d au moment du décollage plutôt qu'à partir des valeurs maximales. D'après les relations (A.4) et (A.5), on obtient alors les paramètres réduits :

$$\nu_d = \sqrt{\frac{g}{d}} \frac{\sqrt{\Gamma^2 - 1}}{\omega} \quad \text{et} \quad \delta_d = \frac{g}{d\omega^2} \quad (\text{A.8})$$

Prise en compte du frottement

Pour se rapprocher un peu plus du cas d'un empilement granulaire, on peut essayer de prendre en compte, au moins de façon élémentaire, le frottement qui existe entre l'empilement et les parois latérales du récipient. Au moment du décollage, le frottement est complètement mobilisé vers le bas et cherche à s'opposer au déplacement ascendant. Il faut donc introduire dans l'expression (A.1) du principe fondamental de la dynamique une force supplémentaire \vec{F}_μ dirigée vers le bas. La condition de décollage s'écrit alors :

$$\ddot{z} = -g - \frac{F_\mu}{m} \iff \omega^2 a \sin(\omega t) = g \left(1 + \frac{F_\mu}{mg}\right)$$

Ceci impose que $\Gamma > \Gamma_d = 1 + \frac{F_\mu}{mg} > 1$. On obtient ainsi un seuil de décollage légèrement supérieur à 1 comme observé expérimentalement.

Les conditions au moment du décollage sont modifiées en conséquence :

$$t_d = \frac{1}{\omega} \arcsin\left(\frac{\Gamma_d}{\Gamma}\right)$$

$$z_d = \frac{g\Gamma_d}{\omega^2}$$

$$V_d = \frac{g}{\omega} \sqrt{\Gamma^2 - \Gamma_d^2}$$

La description du vol ultérieur des billes en présence de frottement devient assez complexe et n'a pas été développée.

Annexe B

Technique d'argenture des billes de verre

La technique employée pour argenter les billes de verre est proche de celle des verriers vénitiens, c'est aussi celle généralement utilisée pour l'argenture des miroirs de télescopes amateurs. Son principe est fondé sur la réaction de réduction du nitrate d'argent ammoniacal (réactif de Tollens) par une solution alcoolique inversée de saccharose (solution contenant un aldéhyde). Lors de cette réaction de l'argent métallique apparaît en suspension et va se déposer sur les surfaces qu'il rencontre. Le réactif de Tollens est obtenu en mélangeant, dans les proportions stœchiométriques, des solutions aqueuses de nitrate d'argent, de nitrate d'ammonium et de soude. Cette solution est ensuite mélangée aux billes de verre dans un cristalliseur de grande taille. La solution alcoolique inversée de saccharose a été préalablement préparée en mélangeant, puis en chauffant, du sucre de table avec de l'acide tartrique et de l'alcool à 90°. On l'a ensuite laissée reposer une quinzaine de jours pour des raisons de cinétique lente de la réaction de synthèse de l'aldéhyde. Ce vieillissement est indispensable à la réussite de l'argenture. A l'inverse, il faut que le réactif de Tollens soit fraîchement préparé car, en conservant trop longtemps ce mélange, il y a des risques d'oxydation et de formation d'un composé explosif (le fulminate d'argent). La suite de la procédure consiste à verser la préparation de saccharose dans le cristalliseur contenant le réactif de Tollens et les billes jusqu'à apparition d'une coloration noire. Le métal argent ainsi formé en solution va se déposer sur les parois du cristalliseur et sur la surface des billes. Pour favoriser un dépôt homogène, le mélange est agité régulièrement de façon à répartir au mieux l'argenture sur les billes. Une fois la réaction terminée, le mélange est rincé à l'eau distillée et à l'éthanol.

Le dépôt d'argent obtenu n'est toutefois pas très homogène, surtout lors de la première argenture. En conséquence, la procédure complète employée est la suivante : on réalise une première argenture, puis on la décape en nettoyant les billes à l'acide nitrique fumant afin de préparer l'état de surface des billes. On effectue ensuite des séries de plusieurs argentures successives (argenture + nettoyage à l'eau distillée et à l'alcool). Les billes sont finalement séchées à l'étuve à 80°C. On a réalisé 3 argentures successives pour les billes de 1 mm de diamètre, et 5 pour celles de 0,5 mm. L'argenture finalement obtenue est d'assez bonne qualité, une grande partie de la surface d'une bille étant rendue conductrice. Le dépôt est relativement fragile mais suffisamment solide cependant pour résister aux sollicitations verticales auxquelles les empilements ont été soumis.

Annexe C

Absorption d'un faisceau parallèle par un empilement de billes

Nous n'avons pas trouvé dans la littérature de formulation prenant en compte l'hétérogénéité du milieu dans l'absorption d'un rayonnement. Nous proposons donc ici une généralisation de la loi d'absorption en milieu homogène ou loi de Beer-Lambert. Nous nous limiterons au cas d'un faisceau parallèle, de section S quelconque, par exemple circulaire. La situation est représentée sur le schéma C.1 : le faisceau de photons γ est orienté suivant l'axe (Ox) et la zone sondée a une longueur totale L .

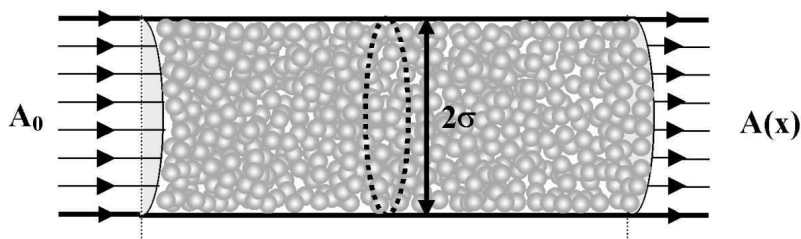


FIG. C.1 – Schéma représentant la zone de l'empilement traversée par le faisceau de photons γ . La section du faisceau est circulaire de rayon σ .

L'air est considéré comme non-absorbant tandis que les billes, toutes identiques, sont constituées d'un verre homogène de coefficient d'absorption μ . Pour revenir au cas connu de l'absorption par un matériau homogène, on décompose l'espace en volumes élémentaires. A cette échelle, chaque volume est homogène et a un coefficient d'absorption $\mu(x, y, z)$ défini comme suit :

$$\mu(x, y, z) = \mu\varepsilon(x, y, z)$$

avec $\varepsilon(x, y, z)$ qui vaut 0 ou 1, selon que le volume élémentaire contient de l'air (non

absorbant) ou du verre.

On peut alors écrire, pour chacun de ces volumes, la loi différentielle d'absorption en milieu homogène :

$$\frac{dI}{dx}(x, y, z) = -\mu(x, y, z)I(x, y, z) \quad (\text{C.1})$$

I désigne ici de façon générique l'intensité du faisceau qui peut être soit un nombre de photons soit une activité (nombre de photons par unité de temps).

