



HAL
open science

Influence des paramètres de vibrations sur la rhéologie d'un milieu granulaire : Application au remplissage des fusibles

Emilie Rouèche

► **To cite this version:**

Emilie Rouèche. Influence des paramètres de vibrations sur la rhéologie d'un milieu granulaire : Application au remplissage des fusibles. Génie des procédés. Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne, 2005. Français. NNT : . tel-00012118

HAL Id: tel-00012118

<https://theses.hal.science/tel-00012118>

Submitted on 11 Apr 2006

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.

ECOLE NATIONALE SUPERIEURE
DES MINES DE SAINT-ETIENNE
N° d'ordre : 378GP

UNIVERSITE JEAN MONNET
DE SAINT-ETIENNE

THESE

Présentée par

Emilie ROUECHE

pour obtenir le grade de

DOCTEUR

DE L'ECOLE NATIONALE SUPERIEURE DES MINES DE SAINT-ETIENNE

Dans la spécialité : GENIE DES PROCEDES

**Influence des paramètres de vibrations sur la rhéologie
d'un milieu granulaire :
Application au remplissage des fusibles**

Soutenue à Saint-Etienne le 3 Novembre 2005

COMPOSITION du JURY

Monsieur	Jean-Charles PINOLI	Président
Monsieur	Pierre GUIGON	Rapporteur
Monsieur	Olivier POULIQUEN	Rapporteur
Monsieur	Gérard THOMAS	Directeur de thèse
Monsieur	Jean-Michel MISSIAEN	Co-directeur de thèse
Monsieur	Jean-Louis GELET	Examineur

Thèse préparée au Centre "Sciences des Processus Industriels et Naturels "

*Tu crois que ton panier est plein lorsque
tu l'as rempli avec des oranges. En réalité,
il est plein de vide car tu peux encore y
mettre des noix, puis des pois chiches.*

Maxime arabe

REMERCIEMENTS

Je tiens tout d'abord à remercier Gérard Thomas pour avoir dirigé ce travail au sein du Laboratoire des Procédés en Milieux Granulaires (LPMG) du centre SPIN de L'école Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne. J'ai pu profiter de ses conseils, et de sa disponibilité.

Mes sincères remerciements à Jean-Michel Missiaen du Laboratoire de Thermodynamique et de Physico-Chimie Métallurgiques (LTPCM) de l'Institut National Polytechnique de Grenoble qui a co-encadré ce travail. J'ai pu profiter de son aide précieuse en analyse d'images et de ses relectures minutieuses de mon manuscrit.

J'adresse mes plus profonds remerciements à Jean-Louis Gelet, Ingénieur chez *Ferraz Shawmut*, qui m'a efficacement conseillé au cours de ces trois années et qui m'a réservé un son accueil chaleureux au sein de la plate-forme d'essai de *Ferraz Shawmut*.

Je tiens également à exprimer toute ma reconnaissance aux membres du jury pour l'attention qu'ils ont porté à mes travaux : Jean-Charles Pinoli, président ; Pierre Guigon et Olivier Pouliquen, rapporteurs ; ainsi que Gérard Thomas, Jean-Michel Missiaen et Jean-Louis Gelet, examinateurs.

Je voudrais aussi adresser tous mes remerciements aux membres du laboratoire : doctorants, permanents, techniciens ainsi que les secrétaires qui m'ont permis de travailler efficacement et rapidement dans une ambiance chaleureuse et amicale. Sans leur aide certaines réalisations n'auraient pas pu aboutir. Merci à eux tous.

Enfin, quelques remerciements particuliers pour ceux grâce à qui ces trois années se sont passées dans la bonne humeur. En particulier Jérémie pour son soutien indéfectible, pour m'avoir écouté me plaindre et enfin pour avoir écouté et conseillé lors des nombreuses répétitions de la soutenance. Egalement mon co-bureau Johan pour sa bonne humeur, et tous les membres du café du C3 : Vincent, Stéphanie, Laurent, Virginie, Alex, Daria, Yann, Xavier, Solange, Henri, et Marie-Claude. Merci enfin au "gens de la Rotonde" qui m'ont fait découvrir la culture scientifique : Hervé, Clémentine, Florence, Guillaume, Julie et Christine.

Table des matières

INTRODUCTION	1
Partie 1 : PROBLÉMATIQUE INDUSTRIELLE	5
I Contexte de l'étude	7
I.A QU'EST CE QU'UN FUSIBLE INDUSTRIEL	7
I.A.1 <i>Description d'un fusible</i>	7
I.A.2 <i>Fonctionnement en coupure</i>	8
I.A.2.a <i>Description du phénomène</i>	8
I.A.2.b <i>Variabilité des caractéristiques électriques d'usage</i>	10
I.B LA MATIÈRE DE REMPLISSAGE	11
I.B.1 <i>Caractéristiques requises</i>	11
I.B.2 <i>Choix de la matière</i>	11
I.B.3 <i>Elaboration des fusibles</i>	12
I.C CARACTÉRISATION DES FUSIBLES	15
I.C.1 <i>Etude de la compacité</i>	15
I.C.2 <i>Etude de l'arrangement granulaire</i>	15
I.C.2.a <i>Préparation des échantillons</i>	15
I.C.2.b <i>Résultats de l'analyse d'images</i>	16
II Matériaux et préparation des empilements granulaires	19
II.A LE SABLE	19
II.A.1 <i>Etude minéralogique</i>	20

II.A.2	<i>Etude morphologique</i>	21
II.A.2.a	<i>Etude granulométrique</i>	21
II.A.2.b	<i>Etude de la forme des grains</i>	24
II.A.2.c	<i>Bilan des considérations morphologiques</i>	25
II.A.3	<i>Etude de la coulabilité</i>	26
II.B	LES BILLES DE VERRE	28
II.B.1	<i>Nature des billes de verre</i>	28
II.B.2	<i>Etude granulométrique</i>	28
II.B.3	<i>Etude de la coulabilité</i>	30
II.C	PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONS DE RÉFÉRENCE	30
II.C.1	<i>Etat de l'art sur la pluviation</i>	30
II.C.2	<i>Préparation des empilements granulaires</i>	32
Partie 2 :	ETUDE DYNAMIQUE DU MILIEU GRANULAIRE	37
III	Etude bibliographique	39
III.A	EFFETS DES VIBRATIONS SUR UN MILIEU GRANULAIRE	39
III.A.1	<i>Définition de la vibration</i>	39
III.A.2	<i>Vibration d'une bille</i>	40
III.A.2.a	Description du modèle	40
III.A.2.b	Période de vibration de la bille	43
III.A.3	<i>Vibration d'une couche de billes</i>	45
III.A.4	<i>Vibration d'un lit mince</i>	47
III.A.5	<i>Vibration d'un lit dense</i>	48
III.B	COMPORTEMENT DYNAMIQUE DES LITS DENSES	50
III.B.1	<i>Mise en mouvement</i>	50
III.B.1.a	$\Gamma < 1,2$: absence de mouvement	50
III.B.1.b	$1,2 \leq \Gamma < 2,9$: apparition du mouvement	50
III.B.2	<i>Mouvement cohérent</i>	54
III.B.3	<i>Phase d'expansion</i>	55
III.B.4	<i>Les vagues</i>	56

III.B.5	<i>Les voûtes</i>	59
III.B.6	<i>Cycle d'hystérésis</i>	60
III.C	LA CONVECTION	61
III.C.1	<i>Origine des mouvements convectifs</i>	62
III.C.2	<i>Renversement des cellules de convection</i>	64
IV	Méthodes expérimentales	67
IV.A	LES VIBRATIONS	67
IV.A.1	<i>Avec une ensableuse</i>	67
IV.A.2	<i>Avec un pot vibrant</i>	69
IV.A.2.a	Fonctionnement d'un pot vibrant	69
IV.A.2.b	Caractéristiques du pot vibrant de <i>Ferraz Shawmut</i>	70
IV.A.2.c	Caractéristiques du pot vibrant de l'EMSE	71
IV.A.3	<i>Le montage expérimental</i>	71
IV.B	LES TECHNIQUES D'OBSERVATION	72
V	Etude sous vibrations des milieux granulaires	75
V.A	DÉFINITION DES MOUVEMENTS GRANULAIRES	75
V.A.1	<i>Formation d'une pente</i>	76
V.A.2	<i>Formation d'un dôme</i>	78
V.A.3	<i>Construction des diagrammes (Γ, f)</i>	79
V.B	ETUDE COMPORTEMENTALE DU SABLE SOUS VIBRATIONS	80
V.B.1	<i>Comportement collectif des grains</i>	80
V.B.1.a	Diagrammes des mouvements granulaires	80
V.B.1.b	Etude du décollage du sable 2	82
V.B.2	<i>Etude de la compacité dynamique et relaxée</i>	83
V.C	INFLUENCE DE LA FRICTION AUX PAROIS	84
V.C.1	<i>Influence sur le comportement dynamique</i>	84
V.C.2	<i>Mesure de la compacité du sable 4</i>	86
V.D	MODÉLISATION ÉNERGÉTIQUE DES ÉTATS VIBRATOIRES	87
V.D.1	<i>Position du problème et hypothèses</i>	87
V.D.2	<i>Etude de la transmission de l'énergie</i>	88

V.E	ETUDE DE DIMENSIONNEMENT DES FUSIBLES	91
V.E.1	<i>Influence sur le comportement collectif des grains</i>	92
V.E.1.a	Caractéristiques des échantillons initiaux	92
V.E.1.b	Etude du comportement dynamique des grains	93
V.E.2	<i>Influence sur la compacité du milieu granulaire</i>	94
V.E.2.a	Influence du diamètre et de la hauteur des échantillons . . .	96
V.E.2.b	Influence de la hauteur initiale de sable	98
V.E.2.c	Variation du diamètre pour une hauteur fixe de sable . . .	101
V.E.2.d	Modification du système convectif	104
Partie 3 : ANALYSE DE LA MICROSTRUCTURE		107
VI	Etude par tomographie X	109
VI.A	PRINCIPE DE L'ANALYSE TOMOGRAPHIQUE	110
VI.A.1	<i>La tomographie X</i>	110
VI.A.1.a	Historique	110
VI.A.1.b	Principe de la mesure	111
VI.A.1.c	Les essais préliminaires	114
VI.A.2	<i>Réalisation des images 3D</i>	116
VI.A.2.a	Préparation des échantillons	116
VI.A.2.b	Images obtenues à l'ESRF	117
VI.A.3	<i>Traitement des images</i>	117
VI.B	RÉSULTATS DE L'ANALYSE D'IMAGES	124
VI.B.1	<i>Analyse granulométrique</i>	124
VI.B.2	<i>Mesure de la compacité locale</i>	127
VI.B.3	<i>Analyse de l'arrangement granulaire local</i>	130
VI.B.4	<i>Influence de la compacité sur la porosité</i>	132
VI.B.4.a	Mesure de la distribution de taille des intercepts	133
VI.B.4.b	Mesure de la distribution de taille des octaèdres	134
VI.B.5	<i>Mesure des intercepts dans la phase "sable"</i>	136
VI.C	ETUDE DES CONTACTS ENTRE LES GRAINS	138

VI.C.1	<i>Définition d'une surface de contact</i>	138
VI.C.2	<i>Caractérisation des surfaces de contact</i>	140
VI.C.2.a	Comment mesurer les surfaces de contact?	140
VI.C.2.b	Mesure de la surface des contacts	140
VI.C.3	<i>Détections des voûtes de grains</i>	143
 CONCLUSION		 145
 ANNEXES		 1
 A Tests de contrôle de la qualité des fusibles		 1
I	TEST DE DURETÉ AU PÉNÉTROMÈTRE	1
II	MESURE DE LA PRISE DE MASSE	2
 B Mesure de la coulabilité		 3
 C La pluiviation par double-tamis		 5
 D Etude des mouvements granulaires avec le pot vibrant <i>Ferraz Shawmut</i>		 7
I	ETUDE DES SABLES	7
I.1	<i>Sable aux grains anguleux : Sables 4 et 8</i>	7
I.2	<i>Sable aux grains arrondis : le sable 2</i>	11
II	ETUDE DES BILLES DE VERRE	12
 E Algorithme de reconstruction des surfaces de contact		 19
I	UN NOUVEAU DÉCOUPAGE DES IMAGES	20
II	UNE NOUVELLE MÉTHODE DE SÉPARATION DES GRAINS	20
III	LA RECONSTRUCTION DES SURFACES DE CONTACTS	21
 BIBLIOGRAPHIE		 i

Liste des Notations

$I_N = i_p$	courant nominal des fusibles
$I^2.t$	paramètre d'énergie ohmique des fusibles
T_t	temps nécessaire à la coupure électrique du fusible
i	intensité électrique
t	temps
U_N	tension nominale d'utilisation de fusible
U	tension du circuit électrique
\hat{I}	intensité de coupure du fusible
\hat{U}	tension de coupure du fusible
T_p	durée pendant laquelle l'élément fusible s'échauffe jusqu'à fondre
T_a	durée d'ignition et d'extinction de l'arc électrique
$D_{10\%}$	valeur de diamètre en-dessous de laquelle se trouvent 10 % des grains
$D_{50\%}$	valeur de diamètre en-dessous de laquelle se trouvent 50 % des grains
$D_{90\%}$	valeur de diamètre en-dessous de laquelle se trouvent 90 % des grains
CV	coefficient de variation de la distribution de taille des grains
D_{moyen}	diamètre moyen pondéré en volume
S_p	sphéricité 3D calculée avec Aphelion [®]
V	volume du grain
S	surface du grain
\mathcal{C}	circularité 2D
P	périmètre du grain
\mathcal{E}	élongation du grain

L	plus grande longueur projetée (longueur du grain)
l	plus petite longueur projetée (largeur du grain)
C	compacité
m	masse de sable
ρ_{sable}	masse volumique du sable
r	rayon du récipient
H	Hauteur de sable dans le récipient
H_{chute}	Hauteur de laquelle tombent les grains de sable lors de la pluiviation
z_0	amplitude de la vibration
f	fréquence de la vibration (Hertz)
ω	pulsation, $\omega = 2\pi f$
γ	accélération de la vibration
g	force de pesanteur, $g = 9,81 \text{ m.s}^{-2}$
Γ	accélération relative de la vibration
e	coefficient de restitution
z_{table}	position de la table vibrante
z_{bille}	position de la bille
u	distance séparant le centre de la bille de la surface de la table vibrante
t_d	temps auquel la bille décolle de la table vibrante
z_d	position de la bille au moment du décollage
V_d	vitesse de la bille au moment du décollage
ϕ	phase du mouvement, $\phi = \omega.t$
T	période du mouvement de la bille
Γ_c	Accélération critique pour une couche de grains
D	diamètre intérieur des récipients
H_0	hauteur initiale de poudre dans un échantillon
L	longueur des cellules 2D
d	diamètre des grains
α	angle d'inclinaison de la pente d'un milieu granulaire
P	pression
EMSE	Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint Etienne

E_{PV}	énergie fournie par le pot vibrant au cours d'un cycle de vibration
m	masse du milieu granulaire
E_0	énergie nécessaire à la mise en mouvement du milieu granulaire
E	énergie cinétique transférée aux particules en mouvement
Γ_{limite}	accélération à laquelle apparaît le mouvement ($\approx 1,2$ g)
E_m	énergie cinétique transférée aux particules par unité de masse
z	déplacement des grains
$I_{entrée}$	intensité du faisceau X envoyé sur l'échantillon
I_{sortie}	intensité du faisceau X après avoir traversé l'échantillon
μ	coefficient d'atténuation linéaire des rayons X du matériau
ρ	masse volumique du matériau
x	épaisseur de l'échantillon
\bar{D}	diamètre moyen pondéré en nombre calculé par analyse d'images
\bar{l}	intercept moyen pondéré en nombre calculé par analyse d'images
\bar{S}	surface moyenne pondérée en nombre calculée par analyse d'images
\bar{z}	coordonnée moyenne pondérée en nombre calculée par analyse d'images

Liste des figures

1	Les différents éléments constitutifs d'un fusible.	8
2	Schéma de la fusion des lames fusibles.	8
3	Exemple d'oscillogramme de coupure d'un fusible.	9
4	Surface de grains de sable non enrobés et enrobés de silicate de soude.	14
5	Diffractionogramme du sable 2.	20
6	Densité de distribution en volume de la taille des grains de sable.	23
7	Principe de la mesure de l'élongation d'un grain.	24
8	Classification de la forme des grains de sable par Powers.	25
9	Mesure de la coulabilité.	27
10	Densité de distribution en volume de la taille des billes de verre.	29
11	Distribution de la pression sous un tas de poudre.	31
12	Principe de la technique de pluviation.	33
13	Erosion des grains de sable après passage à travers un tamis.	34
14	Les rebonds d'une bille suivant son coefficient de restitution.	41
15	Schéma du modèle de la bille rebondissante.	41
16	Mouvement d'une bille et du plateau vibrant.	42
17	Mouvement de période 1 de la bille.	43
18	Mouvement de période 2 de la bille.	44
19	Diagramme de bifurcation.	44
20	Comportements d'une couche de billes sous vibrations.	45
21	Diagramme de transitions d'une monocouche de billes vibrée.	46

22	Exemple de vrille.	49
23	Formation d'une pente.	51
24	Formation d'un dôme.	51
25	Evolution de la convection selon Aoki.	52
26	Influence de la viscosité du gaz sur l'amplitude du dôme.	53
27	Mouvement cohérent d'un milieu granulaire.	54
28	Vagues en $f/2$	55
29	Mouvement d'expansion du milieu granulaire.	56
30	Influence de la hauteur du lit de poudre sur la compacité.	56
31	Phénomène de vagues.	57
32	Vagues en $f/4$	57
33	Différentes géométries de vagues.	58
34	Diagramme fréquence-accélération de la forme des vagues.	58
35	Schéma du phénomène de voûte.	59
36	Evolution des mouvements granulaires en fonction de Γ	60
37	Cellule de convection 2D.	61
38	Evolution de la taille des cellules de convection.	62
39	Influence de la taille du récipient sur la convection.	63
40	Influence de la rugosité des parois du récipient sur la convection.	64
41	Influence de l'inclinaison des parois du récipient sur la convection.	64
42	Photographies de l'ensableuse utilisée pour la fabrication des fusibles.	68
43	Analyse FFT de la vibration de l'ensableuse.	68
44	Schéma d'une vue en coupe d'un pot vibrant.	69
45	Photographies du montage expérimental.	71
46	Schéma de la boucle d'asservissement de la vibration.	72
47	Exemple de chronogramme de synchronisation de la prise d'image.	73
48	Les mouvements granulaires observés au cours de nos expériences.	76
49	Evolution de l'inclinaison de la pente suivant Γ et f	77
50	Cellules de convection associées à une pente.	78
51	Cellules de convection associées à un dôme.	79

52	Comportement dynamique du sable 2.	81
53	Comportement dynamique du sable 4.	81
54	Apparition du décollage du sable 2.	82
55	Amplitude du décollage du sable 2.	82
56	Photographies du décollage du sable 2.	83
57	Compacité dynamique et relaxée du sable 2.	83
58	Influence de la friction aux parois sur le comportement dynamique des sables.	85
59	Influence de la friction aux parois sur la compacité du sable 4.	86
60	Diagrammes (Γ, f^2) du sable 4.	90
61	Influence des dimensions des récipients sur les mouvements granulaires. . . .	95
62	Influence du diamètre et de la hauteur sur la compacité, $H/D \approx 1$	97
63	Influence de la hauteur de remplissage sur la compacité, $H/D \geq 1$	99
64	Influence de la hauteur de remplissage sur la compacité, $H/D \leq 1$	100
65	Influence du diamètre sur la compacité, $H/D \neq 1$	102
66	Mesure de la dilatation en fonction du rapport H_0/D	103
67	Formation d'un cratère.	105
68	Les 3 types de faisceaux disponibles en tomographie X.	112
69	Principe de la tomographie X avec un faisceau "Fan Beam".	112
70	Principe de la tomographie X avec un faisceau "Cone Beam".	113
71	Coupe 2D extraite d'une image 3D obtenue avec un tomographe classique. . . .	114
72	Coupe 2D extraite d'une image 3D obtenue à l'ESRF.	115
73	Position des deux images par échantillon réalisées à l'ESRF.	117
74	Position des 15 sous-volumes dans un échantillon.	118
75	Elimination du bruit de fond des images.	119
76	Seuillage des images.	120
77	Correction de l'image seuillée.	121
78	Remplissage des trous.	122
79	Séparation des grains.	123
80	Rendu 3D de l'état initial.	123
81	Distribution en volume de la taille des grains.	125
82	Mesure de la taille d'un grain.	125

83	Evolution de la compacité relaxée à l'intérieur des échantillons.	128
84	Evolution de la microstructure avec l'accélération.	129
85	Mesure de la covariance dans les trois direction de l'espace.	131
86	Influence de l'accélération sur la covariance.	132
87	Schéma de la méthode des intercepts.	133
88	Distribution en volume de la taille des intercepts dans les pores.	133
89	Distribution en volume de la taille des octaèdres inclus dans les pores.	135
90	Distribution en volume de la taille des intercepts dans les grains.	137
91	Exemple de voûte 3D extraite d'un empilement de grains.	139
92	Coupe 2D de l'arrangement granulaire à 1,2 g.	139
93	Exemple de surfaces de contact connectées.	141
94	Distribution en nombre des surfaces de contacts entre grains.	141
95	Les caractéristiques d'une voûte.	143
96	Exemple de voûte 3D extraite d'un empilement de grains.	143
97	Test de mesure de la dureté avec un pénétromètre.	1
98	Le powder Tester d'Hosokawa.	3
99	Fiche de mesure Hosokawa.	4
100	Principe de la technique de pluviation par double-tamis.	5
101	Comportement dynamique des sables 4 et 8.	8
102	Dilatation volumique dynamique des sables 4 et 8.	9
103	Compacité relaxée du sable 4.	10
104	Mouvements granulaires du sable 2.	11
105	Dilatation dynamique et compacité relaxée du sable 2.	12
106	Comportement dynamique des billes de verre 1, 2 et 3.	14
107	Dilatation volumique dynamique des billes de verre 1, 2 et 3.	15
108	Dilatation volumique relaxée des billes de verre 1, 2 et 3.	16
109	Compacité relaxée des billes de verre 2.	17
110	Illustration d'un contact double.	19
111	Le nouveau découpage des sous-volumes.	21

112	Séparation des grains	22
113	Exemple de surfaces de contact connectées.	23
114	Les défauts de contacts entre les grains.	23
115	Reconstruction des contacts	24

Liste des Tableaux

1	Mesure de la compacité par analyse d'images de coupes 2D de fusibles. . . .	16
2	Composition chimique des sables.	21
3	Bilan de la distribution granulométrique des sables.	22
4	Bilan de la distribution granulométrique des billes de verre.	29
5	Mesure de la compacité pour différentes hauteurs de chute des grains.	35
6	Déplacements du m.g. en fonction de la compacité dynamique.	90
7	Compacité initiale en fonction de la hauteur et du diamètre des échantillons.	92
8	Caractéristiques des échantillons analysés à l'ESRF.	116
9	Détermination du seuil pour les échantillons analysés à l'ESRF.	121
10	Diamètre moyen des grains selon la position dans les échantillons.	126
11	Intercepts moyens dans les pores selon la position dans les échantillons. . . .	134
12	Octaèdres moyens inclus dans les pores selon la position dans les échantillons.	136
13	Intercepts moyens dans les grains selon la position dans les échantillons. . . .	138
14	Surface moyenne de contact selon la position dans les échantillons.	142
15	Bilan des essais de pluviation par double-tamis.	6

Introduction

Une méthode courante de protection des installations électriques, industrielles ou domestiques, contre une surintensité consiste à utiliser un fusible. La société *Ferraz Shawmut* a développé une gamme de fusibles industriels adaptée aux besoins de tout type d'installation. De dimensions bien supérieures à celles des fusibles domestiques, les fusibles industriels fonctionnent sur le même principe en régime de fonctionnement normal de l'installation. Afin de permettre le passage de courants importants, plusieurs éléments fusibles (lames d'argent) sont placés en parallèles à l'intérieur d'une coque céramique. Les espaces vides entre les lames sont comblés par du sable, qui est mis en place par une succession d'opérations de remplissage et de vibrations. Lors d'une surintensité, les lames métalliques se subliment, créant un plasma dans lequel se développe un arc électrique. La présence de sable permet d'absorber l'énergie de l'arc par échauffement des grains de sable. La porosité du sable permet de disperser les vapeurs métalliques venant de l'élément fusible sublimé, ce qui évite les surpression locales (risques d'explosion de la structure) et favorise les échanges thermiques. Les vapeurs métalliques dispersées et l'énergie de l'arc électrique absorbée, ce dernier va alors s'éteindre.

Matériau peu coûteux, le sable présente de nombreux atouts pour la fabrication des fusibles. Mais sa structure granulaire lui confère un comportement complexe, qui suivant les conditions est proche de celui des solides, des liquides ou des gaz. L'étape de remplissage des fusibles utilise les propriétés d'écoulement et de tassement du sable sous l'action de vibrations, afin d'obtenir des empilements de grains garantissant la coupure électrique. Lors d'une surintensité, les particules ionisées d'argent se répartissent dans les pores de toutes dimensions dans l'empilement de grains de sable. Ainsi des caractéristiques de l'empilement de grains et du réseau poreux va dépendre la qualité de la coupure électrique. Si un empile-

lement granulaire trop lâche est construit, les particules ionisées peuvent s'accumuler dans des pores de grande taille entraînant une surpression locale menant à la possible explosion du fusible. Dans le même temps, pour un élément de volume d'espace fixé, la quantité de matière solide autour des lames est moindre : l'unité de volume apparent pourra absorber moins d'énergie créée par l'arc électrique. A l'opposé, un empilement trop dense disperse mal le plasma d'argent : le développement de l'arc électrique le long d'une lame d'argent peut alors présenter un risque d'explosion du fusible. Il apparaît donc important de comprendre les phénomènes régissant la mise en place de l'empilement des grains de sable dans les fusibles et contrôler l'arrangement des grains et des pores qui en résulte.

Notre première tâche consiste à caractériser différents sables utilisés par *Ferraz Shawmut* pour fabriquer ses fusibles. Outre des caractérisations chimiques et minéralogiques, des mesures morphologiques sont menées pour déterminer la forme et la distribution de taille des grains. En effet les propriétés rhéologiques du sable en dépendent fortement.

Afin d'étudier l'effet de la vibration sur l'empilement granulaire de façon la plus reproductible, un protocole de préparation soigné des échantillons doit être mis en place. La technique de pluiviation est utilisée car ce protocole permet de réaliser avec une bonne reproductibilité des empilements homogènes.

Nous envisageons ensuite de suivre le comportement du sable en fonction des deux paramètres caractéristiques de la vibration : la fréquence et l'accélération relative. Le montage et l'utilisation d'un pot vibrant réglable en fréquence et en accélération, doit nous permettre de réaliser des diagrammes (Γ, f) dans lesquels les mouvements d'ensemble des sables seront identifiés, puis classés. Une phénoménologie des milieux granulaires sous vibrations pourra ainsi être définie. Par ailleurs des mesures de la compacité dynamique et de la compacité relaxée sont nécessaires pour caractériser à la fois la rhéologie du milieu granulaire en régime dynamique, et le tassement ou la dilatation de ce milieu relaxé, une fois les vibrations arrêtées.

Nous envisageons aussi d'installer et d'utiliser une caméra vidéo rapide, synchronisée avec la vibration, pour analyser les déplacements des grains à la paroi. L'ensemble de ces informations apporte les bases de la connaissance nécessaires pour modéliser la mise en place du sable dans les fusibles et prévoir les conditions les plus adaptées pour la fabrication de fusibles de bonne qualité.

Le but de ce travail étant d'améliorer la compréhension des phénomènes régissant le procédé de fabrication des fusibles, il nous semble intéressant de mener une étude de dimensionnement du procédé. Une loi d'échelle est déterminée permettant l'extrapolation des résultats obtenus au laboratoire vers le procédé industriel. Cette loi d'échelle permet ainsi d'expliquer les éventuels écarts au modèle observés et d'en déterminer les facteurs d'apparition. Aussi l'évolution des caractéristiques de l'empilement granulaire avec le diamètre et la hauteur des fusibles est analysée en fonction de la fréquence et de l'accélération de la vibration.

Une méthode de *caractérisation à trois dimensions* de l'empilement granulaire à l'intérieur des fusibles représente un excellent moyen de compréhension de l'organisation des grains et des pores. Aussi l'arrangement local des grains et des pores est analysé par tomographie X. Grâce aux techniques d'analyse d'images, il est possible d'évaluer, en trois dimensions, la distribution de taille des grains et des pores, la compacité et l'homogénéité des empilements granulaires à l'échelle locale et globale. Enfin une caractérisation précise des contacts entre les grains pour déterminer l'évolution de la coordinence des empilements suivant le mode de vibration complète l'étude de ces milieux granulaires modèles.

Ce rapport se présente en trois parties. Dans un premier temps, la problématique industrielle est détaillée ainsi que les différentes caractérisations réalisées sur les matériaux utilisés pour cette étude. La méthode de pluviation est ensuite analysée pour déterminer si elle permet bien de préparer de manière reproductible des échantillons homogènes.

La seconde partie consiste en une revue bibliographique du comportement dynamique des milieux granulaires soumis à des vibrations verticales. A la suite de quoi, la mise au point

du montage expérimental pour la vibration des éprouvettes de sable et l'enregistrement des mouvements des grains est décrite. Enfin une étude du dimensionnement des milieux granulaires est réalisée.

La troisième et dernière partie de ce rapport concerne l'analyse des images 3D obtenues à l'ESRF par tomographie X. Après une brève description du principe de la tomographie X, les traitements d'analyse d'images réalisés sont détaillés ainsi que les résultats obtenus sur les caractéristiques des grains, des pores et de l'empilement.

Première partie

PROBLÉMATIQUE INDUSTRIELLE

Contexte de l'étude

Les fusibles industriels faisant l'objet de cette étude sont fabriqués par la société *Ferraz Shawmut*. Si leur principe de fonctionnement semble assez simple, les problèmes rencontrés pour l'élaboration de fusibles de haute qualité ont abouti aux recherches menées dans ce travail.

I.A QU'EST CE QU'UN FUSIBLE INDUSTRIEL

I.A.1 *Description d'un fusible*

Les fusibles industriels, ou les fusibles de protection pour semi-conducteurs, sont constitués d'une coque en céramique (fig.1) à l'intérieur de laquelle sont introduites des lames fusibles calibrées (en argent ou en cuivre). Des plots de connections sont placés et brasés aux extrémités de la coque pour permettre la connection à tout type d'installation électrique. Finalement, du sable est introduit dans le corps du fusible, puis aggloméré avec du silicate de soude afin de former un bloc compact et inerte autour des lames.

Lors de l'apparition d'une surintensité dans un circuit électrique, les éléments constitutifs de l'installation risquent d'être détériorer. L'idée est de sacrifier un composant qui est conducteur lors du fonctionnement normal de l'installation et fond rapidement (avant les autres composants) en cas de surintensité. C'est un fusible.

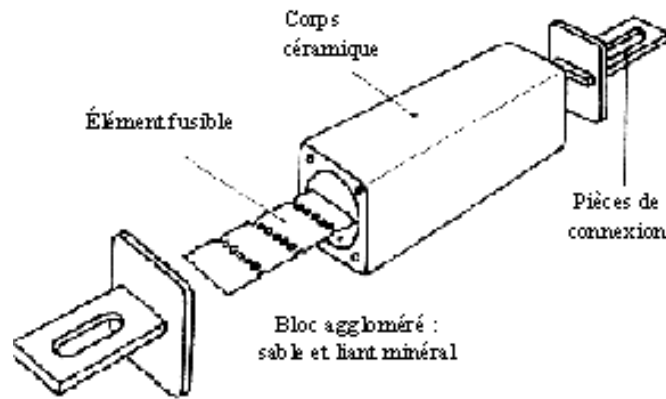


Figure 1 – Les différents éléments constitutifs d'un fusible.