On souhaite intégrer cette relation sur la totalité de la zone de mesure. Afin de simplifier l'écriture, on introduit la notation suivante pour désigner la double intégration suivant y et z :

$$\langle f \rangle = \frac{1}{S} \iint_S f(y, z) dy dz$$

En intégrant l'équation (C.1) par rapport à y et z , on obtient une relation mettant en jeu $\langle I \rangle$ mais qui n'est pas directement utilisable.

$$\frac{d\langle I \rangle}{dx} = \left\langle \frac{dI}{dx} \right\rangle = \frac{1}{S} \iint_S \frac{dI}{dx}(x, y, z) dy dz = -\mu \frac{1}{S} \iint_S \varepsilon(x, y, z) I(x, y, z) dy dz$$

soit,

$$\frac{d\langle I \rangle}{dx} = -\mu \langle \varepsilon I \rangle$$

Il est par contre plus intéressant d'intégrer l'équation (C.1) suivant la direction x .

$$\frac{dI}{I} = -\mu \varepsilon(x, y, z) dx$$

$$\ln\left(\frac{I(L, y, z)}{I(0, y, z)}\right) = -\mu \int_0^L \varepsilon(x, y, z) dx$$

On peut poser $I(0, y, z) = I_0$ et introduire $l(y, z)$ par :

$$l(y, z) = \int_0^L \varepsilon(x, y, z) dx$$

$l(y, z)$ correspond à l'épaisseur de verre que doit traverser un photon γ qui suit la trajectoire positionnée en (y, z) pour atteindre le détecteur. On parlera d'intercept entre la trajectoire du photon et l'empilement de billes. L'équation précédente se réécrit alors,

$$I(L, y, z) = I_0 e^{-\mu l(y, z)}$$

L'intégration peut maintenant être effectuée par rapport à y et z .

$$\langle I \rangle(L) = \frac{1}{S} \iint_S I(L, y, z) dy dz = I_0 \frac{1}{S} \iint_S e^{-\mu l(y, z)} dy dz$$

Soit, en remarquant que $I_0 = \langle I \rangle(0)$,

$$\frac{\langle I \rangle(L)}{\langle I \rangle(0)} = \langle e^{-\mu l} \rangle$$

On en déduit au final une longueur effective et donc une compacité effective :

$$L_{eff} = -\frac{1}{\mu} \ln\left(\frac{\langle I \rangle(L)}{\langle I \rangle(0)}\right) = -\frac{1}{\mu} \ln(\langle e^{-\mu l} \rangle) \quad (C.2)$$

$$\Phi_{eff} = \frac{L_{eff}}{L} \quad (C.3)$$

La mesure du taux d'absorption $T = \frac{\langle I \rangle(L)}{\langle I \rangle(0)}$ permet donc de caractériser la compacité du milieu sondé par cette grandeur Φ_{eff} . Or, elle ne correspond pas directement à la compacité réelle du système Φ . En effet, Φ peut aussi se calculer directement à partir de $\varepsilon(x, y, z)$ ou, plus précisément, de l'intégration de $\varepsilon(x, y, z)$ sur la zone de mesure :

$$\begin{aligned} V_{billes} &= \iiint_{V_{total}} \varepsilon(x, y, z) dx dy dz \quad \text{et} \quad V_{total} = SL \\ \Phi &= \frac{V_{billes}}{V_{total}} = \frac{1}{LS} \iiint_{V_{total}} \varepsilon(x, y, z) dx dy dz = \frac{1}{L} \frac{1}{S} \iint_S \left[\int_0^L \varepsilon(x, y, z) dx \right] dy dz \\ &= \frac{1}{L} \frac{1}{S} \iint_S l(y, z) dy dz = \frac{1}{L} \langle l \rangle \end{aligned}$$

Comme $e^{-\mu \langle l \rangle} \neq \langle e^{-\mu l} \rangle$, on voit que Φ_{eff} est différente de Φ . Il convient donc d'évaluer l'écart entre les deux pour savoir si l'erreur commise en assimilant Φ_{eff} à Φ reste acceptable. Un calcul analytique direct semblant très compliqué, nous avons travaillé avec des empilements obtenus numériquement. En balayant une large gamme d'empilements désordonnés, allant d'un empilement très lâche à un empilement proche de la limite de "l'empilement aléatoire dense", nous avons trouvé une erreur relative entre Φ_{eff} et Φ ne dépassant pas 1,5%, même pour des faisceaux assez étroits (de l'ordre d'une taille de bille). La distribution des intercepts, $P(l)$ (Jacquet et al., 1994), peut également être extraite : elle est très bien approchée par la loi gaussienne suivante comme le montre la figure C.2.

$$P(l) = \frac{1}{\sqrt{2\pi}\sigma} e^{-\frac{(l-\langle l \rangle)^2}{2\sigma_l^2}}$$

A partir de cette approximation gaussienne, on peut évaluer analytiquement l'erreur relative en fonction de l'écart-type σ_l de la distribution gaussienne :

$$\frac{\Phi - \Phi_{eff}}{\Phi} = \frac{\mu\sigma_l^2}{2\Phi L} \quad (C.4)$$

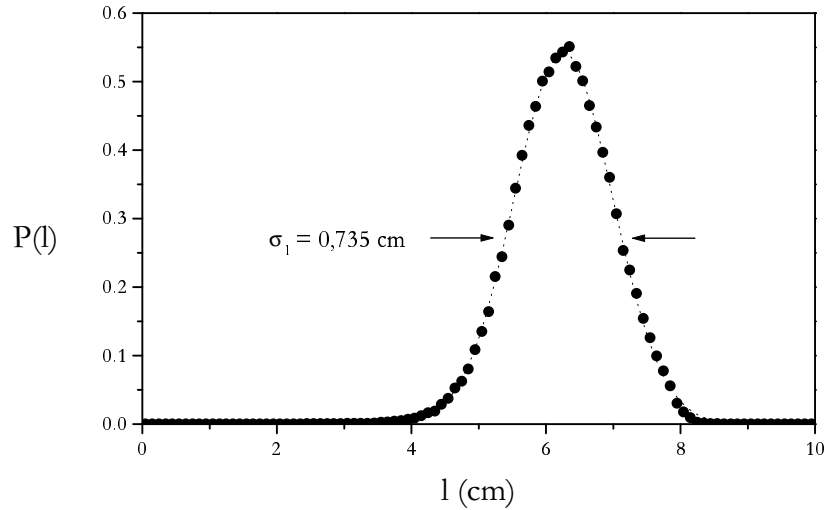


FIG. C.2 – exemple de distribution des intercepts calculés numériquement dans un empilement de sphères dures monodisperses de compacité moyenne légèrement supérieure à 60 %. La courbe en pointillé correspond à l'ajustement gaussien.