I.A.2 Fonctionnement en coupure

I.A.2.a Description du phénomène

Le rôle d'un fusible est de couper un circuit électrique en cas de surintensité. La coupure du circuit fait suite à l'échauffement du métal dans les sections réduites des plaques métalliques (régime de pré-arc, fig.2). Elle se produit généralement en 2 étapes :

- ▷ Ignition d'un arc électrique (10-100 ns) lors de la fusion-sublimation de l'argent ou du cuivre dans les sections réduites des plaques métalliques.
- ▷ Extinction de l'arc (quelques ms) et coupure du circuit par dissipation de l'énergie électrique, essentiellement sous forme de chaleur.

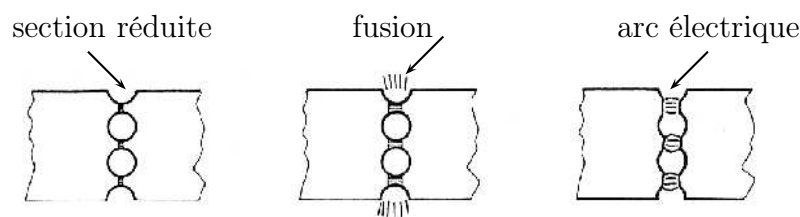


Figure 2 – Schéma de la fusion des lames fusibles.

Les fusibles sont caractérisés par leur courant nominal (I_N) et par le paramètre d'énergie ohmique ($I^2.t$). Le courant nominal I_N est le courant initialement prévu pour lequel le fusible peut résister indéfiniment. Le paramètre $I^2.t$ représente la contrainte thermique limite avec T_t le temps nécessaire à la coupure du fusible [23; 84].

(a)
$$I^2.t = \int_0^{T_t} i^2 . dt = K . s^2$$

Un fusible doit éteindre l'arc électrique le plus rapidement possible. Le paramètre $I^2.t$ définit cette aptitude à la coupure d'un fusible. En effet plus la valeur du paramètre $I^2.t$ est faible, meilleure est la coupure du fusible. Le courant est alors coupé avant que l'élément du circuit à protéger ne subisse la surintensité. Ce paramètre $I^2.t$ est donc important et constitue le paramètre commercial sur lequel s'engagent les fabricants de fusibles. Il dépend de la tension nominale d'utilisation, U_N , pour laquelle est prévu le fusible. Typiquement, un fusible de calibre 660 V / 1000 A présente une valeur d' $I^2.t$ de $420 \text{ kA}^2.\text{s}.\text{mm}^4$ (ou $\text{kJ}.\text{Ohm}^{-1}$).

La figure 3 représente un oscillogramme intensité - tension caractéristique de la coupure réalisée par un fusible lors d'une surintensité. Un régime de pré-arc est observé pendant une durée T_p au cours de laquelle $I^2.t$ fait fondre la lame métallique, indépendamment de la valeur de la tension ($I^2.t = K.s^2$). Ensuite pendant la phase d'arc, $I^2.t$ mesure l'aptitude du fusible à ramener le courant à 0 ($I^2.t = k.f(U)$)

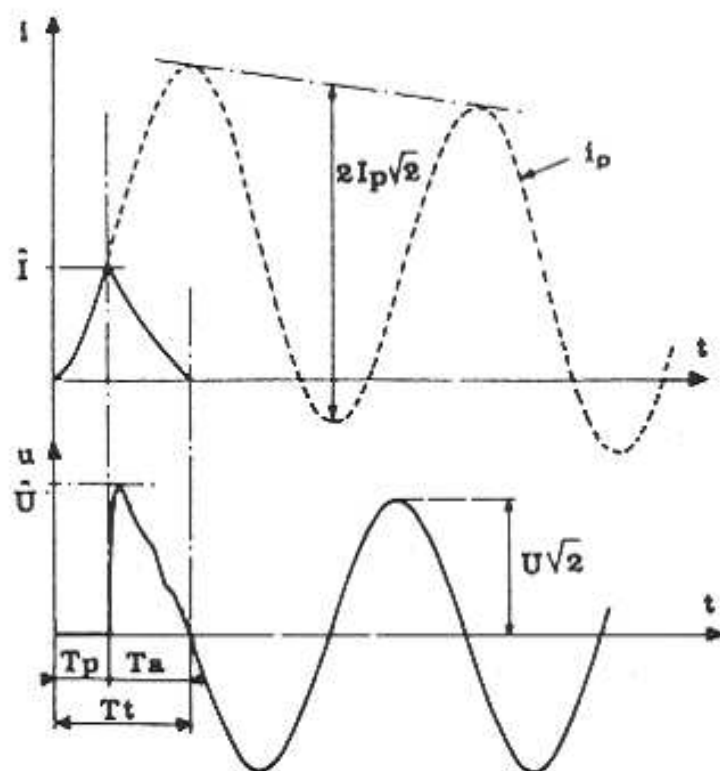


Figure 3 – Exemple d'oscillogramme de coupure d'un fusible. i_p représente le courant nominal et U la tension du circuit électrique, \hat{I} et \hat{U} l'intensité et la tension de coupure, T_p , est la durée pendant laquelle l'élément fusible s'échauffe jusqu'à fondre, T_a la durée d'ignition et d'extinction de l'arc et T_t la durée totale de fusion et coupure du fusible.

L'aggloméré de grains de sable qui entoure l'élément fusible remplit plusieurs fonctions lors de la coupure du fusible :

- ▷ Absorber l'énergie électrique produite par l'arc, par échauffement, voire fusion de la silice.
- ▷ Assurer à la structure du fusible une cohésion mécanique suffisante pour pouvoir résister aux diverses contraintes engendrées par les chocs électriques et thermiques, par les surpressions de gaz dans les pores.
- ▷ Permettre aux vapeurs métalliques produites de diffuser et de se condenser loin de la zone de coupure.
- ▷ Isoler électriquement les différents éléments métalliques.

I.A.2.b Variabilité des caractéristiques électriques d'usage

Le comportement électrique du fusible est fonction des caractéristiques locales et globales de l'empilement des grains de sable autour des éléments fusibles. Les hétérogénéités d'empilement vont conduire à une dispersion des propriétés électriques (caractéristique $I^2.t$, fig.3), et à une variabilité importante des performances des produits préjudiciable à leur fiabilité. Une meilleure compréhension de l'influence du procédé d'élaboration sur les caractéristiques d'empilement des grains et sur les propriétés électriques des fusibles apparaissent très intéressantes.

Afin de déterminer si la cause de la variabilité des propriétés des fusibles est liée aux caractéristiques de l'empilement, les propriétés et les caractéristiques de l'empilement des grains de sable doivent être étudiées :

- ▷ Nature et forme des grains de sable (caractérisation chimique et morphologique).
- ▷ Caractérisation des empilements de grains, incluant la détermination de la distribution des pores, la distribution des contacts grain-grain et grain-élément fusible, en relation avec le procédé de fabrication.
- ▷ Etablissement de relations entre ces caractéristiques et les propriétés d'usage

Les caractéristiques du sable conditionne la quantité d'énergie absorbée par la fusion. La répartition des contacts grain-grain et grain-élément fusible joue sur les transferts

thermiques et électriques dans le fusible, et sur les caractéristiques mécaniques du multi-matériaux. La distribution des tailles de pores du sable consolidé conditionne la perméabilité du milieu poreux dans lequel l'arc se répand. Compte-tenu du caractère local de l'ignition de l'arc électrique, l'hétérogénéité des caractéristiques de l'empilement granulaire doit être soigneusement caractérisée.

I.B LA MATIÈRE DE REMPLISSAGE

Les fusibles sont actuellement remplis de sable de silice. Mais d'autres matériaux de remplissage (alumine, billes de verre) ont été préalablement testés par *Ferraz Shawmut* sans résultat concluant. Essayons de comprendre pourquoi le sable est toujours le meilleur candidat.

I.B.1 *Caractéristiques requises*

Le matériau de remplissage d'un fusible doit posséder un certain nombre de propriétés qu'il devra conserver tout au long de la durée de vie du fusible, que ce soit en fonctionnement normal ou lors de l'apparition d'une surintensité de courant.

- ▷ Il doit avoir une bonne interaction avec l'arc électrique pour contribuer à son extinction.
- ▷ Afin de limiter les zones conductrices aux seules lames d'argent, il doit être isolant même à haute température, et avoir une rigidité diélectrique élevée.
- ▷ Il doit pouvoir absorber l'énergie calorifique créée par l'arc électrique (de l'ordre de 10^5 à 10^6 Joules en 10 ms).
- ▷ Sa porosité doit être suffisante pour faciliter la diffusion et éventuellement la recondensation des vapeurs métalliques (dues à la fusion des lames fusible).
- ▷ Enfin, il doit résister aux sollicitations extérieures (accélérations, chocs, ...) qui peuvent intervenir suivant le type d'installation dans laquelle le fusible est utilisé.

I.B.2 *Choix de la matière*

Deux catégories de matières de remplissage sont possible. D'une part les matières minérales telles que :

- ▷ le sable
- ▷ les oxydes SiO_2 , Al_2O_3 , ZrO_2
- ▷ les billes de verre
- ▷ des liants hydrauliques

D'autre part des matières organiques ont été testées telles que des polymères et des matériaux composites (sable + silicate de soude, sable + résine organique). Cependant l'utilisation des produits organiques tels que les résines est impossible, ceux-ci ne conservant pas leurs caractéristiques au-delà de $200\text{ }^\circ\text{C}$, température atteinte par la lame métallique en fonctionnement normal. En effet ces matériaux deviennent conducteurs en se carbonisant lors de la formation de l'arc électrique [60; 64].

Dans le cas des billes de verre, les essais se sont révélés infructueux car le verre une fois liquide devient conducteur, et permet à l'arc électrique de se réamorcer ce qui peut conduire à l'explosion du fusible.

Le sable de silice et le sable de zircon restent envisageables. Le sable de zircon (60 % ZrO_2 , 32 % SiO_2) semble avoir de meilleures performances (conductibilité thermique double de celle du sable de silice), mais le prix excessif dû à sa provenance (Côte Est de l'Australie) limite son utilisation [64].

Dans l'état actuel de la technologie du fusible, il semble difficile d'envisager d'autres matériaux que le sable de silice comme matière de remplissage. Le sable de silice a été retenu pour ses propriétés isolantes à basse comme à haute température, pour sa faculté d'absorption de l'énergie lors de sa vitrification, et surtout pour son faible coût d'achat, paramètre économique primordial pour la fabrication industrielle.

I.B.3 *Elaboration des fusibles*

Le procédé industriel de fabrication des fusibles comprend deux grandes parties. La première consiste à assembler l'enveloppe céramique et les éléments fusibles métalliques en forme de plaques. Le corps en céramique est alors serti par deux bornes métalliques. Deux ouvertures permettent le remplissage ultérieur du corps par du sable.

La deuxième partie du procédé consiste à remplir l'enveloppe céramique de grains de sable qui se placent autour des plaques, et à mettre en place un liant minéral entre les grains. Le rôle du liant est d'assurer une certaine rigidité à la structure. Six étapes sont actuellement utilisées pour effectuer ces opérations :

- ▷ Remplissage du fusible avec le sable
- ▷ Pré-tassement sous vibration à 2,5 g et 50 Hz
- ▷ Tassement sous vibration à 5 g et 50 Hz
- ▷ Imprégnation des fusibles par un bain de silicate de soude liquide
- ▷ Soufflage
- ▷ Séchage

Il existe une variante du procédé qui consiste à pré-enrober les grains de sable de liant puis à remplir les enveloppes céramiques sous vibrations. De l'eau est ensuite injectée afin d'hydrater le silicate et les fusibles sont séchés à l'étuve. Le silicate de soude permet de réaliser des ponts en silicate fondu entre les grains lors d'un passage en étuve. La consolidation ainsi obtenue est fragile mais suffisante pour rigidifier l'empilement granulaire face aux manutentions ultérieures.

Deux sortes de sables sont alors utilisés. Des sables "brut" et des sables "enrobés" de silicate de soude. Toutefois le silicatage modifiant l'état de surface des grains et donc leur comportement face aux vibrations, ces grains enrobés ne seront pas utilisés dans notre étude (fig.4).

De nombreux paramètres interviennent de façon interactive dans les deux procédés de fabrication. Le contrôle des caractéristiques locales et globales de l'empilement des grains de sable étant primordial, l'effort de recherche portera en priorité sur l'étude de l'influence de la mise en place par vibration du sable sur les propriétés électriques des fusibles.

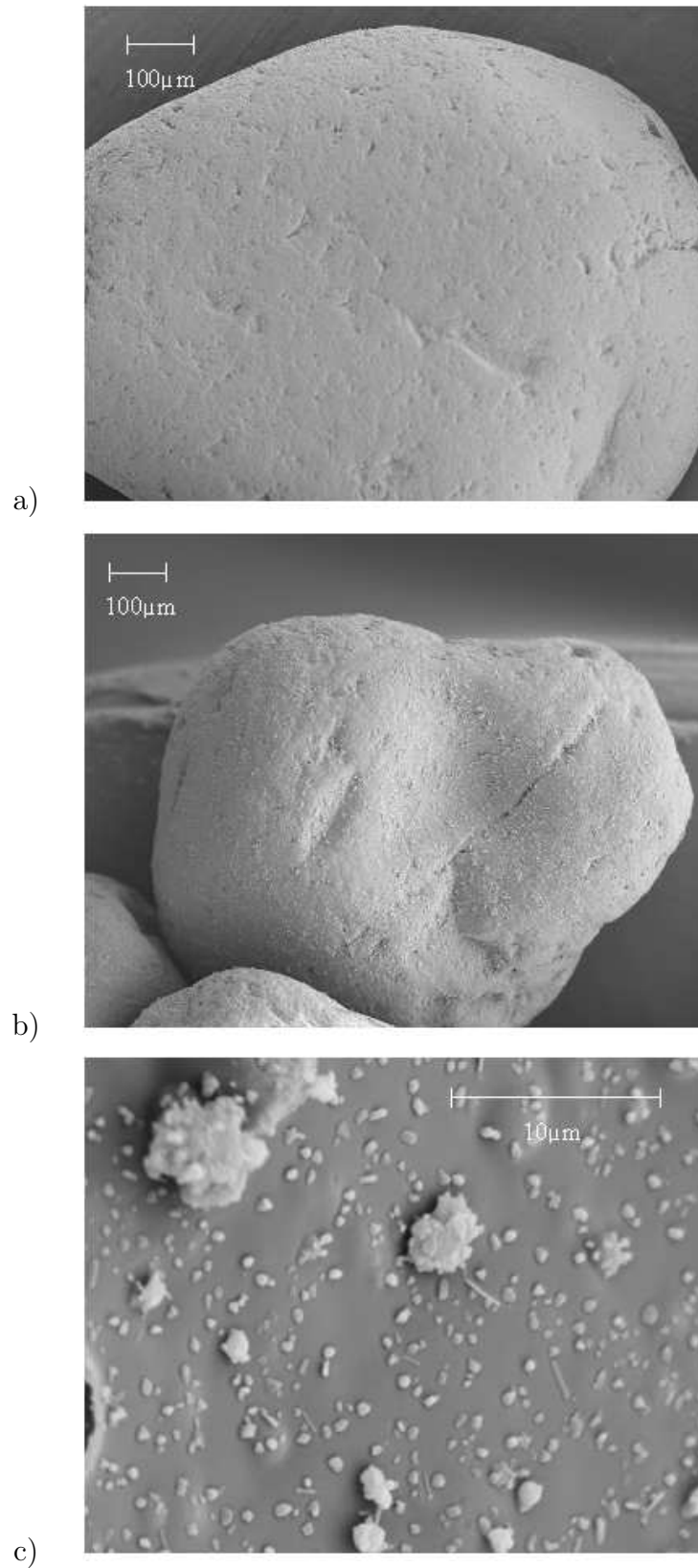


Figure 4 – Surface d'un grain de sable (a) non enrobé et (b) enrobé de silicate de soude. (c) zoom de la surface du grain enrobé. Images obtenues avec un microscope électronique à balayage Jeol JSM 840.

I.C CARACTÉRISATION DES FUSIBLES

I.C.1 *Etude de la compacité*

Aucune étude n'a clairement mis en évidence l'influence du tassement sur les propriétés électriques des fusibles. Néanmoins l'expérience montre qu'un mauvais tassement entraîne de mauvaises performances électriques allant jusqu'à une absence de coupure en cas de surintensité. C'est pourquoi lors de l'élaboration des fusibles, l'obtention d'un tassement maximal est souhaité et contrôlé par différents tests. Les deux tests mis au point par *Ferraz Shawmut* consistent à vérifier la prise de masse et la dureté de l'empilement (Annexe A).

I.C.2 *Etude de l'arrangement des grains à l'intérieur des fusibles*

I.C.2.a Préparation des échantillons

Une étude par analyse d'images de coupes 2D de fusibles a été réalisée en 2002 par Daniel Acevedo [2] pour caractériser l'empilement granulaire. Pour ce faire, il a fallu "boucher" les pores présents dans les fusibles en injectant une résine. En effet, le liant introduit en cours de fabrication crée des ponts solides entre ces derniers afin de rigidifier l'empilement mais ne remplit pas l'espace libre entre les grains. S'il remplissait les pores, les vapeurs d'argent ne pourraient plus se disperser et le fusible exploserait.

Finalement une fois la résine injectée et durcie, les fusibles sont coupés à la scie diamantée puis polis. Des sections horizontales et verticales sont réalisées afin de pouvoir quantifier les mesures faites sur les empilements dans les trois directions de l'espace.

Les mesures effectuées ont permis de déterminer la compacité et la longueur moyenne des intercepts dans la phase sable. L'homogénéité des échantillons est déterminée par la mesure de la variance et de la covariance. Deux types de fusibles sont testés : des fusibles non tassés et des fusibles tassés. A chaque fois, deux types de sable sont utilisés : un sable aux grains anguleux de granulométrie comprise entre 150 et 600 μm et un sable aux grains arrondis de distribution de taille plus large comprise entre 200 et 1000 μm .

I.C.2.b Résultats de l'analyse d'images

L'analyse d'images a permis de montrer que dans le cas des fusibles contenant du sable anguleux, l'étape de tassement n'avait que peu d'effet sur la compacité de l'empilement (tab.1). Les fusibles fabriqués avec le sable arrondi sont toujours plus compacts que les fusibles avec du sable anguleux, même sans l'étape de tassement. Ce résultat est classique : la compacité d'un empilement de particules diminue lorsque le caractère anguleux des particules est plus prononcé [29]. Le sable aux grains arrondis a par ailleurs une distribution granulométrique très large ce qui autorise l'insertion de fines entre des gros grains augmentant ainsi la compacité. L'effet du tassement est clairement visible pour ce sable (tab.1). La valeur de la compacité dépasse alors celle d'un empilement aléatoire dense de particules, qui est de 0,636 [24].

La mesure de la distribution de taille des intercepts dans le sable permet de mettre en évidence des alignements de particules. Dans le cas des fusibles tassés, cette distribution montre une petite anisotropie qui pourrait s'expliquer par le fait que les grains de forme allongée ont tendance à s'aligner parallèlement à la direction de vibration.

types de fusibles		compacité
non tassés	grains anguleux	0,622
	grains arrondis	0,634
tassés	grains anguleux	0,632
	grains arrondis	0,651

Tableau 1 – Valeurs de la compacité calculées par analyse d'images 2D pour des fusibles non tassés et tassés avec des grains de sable anguleux ou arrondis [2].

L'étude de la covariance indique que les empilements granulaires dans les fusibles sont homogènes en compacité quel que soit le sable utilisé.

L'étude de la variance du nombre d'intercepts et du nombre de particules mesurés dans des champs de taille fixe montre cependant une hétérogénéité de taille et/ou de forme et d'orientation des grains. Elle traduit l'existence d'amas de grains localement plus gros ou localement orientés. L'analyse dans différentes directions montre toutefois qu'il n'y a pas

d'orientation préférentielle pour ces amas mais que ceux-ci peuvent avoir des orientations indépendantes les unes des autres.

En résumé, l'étude des coupes 2D de fusibles par analyse d'images montre que les fusibles sont homogènes en compacité et que l'élargissement de la distribution granulométrique du sable permet d'améliorer le gain de compacité au cours de l'étape de tassement. Enfin quel que soit le sable utilisé, des hétérogénéités de taille et/ou d'orientation des grains existent. Elles sont plus fortes avec les grains de sable arrondis et de grande taille.

Matériaux et préparation des empilements granulaires

La société *Ferraz Shawmut* utilise 4 types de sable pour la production de ses fusibles. Le choix du sable est lié aux dimensions du corps céramique. Les différentes caractérisations réalisées sur les sables nous ont permis de définir différents critères d'étude.

Des comparaisons pourront ainsi être effectuées entre :

- ▷ Des grains de même forme mais de tailles différentes
- ▷ Des grains de même taille mais de formes différentes

L'utilisation de billes de verre de même diamètre que les sables servira de milieu modèle. En effet, les billes de verre sont toutes de forme identiques contrairement aux grains de sable qui sont poly-formes.

II.A LE SABLE

Ferraz Shawmut nous a fourni 4 sables provenant de France (Sables 1 - 2 - 4 - 8). Ces sables sont de granulométrie et de morphologie différentes comme le montrent les caractérisations suivantes.

II.A.1 Etude minéralogique

Une analyse par diffraction des rayons X a permis de définir la composition cristalline des sables. Ainsi les 4 sables sont composés de quartz alpha de structure hexagonale compact (fig.5).

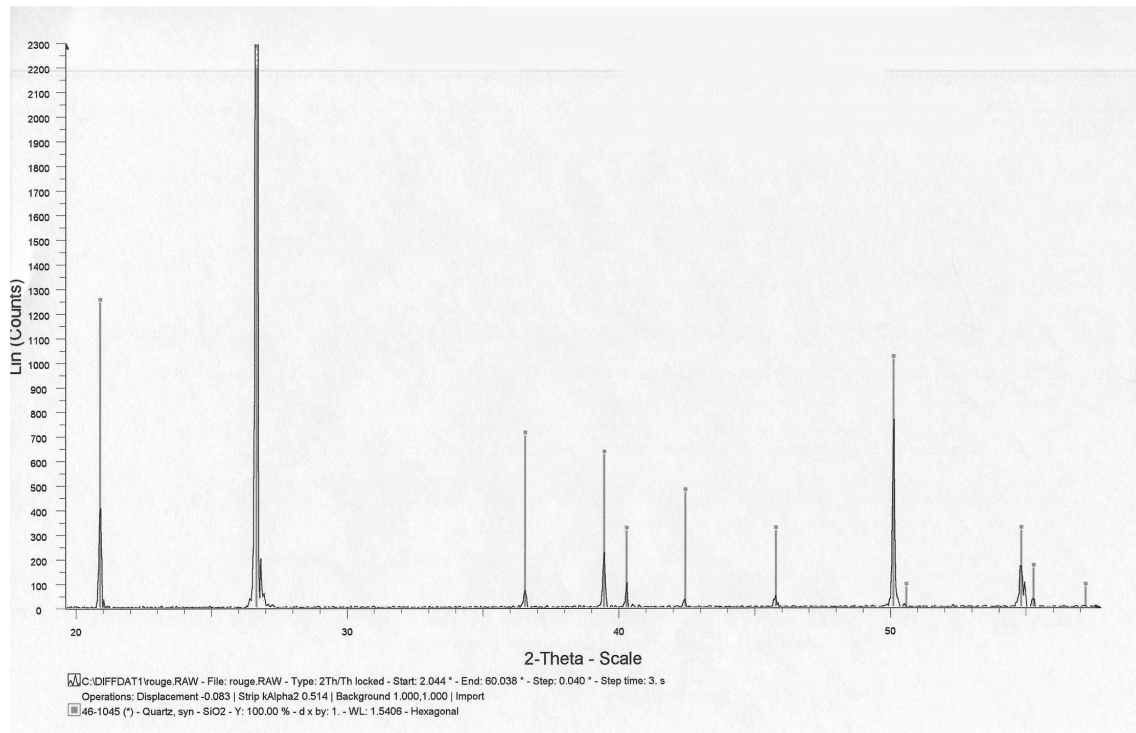


Figure 5 – Diffractogramme du sable 2.

Cependant, l’observation des grains de sable montre une variabilité de couleur. Ainsi certains sables présentent des grains jaunes tandis que d’autres sont blancs. Des grains noirs pour le sable 2 et des grains rouges pour le sable 8 sont également observés. Ces couleurs sont dues à la présence d’impuretés dans les grains. D’après les géologues, la présence de rutile (TiO_2) ou d’ilménite ($FeTiO_3$) peut expliquer la présence de grains noirs. Cependant ces impuretés responsables de la couleur des grains sont en trop faible quantité pour être détectées par DRX. Pour y remédier, une analyse chimique par spectrométrie de flamme a été réalisée (tab.2). Outre un taux de silice (SiO_2) de 98,4 à 99,8 %, il a été trouvé des traces d’alumine (Al_2O_3), d’oxyde de titane (TiO_2), d’oxyde de fer, (Fe_2O_3), de chaux (CaO), de magnésie (MgO), de potasse (K_2O) et d’oxyde de chrome (Cr_2O_7) (tab.2). Ce résultat confirme que des impuretés sont bien présentes dans la composition des sables et sont responsables de la couleur des grains.

	Sable 1	Sable 2	Sable 4	Sable 8
SiO_2	99,02 %	98,4 %	99,3 %	99,8 %
Al_2O_3	0,30 %	0,80 %	0,25 %	< 0,05 %
TiO_2	0,04 %	0,03 %	X	X
Fe_2O_3	0,17 %	0,03 %	0,07 %	< 0,015 %
CaO	0,17 %	0,02 %	0,04 %	traces
MgO	0,11 %	0,05 %		
K_2O	0,04 %	0,40 %	0,02 %	traces
Na_2O	0,05 %	0,05 %		
Cr_2O_7	X	X	X	traces

Tableau 2 – Composition chimique des sables obtenue par spectrométrie de flamme.

La densité des sables a également été mesurée par pycnométrie Hélium (AccuPyc 1330). La densité moyenne calculée est de $2,6521 \pm 0,0008$ g/cm³. En comparaison de celle de la silice pure quartz alpha (2,65 g/cm³), nos sables sont donc composés très majoritairement de silice.

II.A.2 *Etude morphologique*

Il est important d'analyser la morphologie des grains de sable que nous utiliserons car leur comportement sous vibration dépendra de leur forme et de leur distribution granulométrique. Des grains arrondis et des grains anguleux s'arrangeront de manière différente dans un récipient. Les grains arrondis auront tendance à s'ordonner le long de la paroi, tandis que des grains anguleux sont susceptibles de former des voûtes lors du remplissage.

II.A.2.a *Etude granulométrique*

La première partie de l'analyse morphologique concerne la détermination de la taille des grains. Pour cela nous avons utilisé un granulomètre laser, le Mastersizer 2000 de la société Malvern Instrument. Equipé d'un module de dispersion par gravité en voie sèche, cet appareil permet de déterminer des tailles de grains allant de 0,02 à 2000 μ m (tab.3). Une certaine quantité de sable est placée dans une trémie puis tombe verticalement dans

un godet de récupération. Au cours de leur chute, les grains de sable coupent un faisceau laser He-Ne et une diffraction se produit. Une série de photodiodes sert à détecter les rayons diffractés. La déviation du faisceau laser est inversement proportionnelle à la taille de la particule. Les petites particules diffusent de la lumière aux grands angles, tandis que les grosses particules la diffusent à des angles plus petits. Afin d'obtenir la taille des particules à partir de la figure de diffraction, le mastersizer 2000 utilise la théorie de Fraunhofer entre 2 et 2000 μm . La théorie de Mie, plus adaptée à l'analyse des particules de taille inférieure à 2 μm , repose sur la diffusion de particules opaques.

Lorsque la mesure granulométrique est réalisée en voie liquide, l'approximation de Fraunhofer reste valable. Les particules tournent alors sur elles-même, et le diamètre mesuré est équivalent à leur diamètre de giration. Mais dans notre cas, les grains chutent par gravité et il ne semble pas évident qu'ils tournent sur eux-même. Malgré cette approximation, nous considérerons la distribution granulométrique obtenue par chute libre comme correcte. Cette remarque nous sera utile par la suite lors de la comparaison de cette mesure granulométrique avec une mesure de la taille des grains par analyse d'images 3D.

Présentons les résultats obtenus pour les différents sables (tab.3 et fig.6). Diverses informations sont obtenues à partir de la distribution de taille des grains. Le $D_{10\%}$ et le $D_{90\%}$ représentent la taille des particules en dessous de laquelle se trouve respectivement 10 % et 90 % des grains. Le $D_{50\%}$, qui sépare la distribution en deux parties égales, diffère du diamètre moyen pondéré en volume.

(μm)	$D_{10\%}$	$D_{50\%}$	$D_{90\%}$	CV	D_{moyen}
Sable 1	456	657	965	0,77	690
Sable 2	459	636	894	0,68	660
Sable 4	258	357	495	0,66	370
Sable 8	186	258	356	0,66	266

Tableau 3 – Bilan des distributions granulométriques des sables mesurées avec le Mastersizer 2000 équipé de la cellule de dispersion par gravité en voie sèche de la société Malvern Instrument.

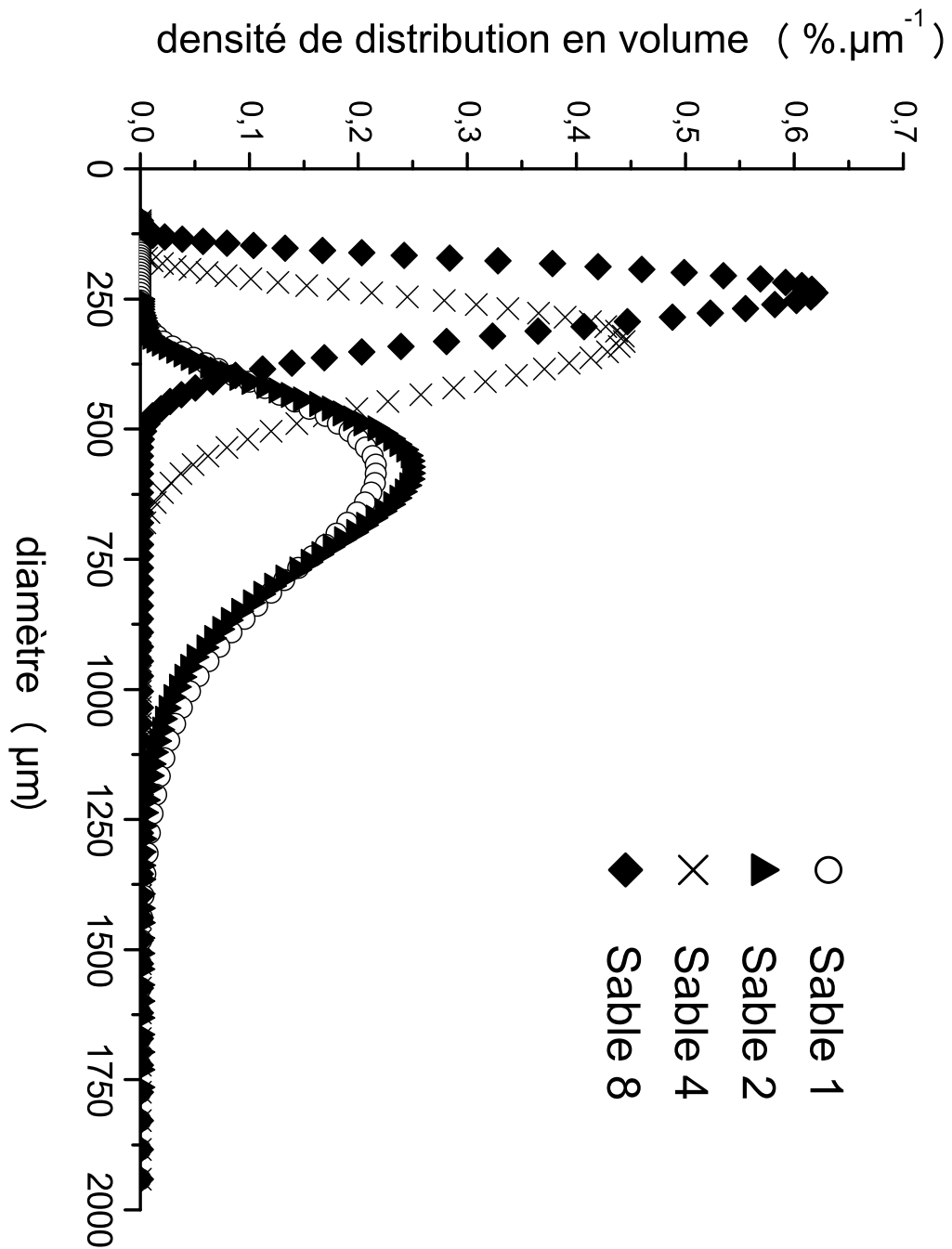


Figure 6 – Densité de distribution en volume de la taille des grains de sable mesurées avec le Mastersizer 2000 équipé de la cellule de dispersion par gravité en voie sèche de la société Malvern Instrument.