Les ordres de grandeurs des différents termes sont $\mu \sim 0,2 \text{ cm}^{-1}$ et $\Phi \sim 0,6$ tandis que $L \approx 10 \text{ cm}$. Comme l'écart-type de la distribution $P(l)$ a été systématiquement trouvé inférieur à 1 cm , l'expression (C.4) confirme bien que l'erreur relative reste inférieure à 1,5 %. On constate aussi que, pour un matériau plus absorbant ou d'épaisseur plus réduite, l'erreur peut devenir importante et interdire ce mode de mesure de la compacité locale.

Notons enfin que pour des essais numériques sur des empilements cristallins (CFC), la distribution obtenue a une allure très complexe, radicalement différente d'une loi de Gauss. L'erreur relative augmente sensiblement mais reste encore à peu près acceptable dans le cas étudié, de l'ordre de 2 à 3 %.

Annexe D

Evaluation expérimentale de la fenêtre de mesure

La mesure de la compacité $\Phi(z)$ se fait sur une épaisseur correspondant au diamètre du faisceau. Par rapport à la compacité surfacique en z , la valeur mesurée est donc lissée par l'intermédiaire d'une moyenne spatiale sur toute l'étendue du faisceau de rayon σ . Cette moyenne s'exprime mathématiquement par l'intermédiaire du produit de convolution et relie le taux de transmission mesuré T au taux de transmission théorique \tilde{T} qui serait obtenu pour un faisceau infiniment fin :

$$T = g * \tilde{T} \quad (\text{D.1})$$

On introduit ici la fonction de transfert g qu'on appelle aussi "fenêtre de mesure". g est une fonction normée et nulle en dehors de $[-\sigma, +\sigma]$:

$$\int_{-\infty}^{+\infty} g(u) du = \int_{-\sigma}^{+\sigma} g(u) du = 1$$

On a mesuré expérimentalement cette fonction g de la manière suivante : le taux de transmission T est évalué au niveau d'une interface nette pour laquelle \tilde{T} est connue. L'interface en question est le sommet d'un cylindre en aluminium comme le montre le schéma D.1.

Si z^* correspond au sommet du cylindre en aluminium, \tilde{T} est donné par

$$\tilde{T}(u = z - z^*) = \begin{cases} T_1 & \text{si } u < 0 \\ T_2 & \text{si } u > 0 \end{cases}$$

A partir de la formule (D.1), on en déduit l'expression du taux de transmission T mesuré

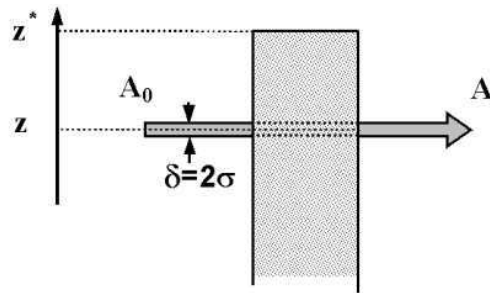


FIG. D.1 – Schéma illustrant la situation expérimentale décrite dans le texte.

expérimentalement.

$$T(u) = \begin{cases} T_1 & \text{si } u < -\sigma \\ T_1 + (T_2 - T_1) \int_{-\sigma}^{+u} g(v) dv & \text{si } -\sigma < u < \sigma \\ T_2 & \text{si } u > \sigma \end{cases}$$

Dans la zone $[-\sigma, +\sigma]$, g est alors directement relié à la dérivée de T : $g(u) \propto \frac{dT}{du}$. En dérivant le taux de transmission mesuré puis en normalisant cette dérivée, on obtient la fonction g dont la courbe représentative est tracée sur la figure D.2.

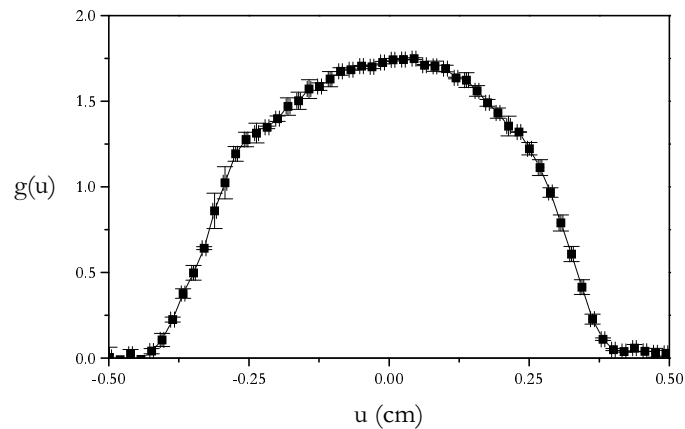


FIG. D.2 – Fenêtre de mesure expérimentale.

Annexe E

Obtention d'un profil radial de compacité

Avec la configuration de notre dispositif expérimental, il est possible de déduire le profil radial de compacité dans une tranche horizontale de l'empilement à partir d'une série de mesures de taux de transmission. Cette déduction est fondée sur l'inversion de la transformée d'Abel. Nous présentons ici la méthode utilisée et son explication théorique (Shollenberger et al., 1997). On se donne comme hypothèse de travail que le faisceau de photons γ est suffisamment fin pour être assimilé à une droite et que l'empilement peut être décrit comme un milieu continu dans lequel il est possible de définir un champ de compacité $\Phi(\vec{r})$. On peut enfin supposer qu'il y a une symétrie autour de l'axe vertical. Au niveau du champ de compacité, ceci se traduit par $\Phi(\vec{r}) = \Phi(r, z)$. Les mesures de taux de transmission se font dans l'empilement sur une couche horizontale à la hauteur z et avec un décalage x par rapport à l'axe du récipient cylindrique (de rayon R) comme présenté sur le schéma E.1.

A une position x donnée, l'activité du faisceau γ mesurée à vide, c'est-à-dire en l'absence de billes dans le récipient, est $A_0(x)$; lorsque le récipient est plein, on mesure $A(x)$. Le taux de transmission est alors donné par :

$$T(x) = \frac{A(x)}{A_0(x)} = e^{-\int \mu ds} \quad (\text{E.1})$$

avec s qui représente l'abscisse le long du trajet du faisceau dans le milieu.