Le coefficient de variation (noté CV) mesure la largeur de la distribution. Plus la distribution est étroite, plus le coefficient de variation est faible. Le coefficient de variation se calcule ainsi :

$$(a) \quad CV = \frac{D_{90\%} - D_{10\%}}{D_{50\%}}$$

II.A.2.b Etude de la forme des grains

Après avoir déterminé la granulométrie des grains de sables, il est important d'en déterminer la forme, car c'est probablement l'une des clés de la compréhension des mouvements granulaires. Il existe plusieurs paramètres pour caractériser la forme des grains. L'élongation représente le rapport de la longueur (plus grande projection) sur la largeur (plus petite projection) du grain (fig.7).

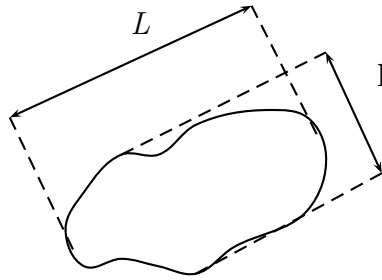


Figure 7 – Principe de la mesure de l'élongation d'un grain $\mathcal{E} = L/l$.

La sphéricité est définie en 3D de la façon suivante :

$$(b) \quad S_p = \frac{36\pi V^2}{S^3}$$

avec V le volume du grain et S sa surface. La circularité à 2 dimensions est définie par :

$$(c) \quad \mathcal{C} = \frac{4\pi S}{P^2}$$

avec S et P la surface et le périmètre du grain mesurés par analyse d'images 2D.

Quel paramètre choisir entre l'élongation et la sphéricité ? L'élongation est plus utile pour comparer des grains de forme plutôt allongée qu'équiaxe, tandis que la sphéricité permet de quantifier à la fois l'allongement de la forme et le caractère rugueux/anguleux ou arrondi du contour des particules. Cependant ces paramètres ne sont pas suffisants pour

déterminer l'angulosité/rugosité des grains. La méthode de Powers permet de concilier ces deux mesures.

Powers utilise deux paramètres pour définir une échelle de forme : le "roundness" et la "sphericity" [65; 13]. Ces deux paramètres sont qualitatifs. Notons également que la définition de la sphéricité n'est pas la même que précédemment. Elle représente plutôt un allongement des grains (fig.8). Cette échelle reste très subjective. Même en utilisant un logiciel d'analyse d'images, il est difficile de classer les grains. Les grains d'un même sable ne sont jamais tous identiques. Ainsi il est fréquent que des "sub-angular" côtoient des "rounded" dans des proportions équivalentes dans certains cas. Pour faire simple nous dirons que le sable 2 est arrondi et les autres sables sont anguleux.

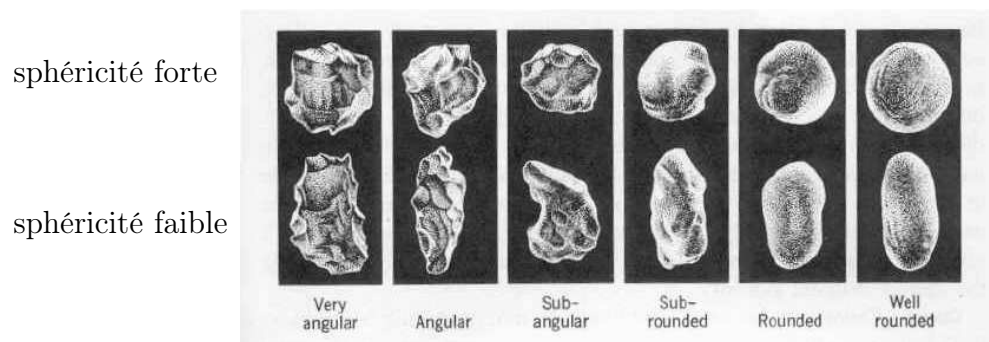


Figure 8 – Classification de la forme des grains de sable par Powers.

II.A.2.c Bilan des considérations morphologiques

Finalement l'étude morphologique nous permet de définir des paramètres morphologiques pertinents pour notre étude du comportement des grains sous vibrations. Les sables peuvent être inclus dans des groupes dans lesquels un seul des deux paramètres (taille et forme) varie :

- ▷ grains de même taille mais de forme différentes
- ▷ grains de tailles différentes mais de forme identique

II.A.3 *Etude de la coulabilité*

Comme nous allons étudier par la suite l'aptitude à la mobilité des grains de sables, il est utile de définir leur coulabilité. Pour ce faire nous aurions pu réaliser un dispositif simple au laboratoire basé sur l'étude de l'angle de repos. L'angle de repos, ou angle de talus, est défini comme étant l'angle maximal (en degrés) entre la base horizontale et la pente d'un tas de poudre qui a été formé en laissant tomber librement des particules sur un plan horizontal. L'angle de talus traduit ainsi les forces de frictions internes entre les particules solides du tas. Cette propriété de coulabilité découle de nombreux facteurs influençant l'écoulement comme la forme, la taille, la porosité, la cohésion et la surface spécifique de la poudre. En étudiant l'angle et le temps d'écoulement à travers un orifice donné, il serait possible de définir une coulabilité.

Nous avons préféré nous servir d'un appareil fournissant des valeurs de coulabilité normalisées. Seulement deux appareils de ce type existent sur le marché : le Powder Tester d'Hosokawa (PTH) et le Flodex. Le Flodex, développé par A. Gioia [30], consiste à faire couler une poudre à travers un orifice de plus en plus petit puis à mesurer le temps nécessaire à l'écoulement complet de la poudre. Le Powder Tester permet une mesure complète de la coulabilité et du déferlement de la poudre grâce à une série de 8 mesures permettant le calcul des indices de Carr (Annexe B). Le déferlement est la tendance d'une poudre à s'écouler en formant des plaques (avalanches de neige). Ce dernier appareil est finalement utilisé pour quantifier la coulabilité de nos poudres.

Le PTH réalise au total 8 mesures sur la poudre permettant de définir sa coulabilité et son déferlement. A chacune des mesures, une note basée sur les indices de Carr est donnée. La somme des notes de chaque mesure donne la valeur de la coulabilité et du déferlement (Annexe B).

- ▷ l'angle de repos (talus)
- ▷ l'angle de chute qui permet ensuite de définir l'angle de différence
- ▷ la masse volumique apparente
- ▷ la masse volumique tassée permet de définir la compressibilité
- ▷ l'uniformité, défini à partir de la courbe granulométrique

- ▷ l'angle de spatule
- ▷ la dispersibilité

La mesure de la coulabilité a été réalisée sur les 4 sables provenant de France et sur un lot de billes de verre. Les résultats sont présentés sur le graphique suivant (fig.9). Comme prévu, les sables et les billes de verre sont très coulables. Nous n'observons pas de différences notables entre eux.

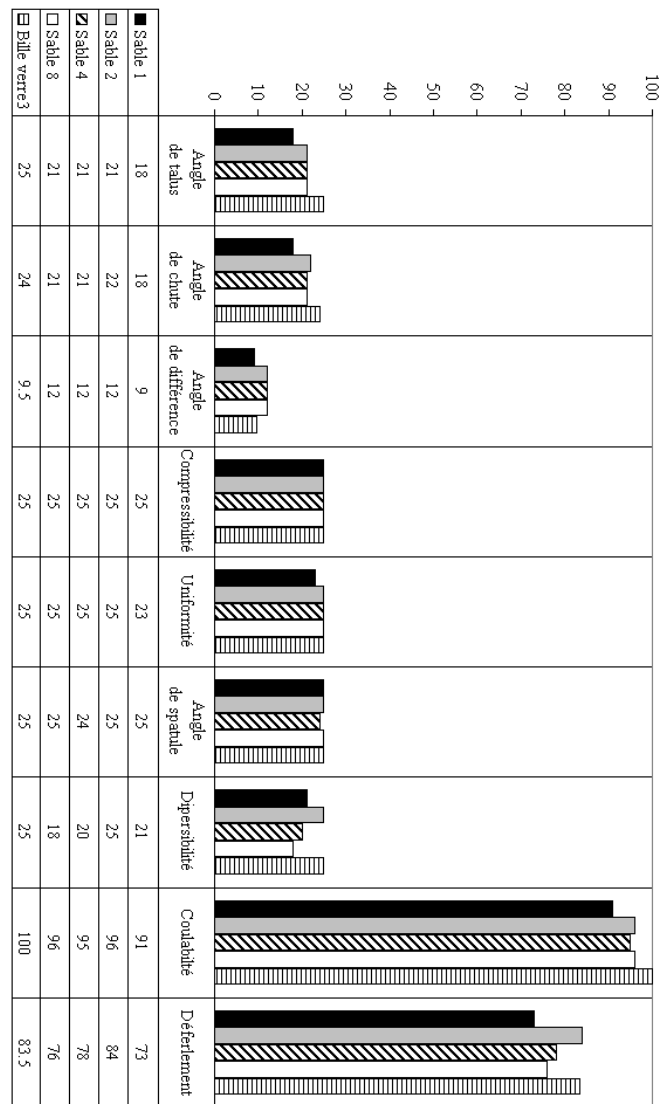


Figure 9 – Mesure de la coulabilité des sables et d'un lot de bille de verre avec le Powder Tester d'Hosokawa. Les valeurs indiquées correspondent aux indices de Carr.

La figure 9 représente les valeurs des indices de Carr obtenues pour différents types de grains aux différents tests. La note maximale de 25 points est attribuée aux sables comme aux billes de verre pour la compressibilité, l'uniformité et l'angle de spatule. La coulabilité de ces milieux granulaires est très forte (> 90 pts). Dans le cas des sables, lorsque la taille des grains diminue, la coulabilité augmente. De plus la coulabilité des grains arrondis (sable 2) est supérieure à celle des grains anguleux de taille similaire. Les billes de verre obtiennent la coulabilité maximale (100 %).

II.B LES BILLES DE VERRE

II.B.1 *Nature des billes de verre*

Devant l'hétérogénéité des grains de sable, il nous a semblé nécessaire d'utiliser un milieu modèle. Ce milieu modèle est composé de billes de verre parfaitement sphériques et de distribution de taille étroite.

Les billes de verre que nous utiliserons sont composées de verre minéral, de silicate de soude trempé et garanti sans plomb. Aucune vérification par DRX n'a été effectuée sur les billes à cause de leur grande taille et de leur sphéricité. En effet il est difficile de les maintenir en place sur le porte échantillon, et leur forme très arrondie perturbe les mesures en diffraction des rayons X.

D'après les fabricants, la composition chimique massique est la suivante : 60 % de SiO_2 , 25 % de Na_2CO_3 et 15 % de CaO . La densité a été vérifiée par pycnométrie Hélium (AccuPyc 1330) et vaut $2,49 \text{ g/cm}^3$.

II.B.2 *Etude granulométrique*

Une caractérisation par granulométrie laser (Mastersizer 2000 équipé d'un module de dispersion par gravité en voie sèche de la société Malvern Instrument) a permis de déterminer la distribution de taille des différents lots de billes de verre dont nous disposions (fig.10).

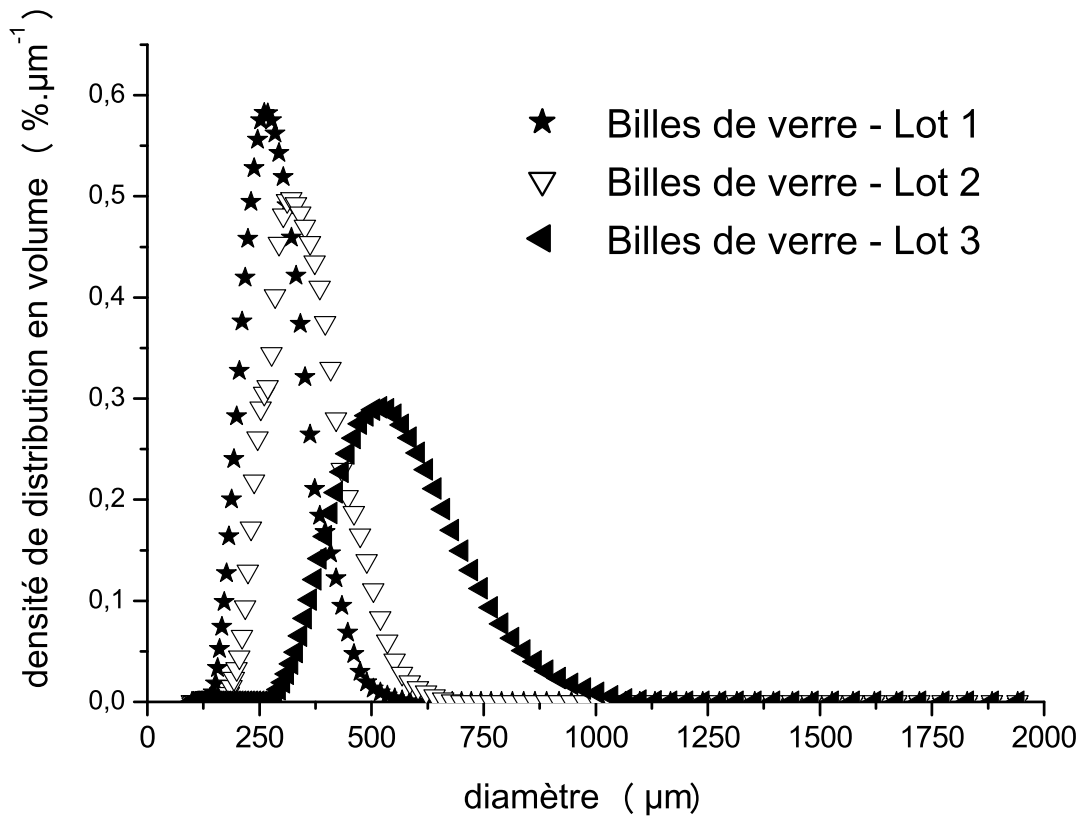


Figure 10 – Densité de distribution en volume de la taille des billes de verre mesurée avec le Mastersizer 2000 équipé de la cellule de dispersion par gravité en voie sèche de la société Malvern Instrument.

La première remarque est que nos billes ne sont pas monotaille mais possèdent une dispersion de l'ordre de 6 %. De plus, il est possible d'associer certains lots de billes de verre à certains sables de distribution granulométrique quasi-identique (tab.4).

(μm)	$D_{10\%}$	$D_{50\%}$	$D_{90\%}$	CV	D_{moyen}	équivalent sable
Billes 1	213	289	393	0,62	297	Sable 8
Billes 2	262	354	478	0,61	364	Sable 4
Billes 3	415	568	781	0,64	585	

Tableau 4 – Bilan des distributions granulométriques des billes de verre mesurées par le Mastersizer 2000 équipé de la cellule de dispersion par gravité en voie sèche de la société Malvern Instrument.

II.B.3 *Etude de la coulabilité*

Enfin nous avons vérifié la coulabilité des billes de verre numéro 3 au Powder Tester d'Hosokawa. Les résultats donne 100 % de coulabilité (fig.9).

II.C PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONS DE RÉFÉRENCE

Afin de simplifier l'étude, nous n'utiliserons pas de vrais fusibles pour réaliser nos expériences. Un échantillon type se composera d'un tube cylindrique en polystyrène transparent rempli de grains de sable sans insertion de lame métallique. L'ajout d'une lame métallique pourra être envisagé une fois le comportement du sable mieux compris.

Pour identifier facilement les mouvements granulaires au cours des vibrations, 10 % des grains sont colorés à l'encre de chine. 15-25 gouttes d'encre de chine sont ajoutées à 80 g de sable. Le tout est mélangé puis séché à l'étuve pendant 30 minutes. Nous avons remarqué qu'à partir d'une humidité relative de 50 %, les sables 4 et 8, ainsi que les billes de verre, ont des difficultés à se mouvoir, le milieu devenant légèrement cohésif suite à la formation de ponts liquides entre les grains. Ainsi les sables et les billes de verre sont conservés dans une étuve à 38 °C et 15 % d'humidité relative pour s'affranchir des problèmes liés à l'humidité.

Le but de l'étude étant de comprendre les phénomènes qui se produisent au cours de la phase de vibration, il est indispensable de maîtriser les caractéristiques des empilements de grains initiaux. De par l'hétérogénéité de forme et de taille des grains de sable, l'obtention d'échantillons initiaux identiques est rigoureusement impossible. La "technique de pluiviation" permet de préparer des empilements avec des caractéristiques reproductibles (compacité initiale et réseau de contraintes internes similaire).

II.C.1 *Etat de l'art sur la pluiviation*

La connaissance de l'état initial est primordiale. La méthode de mise en place de l'échantillon va définir sa structure interne, et donc son comportement lors de la mise en vibration. Toute contrainte appliquée à un milieu granulaire se propage à l'intérieur de ce dernier par des chaînes de forces. Les chaînes de forces répartissent de façon non homogène les

contraintes dans le milieu granulaire. Les grains contraints de manière différente, réagiront donc de manière différente aux vibrations. D'où la nécessité de trouver une méthode de préparation des échantillons n'engendrant pas une distribution de pression trop hétérogène.

Expérimentalement, l'utilisation de la pluviation (fig.12) permet d'observer une diminution de la pression au niveau du cône d'un tas de sable, sans que celui-ci soit en mouvement. Geng [28] a récemment montré par l'étude des chaînes de force, et de l'orientation des angles de contact, l'importance de la mise en place de la poudre. Pour réaliser un tas large de 120 cm et haut de 30 cm avec des particules de 9 mm de diamètre, trois techniques sont utilisées : (a) un point source de hauteur fixe, (b) un point source mobile et enfin (c) la pluviation. La première technique montre une forte anisotropie des contacts et des orientations préférentielles. Par contre les deux autres méthodes montrent des orientations des contacts relativement isotropes. Les diagrammes pression en fonction de la position dans le tas, montrent un minimum au niveau du sommet pour la première méthode et un maximum dans les deux autres cas (fig.11).

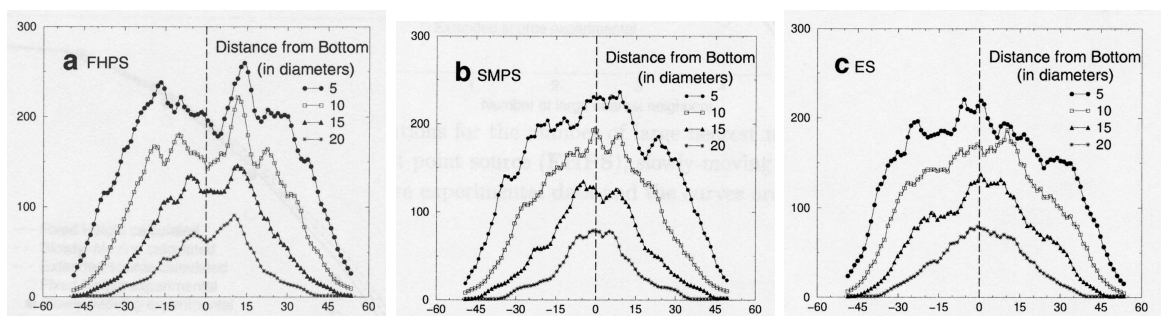


Figure 11 – Distribution de la pression sous un tas de poudre en fonction de la distance par rapport au centre du tas pour les trois méthodes de mise en place, (a) un point source de hauteur fixe, (b) un point source mobile et (c) la pluviation (Moyenne sur 50 échantillons [28]).

Le profil des forces est donc affecté par la préparation du tas. Vanel [83] a également étudié la différence entre la pluviation et un point source (entonnoir). Pour lui aussi, la technique de la pluviation ne montre pas de baisse de pression au centre de tas et ce quel que soit sa hauteur finale. Si l'entonnoir est à une hauteur fixe, la baisse de pression est plus importante que s'il se déplace au rythme de la construction du tas.

Landry [41] a réalisé une étude dans le cadre du remplissage des silos (configuration proche de la nôtre) et non de la formation d'un tas. 4 méthodes de remplissage sont comparées à l'aide de la simulation. P1 : pluviation à une hauteur fixe, P2 pluviation mais avec un tamis mobile, S1 sédimentation dans un fluide, S2 sédimentation dans le vide. Pour chaque expérience, sont relevés la densité globale et le nombre de voisins. Les simulations sont très reproductibles. D'abord le remplissage obtenu par pluviation est plus dense : compacité de 0,621-0,614 au lieu de 0,597-0,594 pour les autres méthodes. Ensuite même si la méthode par pluviation est plus longue à réaliser, elle permet une meilleure mise en place des grains. A l'inverse la technique de sédimentation, beaucoup plus rapide, semble bloquer les particules dans une configuration métastable moins dense. Pour la méthode P1 où le tamis est fixe, le fait d'augmenter sa hauteur augmente légèrement la densité. Cela provient sûrement de l'augmentation de la vitesse des particules, donc de l'énergie cinétique transmise lors de l'impact, qui leur permet de trouver une position plus stable augmentant la densité. L'augmentation de la hauteur de chute joue peu sur le profil de pression dans le tas mais influence les contraintes internes. L'effet des parois est minime. Il ne joue que sur les 4 premières couches de grains quelle que soit la technique utilisée.

Il semble donc que la pluviation soit la technique idéale pour préparer des empilements granulaires de manière reproductible.

II.C.2 *Préparation des empilements granulaires*

Afin d'avoir des états initiaux semblables, un protocole de préparation des échantillons reproductible et aussi "neutre" que possible a été mis en place. Il s'agit de la pluviation (fig.12). Ce protocole individualise les grains avant leur mise en place dans le récipient et permet d'obtenir un empilement relativement dense et reproductible.

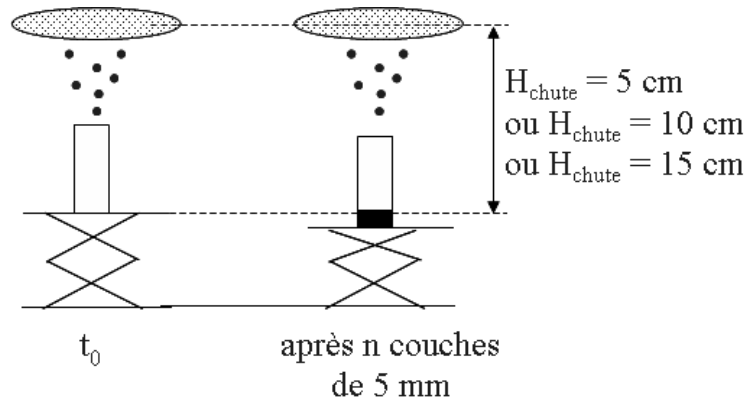


Figure 12 – Principe de la technique de pluviation avec un tamis.

Le sable est versé avec un mouvement de va et vient en X et en Y à travers un tamis situé 10 cm au dessus de la base du récipient. Dès qu'une couche de 5 mm de sable a été versée dans le récipient, la plate-forme sur laquelle est posé ce dernier est abaissée de 5 mm. De cette façon les grains tombent toujours d'une hauteur de 10 cm. Et ainsi de suite jusqu'à la hauteur voulue de sable dans le récipient. Afin de mieux cerner les mouvements granulaires pendant la phase de vibrations, des grains colorés à l'encre de chine sont introduits entre deux couches de 5 mm de sable non coloré. Les récipients utilisés sont des récipients cylindriques en polystyrène transparent de diamètre 30 mm (28 mm intérieur) et de hauteur 70 mm. Deux tamis sont utilisés : un tamis de 800 μm pour le sable 4 ($d_{moy} = 370 \mu\text{m}$) et un tamis de 2 mm pour le sable 2 ($d_{moy} = 660 \mu\text{m}$). Les mailles des tamis ont été choisies de façon à ce que tous les grains puissent traverser sans qu'il y ait formation d'un tas au dessus du tamis. Nous utilisons ces tamis, non pour tamiser, mais pour répartir et individualiser les grains. Avec ce procédé, les grains de sable traversent le tamis individuellement, puis tombent tous avec la même hauteur de chute. Ils ont alors tous la même histoire. De cette manière, ils se positionnent aléatoirement dans le récipient sans préférence de position ou de voisin.

Les grains de sable qui tombent en dehors du récipient sont récupérés, mais ils ne servent que deux fois à cause de l'attrition qui se produit lors de leur passage à travers le tamis. La comparaison des courbes granulométriques du sable 2 jamais utilisé et du même échantillon de sable ayant traversé plusieurs fois le tamis montrent qu'après deux passages à travers le tamis la distribution se décale de 30 μm vers les fines (fig.13). De même les billes de verre

ne s'utilisent pas plus de deux fois car elles développent des forces électrostatiques au cours des vibrations gênant leurs déplacements.

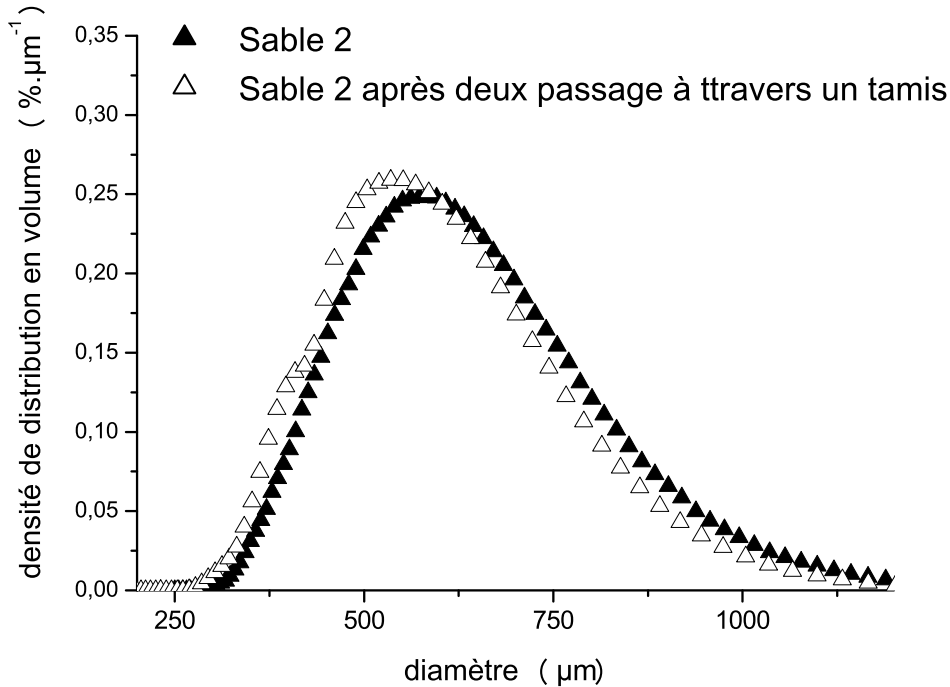


Figure 13 – Erosion des grains de sable après passage à travers un tamis.

Notre technique de pluviation correspond à la méthode P2 de Landry. L'influence de la hauteur de chute des grains de sable a été étudiée. Des séries de cinq essais ont été réalisées pour des hauteurs de chute de 5, 10 et 15 cm respectivement. La compacité globale, C , des l'échantillons est calculée à partir de la masse de grains introduits et du volume total du milieu granulaire.

$$(d) \quad C = \frac{\text{Volume de grains}}{\text{Volume de grains et de pores}} = \frac{m\rho_{sable}}{\pi r^2 H}$$

Les résultats sont présentés dans le tableau 5. Une compacité de 65 % a été obtenue pour le sable 4 ($d_{moy} = 370 \mu\text{m}$, grains anguleux) et de 68 % pour le sable 2 ($d_{moy} = 660 \mu\text{m}$, grains arrondis). Pour chaque série d'essais, l'écart entre les valeurs de compacité est inférieur au pour cent. D'autre part, la hauteur de chute influence très peu la valeur de la compacité. En conclusion, la hauteur de chute a une influence minimale sur la compacité des empilements

granulaires préparés. Lorsque la hauteur de chute augmente, la mise en place devient de plus en plus reproductible, et reste dans tous les cas excellente. Une hauteur de 10 cm a été choisie pour préparer nos échantillons. L'analyse par tomographie X d'un empilement granulaire obtenu par pluviation montre un empilement homogène en compacité et en taille des grains (voir chapitre VI).

		$H_{chute} = 5 \text{ cm}$	$H_{chute} = 10 \text{ cm}$	$H_{chute} = 15 \text{ cm}$
Sable 4	compacité	0,645	0,649	0,649
	écart-type	0,7 %	0,8 %	0,5 %
Sable 2	compacité	0,675	0,680	0,678
	écart-type	0,9 %	0,9 %	0,8 %

Tableau 5 – Influence de la hauteur de chute des grains sur la compacité obtenue par pluviation du sable 4 et du sable 2 (récipients de diamètre $D = 28 \text{ mm}$ et remplis à ras bord $H = 34 \text{ mm}$).

Nous savons maintenant que notre état initial est parfaitement défini et reproductible. Cependant les états initiaux obtenus sont relativement denses et ne devraient permettre d'observer que de faibles taux de tassement. Aussi une seconde technique de remplissage par pluviation a été mise au point (Annexe C). Cependant cette technique de préparation des échantillons ne sera pas utilisée pour notre étude car mise au point trop tardivement et aurait nécessité de refaire un certain nombre d'expériences.

Deuxième partie

ETUDE DYNAMIQUE DU MILIEU GRANULAIRE

Etude bibliographique

Le comportement sous vibrations verticales des milieux granulaires est complexe et fait l'objet de nombreuses études expérimentales et théoriques. L'interaction de divers paramètres clé du système crée une compétition entre des phénomènes tels que la fluidisation [45; 46; 86], la convection [32; 42; 77; 38; 25; 17; 87], la ségrégation [36; 68; 16; 54], les avalanches [55], ce qui rend difficile la compréhension des mouvements des particules. Aussi avant d'analyser l'impact de vibrations verticales sur le sable contenu dans les fusibles, nous allons détailler l'effet des vibrations sur différents systèmes allant du plus simple (une bille) au plus compliqué (plusieurs couches de billes) [15; 44; 88; 81; 80; 62; 63; 51; 85; 61; 87].