Par ailleurs, le coefficient μ est relié au champ de compacité par $\mu(r) = \mu\Phi(r)$ (on ne note plus la variable z qui est constante). On peut alors déduire de la formule (E.1) une

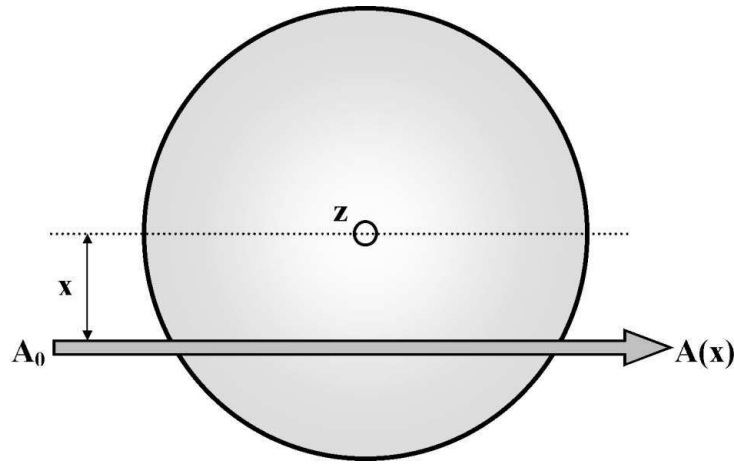


FIG. E.1 – Schéma représentant la position décalée du faisceau par rapport à l'axe du récipient.

longueur effective :

$$l(x) = -\frac{1}{\mu} \ln(T(x)) = \int \Phi ds = \int_{-\sqrt{R^2-x^2}}^{+\sqrt{R^2-x^2}} \Phi(r) ds$$

En effectuant le changement de variable entre r et s ($r^2 = x^2 + s^2$), on obtient

$$l(x) = 2 \int_x^R \frac{\Phi(r) r dr}{\sqrt{r^2 - x^2}} \quad (\text{E.2})$$

La fonction l ainsi exprimée est la transformée d'Abel de la fonction Φ . Il est possible d'inverser cette relation pour obtenir Φ en fonction de l . La formule d'inversion donne :

$$\Phi(r) = -\frac{1}{\pi} \int_r^R \frac{\left(\frac{dl}{dx}\right)}{\sqrt{x^2 - r^2}} dx \quad (\text{E.3})$$

On pose $p(x) = \frac{l(x)}{2\sqrt{R^2 - x^2}}$ qui est le rapport entre la longueur effective et l'épaisseur traversée et qui correspond à la compacité moyenne sur le trajet des photons du faisceau en x . Les fonctions p et Φ ont alors la propriété remarquable suivante : si l'une de ces fonctions est un polynôme l'autre l'est aussi et du même degré. On exploite cette propriété pour reconstruire Φ à partir de p . En effet, on peut approcher au mieux p par un polynôme de degré N et en déduire le polynôme correspondant pour Φ . On travaille avec les relations polynômiales suivantes :

$$\Phi(r) = \sum_{m=0}^N a_m \left(\frac{r}{R}\right)^{2m} \text{ et } p(x) = \sum_{n=0}^N b_n \left(\frac{r}{R}\right)^{2n}$$

Les coefficients sont reliés par

$$a_m = \sum_{n=0}^N \lambda_{mn} b_n \quad (\text{E.4})$$

avec

$$\lambda_{mn} = \begin{cases} -\frac{2m+1}{2^{2n}(2n-2m-1)} C_{n-m}^{2n-2m} C_m^{2m} & \text{si } m \leq n \\ 0 & \text{si } m > n. \end{cases}$$

La notation C_p^n désigne le coefficient binomial :

$$C_p^n = \frac{n!}{p!(n-p)!}$$

Du point de vue expérimental, on mesure l pour un grand nombre de valeurs de x , régulièrement espacées, et on cherche ensuite un polynôme de degré N approchant au mieux la fonction $p(x)$. Le polynôme que l'on déduit alors de la formule (E.4) offre une approximation du champ de compacité $\Phi(r)$. Des essais ont été effectués avec des polynômes de degré de plus en plus élevé (de 2 à 10). Les résultats obtenus sont présentés sur la figure E.2. On constate que plus le degré est élevé et plus le profil est plat. Il apparaît donc qu'il y a une faible dépendance radiale de la compacité, les écarts observés ici semblent être plus liés à la méthode de reconstitution qu'à l'agencement réel de l'empilement.

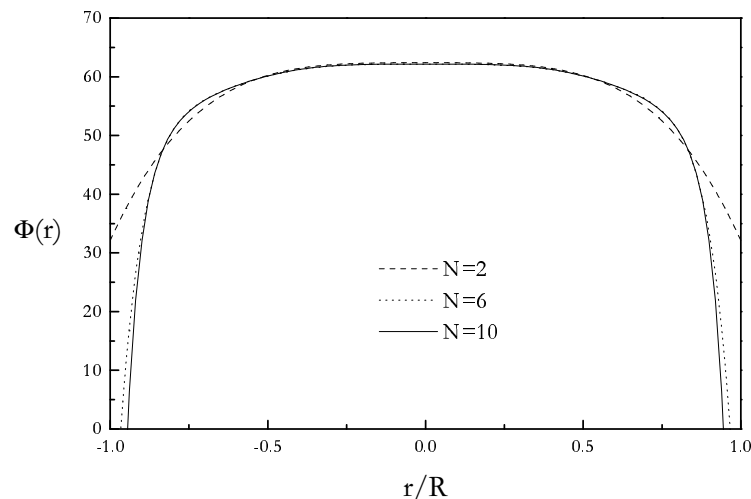


FIG. E.2 – Profils obtenus par inversion d'Abel avec des polynômes de degré 2, 6 et 10.

Bibliographie

- Ammi, M. (1987). *Analyse de quelques propriétés de milieux granulaires modèles*. thèse de doctorat, Université de Rennes I.
- Aoki, K. M., Akiyama, T., Maki, Y., et Watanabe, T. (1996). Convective roll patterns in vertically vibrated beds of granules. *Physical Review E*, **54**, 874–883.
- Ayer, J. E. et Soppet, F. E. (1965). Vibratory compaction : I, Compaction of spherical shapes. *Journal of The American Ceramic Society*, **48**, 180–183.
- Barker, G. C. (1994). Computer simulations of granular materials. In Mehta, A., editor, *Granular matter : An interdisciplinary approach*, 35–83. Springer-Verlag.
- Barker, G. C. et Mehta, A. (1992). Vibrated powders : structure, correlations, and dynamics. *Physical review A*, **45**, 3435–3446.
- Barker, G. C. et Mehta, A. (1993). Transient phenomena, self-diffusion, and orientational effects in vibrated powders. *Physical review E*, **47**, 184–188.
- Barker, G. C. et Mehta, A. (2000). Inhomogeneous relaxation in vibrated granular media : consolidation waves. *cond-mat/0010268*.
- Barrat, A. (2001). Compaction granulaire : aspects théoriques. Rencontre "Vieillessement et Matière Désordonnée" de Carry-Le-Rouet.
- Barrat, A., Kurchan, J., Loreto, V., et Sellitto, M. (2001). Edwards' measures : a thermodynamic construction for dense granular media and glasses. *Physical review E*, **63**, 051301.
- Barrat, A. et Loreto, V. (2000). Response properties in a model for granular matter. *J. Phys. A : Math. Gen.*, **33**, 4401–4426.
- Barrat, A. et Loreto, V. (2001). Memory in aged granular media. *Europhysics Letters*, **53**, 297–303.
- Baumberger, T., Berthoud, P., et Caroli, C. (1999). Physical analysis of the state- and rate-dependent friction law. ii. dynamic friction. *Physical Review B*, **60**, 3928–3939.
- Behringer, R. P., Doorn, E. V., Hartley, R. R., et Pak, H. K. (2002). Making a rough place "plane" : why heaping of vertically shaken sand must stop at low pressure. *Granular Matter*, **4**, 9–15.
- Bell, W. C., Dillender, R. D., Lominac, H. R., et Manning, E. G. (1955). Vibratory compacting of metal and ceramic powders. *Journal of The American Ceramic Society*, **38**, 396–404.
- Bellon, L., Ciliberto, S., et Laroche, C. (2001). Violation of the fluctuation-dissipation relation during the formation of a colloidal glass. *Europhysics Letters*, **53**, 511–517.
- Ben Aïm, R. (1970). thèse de doctorat, Université de Nancy.