Une fois le comportement de ces milieux granulaires soumis à des vibrations verticales mis en équation, nous nous concentrerons sur la description des mouvements d'ensemble présentés par les milieux granulaires en fonction de la fréquence et de l'accélération relative.

III.A EFFETS DES VIBRATIONS SUR UN MILIEU GRANULAIRE

III.A.1 Définition de la vibration

Un plateau exciteur fournit une vibration verticale sinusoïdale d'amplitude z_0 et de fréquence f . Le mouvement du plateau obéit à une loi du type (a) avec ω la pulsation (ω

$= 2\pi f$) :

$$(a) \quad z = z_0 \cdot \sin(\omega t)$$

Il est alors commode d'utiliser une grandeur sans dimension pour caractériser la vibration. Il s'agit de l'accélération relative, Γ , correspondant au rapport de l'accélération du plateau sur l'accélération de la pesanteur, g :

$$(b) \quad z = z_0 \cdot \sin(\omega t)$$

$$(c) \quad \gamma = \ddot{z} = -z_0 \omega^2 \sin(\omega t)$$

$$(d) \quad \Gamma = \frac{\|\gamma\|}{g} = \frac{z_0 \omega^2}{g}$$

Dans la suite, une vibration sera définie par sa fréquence, f , et son accélération relative Γ .

La modélisation la plus simple de l'impact de la vibration sur le comportement rhéologique du milieu granulaire consiste à étudier le mouvement d'une seule bille placée sur le plateau vibrant. Il s'agit du modèle de la masse inélastique sur un fond oscillant (Inelastic Bouncing Ball Model).

III.A.2 Vibration d'une bille

III.A.2.a Description du modèle

Ce modèle de masse inélastique sur un fond oscillant est assez ancien et permet d'étudier les phénomènes évoluant vers le chaos [51]. Le modèle consiste en une bille de masse m de coefficient de restitution e . Le coefficient de restitution e représente l'énergie perdue sous forme de chaleur par une particule suite à sa déformation lors d'une collision. De ce coefficient de restitution dépend la nature des rebonds de la bille. La figure 14 décrit la nature des rebonds pour des billes ayant des coefficients de restitution différents. Dans le cas d'une collision élastique ($e = 1$), la bille conserve son énergie cinétique et revient à sa hauteur initiale après chaque rebond. Pour une collision non parfaitement élastique ($0 < e < 1$), la bille perd de l'énergie cinétique dès qu'elle touche le sol et le rebond la ramène à une position moins haute que sa position initiale. Enfin si la collision est parfaitement inélastique ($e = 0$), toute l'énergie cinétique de la bille est perdue au moment de l'impact avec le sol et elle ne peut pas rebondir.

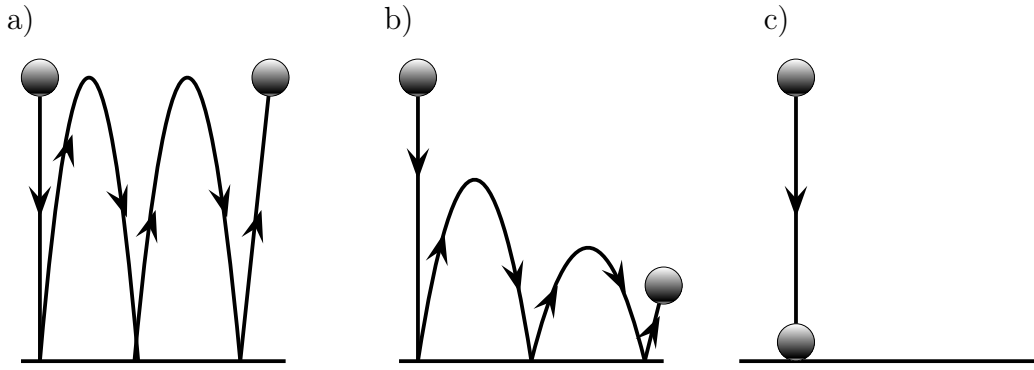


Figure 14 – Différents types de rebonds d’une bille suivant la valeur de son coefficient de restitution e . a) $e = 1$, collision parfaitement élastique, b) $0 < e < 1$, collision non parfaitement élastique, c) $e = 0$, collision parfaitement inélastique.

Dans le modèle du rebond inélastique d’une bille (IBBM), le coefficient de restitution de la bille est pris égal à zéro. De cette manière, à chaque choc avec le plateau vibrant, la bille n’a aucun souvenir de la vitesse qu’elle avait avant l’impact. Le déplacement de la bille est défini par $z_{bille} = z_{table} + u$ où z_{table} représente la position du plateau vibrant et u la distance séparant le centre de la bille et la base du plateau (fig.15) [61].

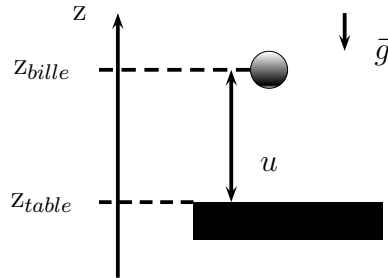


Figure 15 – Schéma de la bille rebondissant sur une table vibrante.

Pour pouvoir décoller du plateau, l’accélération reçue par la bille doit pouvoir compenser la pesanteur, soit :

$$(e) \quad \ddot{z}_{bille} = \ddot{z}_{table} + \ddot{u} = -g$$

$$(f) \quad \text{avec } \ddot{z}_{table} = -z_0 \omega^2 \sin(\omega t)$$

Or au moment du décollage $u = \dot{u} = \ddot{u} = 0$. Donc il y a décollage si $z_0 \omega^2 \sin(\omega t) \geq g$, c’est-à-dire pour $\Gamma \geq 1$. Après le décollage, la bille suit une trajectoire ballistique

parabolique pour retomber sur le plateau qui, entre temps, continue de vibrer. Le choc étant parfaitement inélastique, la bille ne rebondit pas sur le plateau mais est entraînée par ce dernier jusqu'à l'élancement suivant. L'instant de décollage, t_d , se déduit de la formule suivante :

$$(g) \quad t_d = \frac{1}{\omega} \arcsin(1/\Gamma)$$

La vitesse, V_d , et l'altitude, z_d , de la bille au moment du décollage s'expriment en fonction de Γ :

$$(h) \quad z_d = z_{bille}(t_d) = \frac{z_0}{\Gamma} = \frac{g}{\omega^2}$$

$$(i) \quad V_d = \dot{z}_{bille}(t_d) = \frac{g}{\omega} \sqrt{\Gamma^2 - 1}$$

Durant le temps de vol de la bille, la distance entre le centre de la bille et le plateau vibrant s'crit :

$$(j) \quad t > t_d \quad u = z_{bille} - z_{table} = z_d + V_d(t - t_d) - \frac{1}{2}g(t - t_d)^2 - z_0 \cdot \sin(\omega t)$$

La figure 16 présente les mouvements respectifs du plateau et de la bille

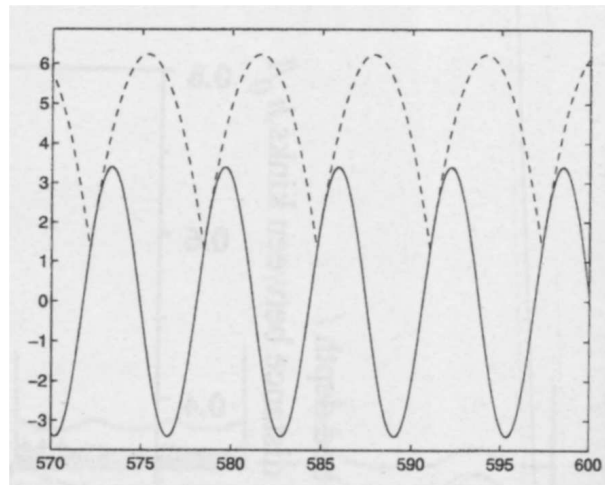


Figure 16 – Mouvement d'une bille inélastique (trait pointillé) et du plateau vibrant (trait continu) [87].

La bille retombe sur le plateau quand $u = 0$, ce qui permet de déterminer le temps de vol de la bille.

III.A.2.b Période de vibration de la bille

La distance parcourue pendant le vol de la bille dépend de la phase ($\phi = \omega.t$) et de la vitesse au moment du décollage, V_d . En augmentant l'amplitude de vibration de la table, la vitesse de décollage devient plus importante et le temps de vol de la bille s'allonge. Ainsi l'augmentation de l'amplitude de vibration permet l'apparition d'une périodicité dans le mouvement de la bille. Le mouvement de la bille converge alors vers une orbite périodique de période égale à celle de la table vibrante, d'où le terme d'"orbite de période 1" (fig.17). Dans ce cas, la bille retombe sur la table vibrante au moment même où cette dernière atteint une accélération de 1 g entraînant le redécollage immédiat de la bille.

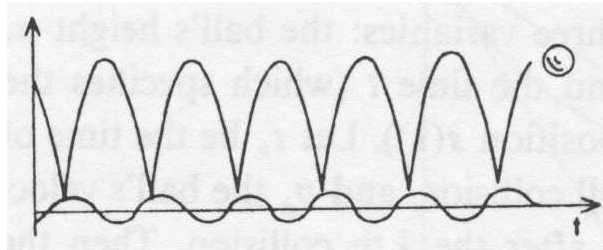


Figure 17 – Mouvement de période 1 de la bille par rapport au mouvement de vibration du plateau vibrant [88].

Si l'amplitude de vibration de la table continue d'augmenter, un doublement de la période du mouvement de la bille est observé. En effet pour une amplitude plus forte, la bille peut retomber sur la table vibrante alors que l'accélération de cette dernière est supérieure à 1 g. La bille redécolle alors immédiatement mais avec une vitesse de décollage plus faible. Il en résulte un vol plus court. Retombant plus tôt, la bille rencontre la table pour une accélération de la table inférieure à 1 g et y reste jusqu'à pouvoir redécoller ($\Gamma = 1$). Ce vol sera plus long. Le mouvement de la bille est toujours périodique mais il alterne un rebond haut avec un rebond faible. La période du mouvement correspond alors à deux fois la période de la table. (fig.18).

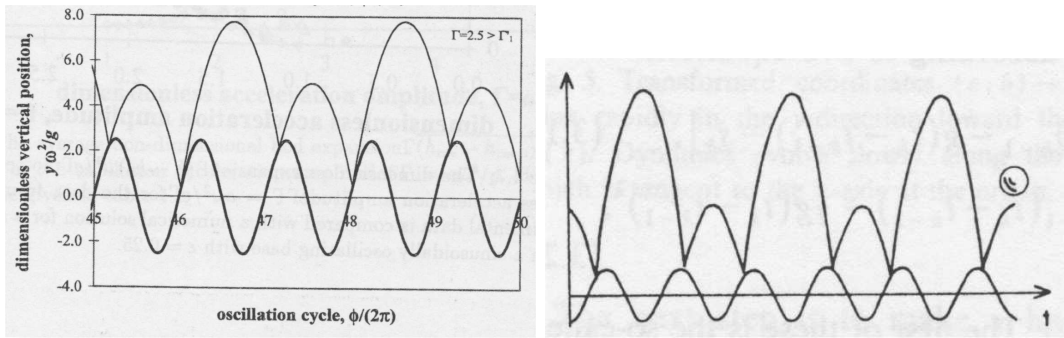


Figure 18 – a) apparition du doublement de la période du mouvement de la bille [87]. b) mouvement de période 2 [88].

L'augmentation continue de l'amplitude de vibration du plateau permet des doublements successifs de la période du mouvement de la bille après quoi le mouvement de la bille devient chaotique. La suite des périodes des orbites est définie par la suite $T = 2^n$. Lors du doublement de la période, la bille a donc deux possibilités de mouvement, soit un vol long, soit un vol court. On parle alors de bifurcation (fig.19). A chaque bifurcation, la période double, autrement dit la bille met deux fois plus de temps à retrouver son état initial. Ainsi au bout de quelques bifurcations, elle ne le retrouve pas. Son comportement devient alors chaotique.

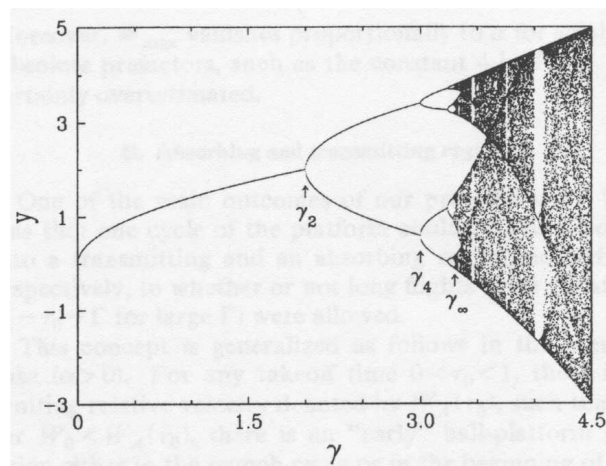


Figure 19 – Diagramme de bifurcation, en abscisse l'accélération et en ordonnée l'amplitude du décollage d'une bille inélastique [44].

L'étude du comportement d'une seule bille sur une table vibrante montre que l'amplitude de la vibration de la table influence la période de vibration de la bille jusqu'à créer un mouvement chaotique. Voyons maintenant comment se comporte une couche de billes placées sur la même table vibrante.

III.A.3 Vibration d'une couche de billes

Plaçons maintenant une couche de billes monotaille sur la surface plane de la table vibrante [57; 58; 7; 66; 56]. Suivant l'intensité de la vibration, deux comportements sont observés (fig.21) [56] :

- ▷ $\Gamma < \Gamma_c$ Formation d'amas (cluster) de particules.
- ▷ $\Gamma > \Gamma_c$ Fluidisation des particules pour former un gaz granulaire.

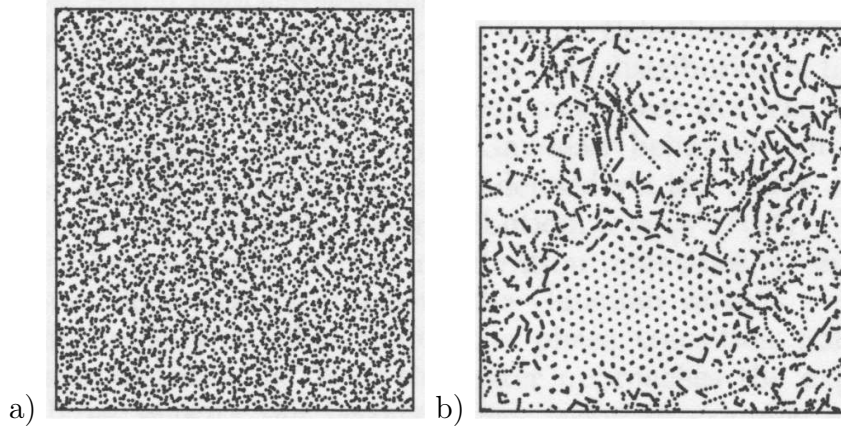


Figure 20 – Comportement dynamique de deux types pour une monocouche de billes sur un plateau vibrant. a) le gaz granulaire, b) les amas de grains entourés par le gaz granulaire [56].

Les particules contenues dans un amas de grains ont un mouvement cohérent tandis que les particules du gaz se déplacent aléatoirement. Nie et BenAim [56] montre par simulation que la valeur de Γ_c dépend de la dissipation due au mouvement relatif des billes dans le plan horizontal. De même la stabilité des amas est liée à la dissipation due aux mouvements verticaux des billes. Considérant que le vecteur vitesse des billes comprend une composante horizontale et une composante verticale, leur énergie cinétique peut s'écrire sous la forme $E = E_x + E_z$. Leur simulation confirment que la composante horizontale de l'énergie est nulle pour $\Gamma < \Gamma_c$. Ils déterminent ainsi une valeur de Γ_c égale à 0,763 par simulation.

Pour des vibrations de faible intensité ($\Gamma < \Gamma_c$), la distribution des vitesses des billes est bimodale. D'une part les amas de grains restent collés à la table vibrante et suivent son mouvement. D'autre part les billes se trouvant dans le gaz granulaire se déplacent indépendamment les unes des autres. Leur énergie individuelle correspond, à 10 % près, à celle d'une bille rebondissante. Cela signifie que les billes du gaz granulaire n'interagissent pas entre elles. Pour de fortes accélérations ($\Gamma > \Gamma_c$) le mouvement des billes dans le gaz

granulaire est isotrope. Le rapport énergie horizontale sur énergie verticale est proche de 1.

Olafsen et al. ont construit des diagrammes (Γ, f) de la transition de l'état amas + gaz granulaire vers l'état gaz granulaire [57; 58]. L'évolution de la couche de grains dans le temps montre que la formation des amas est un phénomène de non-équilibre résultant des dissipations durant les collisions inter-particules et la dynamique table-particules. Les diagrammes sont construits en diminuant Γ par pas de 0,003 g avec un temps d'attente de 5 minutes entre chaque pas. Les points de germination représentent les accélérations en dessous desquelles il y a apparition d'une phase solide (amas). Les particules contenues dans l'amas (collapse) sont toutes en contact et forment des arrangements hexagonaux parfaits. Si ensuite l'accélération est augmentée, les amas de grains sont détruits et se transforment en gaz granulaire. Olafsen parle alors d'évaporation des amas.

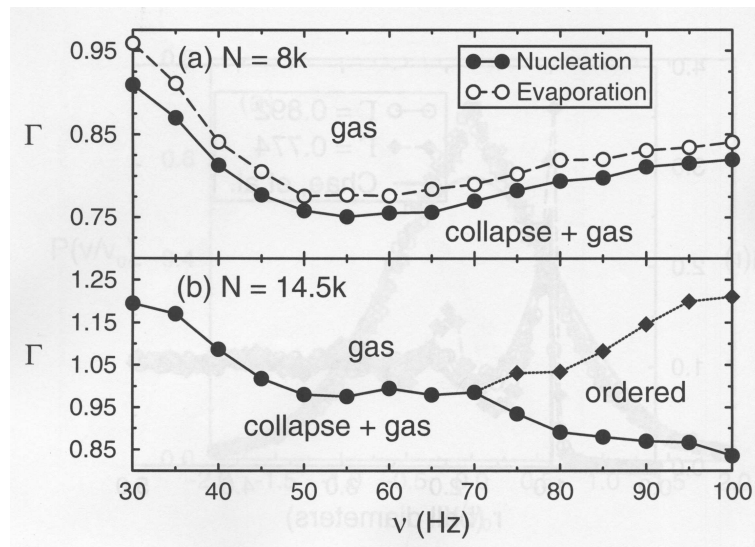


Figure 21 – Diagramme (Γ, f) de transition des états pour une couche de billes vibrée verticalement. a) 8000 billes composent la couche, b) 14500 billes composent la couche [57].

Faisons le parallèle entre une couche de grains et le modèle de la bille rebondissante. Nie a observé une différence de 10 % entre la valeur de l'énergie de la bille et celle des grains dans du gaz granulaire. Dans le cas d'une couche de grains, il faut séparer les deux cas : amas et gaz granulaire. Dans les amas, les grains sont en contact entraînant une dissipation de l'énergie (ici $e = 0,9$). L'énergie fournie par la table vibrante doit compenser cette énergie dissipée par les contacts. Zones de faible énergie, les amas de grains, interagissent avec la table vibrante et ne montrent pas de mouvement chaotique. Leur période de mouvement

est toujours inférieure ou égale à celle de la table. Inversement les particules de la phase gaz granulaire disposent d'énergie importante de telle sorte qu'elles peuvent explorer un large volume au dessus du plateau vibrant. Les études de Olafsen et al. [57; 58] montrent que la densité du gaz granulaire, la vitesse des particules et l'organisation des particules ne sont pas influencées par l'accélération et semblent alors peu sensibles aux fluctuations d'énergie.

Les comportements sous vibration d'une bille et d'une couche de billes sont relativement différents. Cependant certaines billes de la couche ont un comportement proche de celui de la bille rebondissante. En augmentant le nombre de couches de grains, deux catégories de milieux granulaires se distinguent : les lits minces et les lits denses. Observons d'abord le comportement des lits minces.

III.A.4 *Vibration d'un lit mince*

La différence entre un lit mince et un lit dense est défini par le nombre de couches de grains qui les composent. Ainsi un lit granulaire composé d'au plus de 6 couches de grains est considéré comme un lit mince. La mise sous vibration d'un lit mince provoque la fluidisation des grains [87; 21; 78; 39]. Des mouvements cohérents des grains sont cependant observés. Trois états de comportement sont définis [78; 87] : l'état "newtonien I", l'état "newtonien II" et le régime "cohérent - expansion". Ces trois comportements se distinguent par le degré de cohérence des mouvements du lit.

Le mouvement newtonien I est caractérisé par des mouvements aléatoires et énergétiques des particules de telle façon que la densité de particules change à chaque oscillation de la table. Ce comportement est observé pour les lits minces à forte accélération [78]. Pour des accélérations plus faibles, le régime newtonien II est observé. Un gaz granulaire est observé mais pendant une partie du cycle de vibration, au voisinage de la surface de la table vibrant, les particules forment un ensemble dense. Pour des accélérations encore plus faibles (ou des lits plus épais), la transition avec le régime "cohérent - expansion" apparaît. Dès lors l'ensemble des grains se comporte comme un solide mais des expansions et des contractions importantes sont observées à l'intérieur du lit granulaire au cours d'un cycle de vibration. Cette expansion du lit de particules est généralement observée pour des

accélération comprises entre 1 et 2 g.

Dans le cadre d'une simulation [39] avec des chocs élastiques particules-particules ($e < 1$) et paroi - particules ($e < 1$), le calcul des transferts d'énergie entre la table vibrante et les particules montre qu'une augmentation de la fréquence de vibration entraîne une diminution de la compacité du lit de billes et une augmentation de sa température granulaire (augmentation de la vitesse des grains) qui induit un nombre plus important de collisions particule - paroi. Ainsi la majorité de l'énergie apportée par la table vibrante est dissipée aux parois. L'augmentation du nombre de couches (de 1 à 6) augmente le nombre de collisions inter-particules réduisant ainsi la fraction d'énergie dissipée aux parois. Si le coefficient de restitution des particules augmente, la vitesse des particules, et donc la température granulaire du milieu, augmente. En effet elles conservent plus d'énergie lors des chocs inter-particules et leur vitesse moyenne après chocs est supérieure à celle observée dans le cas précédent. Ainsi le milieu granulaire se dilate plus, réduisant les collisions inter-particules au profit des collisions avec la paroi. En augmentant le nombre de couches de grains, le milieu granulaire se densifie et l'énergie se dissipe préférentiellement par les contacts entre particules. L'énergie apportée par la table vibrante peut alors devenir insuffisante pour fluidiser le milieu granulaire. L'observation locale de la dissipation montre une dépendance de cette dernière avec la position radiale et la hauteur dans l'échantillon. Cette observation se retrouve sur l'observation de la compacité locale. La dissipation d'énergie montrent un extremum dans les couches proches de la base correspondant au maximum de compacité.

Augmentons encore le nombre de couches de grains pour obtenir des lits denses et observons leur comportement sous vibrations verticales.

III.A.5 *Vibration d'un lit dense*

Au delà de 6 couches de grains, le milieu granulaire devient dense et son comportement devient soit cohérent soit incohérent suivant l'intensité de l'accélération de la table vibrante. Dans un cas, l'ensemble des grains forme un milieu granulaire dense qui interagit avec la table vibrante. Dans le second cas, le milieu granulaire se fluidise sous l'effet de la vibration

présentant par exemple des vagues à sa surface [87; 6; 50; 26; 27].

Un milieu granulaire contenant un grand nombre de billes présente un coefficient de restitution globale quasiment nul [15]. Aussi il est facilement comparable à une masse inélastique. Son comportement lorsqu'il est soumis aux vibrations peut alors être assimilé à celui de la bille rebondissante. Cependant expérimentalement après la première bifurcation il est difficile de mesurer le temps de vol des grains car l'indétermination qui apparaît : vol long ou vol court est difficilement quantifiable [27]. L'expérience montre que le milieu granulaire se sépare en plusieurs régions oscillant avec une différence de phase de π . Tandis que certaines régions présentent une alternance vol long - vol court - vol long, d'autres présentent l'alternance inverse vol court - vol long - vol court. La zone de séparation de deux de ces zones s'appelle une vrille (kink) (fig.22) [27; 87].

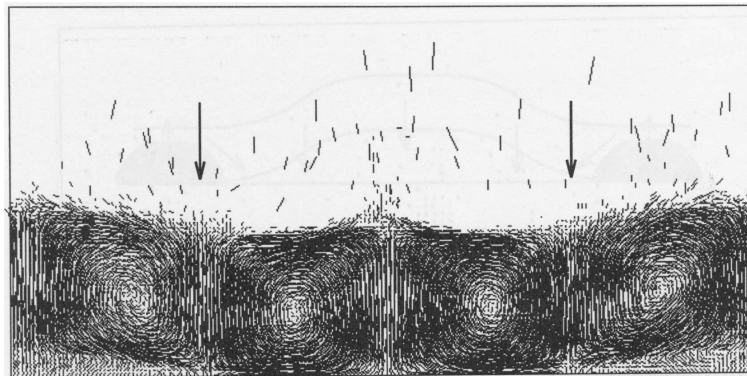


Figure 22 – Exemple de vrille [87].

Le doublement de la période de vibration du lit granulaire est une condition nécessaire à l'apparition de ses vrilles. Mais l'apparition des vrilles dans le milieu granulaire n'est pas une conséquence nécessaire du doublement de la période. Des cellules de convection sont associées à ces vrilles.

Outre l'apparition de vrilles, les lits denses de grains présentent toute une gamme de comportements dynamiques décrits par de nombreux auteurs à 2D.

III.B COMPORTEMENT DYNAMIQUE DES LITS DENSES

Ainsi Hsiau [33] a déterminé 5 comportements caractéristiques pour des billes de verre de taille $3 \pm 0,16$ mm, placées dans un récipient de dimensions $29 \times 10 \times 1,9$ cm. L'accélération relative Γ et la fréquence varient de façon à avoir une amplitude de vibration fixe de 5 mm. Les accélérations critiques obtenues sont :

- ▷ $0 \leq \Gamma < \Gamma_{Heaping}$: Pas de mouvement du lit de poudre.
- ▷ $\Gamma_{Heaping} = 1,2$
- ▷ $\Gamma_{Heaping} \leq \Gamma < \Gamma_{Coherent}$: Mise en tas du lit de poudre (Heaping).
- ▷ $\Gamma_{Coherent} = 2,9$
- ▷ $\Gamma_{Coherent} \leq \Gamma < \Gamma_{Expansion}$: Mouvement cohérent du lit de poudre.
- ▷ $\Gamma_{Expansion} = 4,5$
- ▷ $\Gamma_{Expansion} \leq \Gamma < \Gamma_{Waves}$: Expansion du lit de poudre.
- ▷ $\Gamma_{Waves} = 5,2$
- ▷ $\Gamma_{Waves} \leq \Gamma < \Gamma_{Arching}$: Vagues à la surface du lit de poudre.
- ▷ $\Gamma_{Arching} = 6,7$
- ▷ $\Gamma_{Arching} \leq \Gamma$: Formation de voûtes dans le lit de poudre.

III.B.1 *Mise en mouvement*

III.B.1.a $\Gamma < 1,2$: absence de mouvement

Evesque et Rajchenbach [20] ont montré que l'accélération des vibrations devait être au moins égale à 1,2 g pour que le milieu granulaire ait assez d'énergie pour bouger. Tous confirment ses observations. Hsiau [33] précise cependant qu'en fonction de l'épaisseur du lit de poudre et de la fréquence des vibrations, cette valeur, comme les autres valeurs critiques définies plus haut, peut varier légèrement.

III.B.1.b $1,2 \leq \Gamma < 2,9$: apparition du mouvement

A partir d'une accélération de 1,2 g, les particules commencent doucement à bouger. La surface plane du milieu granulaire devient instable et s'incline spontanément sur un côté du récipient. Apparaissent simultanément des avalanches créant un flot de particules sur la surface libre et un transport convectif interne des grains de la masse [20]. A la fin de

l'expérience, ce mouvement de convection s'arrête pour donner un nouvel état d'équilibre stationnaire. Cet état final est toujours incliné d'un angle α par rapport à l'horizontale (fig.23). Cette angle α est toujours inférieur à l'angle de repos de la poudre et l'inclinaison a toujours lieu dans le même sens pour des conditions de manipulations identiques.

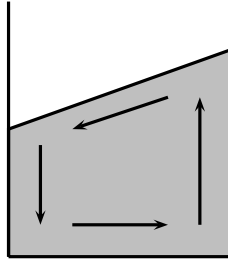


Figure 23 – Schéma de la formation spontanée d'une pente à la surface libre d'un lit de poudre avec un transport convectif des grains et un flux constant de grains qui tombent en avalanches le long de la pente.

Cependant la formation d'une pente comme l'observe Evesque et Rajchenbach [20] n'est pas universelle [37]. En effet Hsiau [33], Wassgren [87], et bien d'autres observent plutôt la formation d'un dôme. Wassgren [87] affirme que la formation de cette pente est due a un mauvais positionnement de l'échantillon sur le pot vibrant. D'après lui, la phase de tassement se caractérise par la formation d'un dôme plus ou moins arrondi selon que les particules sont plus ou moins grosses (fig.24).

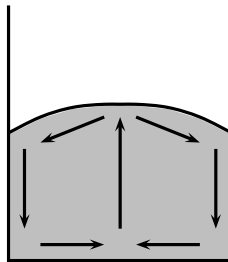


Figure 24 – Schéma de la formation d'un dôme à deux dimensions.

Dans le cas de la formation d'un dôme, les particules montent au centre du récipient, avalanchent sur les pentes du dôme et redescendent à la paroi. Elles réalisent ainsi des cellules de convection même à de faibles accélérations. Aoki [4; 40] a montré qu'il pouvait se former deux types de tas : de type "vallée" en phase montante et de type "montagne" en phase descendante (fig.25). La différence entre ces deux modes est le sens du mouvement

dans les cellules de convection. En augmentant Γ , le mode montant (vallée) se forme en premier suivi du mode descendant (montagne). Par simulation en utilisant la dynamique des trous, Lai et al. [40] ont reproduit la formation de ces tas et les courants de convection. Ils expliquent qu'une fois l'énergie suffisante pour la mise en mouvement, le système ne peut pas dissiper rapidement cette énergie par de petits mouvements. La convection s'installe alors en quelques points pour dissiper l'énergie plus efficacement. Ces cellules de convection vont donner naissance à un dôme puis un creux et vice versa.

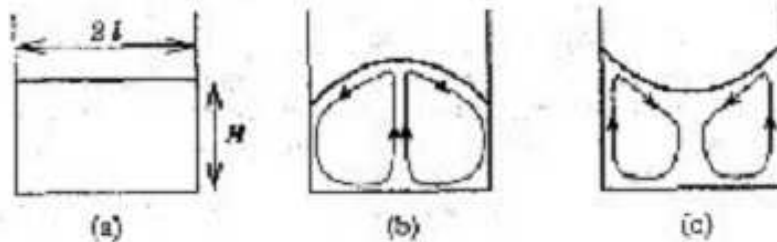


Figure 25 – Schéma de deux types de convection du milieu granulaire soumis à des vibrations selon Aoki. a) à l'instant initial, b) en phase descendante "montagne", c) en phase montante "vallée" [4].