- Ben Aïm, R. et Le Goff, P. (1967). Effet de paroi dans les empilements désordonnés de sphères et application à la porosité de mélanges binaires. *Powder technology*, **1**, 281–290.
- Benenati, R. F. et Brosilow, C. B. (1962). Void fraction distribution in beds of spheres. *A. I. Ch. E. Journal*, **8**, 359–361.
- Berg, J. et Mehta, A. (2001). Spin-models of granular compaction : from one dimensional models to random graphs. *Advances in Complex Systems*, **4**, 309–319.
- Bernal, J. D. (1959). A geometrical approach to the structure of liquids. *Nature*, **183**, 141–147.
- Bernal, J. D. (1964). The structure of liquids. *Proc. Roy. Soc. Lond. A.*, **280**, 299–322.
- Bernal, J. D. et Mason, J. (1960). Co-ordination of randomly packed spheres. *Nature*, **188**, 910–911.
- Berryman, J. G. (1983). Random close packings of hard spheres and disks. *Physical Review A*, **27**, 1053–1061.
- Berthier, L., Cugliandolo, L. F., et Iguain, J. L. (2001). Glassy systems under time-dependent driving forces : Application to slow granular rheology. *Physical review E*, **63**, 051302.
- Bideau, D. (1983). *Relation entre les propriétés de transport de matériaux constitués d'empilements désordonnés isotropes et leurs caractéristiques géométriques*. thèse de doctorat, Université de Rennes I.
- Blanc, D. (1980). *Physique nucléaire*. Masson.
- Blanc, D. (1993). *Physique nucléaire*. Abrégés. Masson.
- Bonamy, D. (2001). *Phénomènes collectifs dans les matériaux granulaires*. thèse de doctorat, Université Paris XI.
- Bonn, D., Tanaka, H., Wegdam, G., Kellay, H., et Meunier, J. (1999). Aging of a colloidal "wigner" glass. *Europhysics Letters*, **45**, 52–57.
- Bouchaud, J.-P. (2000). Aging in glassy systems : new experiments, simple models, and open questions. In Cates, M. E. et Evans, M. R., éditeurs, *Soft and Fragile Matter*, 285–304. Institute of Physics Publishing.
- Boutreux, T. et de Gennes, P. G. (1997). Compaction of granular mixtures : a free volume model. *Physica A*, **244**, 59–67.
- Bureau, L., Baumberger, T., et Caroli, C. (2002). Rheological aging and rejuvenation in solid friction contacts. *cond-mat/0202245*.
- Caglioti, E., Coniglio, A., Herrmann, H. J., Loreto, V., et Nicodemi, M. (1999). Cooperative length approach for granular media. *Physica A*, **265**, 311–318.
- Caglioti, E., Loreto, V., Herrmann, H. J., et Nicodemi, M. (1997). A "tetris-like" model for the compaction of dry granular media. *Physical Review Letters*, **79**, 1575–1578.
- Caquot, M. A. (1937). *Société des Ingénieurs Civils*, 562–582.
- Carneim, R. D. et Messing, G. L. (2001). Response of granular powders to uniaxial loading and unloading. *Powder Technology*, **115**, 131–138.
- Chan, C. K. et Tien, C. L. (1973). Conductance of packed spheres in vacuum. *Transactions of the ASME*, 302–308.
- Claudin, P. (1999). *La Physique du Tas de Sable : description phénoménologique de la propagation des contraintes dans des matériaux granulaires*. thèse de doctorat, Université de Paris XI.

- Clément, E. (1998). Granular packing under vibration. In H. J. Herrmann, J. P. H. et Luding, S., editors, *Physics of dry granular media*, 585–600. Kluwer Academic Publishers.
- Clément, E., Duran, J., et Rajchenbach, J. (1992). Experimental study of heaping in a two-dimensional "sandpile". *Physical Review Letters*, **69**, 1189–1192.
- Colizza, V., Barrat, A., et Loreto, V. (2002). Definition of temperature in dense granular media. *Physical Review E*, **65**, 05031.
- Cugliandolo, L., Kurchan, J., et Peliti, L. (1997). Energy flow, partial equilibration, and effective temperatures in systems with slow dynamics. *Physical Review E*, **55**, 3898–3914.
- D'Anna, G. et Gremaud, G. (2001). Vogel-fulcher-tammann-type diffusive slowdown in weakly perturbed granular media. *Physical Review Letters*, **87**, 4302.
- Dantu, P. (1957). Contribution à l'étude mécanique et géométrique des milieux pulvérulents. In *Proc. of the 4th International Conf. on Soil Mech. and Foundation Eng.*, 144–148. Butterworths Scientific Publications.
- Dean, D. S. et Lefèvre, A. (2001). Tapping spin glasses and ferromagnets on random graph. *Physical Review Letters*, **86**, 5639–5642.
- Delmon, G., Faure, R., de Gasquet, B., Giraud, G., et Clerc, J. P. (1996). Measurement of voidage in a fluidized bed using a capacitive sensor. *Powder Technology*, **86**, 149–153.
- Dieterich, J. H. et Kilgore, B. D. (1996). Imaging surface contacts : power law contact distributions and contact stresses in quartz, calcite, glass and acrylic plastic. *Tectonophysics*, **256**, 219–239.
- Douady, S., Fauve, S., et Laroche, C. (1989). Subharmonic instabilities and defects in a granular layer under vertical vibrations. *Europhysics Letters*, **8**, 621–627.
- Duran, J. (1997). *Sables, poudres et grains*. Eyrolles Sciences.
- Ediger, M. D., Angell, C. A., et Nagel, S. R. (1996). Supercooled liquids and glasses. *Journal of Physical Chemistry*, **100**, 200–212.
- Edwards, S. F. (1994). The role of entropy in the specification of a powder. In Mehta, A., editor, *Granular matter : An interdisciplinary approach*, 121–140. Springer-Verlag.
- Edwards, S. F. et Grinev, D. V. (1998). Statistical mechanics of vibration-induced compaction of powders. *Physical review E*, **58**, 4758–4762.
- Evans, P. E. et Millman, R. S. (1964). The vibratory packing of powders. *Powder Metallurgy*, **7**, 50–63.
- Evesque, P. et Rajchenbach, J. (1989). Instability in a sand heap. *Physical Review Letters*, **62**, 44–46.
- Finney, J. L. (1970). Random packings and structure of simple liquids. *Proc. Roy. Soc. Lond. A*, **319**, 479–493.
- Finney, J. L. (1993). Local structure of disordered hard sphere packings. In Bideau, D. et Hansen, A., editors, *Disorder and Granular Media*, 35–54. North-Holland.
- Finney, J. L. et Wallace, J. (1981). Interstice correlation functions; a new, sensitive characterisation of non-crystalline packed structures. *Journal of Non-Crystalline Solids*, **43**, 165–187.
- Frost, H. (1982). Cavities in dense random packings. *Acta Metallica*, **30**, 889–904.
- Gauthier, C. (1970). *Optimisation des mesures de rayonnement - Application aux mesures des masses volumiques*. Rapport interne du Laboratoire Central des Ponts et Chaussées.