Trois mécanismes ont été identifiés comme étant à l'origine de tassement : la friction entre les parois et les particules, un effet de la pression du gaz environnant et la propagation d'une onde analogue à une onde non uniforme. Clément, Duran et Rajchenbach [8] ont montré que la friction avec les parois était à l'origine de la convection. Cependant il y a plusieurs observations contradictoires concernant le rôle du gaz sur la formation d'un dôme de tassement. Laroche, Douady et Fauve [42] ont observé une absence de dôme lorsqu'ils évacuent le gaz ($P = 10^{-3}$ Pa) alors que Evesque [19] observe un dôme de tassement pour $P < 533$ Pa. Pak, Van Doorn et Behringer [59] montrent que le tassement dépend de plusieurs facteurs : la pression, la hauteur du lit de poudre, le diamètre des grains et la viscosité du gaz ambiant. Dans une cellule annulaire remplie de sable (0,2-0,6 mm de diamètre) ou de billes de verre (0,1-2 mm de diamètre), ils observent la formation ou non d'un dôme de tassement pour $\Gamma = 1,3$ avec $1,33 < P < 133$ Pa. Il faut alors attendre entre 30 minutes et 1 heure pour obtenir un état stationnaire. Quand P décroît, la forme du dôme reste inchangée tant que P est supérieur à 1333-2666 Pa. Puis le dôme perd de l'amplitude jusqu'à devenir quasiment plat à 133 Pa. Quel que soit le gaz (air, hélium, propane) et le matériau (sable,

billes de verre), la pente du dôme augmente quand P augmente jusqu'à une saturation correspondant à l'angle de repos du matériau (fig.26).

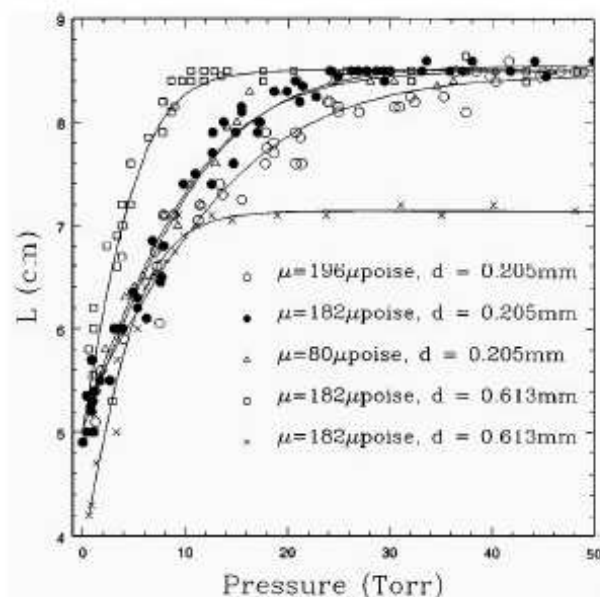


Figure 26 – Evolution de l'amplitude du dôme en fonction de la viscosité de différent gaz et du diamètre des particules ($\Gamma = 1,3$). Propane : $80 \mu\text{poise}$, Air : $182 \mu\text{poise}$, Hélium $196 \mu\text{poise}$. L représente la distance entre la base et le sommet du dôme en cm, $\Gamma = 1,3$, $f = 7,8 \text{ Hz}$, sable $d = 650 \mu\text{m}$ [59].

Lors de la phase montante du mouvement, le volume apparent des grains augmentent (diminution de la densité) permettant au gaz de se disperser facilement. Lorsque les grains redescendent, le gaz est comprimé ce qui crée une force ascendante sur les grains d'où la formation d'un dôme. Lorsqu'ils utilisent une cellule aux parois poreuses, le gaz peut s'échapper par les parois vers l'extérieur au moment de la phase de compression et il n'y a pas formation de dôme. Si l'extérieur des parois poreuses est recouverte par un film, empêchant l'évacuation du gaz, le dôme se forme, montrant l'importance de la présence de gaz dans la formation du dôme de tassement. Ces observations sont en complète opposition avec l'étude récente de Naylor [54].

En conclusion, les effets du gaz environnant les particules sont notables pour grains fins ($d < 1 \text{ mm}$). Pour des grains plus gros $d > 1,3 \text{ mm}$, il n'y a pas de tassement à $1,3 \text{ g}$. Toutefois les phénomènes de tassement (dôme/pente) et de convection sont également et surtout la

conséquence de phénomènes mécaniques tels que la friction grains-paroi. La présence du gaz ambiant joue un rôle de second ordre sur les mouvements granulaires observés. De plus, plus le rapport hauteur du lit de poudre/diamètre des grains est grand plus les effets du gaz seront importants et la formation d'un dôme favorisée [59].

III.B.2 *Mouvement cohérent*

L'amplitude de l'accélération augmentant, le milieu granulaire reçoit de plus en plus d'énergie et commence à "sauter", c'est à dire qu'il peut désormais décoller de la base du récipient. Dans cette phase, toutes les particules bougent comme si elles formaient un bloc solide : le milieu granulaire monte et descend dans le récipient tout en restant dans un état dense, d'où le nom de phase cohérente (fig.27). Le vol libre des particules en surface n'est pas encore assez important pour influencer sur la valeur de la compacité, et la compacité globale ne change quasiment pas, même si elle est légèrement plus faible en surface. La période d'un cycle de mouvement (montée et descente) est égale à une période de vibration. Les particules ont toutes la même vitesse lors de la montée puis de la descente. La distribution des vitesses est donc uniforme. Les mouvements horizontaux sont faibles. La formation de petites vagues a été observée en surface par Wassgren [87]. Ces vagues, notées "vagues en $f/2$ ", se forment à une fréquence égale à la moitié de la fréquence appliquée à l'échantillon. Leur forme est arrondie (fig.28).

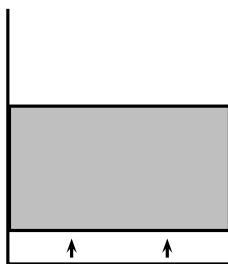


Figure 27 – Schéma du mouvement cohérent d'un lit de poudre soumis à des vibrations verticales.

Le modèle de la bille rebondissante (bouncing ball) est utilisé pour décrire et simuler ce mouvement [35]. Il faut alors imaginer le lit de poudre comme une bille inélastique qui saute de haut en bas sur le fond du récipient. La période entre deux rebonds est appelée temps de vol. Ce décollage du lit de poudre peut être comparé à l'effet Leidenfrost [18]. L'effet Leidenfrost correspond à l'observation d'une couche de vapeur sous une goutte d'eau placée

sur une plaque chauffante. Le mouvement cohérent des grains peut être assimilé à un effet Leidenfrost granulaire. Ainsi Eshuis et al. [18] montrent à 2D que pour une accélération supérieure à une accélération critique, pour un nombre suffisant de couches de particules, le milieu granulaire se densifie de manière hexagonale tout en flottant au dessus d'un gaz granulaire. L'accélération critique dépend à la fois de l'énergie apportée par la vibration, du nombre de couches de grains et du coefficient de restitution particule-particule.

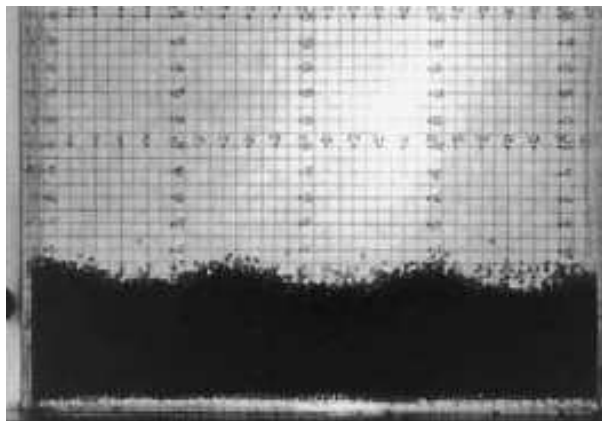


Figure 28 – Photographie de vagues de surface en $f/2$ observées par Wassgren avec des billes de verre de $d = 1,3$ mm, $\Gamma = 3,3$, $f = 20$ Hz, $H_0/d = 18$, $L/d = 104$, expérience à deux dimensions [87].

III.B.3 *Phase d'expansion*

A partir de 4,5 g, le mouvement cohérent disparaît pour laisser la place à un phénomène d'expansion [33] (fig.29). Les particules occupent un volume plus important et de nombreux jets de grains sont observés en surface du lit de poudre. Les particules des couches supérieures ont une plus grande vitesse et peuvent maintenant voler plus haut. Il en résulte une diminution de la densité globale du lit de poudre. La vitesse des particules augmente car le milieu granulaire reçoit encore plus d'énergie. Un cycle de mouvement (montée et descente du lit de poudre) dure deux périodes de vibration. Mais les particules quittent le fond du récipient deux fois par cycle (à chaque période de vibration).

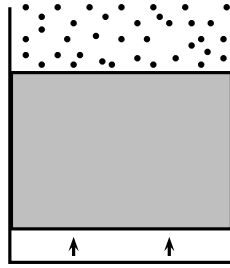


Figure 29 – Schéma du mouvement d’expansion d’un lit de poudre soumis à des vibrations verticales.

Si la hauteur du lit de poudre a très peu d’influence sur l’évolution de la densité dans la phase cohérente. Par contre en phase d’expansion, plus le lit est haut, plus la densité linéaire (nombre de grains par unité de longueur) diminue (fig.30).

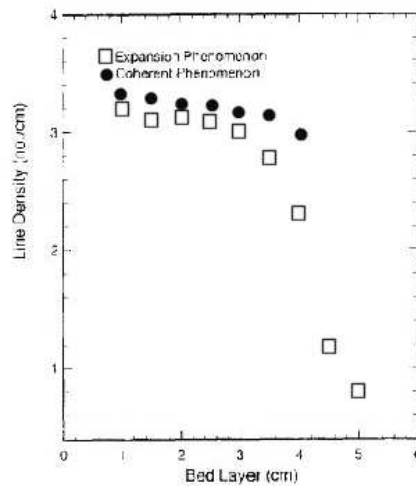


Figure 30 – Influence de la hauteur initiale du lit de poudre sur la densité du milieu granulaire pendant la phase de mouvement cohérent ($\Gamma = 2,9$) et du mouvement d’expansion ($\Gamma = 4$) pour une amplitude de vibration de 5 mm, billes de verre $d = 3$ mm [33].

III.B.4 Les vagues

En continuant d’augmenter l’amplitude de l’accélération, le phénomène d’expansion se transforme pour former des vagues (fig.31). Les particules se répandent autour de pics (oscillons [54]). Ce phénomène est dû à l’instabilité du lit de poudre.

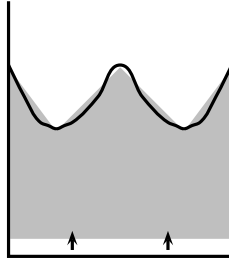


Figure 31 – Phénomène de vagues à la surface d’un lit de poudre soumis à des vibrations verticales.

Un cycle de mouvement du lit de poudre correspond à quatre périodes de vibrations [33], d’où leur nom de vagues en $f/4$. Les particules quittent la base deux fois par cycle (une fois toutes les deux périodes) et le temps de vol devient supérieur à une période de vibration. Dans la première partie du mouvement, des pics se forment puis se transforment en cratères lors de la deuxième partie du mouvement. Lorsque le lit de poudre est en phase montante, les particules du bas poussent celles du haut, accélérant leur mouvement. Du coup celles du dessous sont gênées par celles du dessus et voient leur vitesse diminuer. La distribution des vitesses redevient uniforme lors de la phase descendante du mouvement. Ces vagues en $f/4$ ont une forme plus pointue (fig.32) que les vagues en $f/2$ observées lors du mouvements cohérent (fig.28).

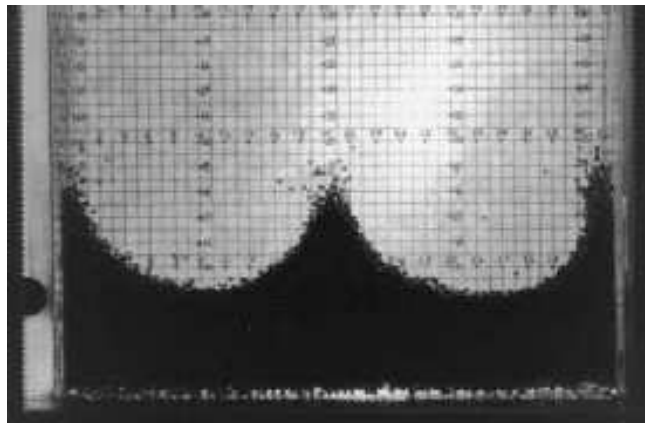


Figure 32 – Photographie de vagues en $f/4$ observées par Wassgren avec des billes de verre de diamètre $d = 1,3$ mm. $\Gamma = 6,2$, $f = 20$ Hz, $H_0/d = 18$, $L/d = 104$, expérience à deux dimensions [87].

D’après Melo [52], pour un lit de poudre épais ($H_0/d > 7$) la longueur d’onde de la vague est indépendante de la hauteur initiale du lit de poudre mais est inversement proportionnelle au carré de la fréquence de vibration. Hsiao [33] a étudié en 2D la longueur d’onde des

vagues en fonction de la hauteur, H_0 , de poudre pour des billes de diamètre $d = 3$ mm. Pour $H_0 < 70$ mm ($H_0/d < 23$) il observe une seule vague. Pour $70 < H_0 < 160$ mm ($23 < H_0/d < 53$) deux vagues sont observées et pour $160 < H_0$ ($H_0/d > 53$) trois vagues sont observées. Le comportement est plus complexe lorsque l'on passe en 3D. Melo [52] a observé une quarantaine de formes de vagues à la surface d'un lit épais de poudre dans un cylindre (fig.33). Umbanhowar et Melo [54] ont réalisé, pour les vagues en $f/2$ et en $f/4$, un diagramme représentant la forme des vagues en fonction de l'amplitude de l'accélération, Γ et de la fréquence f (fig.34).

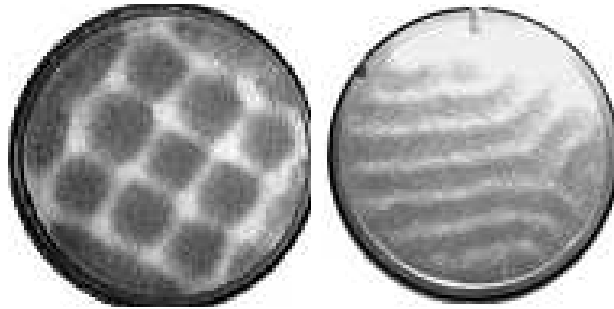


Figure 33 – Organisation en carré et en rayure pour des vagues en $f/4$ [52].

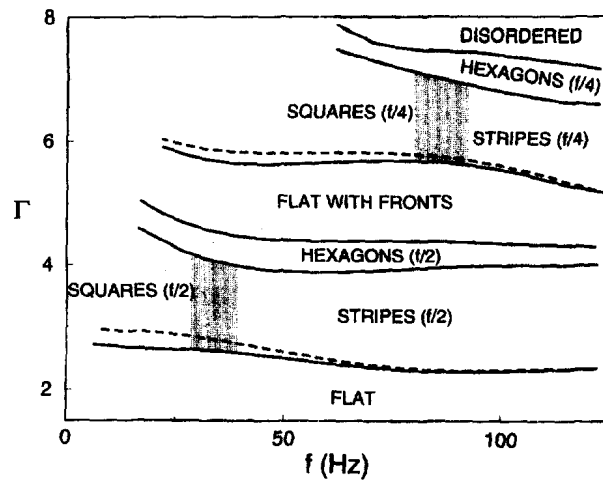


Figure 34 – Diagramme fréquence-accélération de la forme des vagues réalisé avec des billes de bronze de diamètre $d = 0,15-0,18$ mm et un récipient cylindrique $D = 126$ mm et $H_0/d = 7$ [54].

La formation des vagues est un phénomène très instable qui peut être aisément perturbé. Il suffit que la vibration ne soit pas uniforme ou qu'une force extérieure soit exercée sur le récipient pour que les vagues se transforment en voûtes.

III.B.5 Les voûtes

L'apparition des voûtes a lieu pour une accélération supérieure à 6,7 g. Les zones où les particules bougent lentement sont appelées nœuds et celles où elles bougent beaucoup des ventres (fig.35). Des cellules de convection se créent de chaque côté d'un nœud. Un cycle de mouvement dure quatre périodes de vibrations. Les particules quittent deux fois la base lors d'un cycle de mouvement et leur temps de vol est de deux périodes de vibrations [33]. Afin de mieux représenter ce phénomène, divisons le lit de poudre en deux parties, gauche et droite. Pendant la première moitié du mouvement (deux périodes de vibrations), la partie gauche reste au contact de la base du récipient et la partie droite se soulève. Pendant la seconde partie du mouvement (deux périodes de vibrations) la partie gauche se soulève et la partie droite redescend. Les deux parties gauche et droite vibrent en opposition de phase.

Donc le phénomène dure bien quatre périodes de vibration mais la durée de vie d'une voûte n'est que de deux périodes de vibrations et il y a deux temps de vol de deux périodes de vibration chacun. Le nombre de voûtes peut varier pour des conditions identiques de manipulation (hauteur du lit de poudre, fréquence et amplitude de l'accélération). Un nombre maximum de voûtes existe cependant pour une hauteur de poudre et une taille de récipient données. Il existe tout simplement une distance minimale entre deux voûtes correspondant à la taille minimale de deux cellules de convection. Contrairement aux autres étapes, il y a ici de forts mouvements horizontaux.

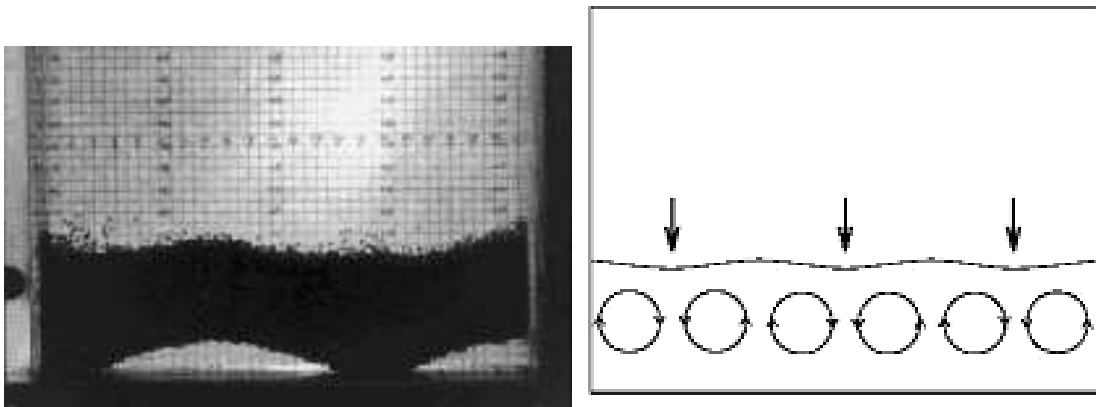


Figure 35 – Schéma d'une voûte à trois nœuds avec les cellules de convection associées. billes de verre $d = 1,3$ mm, $\Gamma = 8,5$, $f = 30$ Hz, $H_0/d = 18$, $L/d = 104$, 2D [87].

Hsiau [33] précise qu'avec des billes parfaitement sphériques et lisses, les phénomènes de vagues et de voûtes n'apparaissent pas ; d'où sa conclusion : ce sont les forces de friction et de collision entre les particules et les parois qui semblent jouer un rôle important dans la formation des vagues et des voûtes.

III.B.6 Cycle d'hystérésis

Si l'amplitude de l'accélération des vibrations est progressivement augmentée, les phénomènes se produisent les uns après les autres jusqu'à la phase des voûtes [33]. Si ensuite l'amplitude de l'accélération décroît lentement, le lit de poudre redécrit les mêmes états en sens inverse mais les valeurs de transition sont légèrement différentes. La phase des vagues ne réapparaît pas. Les mouvements granulaires forment alors un cycle d'hystérésis (fig.36).

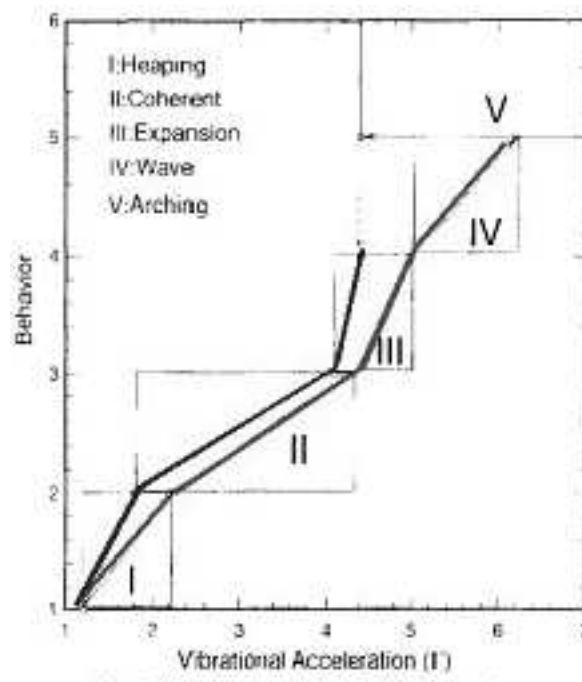


Figure 36 – Représentation de la succession des comportements d'un milieu granulaire en fonction de l'accélération relative Γ à 2D pour une amplitude de vibration fixe de 5 mm. Billes de verre $d = 3$ mm, $H_0/d = 10$, $L/d = 63$ [33].

Les différents comportements d'un milieu granulaire soumis à des vibrations verticales sont toujours liés à des cellules de convection qui régissent le mouvement des grains. Aussi, nous allons détailler ce phénomène convectif et essayer de mieux le comprendre.

III.C LA CONVECTION

Faraday est le premier à avoir observé des cellules de convection [22; 87]. Il avait déjà remarqué en 1831 qu'en vibrant un lit de poudre, les particules se rejoignaient au centre de la base, puis montaient à la surface, rejoignaient les parois par un mouvement d'avalanches et descendaient de chaque côté en suivant les parois (fig.37). D'après lui, cela était dû aux mouvements de l'air environnant les particules.

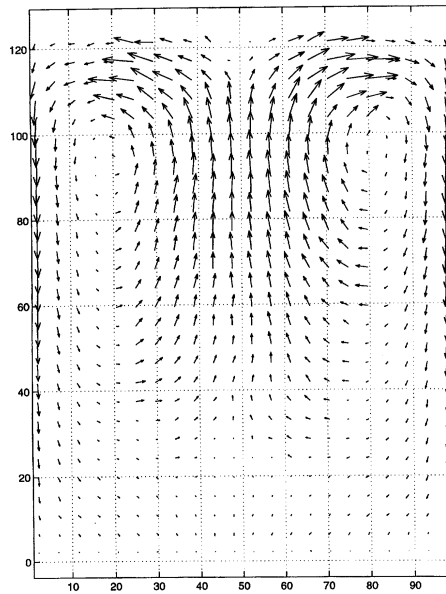


Figure 37 – Cellule de convection 2D. Simulation Elperin [17].

Le phénomène de convection est très étudié car il apparaît dès la mise sous vibrations d'un milieu granulaire. Gallas et al. [25] ont utilisé une méthode de dynamique moléculaire pour simuler les cellules de convection 2D et ils ont trouvé différents types de cellules de convection selon le type de paroi et l'amplitude des vibrations. Pour Tagushi [32; 77] les cellules de convection sont induites par des interactions élastiques entre particules. Hsiao [32] montre que les cellules de convection sont fortement dépendantes de la fréquence des vibrations à une amplitude donnée. Ces cellules sont rigoureusement symétriques et grandissent lorsque la fréquence diminue (fig.38 a,b,c). De même pour une fréquence fixe, les cellules de convection grandissent lorsque Γ augmente.

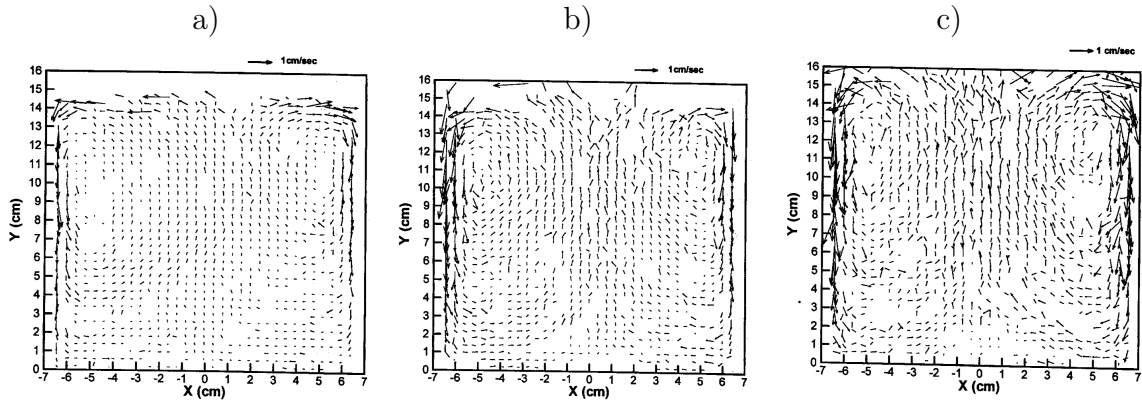


Figure 38 – Evolution de la taille des cellules de convection avec la fréquence de vibrations. a) $f = 19$ Hz, b) $f = 14$ Hz, c) $f = 11$ Hz et billes de verre $d = 3$ mm, $\Gamma = 6$, $H_0/d = 50$, $L/d = 45$ [32].

III.C.1 Origine des mouvements convectifs

Faraday pensait que les mouvements des grains dans les cellules de convection étaient dus aux mouvements de l'air entourant les grains. Or Evesque et Rajchenbach [20] ont réalisé leurs expériences à la fois dans l'air atmosphérique et dans le vide avec des billes de diamètre allant de 2 mm à 20 mm et trouvent exactement les mêmes résultats (même valeurs de transition entre les différentes phases du mouvement granulaire). Donc le mouvement collectif des grains ne semble pas du à l'air ambiant mais plutôt aux forces de friction entre grains et entre les grains et les parois. Il faut cependant remarquer que lorsque la taille des particules diminuent notablement ($< 10 \mu\text{m}$) alors les forces de résistance visqueuses dues au gaz opposées au déplacement des particules peuvent intervenir si les particules développent des interactions cohésives entre elles. Anderson [3] a montré par simulation numérique que des particules parfaitement lisses et sphériques (coefficient de friction très faible) se mettent en ordre par des mouvements individuels, mais ne présentent pas de mouvements de convection. Les particules de choix pour observer des mouvements sont donc des particules ayant des imperfections de surface et/ou n'étant pas exactement sphériques, c'est-à-dire entraînant de la friction.

A l'aide de simulations utilisant les forces de coulomb, Elperin et Golshtein [17] se sont aperçus qu'en élargissant le récipient, les cellules de convection s'éloignent (fig.39) comme si elles étaient "collées" aux parois. D'autre part, ils ont remarqué que le phénomène de

convection n'apparaît que lorsque le milieu granulaire a un coefficient de friction grain-grain d'au moins 0,4 ce qui confirme bien que la convection est liée aux forces de friction entre les grains. Cependant les forces de frictions grains-grains seules ne suffisent pas à induire un mouvement au milieu. Les résultats obtenus par modélisation [25] et par expérience [16] permettent de conclure que la convection, est surtout le résultat de frottements entre les grains et les parois et un peu moins des frottements entre grains.

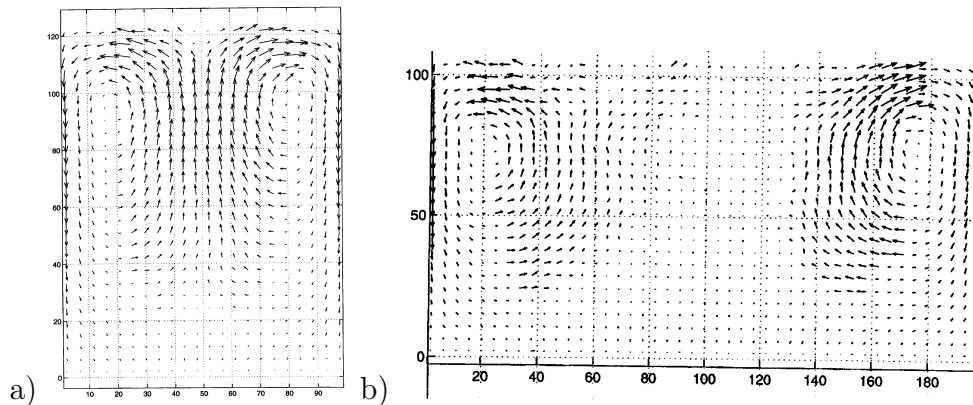


Figure 39 – Influence de la taille du récipient sur les cellules de convection. Simulation d'une vibration $\Gamma = 4$, $a = 3$ cm, $d = 2$ cm, a) $L/d = 50$ avec 700 grains et b) $L/d = 100$ avec 1200 grains [17].

Hsiau [34] a réalisé des expériences 2D simples mettant bien en évidence l'influence de la rugosité des parois sur les cellules de convection. Il a réalisé trois récipients rectangulaires de taille identique $20 \times 8 \times 0,35$ cm³ et dont les parois sont recouvertes de toile émeri n=°100, ou de petits disques de bronze de 4 mm de diamètre, ou encore d'un mélange de disques de 4 mm et 5 mm de diamètre. Le milieu granulaire utilisé est un ensemble de disques de bronze de diamètre 3 mm. Il a observé, pour des conditions de vibrations similaires ($\Gamma = 4$, $f = 15$ Hz), une augmentation de la taille des cellules de convection lorsque la rugosité des parois augmente (fig.40). Cela s'explique par une force de cisaillement plus grande au niveau des parois ce qui a pour effet d'accentuer les mouvements des grains.

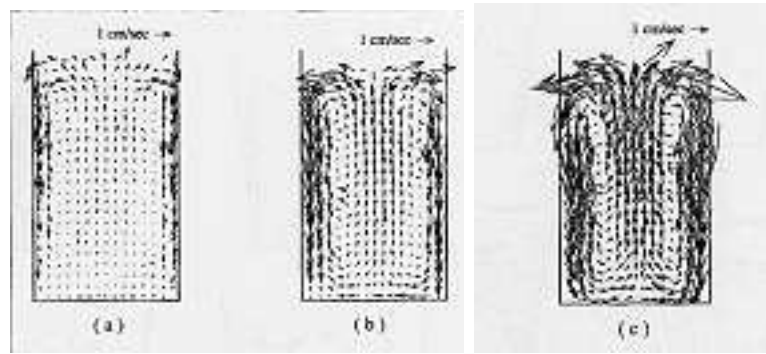


Figure 40 – Influence de la rugosité des parois sur les cellules de convection et la vitesse de déplacement des grains dans la cellule de convection. Les parois sont recouvertes de a) toile émeri $n=100$, b) disques de bronze $d = 4$ mm, c) disques de bronze $d = 4$ et 5 mm. $\Gamma = 4$, $f = 15$ Hz, disques de bronze $d = 4$ et 5 mm, $H_0/d = 45$, $L/d = 18$ [34].