- Gavrilov, K. L. (1998). Cluster model for compaction of vibrated granular materials. *Physical Review E*, **58**, 2107–2114.
- Gotoh, K., Nakagawa, M., Furuuchi, M., et Yoshigi, A. (1986). Pore size distributions in random assemblies of equal spheres. *J. Chem. Phys.*, **85**, 3078–3080.
- Gray, W. A. et Rhodes, G. T. (1972). Energy transfer during vibratory compaction of powders. *Powder Technology*, **6**, 271–281.
- Grigera, T. S. et Israeloff, N. E. (1999). Observation of fluctuation-dissipation-theorem violations in a structural glass. *Physical Review Letters*, **83**, 5038–5041.
- Götze, W. et Sjögren, L. (1992). Relaxation processes in supercooled liquids. *Reports on Progress in Physics*, **55**, 241–376.
- Guyon, E., Hulin, J. P., et Petit, L. (2001). *Hydrodynamique physique*. Savoirs Actuels. EDP Sciences / CNRS Editions.
- Hayakawa, H. et Hong, D. C. (1997). Thermodynamic theory of weakly excited granular systems. *Physical review Letters*, **78**, 2764–2767.
- Head, D. A. (2000). Phenomenological glass model for vibratory granular compaction. *Physical review E*, **62**, 2439–2449.
- Head, D. A. et Rodgers, G. J. (1998). A coarse-grained model for granular compaction and relaxation. *J. Phys. A : Math. Gen.*, **31**, 107–122.
- Henderson, R. J., Chandler, H. W., Akisanya, A. R., Chandler, C. M., et Nixon, S. A. (2001). Micro-mechanical modelling of powder compaction. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, **49**, 739–759.
- Hertz, H. (1882). Über die berührung fester elastischer körper. *J. für die reine u. angew. Math.*, **92**, 136.
- Hertzsch, J. M. (2000). Cellular model for the compaction of a vertically tapped granular column. *Eur. Phys. J. B*, **18**, 459–466.
- Heslot, F., Baumberger, T., Perrin, B., Caroli, B., et Caroli, C. (1994). Creep, stick-slip, and dry-friction dynamics : experiments and a heuristic model. *Physical Review E*, **49**, 4973–4988.
- Holm, R. (1967). *Electric contacts. Theory and applications*. Springer Verlag.
- Jacquet, C., Gauthier, C., et Thomas, G. (1994). Geometric characterization of porous textures in sintered glass bead packing through image analysis, mercury porosimetry and gravimetry. *Powder Technology*, **80**, 73–81.
- Jaeger, H. M., Nagel, S. R., et Behringer, R. P. (1996). Granular solids, liquids, and gases. *Reviews of Modern Physics*, **68**, 1259–1273.
- Janssen, H. A. (1895). Versuche über getreidedruck in silozellen. *Zeitschr. d. Vereines deutscher Ingenieure*, **39**, 1045–1049.
- JavierBrey, J., Prados, A., et Sánchez-Rey, B. (1999). Simple model with facilitated dynamics for granular compaction. *Physical review E*, **60**, 5685–5692.
- Josserand, C., Tkachenko, A., Mueth, D. M., et Jaeger, H. M. (2000). Memory effects in granular material. *Physical Review Letters*, **85**, 3632–3635.
- Jullien, R. et Meakin, P. (1987). Simple three-dimensional models for ballistic deposition with restructuring. *Europhysics Letters*, **4**, 1385–1390.
- Kawakita, K. et Lüdde, K. H. (1970). Some considerations on powder compression equations. *Powder Technology*, **4**, 61–68.

- Knight, J. B. (1997). External boundaries and internal shear bands in granular convection. *Physical Review E*, **55**, 6016–6023.
- Knight, J. B., Ehrichs, E. E., Kuperman, V. Y., Flint, J. K., Jaeger, H. M., et Nagel, S. R. (1996). Experimental study of granular convection. *Physical Review E*, **54**, 5726–5738.
- Knight, J. B., Fandrich, C. G., Lau, C. N., Jaeger, H. M., et Nagel, S. R. (1995). Density relaxation in a vibrated granular material. *Physical Review E*, **51**, 3957–3963.
- Knight, J. B., Jaeger, H. M., et Nagel, S. R. (1993). Vibration-induced separation in granular media : the convection connection. *Physical Review Letters*, **70**, 3728–3731.
- Kob, W. (2000). Supercooled liquids and glasses. In Cates, M. E. et Evans, M. R., editors, *Soft and Fragile Matter*, 259–284. Institute of Physics Publishing.
- Kurchan, J. (2001a). Dense granular media as athermal glasses. *Advances in Complex Systems*, **4**, 363–368.
- Kurchan, J. (2001b). Théories récentes des verres en tant que systèmes hors équilibre. *Comptes Rendus de l'Académie des Sciences-Séries IV*, **2**, 239–247.
- Laroche, C., Douady, S., et Fauve, S. (1989). Convective flow of granular masses under vertical vibrations. *Le Journal de Physique*, **50**, 699–706.
- LCPC (1966). *Principes généraux de mesures de densité utilisant l'interaction du rayonnement gamma avec la matière*. Bulletin de Liaison des Laboratoires Routiers des Ponts et Chaussées.
- Lefloch, F., Hammann, J., Ocio, M., et Vincent, E. (1992). Can aging phenomena discriminate between the droplet model and a hierarchical description in spin glasses? *Europhysics Letters*, **18**.
- Lesaffre, C. (2001). *Etude expérimentale de la ségrégation de phases sous pesanteur et sous vibrations mécaniques dans un empilement granulaire saturé*. thèse de doctorat, Université d'Orléans.
- Luck, J. M. et Mehta, A. (1993). Bouncing ball with a finite restitution : chattering, locking, and chaos. *Physical Review E*, **48**, 3988–3997.
- Luding, S., Nicolas, M., et Pouliquen, O. (2000). A minimal model for slow dynamics : Compaction of granular media under vibration or shear. In Kolymbas, D. et Fellin, W., editors, *Compaction of Soils, Granulates and Powders*. Balkema.
- MacGeary, R. K. (1961). Mechanical packing of spherical particles. *Journal of the American ceramic Society*, **44**, 513–522.
- Macrae, J. C., Finlayson, P. C., et Gray, W. A. (1957). Vibration packing of dry granular solids. *Nature*, **179**, 1365–1366.
- Makse, H. A. et Kurchan, J. (2002). Testing the thermodynamic approach to granular matter with a numerical model of a decisive experiment. *Nature*, **415**, 614–617.
- Malave, J., Barbosa-Canovas, G. V., et Peleg, M. (1985). Comparison of the compaction characteristics of selected food powders by vibration, tapping and mechanical compression. *Journal of FoodScience*, **50**, 1473–1476.
- Mehta, A. (1994). Relaxational dynamics, avalanches, and disorder in real sandpiles. In Mehta, A., editor, *Granular matter : An interdisciplinary approach*, 1–33. Springer-Verlag.
- Mehta, A. et Barker, G. C. (1991). Vibrated powders : a microscopic approach. *Physical Review Letters*, **67**, 394–397.
- Mehta, A. et Luck, J. M. (1990). Novel temporal behavior of a nonlinear dynamical system : the completely inelastic bouncing ball. *Physical Review Letters*, **65**, 393–396.

- Meyerhof, W. C. (1970). *Eléments de physique nucléaire*. Dunod.
- Miyajima, M., Sasaki, S., et Tawara, H. (1993). Numbers of scintillation photons produced in *NaI(Tl)* and plastic scintillator by gamma-rays. *IEEE Transactions on Nuclear Science*, **40**, 417–423.
- Monasson, R. et Pouliquen, O. (1997). Entropy of particle packings : an illustration on a toy model. *Physica A*, **236**, 395–410.
- MRS (1997). Compaction science and technology. *Materials Research Society Bulletin*, **22**.
- Nicodemi, M. et Coniglio, A. (1999). Aging of out-of-equilibrium dynamics of models for granular media. *Physical Review Letters*, **82**, 916–919.
- Nicodemi, M., Coniglio, A., et Herrmann, H. J. (1997). The compaction in granular media and frustrated ising models. *Journal of Physics A : Math. Gen.*, **30**, 379–385.
- Nicolas, M., Duru, P., et Pouliquen, O. (2000). Compaction of a granular material under cyclic shear. *The European Physical Journal E*, **3**, 309–314.
- Nowak, E. R., Knight, J. B., Ben-Naim, E., Jaeger, H. M., et Nagel, S. R. (1998). Density fluctuations in vibrated granular materials. *Physical Review E*, **57**, 1971–1982.
- Nowak, E. R., Knight, J. B., Povinelli, M. L., Jaeger, H. M., et Nagel, S. R. (1997). Reversibility and irreversibility in the packing of vibrated granular material. *Powder Technology*, **94**, 79–83.
- Oger, L. (1987). *Etudes des corrélations structure-propriétés dans les milieux granulaires modèles*. thèse de doctorat, Université de Rennes I.
- Oger, L. et Jernot, J. P. (1993). Different methods to analyze the structure of granular media. In Bideau, D. et Hansen, A., editors, *Disorder and Granular Media*, 165–198. North-Holland.
- Omnes, R. (1985). *Journal de Physique*, **46**, 139–147.
- Onoda, G. Y. et Liniger, E. G. (1990). Random loose packing of uniform spheres and the dilatancy onset. *Physical Review Letters*, **64**, 2727–2730.
- Owe Berg, T. G., McDonald, R. L., et R. J. Trainor, J. (1969). The packing of spheres. *Powder Technology*, **3**, 183–188.
- Painter, B. et Behringer, R. P. (2000). Substrate interactions, effects of symmetry breaking, and convection in a 2d horizontally shaken granular system. *Physical Review Letters*, **85**, 3396–3399.
- Pak, H. K. et Behringer, R. P. (1993). Surface waves in vertically vibrated granular materials. *Physical Review Letters*, **71**, 1832–1835.
- Pak, H. K., Doorn, E. V., et Behringer, R. P. (1995). Effects of ambient gases on granular materials under vertical vibration. *Physical Review Letters*, **74**, 4643–4646.
- Peng, G. et Ohta, T. (1998). Logarithmic density relaxation in compaction of granular materials. *Physical Review E*, **57**, 829–833.
- Phillips, J. C. (1996). Stretched exponential relaxation in molecular and electronic gases. *Reports on Progress in Physics*, **59**, 1133–1207.
- Pitois, O., Höhler, R., et Cohen-Addad, S. (2000). Etude de la compacité d'un milieu granulaire par diffusion multiple de la lumière. In *Colloque physique et mécanique des matériaux granulaires*, 351–356. LCPC.
- Poeschel, T. et Schwager, T. (2002). Is there a critical acceleration for the onset of convection? *cond-mat/0204058*.