III.C.2 Renversement des cellules de convection

Hsiau [34] a également étudié l'influence de l'inclinaison des parois du récipient sur les cellules de convection. Il observe qu'en augmentant l'inclinaison des parois, les cellules de convection diminuent, disparaissent puis réapparaissent mais le sens de convection s'est inversé (fig.41). Si en plus la rugosité des parois est augmenté alors le renversement du sens de convection a lieu pour une inclinaison de plus en plus forte. En augmentant l'inclinaison des parois, les particules ont plus de place, d'où un phénomène d'expansion plus important et un lit de poudre moins dense que dans un récipient aux parois verticales. A partir d'une inclinaison critique (fonction de la rugosité des parois), la force appliquée par les parois sur les particules change de direction et inverse le sens des cellules de convection [34; 1].

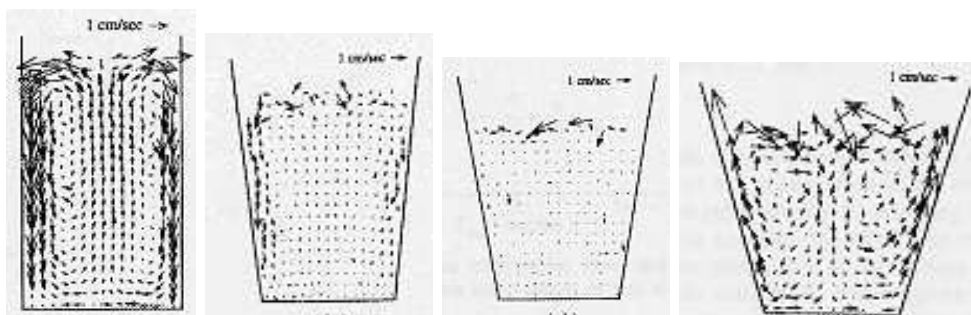


Figure 41 – Champs de vitesses pour différentes inclinaisons des parois $\theta = 0 - 8 - 12 - 20^\circ$. $\Gamma = 4$ et $f = 15$ Hz, parois recouvertes de disques de bronze de 4 mm de diamètre, disques de bronze $d = 4$ et 5 mm, $H_0/d = 45$, $L/d = 18$ [34].

Cela influe sur le phénomène de ségrégation. Lorsque dans la cellule de convection, les particules montaient par le milieu, les grosses particules montaient en surface et y restaient. Dans le cas de cellules de convection inversées, c'est à dire que les particules descendent au milieu du récipient et remontent aux parois, la ségrégation est inversée aussi : les grosses particules descendent et restent au fond du récipient. Les cellules de convection inverses ont exactement le même comportement que les cellules de convection normales : vitesse des particules, flux de particules, dépendance au couple (Γ, f) sont du même ordre de grandeur, seules les directions se sont inversées.

Méthodes expérimentales

IV.A LES VIBRATIONS

Plusieurs possibilités sont disponibles pour mettre en oeuvre une vibration. Nous avons choisi d'utiliser un pot vibrant électromagnétique qui permet de générer simplement une vibration reproductible, réglable en fréquence et en accélération. Cependant la société *Ferraz Shawmut* a choisi une autre solution pour la conception des fusibles : l'ensableuse. En effet, ce dispositif permet de stocker du sable, de remplir et de vibrer plusieurs fusibles simultanément. Toutefois nous allons voir que les possibilités de vibrations offertes par l'ensableuse sont limitées.

IV.A.1 *Vibrations et ensableuse*

Pour la fabrication des fusibles, la société *Ferraz Shawmut* utilise l'ensableuse décrite figure 42. Une ensableuse est constituée d'un sinex qui vient frapper une poutre sur laquelle sont fixés les fusibles vides. Dans la partie haute de l'ensableuse se trouve un réservoir de sable duquel sortent des tuyaux. Ces tuyaux sont insérés dans des orifices sur le dessus des fusibles prévus pour le remplissage. Une fois l'ensableuse mise en route, le sable commence à s'écouler dans les tuyaux pour remplir les fusibles. Un premier cycle de vibration à 2,5 g environ est appliqué pendant l'étape de remplissage (10 minutes). Une fois les fusibles remplis de sable, un second cycle de vibration d'amplitude plus élevée égale à 5 g commence. Les tuyaux sont toujours fixés aux fusibles pour permettre de remplir de sable le volume

libre obtenu suite à la vibration et au tassement des grains préalablement introduits. Ceci permet un remplissage et un tassement maximal des fusibles.

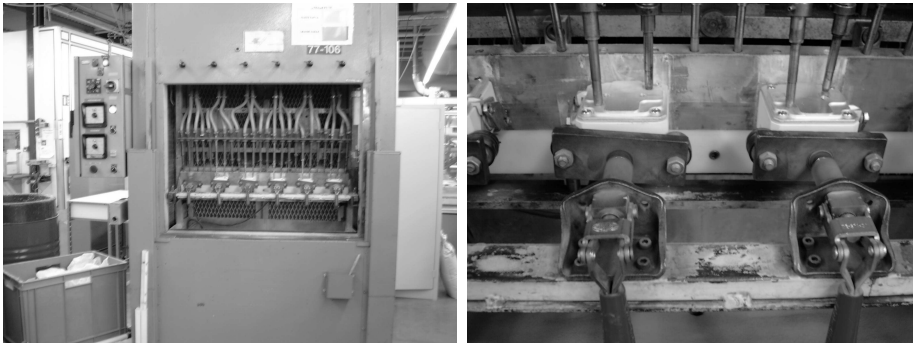


Figure 42 – Photographies de l'ensableuse utilisée pour la fabrication des fusibles.

La sollicitation imposée par l'ensableuse aux fusibles est une vibration horizontale de fréquence fixe. Cette vibration n'est pas entretenue de façon sinusoïdale comme avec un pot vibrant mais résulte d'un choc sur la poutre. L'excitateur de marque sinex est composé d'une bobine électrique associée un barreau mobile portant une pointe en diamant, seule partie en contact avec la poutre. La fréquence des chocs est fixe à 50 Hz et la force du choc est réglée grâce à un variateur électrique. Ce réglage est peu précis. Des mesures effectuées avec un analyseur à transformée de Fourier (Mag Spec de Ryon SA) a permis de vérifier la stabilité de la fréquence et de ses harmoniques (fig.43). En déplaçant le capteur le long de la poutre, il a été remarqué que l'amplitude des harmoniques du signal de vibration diffère légèrement entre le centre et les extrémités de la poutre mais l'amplitude à 50 Hz reste stable. Ainsi même si le sinex ne frappe la poutre qu'en son centre, la vibration transmise aux fusibles est identique quel que soit leur position sur la poutre.

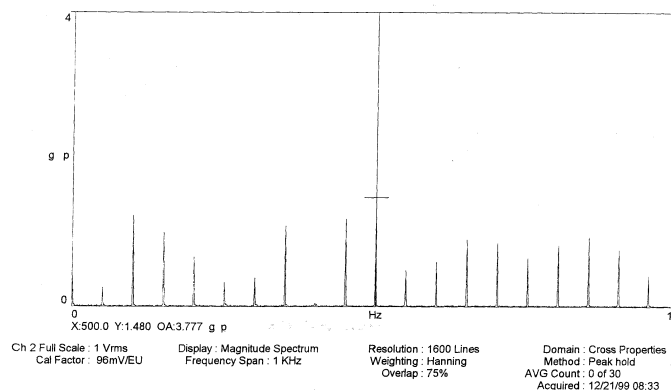


Figure 43 – Analyse par transformée de Fourier du signal de la vibration de l'ensableuse au centre de la poutre sur laquelle sont déposés les fusibles.

Afin de ne pas se limiter à une seule fréquence de vibration, nous utiliserons un pot vibrant pour réaliser nos expériences. L'avantage des pots vibrants vient du fait qu'ils sont pilotés par un contrôleur de vibration permettant un réglage fin de la fréquence et de l'amplitude de la vibration.

IV.A.2 Vibrations et pot vibrant

Comme nous venons de le voir, l'utilisation de l'ensableuse ne permet pas de réaliser une étude complète du comportement du sable face aux vibrations. Deux pots vibrants ont été utilisés au cours de nos travaux, celui de *Ferraz Shawmut* dans un premier temps puis notre propre pot vibrant par la suite. La technique de pilotage des deux pots vibrants est identique et notre système de prise d'images synchronisé sur la fréquence de la vibration fonctionne de manière identique dans les deux cas (fig.45).

IV.A.2.a Fonctionnement d'un pot vibrant

Un pot vibrant est un oscillateur électromagnétique. Un champ magnétique est produit par un courant traversant une bobine au centre de laquelle se trouve un aimant permanent (fig.44). La force produite permet de déplacer un piston proportionnellement au courant et au flux magnétique. Ainsi en suivant le courant, il est possible de contrôler le niveau d'excitation du piston.

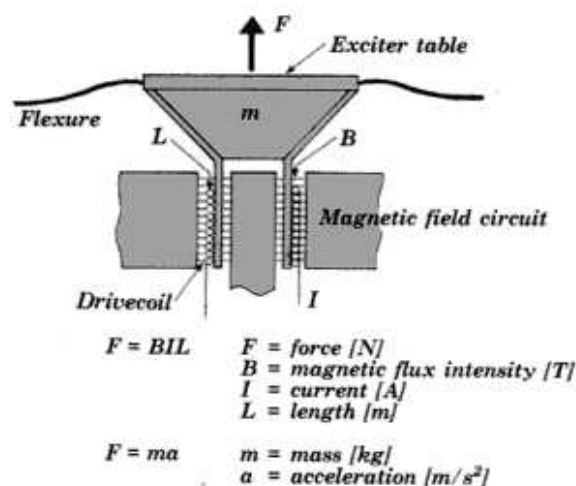


Figure 44 – Schéma d'une vue en coupe d'un pot vibrant [76].

Le pot vibrant est piloté au moyen d'une boucle fermée par un amplificateur de puissance, un accéléromètre et un contrôleur de vibration sinusoïdale (fig.46). Le contrôleur de vibration permet à l'utilisateur de fixer une consigne de vibration comme la fréquence, l'amplitude ou encore l'accélération de la vibration. Il suffit de fixer deux de ces valeurs et l'appareil calcule automatiquement la troisième valeur (III.A.1). Par la suite, nous utiliserons toujours le terme de Γ pour décrire l'accélération (sous-entendu relative). Le signal de consigne est alors défini par deux de ces valeurs parmi la fréquence f , l'accélération relative Γ et l'amplitude z_0 .

Une fois le signal de consigne transmis au pot vibrant par l'amplificateur de puissance, l'accéléromètre fixé sur le piston renvoie au contrôleur de vibration un signal électrique correspondant à la réponse dynamique effective du piston. En fonction de la réaction du piston, le contrôleur de vibration ajuste automatique le signal de consigne. Ainsi pour une consigne fréquence-accélération donnée, l'intensité du signal délivré par le contrôleur ne sera pas la même si une masse de sable est fixée ou non sur le piston. La figure 46 montre le schéma de la boucle d'asservissement de la vibration. La caméra vidéo rapide dont l'utilisation sera détaillée par la suite est également reliée à cette boucle d'asservissement afin de synchroniser la prise d'image avec la fréquence de vibration et la position du piston (IV.B).

Deux pots vibrants, aux caractéristiques légèrement différentes, ont été utilisés successivement au cours de ce travail .

IV.A.2.b Caractéristiques du pot vibrant de *Ferraz Shawmut*

FerrazShawmut utilise dans son laboratoire un pot vibrant de type A de chez Gearing & Watson avec un amplificateur de type SS 300 de 300 Watt et un contrôleur numérique de pilotage sinusoïdale SD 1815 de la firme Spectral Dynamics. Leur pot vibrant développe une force nominale de 310 N, ce qui permet une accélération maximale (sans échantillon) de 93 g, un déplacement maximum de 12,7 mm, le tout pour une gamme de fréquences allant de 1 à 10.000 Hz. Le piston est composé d'une plaque de 61 mm de diamètre pesant 340 grammes. Une plateforme est fixée sur ce piston sur laquelle repose l'échantillon et l'accéléromètre. Le piston peut supporter un poids maximum de 2,26 kg [67].

IV.A.2.c Caractéristiques du pot vibrant de l'EMSE

Le pot vibrant que nous avons utilisé par la suite à l'Ecole des Mines est de force inférieure mais bien suffisante pour notre application. De plus la technologie utilisée est la même. Le pot vibrant S 513 de la société Tira est piloté par un amplificateur de puissance de type BAA 120 de la société Tira également et par un contrôleur de vibration sinusoïdal DSC 4 de la société Ling Dynamic Systems (fig.45). Ce pot vibrant délivre une force nominale maximale de 100 N en mode sinusoïdal. Ceci permet d'obtenir une accélération maximale à vide de 44 g et un déplacement maximal de 13 mm pour une gamme de fréquence allant de 2 à 7000 Hz. Le poids maximal d'échantillon que peut porter ce pot vibrant est de 3 kg. La partie mobile de ce pot vibrant est constituée d'une plaque circulaire de 60 mm de diamètre pesant 230 grammes [76]. Comme précédemment, nous y avons fixé une plaque métallique de 95 mm de diamètre grâce à trois vis micrométriques. Elles permettent un réglage fin de la planéité. S'assurer de la planéité du pot vibrant est important car cela assure une vibration totalement verticale sans aucune composante horizontale parasite qui fausserait nos résultats. Un accéléromètre 4371 V de la société Bruel & Kjaer, fixé sur cette seconde plaque, clos la boucle d'asservissement.

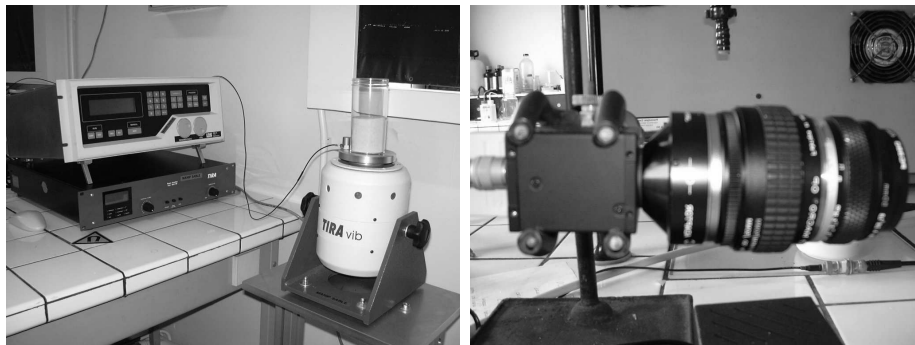


Figure 45 – Photographies du pot vibrant avec son système de pilotage et de la caméra vidéo rapide.

IV.A.3 *Le montage expérimental*

Le but de l'étude est d'observer le réarrangement de grains de sable en matrice vibrée afin de faire progresser nos connaissances de base dans le domaine et améliorer le procédé de fabrication de *Ferraz Shawmut*. Pour cela des échantillons composés d'un cylindre de polystyrène transparent contenant du sable sont soumis à des vibrations verticales à l'aide

d'un pot vibrant à des amplitudes et des fréquences d'accélération pré-définies. A l'aide d'une caméra vidéo CCD, les mouvements au contact de la paroi sont filmés et enregistrés. Afin d'avoir une bonne prise d'image, la caméra est reliée à un boîtier de synchronisation EG 32 de chez R&D Vision, lui même relié au pot vibrant (fig.46). Par la suite un traitement des images obtenues sera nécessaire pour déterminer le parcours des grains le long de la paroi, calculer leur temps de présence à la paroi ainsi que les champs de vitesses.

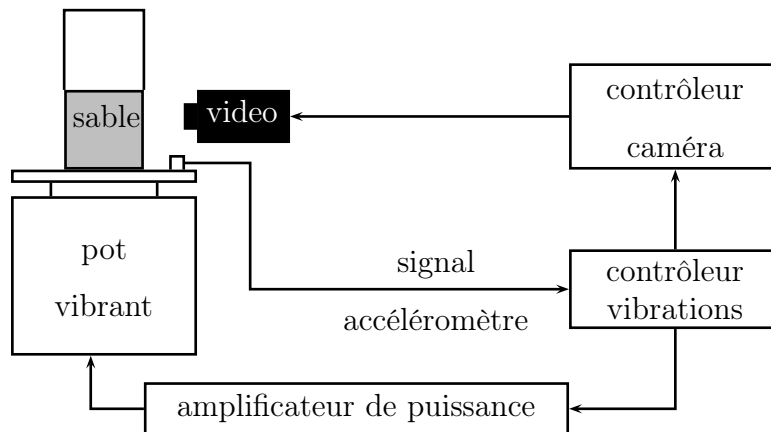


Figure 46 – Schéma de la boucle d'asservissement de la vibration.

IV.B LES TECHNIQUES D'OBSERVATION

Afin de suivre plus facilement les mouvements des grains, 10 % des grains de sable contenus dans les récipients ont été préalablement colorés à l'encre de Chine. Afin de vérifier que la présence de 10 % de grains colorés dans le récipient ne modifient pas le mouvement, l'expérience a été refaite avec 90 % de grains colorés et 10 % de grains neutres. L'obtention des mêmes mouvements granulaires nous permet d'estimer que la coloration n'induit pas de biais dans nos expériences.

Afin d'observer le mouvement des grains colorés à l'encre de Chine pendant la phase des vibrations, une caméra vidéo CCD noir et blanc rapide a été installée sur le côté du pot vibrant (fig.45). La société R&D Vision nous a fourni une caméra digitale CMOS CV-A33 de la firme JAI. Cette caméra possède une fenêtre de 494×660 pixel². Elle peut prendre 1000

images par seconde dans la configuration 100×660 pixel², et jusqu'à 5400 images par seconde dans la configuration 3×660 pixel². La caméra est pilotée grâce à un ordinateur. Elle est synchronisée à l'aide du boîtier EG 32 fabriqué par R&D Vision (fig.46). Relié au système de pilotage du pot vibrant (DSC 4), le boîtier de synchronisation EG 32 permet d'obtenir des images dans la même phase de déplacement de l'échantillon (montée ou descente), et de connaître précisément ($1 \mu s$) le moment de la prise d'image. Le boîtier pilote la prise d'image, le déclenchement de la carte d'acquisition et l'ouverture de la caméra (fig.47). Ce système permet de générer des chronogrammes variés. Dans notre expérience la source de l'ensemble du déclenchement est le signal de position de l'échantillon. Le déclenchement peut avoir lieu à une ou à plusieurs positions successives du pot vibrant, à chaque cycle (montée + descente du pot vibrant) de vibration ou à un cycle tous les n cycles.

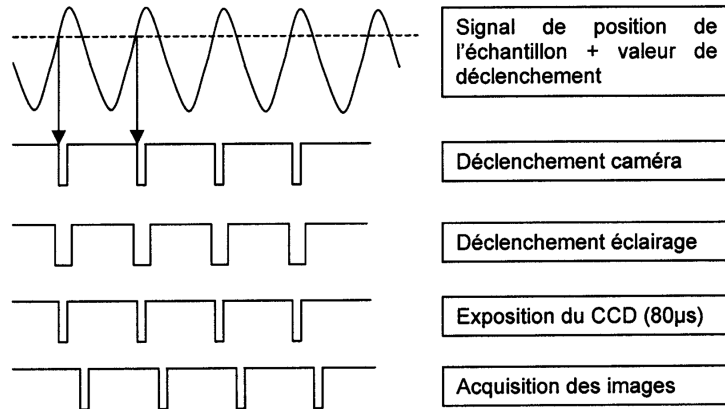


Figure 47 – Exemple de chronogramme de synchronisation de la caméra vidéo rapide [73].

La fréquence minimum d'acquisition de la caméra est de 118,4 images par seconde (image de dimension 659×493 pixel²). Plus la prise d'image est rapide, plus la taille de la fenêtre est réduite. Il a donc fallu définir des chronogrammes précis pour chaque fréquence de vibration. Par exemple pour une vibration à 20 Hz, il n'est pas possible de prendre une image par cycle de vibration. Cela fixerait la fréquence d'acquisition à 77 images par seconde, ce qui n'est pas possible. Par contre en prenant deux images par cycle, il n'y a pas de problème. A partir de 31 Hz de fréquence de vibration, il est possible de prendre une image par cycle. Mais plus la fréquence de vibration sera élevée, plus la fréquence d'acquisition sera grande et la taille de l'image petite. En jouant sur le nombre d'images et de cycles (par exemple une image un cycle sur trois), il est possible de garder une fréquence d'acquisition

proche de 118,4 images par seconde et d'avoir ainsi une fenêtre d'acquisition de grande taille permettant de visualiser la totalité de l'échantillon [73; 74; 75].

Une fois l'expérience terminée, un logiciel de traitement, basé sur la technique du Particle Image Velocimetry (PIV), analyse la série d'images préalablement enregistrées. Le traitement réalisé se compose de quatre étapes [74] : le pré-traitement, le calcul du champ de vitesses pour l'ensemble de l'image, la détection des grains et l'appariement du champ de vitesses général aux grains afin d'obtenir le champ de vitesse des grains marqueurs [73; 74; 75].

Etude sous vibrations des milieux granulaires

La majorité des études portant sur la dynamique des milieux granulaires sont réalisées à 2 dimensions. Dans ce cas, il existe un effet de bord important [49] qui rend difficile l'extrapolation 3D des résultats 2D obtenus. Dans un premier temps, nous étudierons donc le comportement dynamique de milieux granulaires avec une géométrie à 3 dimensions.

L'observation de mouvements granulaires de natures différentes en fonction de l'accélération relative, Γ , et de la fréquence, f , nous a conduit à étudier le comportement sous vibration des sables suivant un balayage en fréquence et en accélération. Des diagrammes (Γ, f) représentant les mouvements d'ensemble des grains, la compacité dynamique et la compacité relaxée (après arrêt de la vibration) ont ainsi été réalisés. Dans un premier temps, nous allons définir les différents mouvements observés et ensuite nous présenterons les diagrammes (Γ, f) obtenus pour les deux sables les plus utilisés par *Ferraz Shawmut*.

V.A DÉFINITION DES MOUVEMENTS GRANULAIRES

Au cours de nos expériences, différents types de mouvements granulaires ont été mis en évidence tels que la formation d'une pente, d'un dôme, un mouvement cohérent des grains, de l'expansion et des vagues (fig.48). Ces mouvements sont similaires à ceux observés par Hsiao en 2D [33]. Par contre nous n'avons pas observé le phénomène des voûtes. Il faut

toutefois noter que ces mouvements sont plus difficiles à détecter à 3D, à partir d'une observation des mouvements à la paroi.

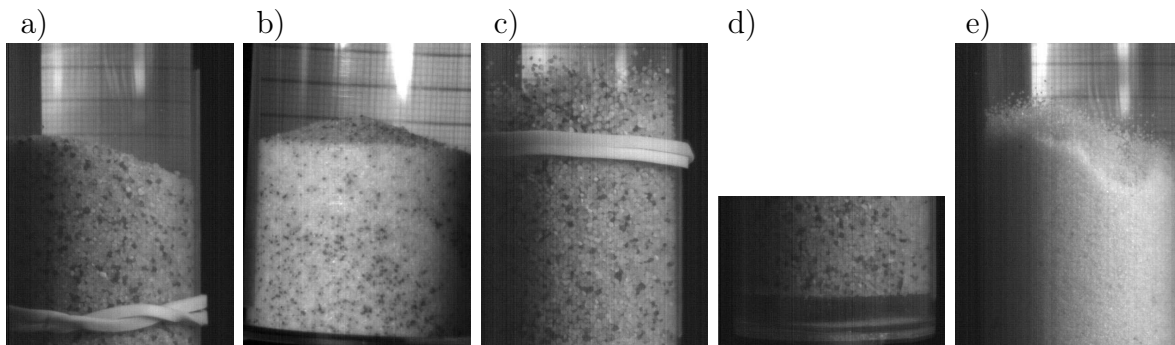


Figure 48 – Les différents types de mouvements granulaires observés au cours de nos expériences. a) pente, b) dôme, c) expansion (haut de l'échantillon), d) expansion (bas de l'échantillon), e) vagues.

Les comportements collectifs des grains de type "cohérent", "expansion" et "vagues" étant comparables à ceux décrits par Hsiau [15], nous nous sommes concentrés sur la description des mouvements "pente" et "dôme". Une première étude porte ainsi sur l'inclinaison et l'orientation de la pente en fonction des paramètres vibratoires (Γ , f). Tandis qu'une seconde étude décrit en détails les différents types de cellules de convection observées pour ces deux mouvements.

V.A.1 *Formation d'une pente*

D'après nos observations sur les sables, la mise en mouvement des grains sous vibrations verticales prend toujours la forme d'une pente. Pour $\Gamma \approx 1,2$, la formation d'une pente est instantanée. Une pente se caractérise par deux paramètres : son inclinaison et son orientation. Des observations similaires aux nôtres ont été réalisées par Philippe [61].

✓ L'inclinaison

Les études menées sur nos sables montrent que l'inclinaison de la pente dépend de la fréquence et de l'accélération de la vibration. Ainsi, l'inclinaison de la pente est généralement maximale pour une vibration comprise entre 1,2 et 2 g à 20 Hz puis diminue quand la fréquence ou l'accélération augmente (fig.49).

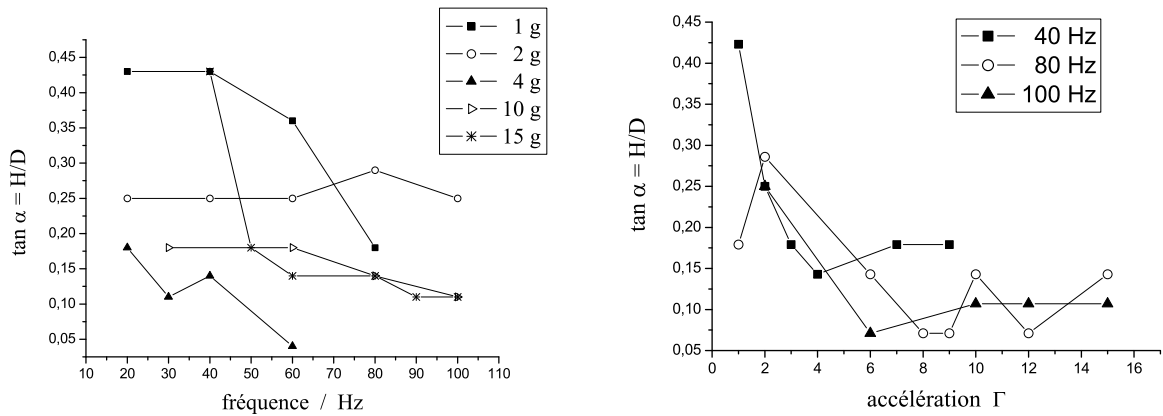


Figure 49 – Influence de la fréquence et de l'accélération sur l'inclinaison de la pente. Sable 8, $d_{moy} = 266 \mu\text{m}$, $D = 28 \text{ mm}$ et $H_0 = 30 \text{ mm}$, H hauteur du dénivelé de la pente (fig.50), α angle d'inclinaison, pot vibrant *Ferraz Shawmut*, vibrations verticales.

✓ L'orientation

L'orientation de la pente est répétable mais nous n'avons pas pu déterminer son origine, la verticalité de la vibration et la planéité du porte-échantillon ayant été minutieusement vérifiés. En effet, pour un milieu granulaire donné à une vibration donnée, la pente s'oriente toujours de la même façon. Toutefois, l'orientation de la pente est liée à la fréquence. En effet, nos observations montrent qu'à fréquence fixe, la variation de l'accélération ne modifie pas l'orientation de la pente. Par contre à accélération fixe, l'orientation de la pente varie avec la fréquence. Cependant nous n'avons pas réussi à déduire de relation logique liant la fréquence, ou tout autre paramètre, à l'orientation de la pente [79].

✓ La convection

La formation d'une pente à la surface d'un milieu granulaire résulte d'un mouvement convectif des grains. Généralement les grains montent au sommet de la pente en suivant la paroi du récipient, puis descendent en avalanche le long de la pente et descendent le long de la paroi opposée (fig.50a). Cependant un autre système convectif a été observé au cours de nos expériences. La figure 50b décrit ce système convectif déduit des mouvements des grains observés à la paroi.

Le système convectif "b" contient deux cellules de convection. La cellule supérieure correspond à une convection de type "a". La seconde cellule, apparue à la base du récipient,

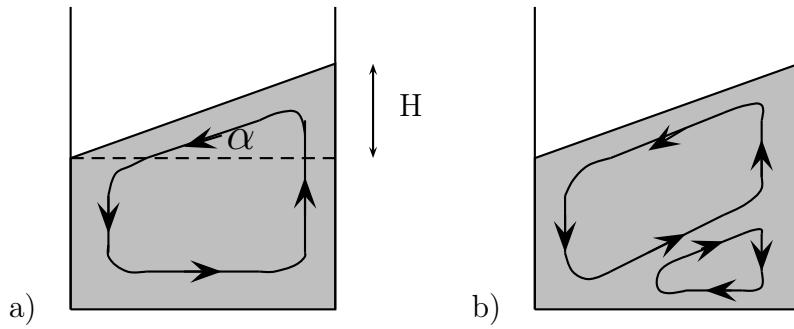


Figure 50 – Cellules de convection déduites des mouvements des grains observés à la paroi lors de la formation d’une pente.

fonctionne en sens inverse de la première. Les grains descendent le long de la paroi et remontent à l’intérieur du milieu granulaire. Au point de jonction des deux cellules, les grains ont deux possibilités : se rendre au sommet de la pente ou rejoindre la base du récipient. Ce dernier système convectif a également été observé par Möbius et al [48]. D’après eux, ce système convectif asymétrique est caractéristique des milieux granulaires à faible perméabilité, dans lesquels les effets de l’air sont plus prononcés. Ainsi ils ont observé ce type de convection pour des billes de verre de diamètres $\leq 0,5$ mm dans le cas de récipients aux parois lisses et pour des billes de verre de diamètres $\leq 0,35$ mm lorsque les parois des récipients sont rugueuses. Ils affirment également que malgré une mise en place minutieuse des billes dans les récipients, il est impossible de s’affranchir de ce type de convection.

V.A.2 Formation d’un dôme

La mise en vibration d’un tas de sable produit rarement un dôme parfait. Par contre nous avons fréquemment observé des dômes désaxés avec un côté plus pentu que l’autre (fig.51). Nous avons remarqué que la formation d’un dôme est favorisée par l’utilisation d’une fréquence élevée (100 Hz) ou en augmentant le diamètre des récipients.

Un dôme parfait (fig.51a) résulte d’une cellule de convection torique où les grains montent au centre du récipient, descendent en avalanche à la surface du dôme et descendent le long de la paroi du récipient. Une coupe 2D passant par le sommet du dôme donne un schéma de convection identique à la convection 2D (fig.37).

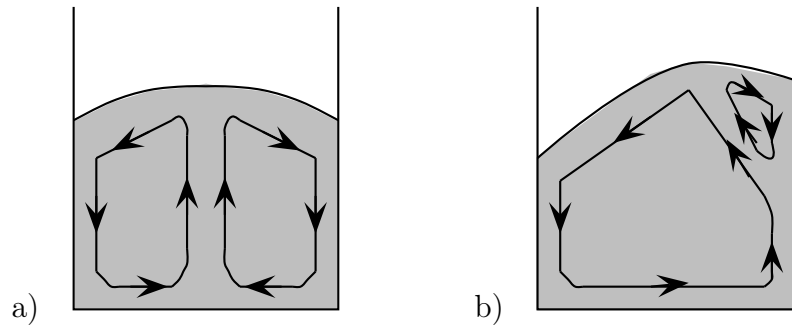


Figure 51 – Cellules de convection déduites des mouvements granulaires à la paroi lors de la formation d'un dôme.

Dans le cas "b" (fig.51b), deux cellules de convection cohabitent. Dans la première cellule, la plus importante, la circulation des grains est basée sur un système convectif de type "pente" (fig.50a). Sur le côté sous le petit côté du dôme se trouve la seconde cellule de convection. Ce système convectif semble être l'intermédiaire entre le système convectif "dôme parfait" (fig.51a) et le système convectif "pente" (fig.50a). Soit cette petite cellule de convection disparaît et une pente se forme. Soit cette cellule grandit et un dôme se forme.

V.A.3 Construction des diagrammes (Γ, f)

Pour notre étude du comportement des milieux granulaires sous vibrations, nous avons réalisé des diagrammes (Γ, f) représentant les mouvements d'ensemble, la compacité dynamique ou la compacité relaxée en fonction de deux paramètres : la fréquence et l'accélération relative Γ . Les mouvements d'ensemble du milieu granulaire, la compacité dynamique et la compacité relaxée, sont alors analysés pour une multitude de couples (Γ, f) . La gamme de fréquence de nos études est comprise entre 20 et 100 Hz. Tandis que l'accélération varie de 0 à 15 g. Les fréquences inférieures à 20 Hz n'ont pas été étudiées en raison de l'amplitude limite du piston (12,5 mm). Les diagrammes (C, Γ, f) sont à 3 dimensions. Le mouvement des grains ou la compacité représente alors la coordonnée "z". Les diagrammes présentés dans la suite sont des projections 2D des diagrammes 3D construits.

Tous les résultats présentés dans la suite ont été obtenus avec le pot vibrant de l'EMSE. Les expériences ont été menées dans des récipients cylindriques en polystyrène transparents de diamètre intérieur $D = 28$ mm et de hauteur 70 mm. Ils sont remplis par la technique

de la pluviation simple jusqu'à une hauteur de sable $H_0 = 30$ mm.

V.B ETUDE COMPORTEMENTALE DU SABLE SOUS VIBRATIONS

Les sables 2 et 4 sont les plus utilisés dans la fabrication des fusibles. Par ailleurs ils présentent l'intérêt scientifique de montrer deux morphologie différentes. Le sable 2 est composé de grains sub-arrondis de taille comprise entre 460 et 890 μm avec $d_{\text{moy}} = 660$ μm . Le sable 4 est un sable aux grains anguleux de taille comprise entre 260 et 500 μm avec un $d_{\text{moy}} = 370$ μm . Les coefficients de dispersion de la taille des deux sables sont proches : 0,68 (sable 2) et 0,66 (sable 4). Ils sont donc peu polydisperses.

V.B.1 *Comportement collectif des grains*

V.B.1.a Diagrammes des mouvements granulaires

✓ Le sable 2

Le diagramme des mouvements d'ensemble du sable 2 en fonction de la fréquence et de l'accélération présente 2 types de mouvements : la formation d'une pente ou d'un dome désaxé et un phénomène d'expansion du lit granulaire (fig.52). Les mouvements des grains apparaissent pour une accélération relative de 1,1 quelle que soit la fréquence. L'apparition du mouvement entraîne systématiquement la formation d'une pente. Le système convectif est alors constitué d'une seule cellule de convection. Il est également possible d'observer des dômes désaxés avec deux cellules de convection (fig.51). En augmentant l'amplitude de la vibration (augmentation de Γ et diminution de f), le comportement "pente" se transforme en un mouvement d'expansion du milieu. Aucune vague n'a été observée en utilisant le pot vibrant de l'EMSE. Par contre le même diagramme réalisé avec le pot vibrant *Ferraz Shawmut* présente une zone de vagues pour $\Gamma > 8$ et $f \leq 30$ Hz. Les résultats obtenus avec le pot vibrant *Ferraz Shawmut* sont présentés en annexe D.

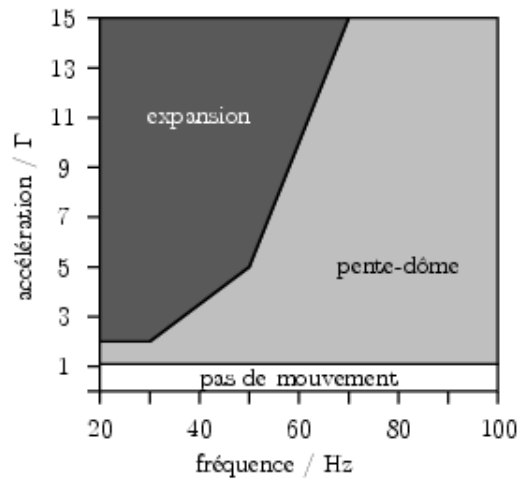


Figure 52 – Diagramme fréquence - accélération des mouvements d'ensemble du sable 2 soumis à des vibrations verticales. $d_{moy} = 660 \mu\text{m}$, $D = 28 \text{ mm}$, $H_0 = 30 \text{ mm}$, pot vibrant EMSE.

✓ Le sable 4

Les mouvements d'ensemble qui animent le sable 4 sont la formation d'une pente ou d'un dôme, un mouvement mêlant pente et vagues et enfin un régime de vagues en $f/4$ (fig.53). La formation d'un dôme par les grains de sable 4 apparaît pour des amplitudes de vibrations de l'ordre de 0,4 mm. La limite d'apparition du mouvement est un peu plus faible lorsque la fréquence tend vers 80 Hz. Comme précédemment, le diagramme obtenu avec le pot vibrant *Ferraz Shawmut* est différent. La zone de dôme apparaît pour des amplitudes plus forte de l'ordre de 1 mm. Le phénomène de vagues n'apparaît pas : il est remplacé par de l'expansion pentue (Annexe D).

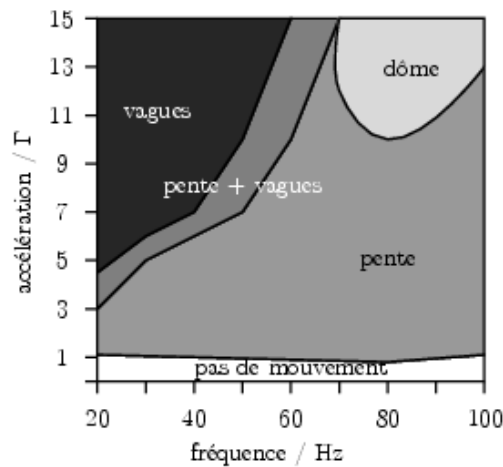


Figure 53 – Diagramme fréquence - accélération des mouvements d'ensemble du sable 4 soumis à des vibrations verticales. $d_{moy} = 370 \mu\text{m}$, $D = 28 \text{ mm}$, $H_0 = 30 \text{ mm}$, pot vibrant EMSE.

Mouvements granulaires

► Les sables 2 et 4 présentent des comportements différents sous vibration.

V.B.1.b Etude du décollage du sable 2

Avec l'aide de la caméra vidéo-rapide, nous avons pu étudier le "décollage" du milieu granulaire sous l'effet de la vibration. Nous avons déjà vu dans la partie bibliographique les causes physiques d'un tel phénomène ([18], III.A). Le décollage est l'une des caractéristiques des mouvements "cohérent" et "expansion". Cependant la détermination par vidéo rapide de l'apparition du décollage montre que le mouvement "pente" est également concerné. Un nouveau comportement mêlant la formation d'une pente et le mouvement cohérent existe donc (fig.54).

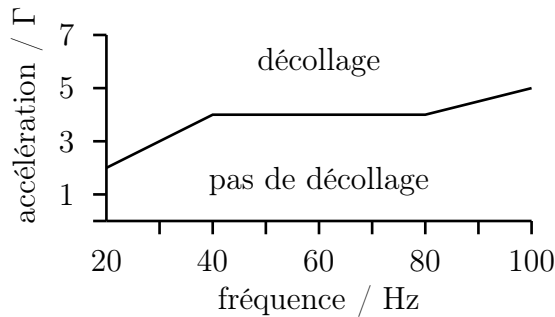


Figure 54 – Apparition du décollage du milieu granulaire en fonction de la fréquence et de l'accélération pour le sable 2 soumis à des vibrations verticales. $d_{moy} = 660 \mu\text{m}$, $D = 28 \text{ mm}$, $H_0 = 30 \text{ mm}$, pot vibrant EMSE.

L'amplitude du décollage est fonction de l'amplitude de la vibration (fig.55). En effet l'amplitude du décollage augmente avec l'accélération et lorsque la fréquence diminue. La figure 56 montre un exemple de décollage du milieu granulaire.

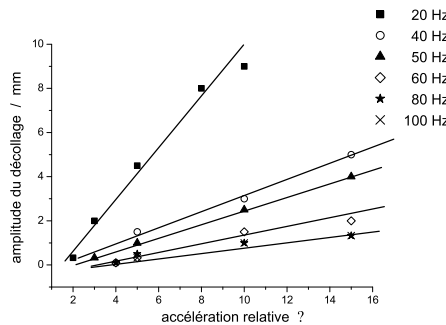


Figure 55 – Amplitude du décollage du sable 2 en fonction de l'accélération relative pour différentes fréquences de vibrations. $d_{moy} = 660 \mu\text{m}$, $D = 28 \text{ mm}$, $H_0 = 30 \text{ mm}$, pot vibrant EMSE.

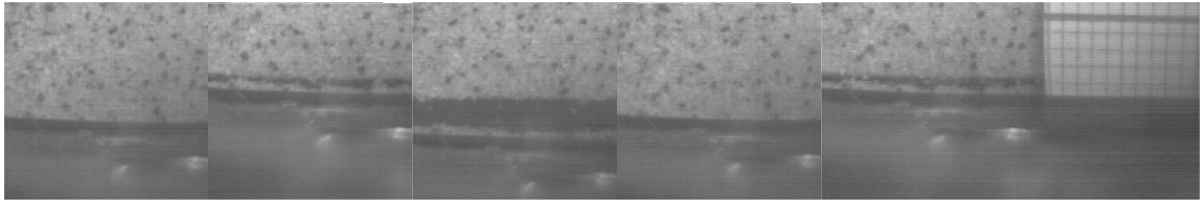


Figure 56 – Décollage du sable 2 soumis à une vibration verticale de 10g et 40 Hz. $d_{moy} = 660 \mu\text{m}$, $D = 28 \text{ mm}$, $H_0 = 30 \text{ mm}$, pot vibrant EMSE.

Etudions maintenant l'influence de la fréquence et de l'accélération sur l'évolution de la compacité dynamique et de la compacité relaxée du sable 2 soumis à des vibrations verticales avec le nouveau pot vibrant.

V.B.2 Etude de la compacité dynamique et relaxée

Dans cette partie nous traiterons uniquement du sable 2 dont les mouvements d'ensemble viennent d'être décrits. La compacité initiale des empilements de sable 2 construits par pluviation simple est de 0,674.

Comme dans l'étude réalisée avec le pot vibrant de *Ferraz Shawmut*, le tassement de l'empilement ne se produit que dans la zone d'apparition du mouvement autour de 1 g (fig.57). Le gain maximal de compacité obtenu est de 5 %, ce qui correspond à une compacité de 0,711. La dilatation maximale du milieu granulaire atteint 18 % en dynamique et 9 % en relaxée. Les taux de dilatation et de tassement mesurés sont similaires avec les pots vibrants.

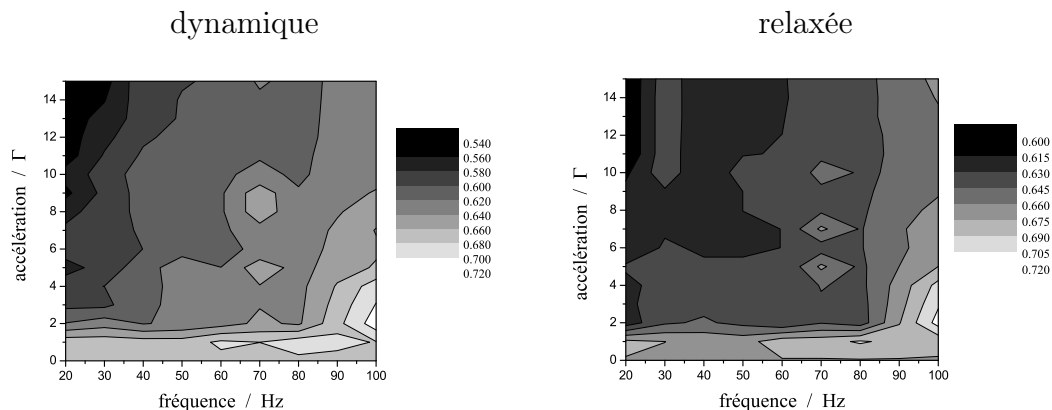


Figure 57 – Diagrammes fréquence - accélération de la compacité dynamique et de la compacité relaxée du sable 2 soumis à des vibrations verticales. $d_{moy} = 660 \mu\text{m}$, $D = 28 \text{ mm}$, $H_0 = 30 \text{ mm}$, pot vibrant EMSE.

Etude de la compacité dynamique et relaxée

- ▶ En dynamique, observation de tassement pour des accélérations de faibles intensités.
- ▶ Le milieu granulaire se redensifie à l'arrêt de la vibration.
- ▶ La dilatation du milieu granulaire s'intensifie avec l'augmentation de l'accélération ou avec la diminution de la fréquence.

Nous avons vu au cours de notre étude bibliographique que la friction grain-paroi influence la formation des cellules de convection et des mouvements qui animent le milieu granulaire. Aussi il semble intéressant d'essayer de contrôler et faire varier ces frottements dans les expériences.

V.C INFLUENCE DE LA FRICTION AUX PAROIS

Jusqu'à présent les expériences étaient menées avec des récipients en polystyrène transparent sans traitement de surface. Désormais les parois internes des récipients sont recouvertes d'un film de silicone afin de diminuer le coefficient de frottement grains - paroi.

La méthode de dépôt du silicone est simple. Nous disposons de bombe aérosol contenant un mélange de silicone et d'éthanol. Du silicone est pulvérisé sur la surface interne des récipients. Les récipients sont ensuite égouttés pendant 10 minutes et mis à l'étuve à 35 °C pendant 30 minutes afin d'évaporer l'alcool. Les récipients sont ensuite fermés par un bouchon à vis et mis à refroidir pour être utilisés le lendemain. Une série de pesées nous a permis de quantifier notre dépôt de silicone. Une masse de 7,64 mg.mm⁻² est déposée de manière constante.

Voyons maintenant l'effet d'une diminution de la friction grain - paroi sur les comportements dynamiques des sables 2 et 4.

V.C.1 *Influence sur le comportement dynamique*

L'ajout de silicone sur les parois des récipients, diminue les frottements grains - parois modifiant la mobilité des grains. Pour le sable 2, l'ajout de silicone sur les parois internes des récipients permet l'apparition de vagues aux fortes amplitudes ($\Gamma > 10$, $f \leq 30$ Hz)

(fig.58). Cette zone de vagues n'apparaissait pas dans le diagramme réalisé sans silicone dans les récipients.

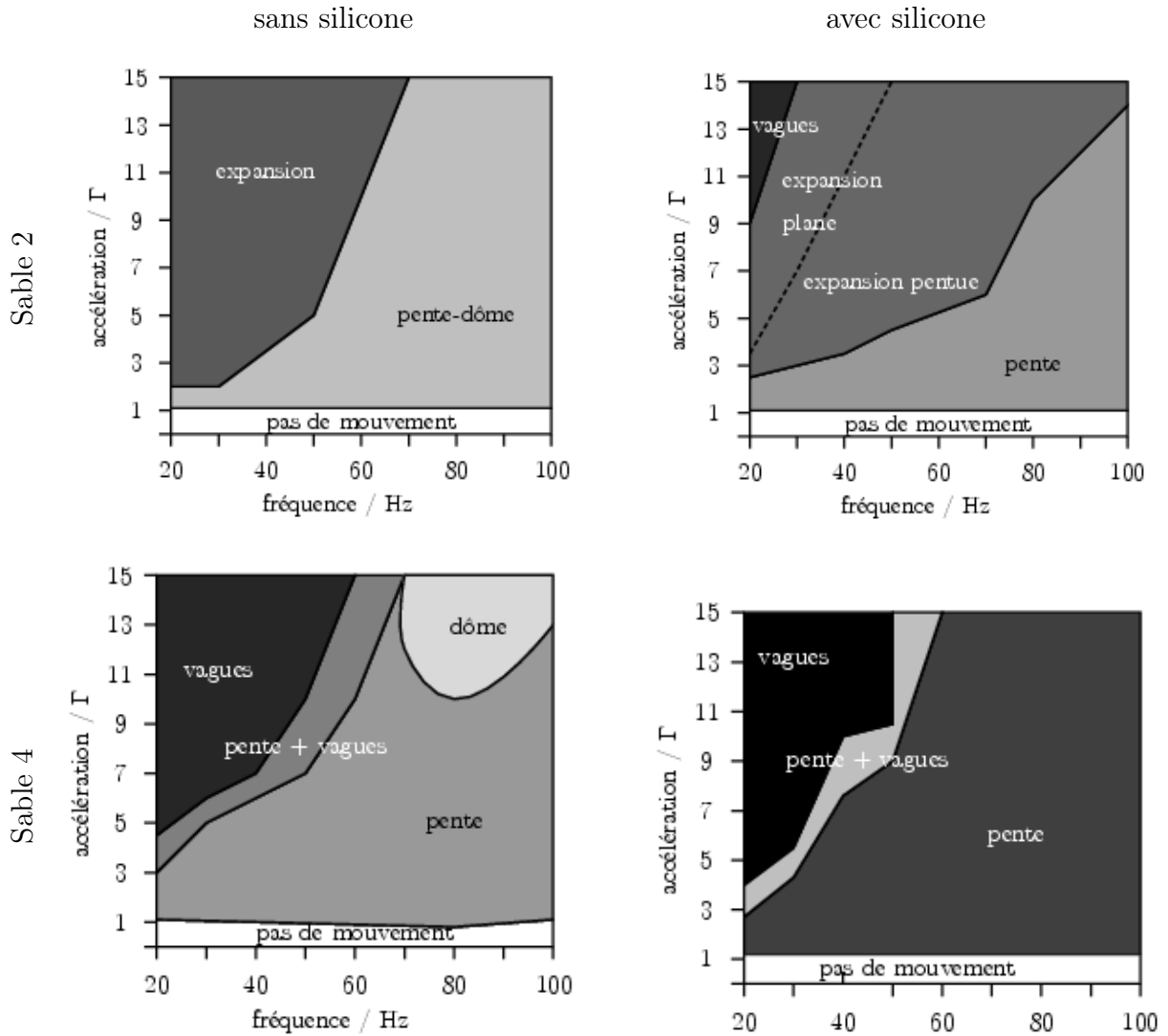


Figure 58 – Diagramme fréquence - accélération des mouvements d'ensemble du sable 4 et du sable 2 avec et sans silicone sur les parois internes des récipients soumis à des vibrations verticales. $d_{moyS4} = 370 \mu\text{m}$, $d_{moyS2} = 660 \mu\text{m}$, $D = 28 \text{ mm}$, $H_0 = 30 \text{ mm}$, pot vibrant EMSE, paroi lubrifiée au silicone.

Dans le cas du sable 4, les diagrammes (Γ, f) des mouvements granulaires dynamiques avec et sans silicone sont proches (fig.58). La seule différence concerne la zone d'apparition d'un dôme qui disparaît lorsque du silicone recouvre les parois des récipients.

Influence de la friction sur les mouvements granulaires

- ▶ Sable 2 : apparition de vagues pour des accélérations de forte intensité.
- ▶ Sable 4 : disparition de la zone de dôme.

Etudions maintenant l'évolution dynamique et relaxée de la compacité des empilements de sable 4 lorsque du silicone est introduit dans les récipients.

V.C.2 Mesure de la compacité du sable 4

Comme l'état de surface des parois internes des récipients a été modifiée, la compacité initiale des échantillons de sable 4 a été recalculée. Avec la technique de pluviation simple, les échantillons de sable 4 ont une compacité initiale de 0,643 lorsque du silicone recouvre les parois des récipients. La compacité obtenue est plus forte de 1 % par rapport à celle des échantillons initiaux préparés dans des récipients sans silicone sur les parois (0,636).

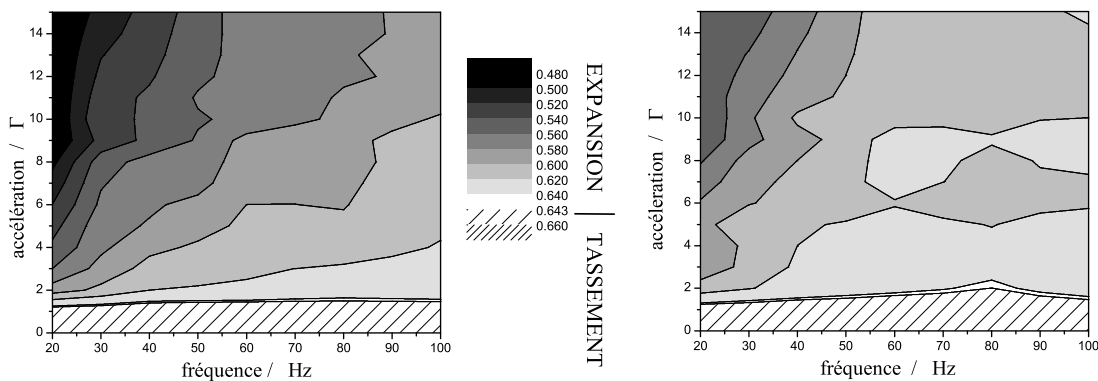


Figure 59 – Diagrammes fréquence - accélération de la compacité dynamique (gauche) et relaxée (droite) du sable 4 en présence de silicone sur les parois internes des récipients soumis à des vibrations verticales. $d_{moy} = 370 \mu\text{m}$, $D = 28 \text{ mm}$, $H_0 = 30 \text{ mm}$, pot vibrant EMSE, paroi lubrifiée au silicone.

L'empilement des grains de sable 4 se tasse et se dilate de la même manière que les parois des récipients soient recouvertes ou non de silicone (fig.59). Le tassement maximal obtenu est de 0,659 pour $\Gamma = 1$, ce qui correspond à un gain de compacité de 2,5 %. La dilatation maximale du milieu correspond à une compacité de 0,482, soit une perte de compacité de

27 %. L'évolution dynamique de la compacité d'empilements contenus dans des récipients à faible taux de friction aux parois est équivalente à celle d'empilements contenus dans des récipients sans pré-traitement de surface.

Au final, la dilatation la plus importante après arrêt des vibrations vaut 15 %, soit une compacité de 0,546. Ce taux de dilatation relaxée est plus important que ceux observés jusqu'à présent en l'absence de silicone.

Influence de la friction sur la compacité du sable 4

- ▶ L'ajout de silicone ne modifie pas les taux de dilatation dynamique.
- ▶ La dilatation relaxée est plus importante en présence de silicone sur les parois.

La construction des diagrammes (Γ, f) permet de visualiser simultanément l'influence de la fréquence et de l'accélération sur les mouvements d'ensemble des grains, la compacité, dynamique et la compacité relaxée. Essayons maintenant de déterminer une relation liant les mouvements ou la compacité avec la fréquence et l'accélération.

V.D MODÉLISATION ÉNERGÉTIQUE DES ÉTATS VIBRATOIRES

V.D.1 *Position du problème et hypothèses*

Les échanges d'énergie par unité de temps entre le système vibrant et le milieu granulaire sont régis par deux phénomènes : la transmission et la dissipation de l'énergie.

✓ Transmission de l'énergie

- ▷ Le pot vibrant délivre une puissance qui pilote le mouvement de la plaque à accélération et fréquence donnée. La puissance utile disponible sur la plaque est constante et indépendante de la masse attachée à cette plaque.

- ▷ Cette puissance est supposée être transmise de façon intégrale à la plaque métallique sur laquelle est fixée l'accéléromètre donnant la valeur nominale de l'accélération de la plaque (pas forcément la même à l'intérieur du milieu granulaire).
- ▷ Le récipient en polystyrène contenant l'échantillon, collé sur cette plaque, transmet les vibrations par ses parois latérales et sa paroi inférieure.
- ▷ Le milieu granulaire reçoit les ondes vibratoires via les parois du récipient et les transmet grain par grain, de proche en proche, à l'ensemble du milieu granulaire.

✓ Dissipation de l'énergie

- ▷ On peut supposer que la dissipation d'énergie est faible lors de la transmission des vibrations entre la plaque et le récipient.
- ▷ La dissipation d'énergie vibratoire s'effectue de façon quasi-instantanée lors des chocs entre les grains ou au niveau grains-paroi sous la forme d'ondes de compression et de cisaillement, ou sous forme thermique.
- ▷ Les processus dissipatifs près des parois du récipient et dans le volume seront affectés différemment quand la masse de grains augmente.
- ▷ Un coefficient d'atténuation $a(z,r)$ peut être défini pour traduire l'amortissement du signal vibratoire transmis à tout le milieu granulaire.
- ▷ Nous supposerons en fait que le milieu granulaire est homogène de ce point de vue là, et que la puissance fournie au milieu granulaire par le pot vibrant sera une fonction constante indépendante de la masse de solide présente dans le récipient cylindrique. Ceci est vrai pour une fréquence et une accélération données $W = W(\Gamma, f)$.

✓ Bilan

A chaque instant l'énergie transmise est égale à l'énergie dissipée . A la mise en route et à la coupure du courant, les temps de relaxation sont très faibles.

V.D.2 *Etude de la transmission de l'énergie*

Par définition, l'amplitude z_0 de vibration de la plaque est définie par la relation (a), où Γ représente l'accélération relative, g la force de pesanteur et f la fréquence de vibration

en Hertz.

$$(a) \quad z_0 = \frac{\Gamma g}{(2\pi f)^2}$$

Tant que l'énergie mise en jeu reste faible, c'est-à-dire avant l'apparition des phénomènes d'expansion ou de vagues, le lit de poudre vibre en phase avec la plaque support. L'énergie maximale transmise par le pot vibrant au milieu granulaire par cycle de vibration, pour une masse m de poudre, peut alors s'écrire de la façon suivante :

$$(b) \quad E_{PV} = mg2z_0 = \frac{mg^2\Gamma}{2\pi^2 f^2} = E_0 + E$$

E_0 représente l'énergie nécessaire à la mise en mouvement du milieu granulaire. Tandis que E est l'énergie cinétique transférée aux particules en mouvement dans un repère lié à la plaque. La combinaison des équations (a) et (b) fournit une relation entre Γ et f :

$$(c) \quad \Gamma = \frac{2\pi^2}{g^2} \left(\frac{E_0}{m} + \frac{E}{m} \right) f^2$$

L'observation des mouvements granulaires nécessite que l'énergie par unité de masse, E_{PV}/m dépasse une valeur critique E_0/m où

$$(d) \quad \frac{E_0}{m} = \frac{\Gamma_{limite} g^2}{2\pi^2 f^2}$$

Γ_{limite} représente l'accélération relative à partir de laquelle il est possible de mettre en mouvement les grains. Nous avons observé la même valeur $\Gamma_{limite} \approx 1,2$ quelle que soit la fréquence. En remplaçant E_0/m dans l'équation (c) :

$$(e) \quad \Gamma = \Gamma_{limite} + \frac{2\pi^2}{g^2} \frac{E}{m} f^2$$

Remplaçons alors les diagrammes (Γ, f) des limites d'apparition des mouvements et de la compacité dynamique (fig.60) par des diagrammes $(\Gamma - \Gamma_{limite}, f^2)$. Les transitions inter-mouvements et les courbes iso-compacité se transforment en droites dont la pente est proportionnelle à l'énergie par unité de masse E/m d'après le calcul précédent. Ce résultat montre que c'est l'énergie apportée par unité de masse qui contrôle l'apparition des mouvements et la compacité dynamique du milieu granulaire.

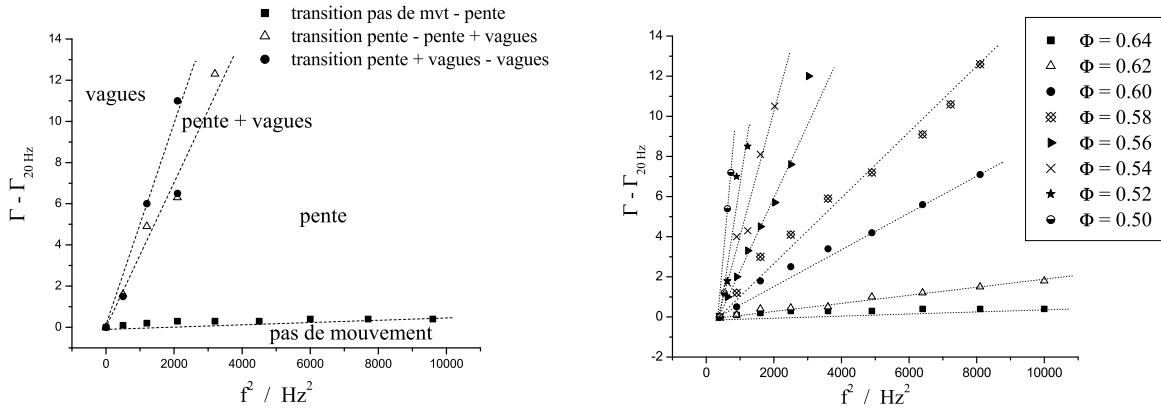


Figure 60 – Diagramme des limites d'apparition des mouvements et de la compacité dynamique en fonction du carré de la fréquence et de l'accélération relative du sable 4 soumis à des vibrations verticales. $d_{moy} = 370 \mu\text{m}$, $D = 28 \text{ mm}$, $H_0 = 30 \text{ mm}$, pot vibrant EMSE, paroi lubrifiée au silicone.

En supposant que cette énergie est entièrement utilisée par le milieu granulaire sous forme d'énergie potentielle, on peut en déduire un déplacement moyen équivalent de grains :

$$(f) \quad E_m = g \cdot \Delta z$$

Ainsi l'apparition du mouvement à 1,2 g correspond à une énergie de $1,63 \cdot 10^{-5} \text{ J} \cdot \text{Kg}^{-1}$ soit un déplacement de $1,66 \mu\text{m}$ ($\Delta z/d = 4,5 \cdot 10^{-3}$). Ce résultat concorde avec les observations faites au cours de nos expériences. Un déplacement de $1,66 \mu\text{m}$ des grains correspond bien au phénomène de "frémissement" observé des grains. De la même façon la transition entre le mouvement de "pente" et celui de "pente + vagues" correspond à un déplacement maximal des grains de 1,9 mm. Enfin l'apparition des vagues correspond à un déplacement de 2,3 mm, soit trois fois le diamètre moyen des grains. Calculons également les déplacements correspondants aux courbes iso-compacité dynamique (tab.6).

C	0,64	0,62	0,60	0,58	0,56	0,54	0,52	0,50
Δz	18 μm	74 μm	412 μm	726 μm	2,0 mm	3,1 mm	5,4 mm	10,9 mm
$\Delta z/d$	0,05	0,20	1,11	1,96	5,43	8,32	14,6	29,4

Tableau 6 – Détermination des déplacements possibles du milieu granulaire en fonction de sa compacité dynamique suivant la relation (f).

Modélisation énergétique des états vibratoires

- ▶ La compacité dynamique du milieu granulaire vibré et les changements de comportement sont corrélés à l'énergie apportée au milieu granulaire par cycle de vibration (soit encore à l'amplitude de la vibration).
- ▶ Cette énergie peut être reliée à un déplacement moyen équivalent des grains.

Maintenant que les comportements sous vibrations des sables et billes de verre sont mieux connus, il nous a semblé intéressant d'étudier l'influence de paramètres, jusqu'à présents fixés, comme les dimensions de l'empilement granulaire initial. Cette étude ne porte que sur un seul sable, le sable 4.