- Pouliot, N., Sedran, T., de Larrard, F., et Marchand, J. (2001). Prédiction de la compacité des bétons compactés au rouleau à l'aide d'un modèle d'empilement granulaire. *Bulletin des laboratoires des Ponts et Chaussées*, **233**, 23–36.
- Pouliquen, O., Nicolas, M., et Weidman, P. D. (1997). Crystallization of non-brownian spheres under horizontal shaking. *Physical Review Letters*, **79**, 3640–3643.
- Restagno, F. (2000). *Interactions entre contacts solides et cinétique de la condensation capillaire. Aspects macroscopiques et aspects microscopiques*. thèse de doctorat, Ecole normale supérieure de Lyon.
- Richard, P. (2000). *Etude de la géométrie de milieux granulaires modèles tridimensionnels par simulation numérique*. thèse de doctorat, Université de Rennes I.
- Saluela, C., Pöschel, T., et Esipov, S. (1999). Dissipative properties of vibrated granular materials. *Physical Review E*, **59**, 4422–4425.
- Scott, G. D., Charlesworth, A. M., et Mak, M. K. (1964). On the random packing of spheres. *Journal of Chemical Physics*, **40**, 611–612.
- Scott, G. D. et Kilgour, D. M. (1969). The density of random close packings of spheres. *Br. J. Appl. Phys. (J. Phys. D)*, **2**, 863–866.
- Sellitto, M. (2001). Effective temperature of an aging powder. *Physical Review E*, **63**, 0301.
- Sellitto, M. et Arenzon, J. J. (2000). Free-volume kinetic models of granular matter. *Physical Review E*, **62**, 7793–7796.
- Shollenberger, K. A., Torczynski, J. R., Adkins, D. R., O'Hern, T. J., et Jackson, N. B. (1997). Gamma-densitometry tomography of gas holdup spatial distribution in industrial-scale bubble columns. *Chemical Engineering Science*, **52**, 2037–2048.
- Simonnet, G. et Oria, M. (1990). *Les mesures de radioactivité à l'aide des compteurs à scintillateur liquide*. Eyrolles.
- Slocombe, B. C., Bell, A. L., et Baez, J. I. (2000). The densification of granular soils using vibro methods. *Géotechnique*, **50**, 715–725.
- Sone, T. (1972). *Consistency of foodstuffs*. D. Reidel Publishing Company.
- Staron, L., Vilotte, J. P., et Radjai, F. (2001). Friction and mobilization of contacts in granular numerical avalanches. In Kishino, editor, *Powders and Grains 2001*, 451–454. Swets and Zeitlinger.
- Stillinger, F. H. (1995). A topographic view of supercooled liquids and glass formation. *Science*, **267**, 1935–1939.
- Suzuki, A., Takahashi, H., et Tanaka, T. (1968). Behaviour of a particle bed in the field of vibration. II. Flow of particles through slits in the bottom of a vibrating vessel. *Powder Technology*, **2**, 72–77.
- Talbot, J., Tarjus, G., et Viot, P. (2000). Adsorption-desorption model and its application to vibrated granular materials. *Physical review E*, **61**, 5429–5438.
- Talbot, J., Tarjus, G., et Viot, P. (2001). Aging and response properties in the parking-lot model. *The European Physical Journal*, **5**, 445–449.
- Talbot, J. et Viot, P. (2002). Torroidal convection roll in a three-dimensional granular system. *preprint*.
- Tokue, T. (1976). Characteristics and mechanism of vibratory densification of sand and role of acceleration. *Soils and Foundations*, **16**, 1–18.
- Travers, T. (1988). *Compression de milieux granulaires modèles. Effet des hétérogénéités*. thèse de doctorat, Université de Rennes I.

- Troadec, J. P. et Dodds, J. A. (1993). Global geometrical description of homogeneous hard spheres packings. In Bideau, D. et Hansen, A., editors, *Disorder and Granular Media*, 133–163. North-Holland.
- Vandembroucq, D., Boccara, A. C., et Roux, S. (1997). Breakdown patterns in branly's coheror. *Journal de Physique III*, **7**, 303–310.
- Vandewalle, N., Lenaerts, C., et Dorbolo, S. (2001). Non-gaussian electrical fluctuations in a quasi 2d packing of metallic beads. *Europhysics Letters*, **53**, 197–201.
- VanDoorn, E. et Behringer, R. P. (1997). Dilation of a vibrated granular layer. *Europhysics Letters*, **40**, 387–392.
- Vanel, L. (1999). *Etude expérimentale de l'équilibre mécanique d'un milieu granulaire : exemples du silo et du tas de sable*. thèse de doctorat, Université de Paris VI.
- Vanel, L., Rosato, A. D., et Dave, R. N. (1997). Rise-time of a large sphere in vibrated bulk solids. *Physical Review Letters*, **78**, 1255–1258.
- Villarruel, F. X., Lauderdale, B. E., Mueth, D. M., et Jaeger, H. M. (2000). Compaction of rods : relaxation and ordering in vibrated, anisotropic granular material. *Physical review E*, **61**, 6914–6921.
- Yamashiro, M., Yuasa, Y., et Kawakita, K. (1983). An experimental study on the relationship between compressibility, fluidity and cohesion of powder solids at small tapping numbers. *Powder Technology*, **34**, 225–231.
- Youd, T. L. (1972). Compaction of sands by repeated shear straining. *Journal of the Soil, Mechanics and Foundations Division*, **98**, 709–725.
- Yu, A. B. et Hall, J. S. (1994). Packing of fine powders subjected to tapping. *Powder Technology*, **78**, 247–256.

Résumé :

Cet exposé aborde le problème de la compaction granulaire par différentes approches complémentaires. Cette densification lente d'un empilement de grains sous sollicitations répétées s'inscrit dans le cadre d'une analogie conceptuelle avec les systèmes vitreux.

Nous développons tout d'abord une modélisation numérique capable de simuler cette relaxation lente et de retrouver toute la phénoménologie expérimentale. Cet outil offre en particulier la possibilité d'une analyse statistique de l'espace des pores et de son évolution.

Grâce à des dispositifs expérimentaux variés, nous avons mené une étude détaillée de l'effet de secousses verticales sur un empilement de billes. L'effet à court terme est observé à travers la réponse dynamique à une seule secousse. A l'échelle de l'empilement, la dissipation se révèle quasiment instantanée tandis qu'au niveau plus local, de petits événements sont observés sur des temps beaucoup plus longs.

Pour des séquences de secousses sur le long terme, les empilements statiques étudiés relaxent lentement vers un état stationnaire final. Cette densification est très bien approchée par une loi fréquemment utilisée pour décrire la relaxation des systèmes vitreux. Une relation de type Arrhenius relie le temps caractéristique de compaction et l'accélération des secousses qui joue ici un rôle équivalent à une température. Parallèlement à la compaction, une convection d'ensemble est observée et, bien que très limitée, elle peut avoir des conséquences notables aux temps longs. De façon générale, une augmentation du frottement aux parois ou une diminution de l'écartement latéral ralentissent la dynamique de la compaction comme de la convection. Par ailleurs, les deux phénomènes continuent de se manifester au-dessous du seuil de décollage de l'empilement. De petits événements localisés peuvent donc, à terme, amener à une restructuration globale très nette.

Abstract :

This thesis deals with the slow densification of a packing of grains under repeated taps. The granular compaction is treated by complementary numerical and experimental approaches. This problematic bears also a conceptual analogy with supercooled liquids and glasses.

First, we present a numerical model simulating the compaction which reproduces almost all the experimental phenomenology. The principal asset of the model is to allow a local analysis of the packings.

By means of various experimental set-ups, the effect of tapping on a bead packing has been carried out in detail. The one-tap dynamical response is first analysed. On the large scale, it reveals a nearly instantaneous relaxation whereas, on the small scale, slight individual events are still observed a long time after the tap.

For a succession of taps, the different static configurations of the packing are shown to slowly relax towards a final steady-state. This evolution is very well fitted by the standard law used in the context of glassy relaxations. The kinetics of compaction seems to be ruled by an Arrhenius-like relation where the acceleration of the taps plays a role almost equivalent to a temperature. In parallel to compaction, a whole convective process is observed. Despite a slight intensity, it can have serious consequences at the long time. Generally speaking, an increase of the friction at the walls, or a decrease of the lateral spacing, result in a slowing down of compaction as well as convection. Otherwise, both phenomena obviously occur even if there is no more a collective take-off of the packing. It means that, after a sufficient time, small individual motions can lead the whole system to a marked restructuration.