V.E ÉTUDE DE DIMENSIONNEMENT DES FUSIBLES

La société *Ferraz Shawmut* utilise pour fabriquer ses fusibles, des coques céramiques de différentes tailles (diamètre et hauteur) suivant le courant nominal des fusibles. Par ailleurs, suivant la taille de la coque céramique, un nombre plus ou moins important de lames métalliques sont introduites dans le fusible. La présence de ces lames métalliques dans l'empilement granulaire crée un effet de paroi qui va contraindre localement l'arrangement des grains. Depuis McGeary [49], il est connu que la présence d'une paroi influence l'ordonnement des billes de verre sur une épaisseur égale à 5 fois le diamètre des billes.

Aussi il nous a semblé intéressant de déterminer la loi d'échelle qui régie l'empilement des grains de sable dans les fusibles. Pour cela, nous allons modifier la taille de nos "fusibles modèles" et d'en étudier la conséquence sur la compacité des empilements. Pour les échantillons ne contenant pas de lames métalliques, réduire leur diamètre par 2 pourrait revenir simplement à y introduire une lame métallique au milieu. Notre étude portera sur deux paramètres : le diamètre des récipients et la hauteur initiale de sable introduite dans ces derniers.

V.E.1 Influence sur le comportement collectif des grains

V.E.1.a Caractéristiques des échantillons initiaux

Deux paramètres sont modifiés au cours de cette étude : le diamètre D , des récipients et la hauteur initiale H_0 du lit de sable. Les récipients utilisés pour cette étude sont cylindriques en polystyrène transparent. Leurs dimensions (Diamètre_{interieur} × Hauteur) sont 13×100 mm, 28×70 mm et 55×120 mm. Le protocole expérimental est le même que précédemment. Les parois des récipients sont recouvertes d'un film de silicone puis séchées à l'étuve. Le sable 4 ($d_{moy} = 370 \mu\text{m}$), est introduit dans les récipients par la technique de pluviation à un seul tamis jusqu'à une hauteur H_0 . La distance fond du récipient - tamis a due être augmentée à 120 mm au lieu de 100 mm précédemment (chapitre 2). Comme nous voulons faire varier le diamètre et la hauteur initiale de sable, différentes hauteurs H_0/d ont été fixées : 40, 81, 122 et 162. Les mesures de la compacité initiale des échantillons ainsi préparés montrent une certaine disparité résumée dans le tableau 7. Chaque valeur de compacité indiquée représente la moyenne effectuée sur 5 échantillons.

H_0/d \ D/d	35	76	149
40	$C = 0,636 \pm 0,026$	$C = 0,628 \pm 0,010$	$C = 0,706 \pm 0,021$
	$m = 3,35 \text{ g}$	$m = 15,4 \text{ g}$	$m = 66,2 \text{ g}$
81	$C = 0,660 \pm 0,004$	$C = 0,643 \pm 0,012$	$C = 0,666 \pm 0,006$
	$m = 6,95 \text{ g}$	$m = 31,5 \text{ g}$	$m = 125,9 \text{ g}$
122	$C = 0,660 \pm 0,000$		
	$m = 10,4 \text{ g}$		
162	$C = 0,666 \pm 0,006$		
	$m = 14,0 \text{ g}$		
			$m = 247,6 \text{ g}$

Tableau 7 – Mesure de la compacité des échantillons initiaux obtenus par pluviation dans des récipients de diamètres intérieurs 13, 28 et 55 mm et de hauteurs initiales de sable variant de 15 à 60 mm. La masse moyenne de sable introduite est également indiquée. $d_{moy} = 370 \mu\text{m}$, paroi lubrifiée au silicone.

L'étude de l'influence des dimensions initiales du milieu granulaire se divise en deux parties. Dans un premier temps, des diagrammes (Γ, f) représentant les mouvements des grains sont réalisés pour des échantillons quasiment aussi haut que large ; c'est-à-dire de dimensions $D/d \times H_0/d$ égaux à 35×40 , 76×81 mm et 149×162 mm. Dans la seconde partie, tous les couples $D/d \times H_0/d$ (tab.7) sont concernés mais seules les compacités dynamique et relaxées de quelques couples (Γ, f) seront étudiées.

V.E.1.b Etude du comportement dynamique des grains

Les trois diagrammes présentés ci-dessous (fig.61) correspondent à trois types d'échantillons : 35×40 , 76×81 et 149×162 dont les compacités initiales sont rassemblées dans le tableau 7. Les effets des dimensions initiales du milieu granulaire sont clairement visibles. Dans les échantillons 35×40 , les grains de sable se mettent en mouvement à 1,2 g suivant une dynamique de pente. A partir de 6-7 g, deux possibilités s'offrent aux grains. Soit la fréquence est inférieure à 60 Hz et alors la pente se transforme en vagues. Soit la fréquence est supérieure à 60 Hz et la pente se transforme en un mouvement d'expansion du milieu avec une surface plane, un décollage de l'ensemble des grains et un vol libre de particules en surface. En doublant les dimensions du milieu granulaire initial (76×81), le mouvement "pente + vagues" fait son apparition au détriment du phénomène d'expansion. La zone de formation des vagues est également réduite en fréquence. Cependant dans la zone indiquée "pente", il faut savoir que la partie située au dessus de la ligne blanche correspond à un mouvement convectif de type "pente" combiné avec le décollage du lit de grains. Cela revient à un mouvement cohérent pentu. Enfin en doublant encore une fois les dimensions des échantillons (149×162), les mêmes zones de comportements sont obtenues seules les transitions entre les comportements sont modifiées. L'apparition du mouvement à 100 Hz est également plus difficile pour ce troisième type d'échantillon.

Essayons d'appliquer notre modélisation énergétique à ces résultats. D'après la modélisation, quelle que soit les dimensions de l'échantillon, le même comportement devrait être observé pour un même couple (Γ, f) . Or les trois diagrammes (Γ, f) (fig.61) montrent qu'au contraire des comportements différents pour des couples (Γ, f) identiques. Notre modélisation énergétique devra être complétée dans l'avenir en faisant intervenir un effet

surfacique en plus de l'effet volumique. En effet dans l'échantillon de dimension 35×40 , de forts effets de paroi existent et diminuent la mobilité des grains de sable. L'effet surfacique ne peut alors plus être négligé. A l'inverse dans l'échantillon 149×162 , les effets de bords sont négligeables devant le volume granulaire. C'est l'effet volumique qui domine.

Nous venons d'observer que l'augmentation simultanée du diamètre et de la hauteur des échantillons modifie le comportement dynamique sous vibrations du sable 4. Observons maintenant l'effet du diamètre et de la hauteur des échantillons sur la compacité dynamique et la compacité relaxée du sable 4 afin de déterminer quel paramètre est prépondérant.

V.E.2 *Influence sur la compacité du milieu granulaire*

Dans un premier temps, nous étudierons l'effet d'une modification simultanée du diamètre et de la hauteur des échantillons sur la compacité. Ce cas de figure est représenté par les échantillons de la section précédente qui sont aussi haut que large ($H_0/D \approx 1$). Ensuite nous analyserons l'effet de la hauteur de sable sur la compacité du milieu granulaire. Deux cas seront étudiés :

- ▷ La hauteur de sable est inférieure au diamètre, $H_0/D \leq 1$
- ▷ La hauteur de sable est supérieure au diamètre, $H_0/D \geq 1$

Enfin nous présenterons les résultats de la variation du diamètre de l'échantillon sur la compacité dynamique ($H_0/D \neq 1$)

Afin de pouvoir comparer nos échantillons, nous utiliserons la valeur de $\Delta C/C_0 \times 100$, représentant le gain (tassement $\Delta C \geq 0$) ou la perte (dilatation $\Delta C \leq 0$) de compacité, au lieu de la compacité.

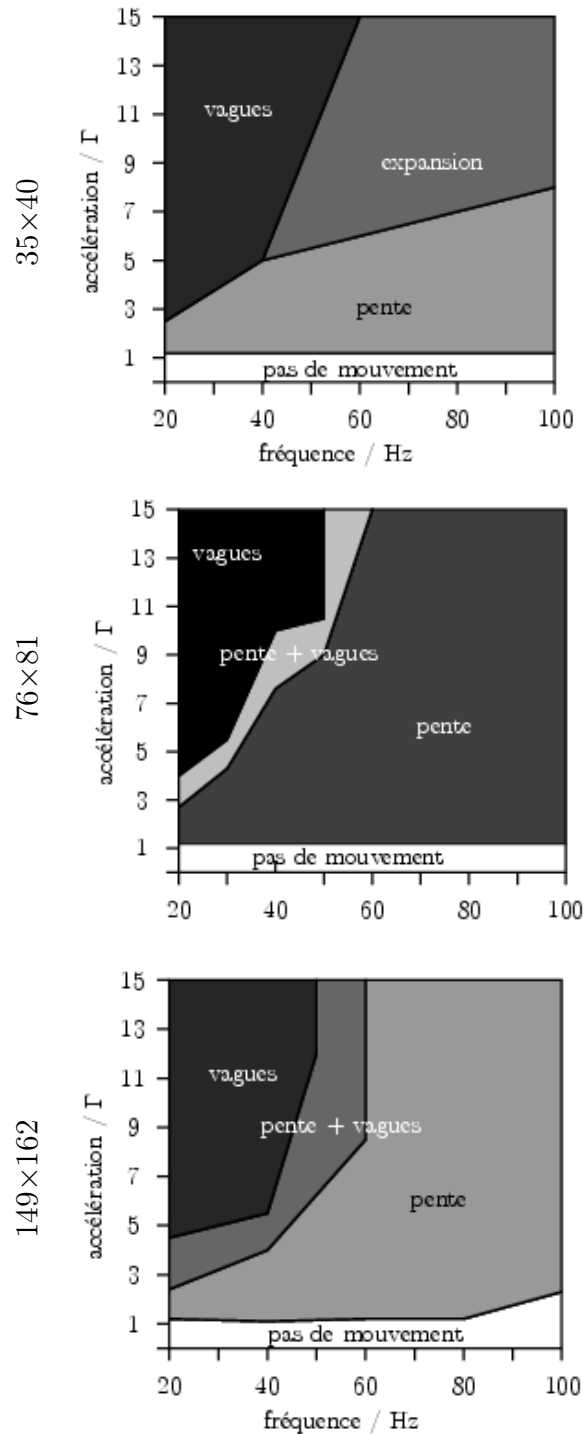


Figure 61 – Diagramme fréquence - accélération des mouvements d'ensemble du sable 4 soumis à des vibrations verticales pour différentes tailles d'échantillons. $d_{moy} = 370 \mu\text{m}$, pot vibrant EMSE, paroi lubrifiée au silicone.

V.E.2.a Influence conjointe du diamètre et de la hauteur des échantillons

Trois dimensions d'échantillons sont étudiées dans cette partie, 35×40 , 76×81 et 149×162 . La figure 62 résume les valeurs de gain/perte de compacité dynamique et relaxée obtenues pour nos échantillons en fonction de la fréquence et de l'accélération relative, Γ .

Quelle que soit la fréquence utilisée, l'augmentation des dimensions de l'échantillon réduit le phénomène de dilatation du milieu granulaire. Il semble qu'en augmentant la hauteur de sable dans les récipients on crée un effet "silo". En effet l'augmentation de la hauteur de sable diminue la mobilité des grains dans la direction verticale. D'une part la propagation de l'onde vibratoire est freinée lorsqu'elle traverse le milieu granulaire. Pour une hauteur de 40 grains tous les grains peuvent être mis en mouvement. Par contre pour une hauteur de 162 grains, l'onde vibratoire reçue par les grains de la couche supérieure est minime et insuffisante pour permettre leur déplacement. D'autre part l'augmentation de la hauteur de sable crée un effet de blocage des mouvements granulaires dus à l'augmentation de la masse de grains qui appuie sur les couches inférieures.

Influence du diamètre et de la hauteur sur la compacité, $H/D \approx 1$

- L'augmentation des dimensions des échantillons réduit la dilatation du milieu granulaire (dynamique et relaxée).

La variation simultanée du diamètre des récipients et de la hauteur de sable montre un effet sur la compacité du milieu granulaire. Les vibrations appliquées étant verticales, l'effet de la hauteur de sable pourrait être prédominant sur l'effet du diamètre. Afin de répondre à cette question, faisons maintenant varier soit le diamètre des récipients, soit la hauteur de sable.

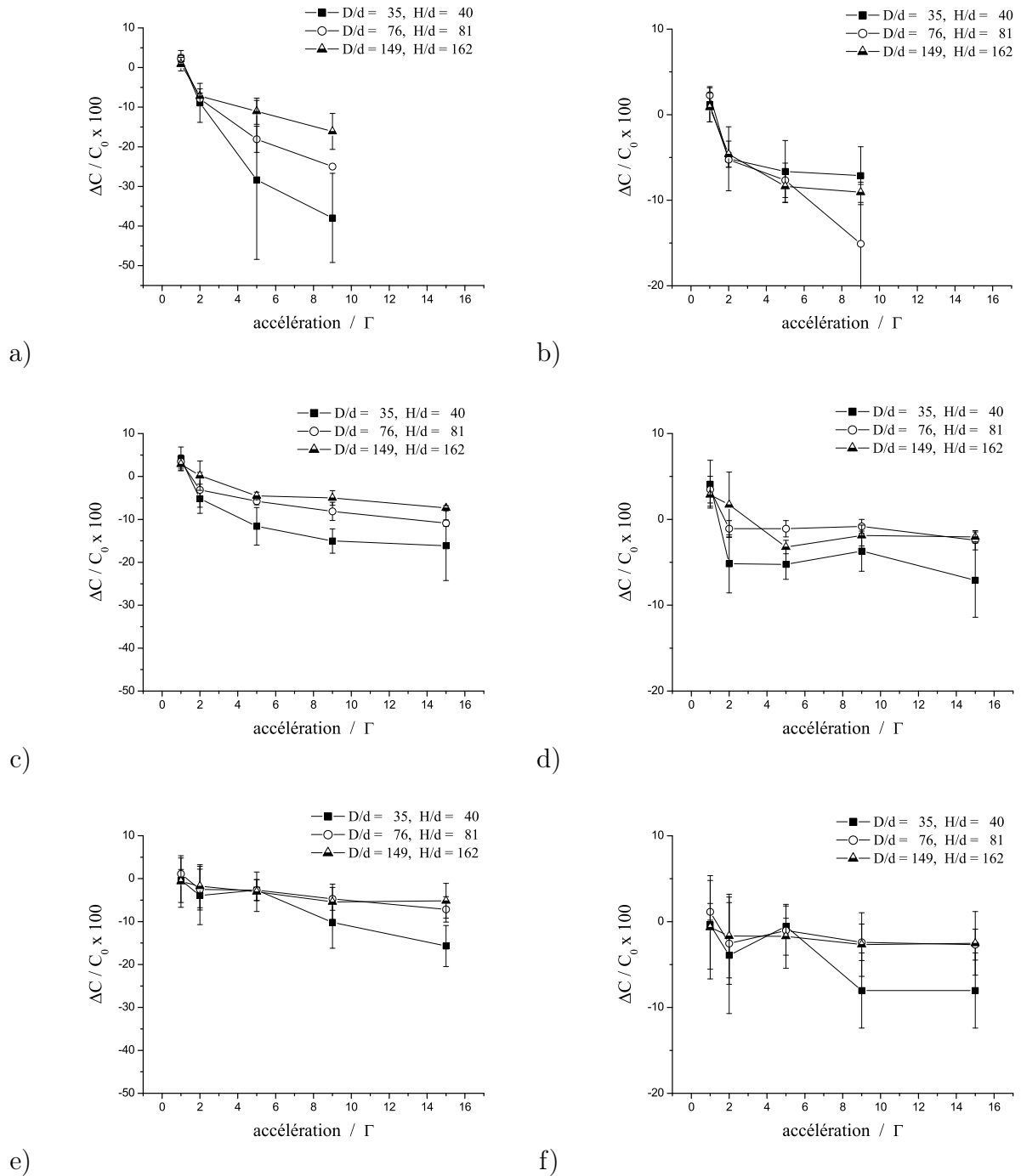


Figure 62 – Influence du diamètre et de la hauteur sur le gain/perte de capacité dynamique (a-c-e) et de capacité relaxée (b-d-f) pour un rapport H/D de l'ordre de 1 à 20 Hz (a, b), à 60 Hz (c, d) et à 100 Hz (e, f). $d_{moy} = 370 \mu m$, pot vibrant EMSE, paroi lubrifiée au silicone.

V.E.2.b Influence de la hauteur initiale de sable

L'étude de l'influence de la hauteur de remplissage des fusibles a été menée avec des récipients de diamètre 13 mm (fig.63) et 55 mm (fig.64). Quel que soit le diamètre de récipient utilisé, l'augmentation de la hauteur initiale du remplissage entraîne une diminution de la dilatation dynamique du milieu granulaire. Ces résultats confirment l'influence prépondérante de la hauteur de sable sur la dilatation d'un milieu granulaire par rapport au diamètre du récipient. D'après la modélisation précédente, une même vibration fournit un même E/m au milieu granulaire quelles que soient ses dimensions. Un déplacement équivalent peut alors être calculé correspondant à une compacité dynamique donnée. Seulement si l'on compare le déplacement équivalent du milieu granulaire Δz avec la hauteur initiale de remplissage, on note que ce rapport diminue avec l'augmentation de la hauteur de sable. Donc l'augmentation de la hauteur initiale de sable réduit l'effet du déplacement global du milieu granulaire. Une atténuation de l'effet vertical de la vibration verticale est observée réduisant la dilatation. On peut alors supposer que dans le cas de vibrations horizontales la variation du diamètre des récipients deviendra le facteur majeur influençant le taux de dilatation du milieu granulaire.

Influence de la hauteur initiale de sable

- ▶ L'augmentation de la hauteur initiale de sable entraîne une diminution de la dilatation du milieu granulaire.
- ▶ Le paramètre majeur (H ou D) pour la dilatation d'un milieu granulaire doit correspondre à la direction de vibration.

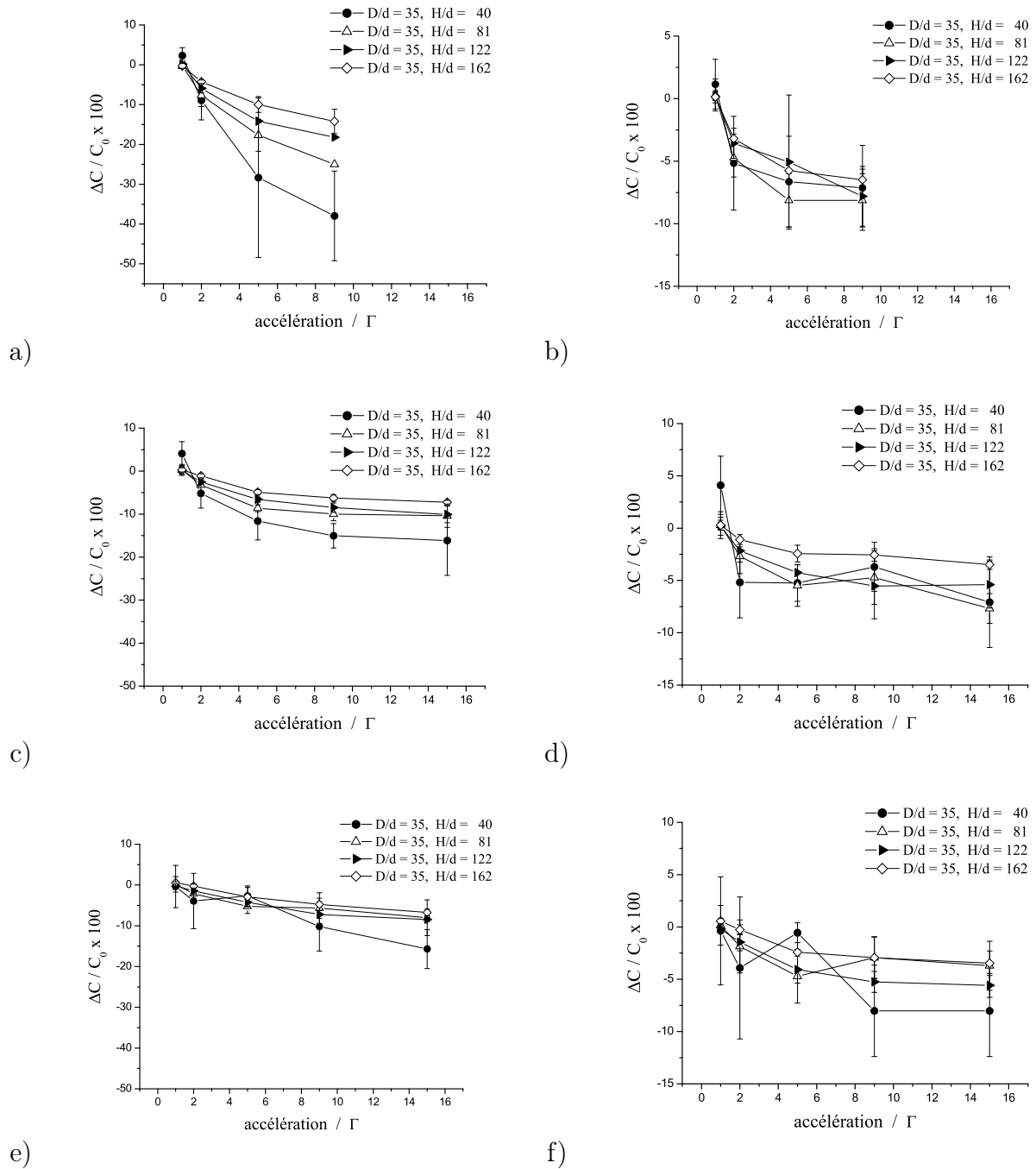


Figure 63 – Influence de la hauteur initiale de sable sur le gain/perte de compacité dynamique (a-c-e) et de compacité relaxée (b-d-f) pour un diamètre de récipient de 13 mm à 20 Hz (a, b), à 60 Hz (c, d) et à 100 Hz (e, f). $d_{moy} = 370 \mu\text{m}$, pot vibrant EMSE, paroi lubrifiée au silicone.

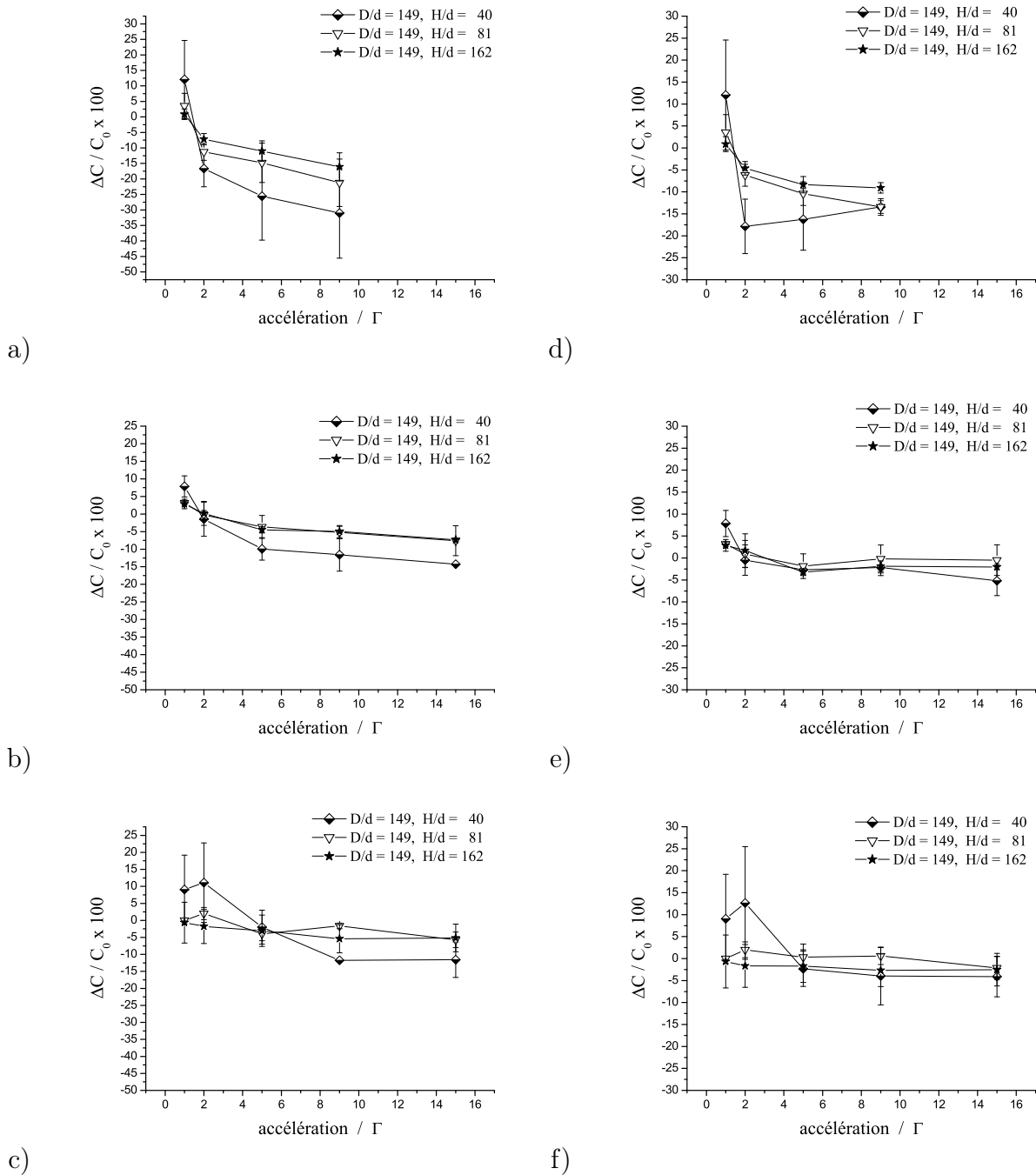


Figure 64 – Influence de la hauteur initiale de sable sur le gain/perte de compacité dynamique (a-c-e) et de compacité relaxée (b-d-f) pour un diamètre de récipient de 55 mm à 20 Hz (a, b), à 60 Hz (c, d) et à 100 Hz (e, f). $d_{moy} = 370 \mu\text{m}$, pot vibrant EMSE, paroi lubrifiée au silicone.

Vérifions maintenant l'effet du diamètre de l'échantillon sur l'évolution de la compacité dynamique et relaxée.

V.E.2.c Variation du diamètre pour une hauteur fixe de sable

Cette fois la hauteur de sable est fixée à 30 mm soit 81 grains et le diamètre des récipients varie. Les trois même fréquences ont été étudiées 20, 60 et 100 Hz (fig.65).

L'effet de la variation du diamètre sur la dilatation du milieu granulaire (fig.65) est moins marqué que pour une variation conjointe du diamètre et de la hauteur. Les compacités obtenues sont proches voire égales pour les trois diamètres de récipients utilisés. Ceci semble confirmer un effet de la hauteur plus important que celui du diamètre.

Influence du diamètre sur la compacité pour une hauteur H fixe

► L'augmentation du diamètre influence peu la dilatation du milieu granulaire.

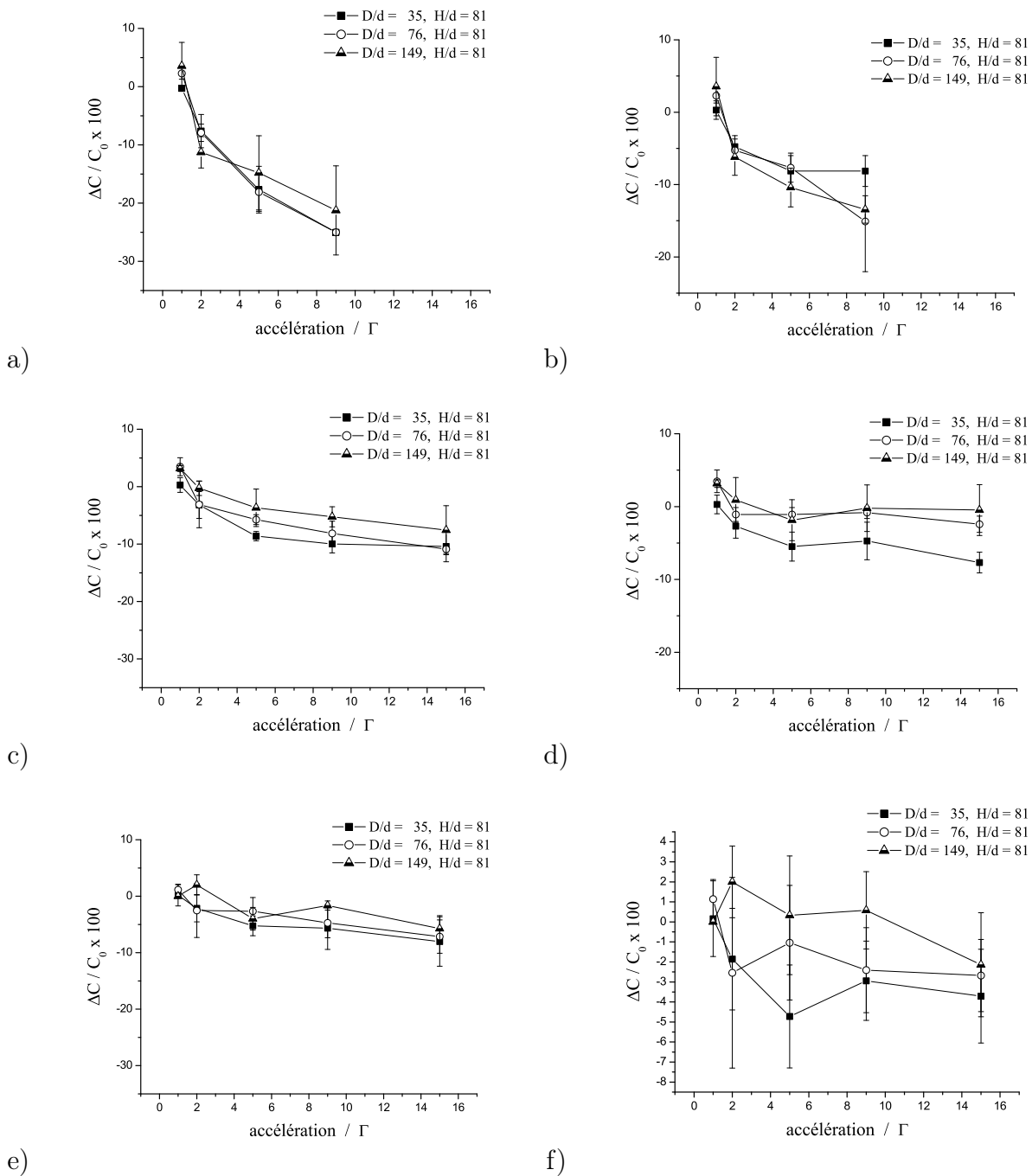


Figure 65 – Influence du diamètre sur le gain/perte de compacité dynamique (a-c-e) et de compacité relaxée (b-d-f) pour une hauteur initiale de sable de 30 mm à 20 Hz (a, b), à 60 Hz (c d) et à 100 Hz (e, f). $d_{moy} = 370 \mu\text{m}$, pot vibrant EMSE, paroi lubrifiée au silicone.

La figure 66 résume l'effet des dimensions du milieu granulaire sur sa dilatation dynamique. En traçant la dilatation dynamique du milieu en fonction du rapport H_0/D , l'effet du diamètre et de la hauteur sont clairement visibles. Ainsi à diamètre fixe, la dilatation du milieu granulaire diminue avec l'augmentation de la hauteur initiale de sable. Par contre dans le cadre de vibrations verticales, à hauteur de sable fixe, la variation du diamètre des récipients a peu voire pas d'influence sur la dilatation du milieu granulaire.

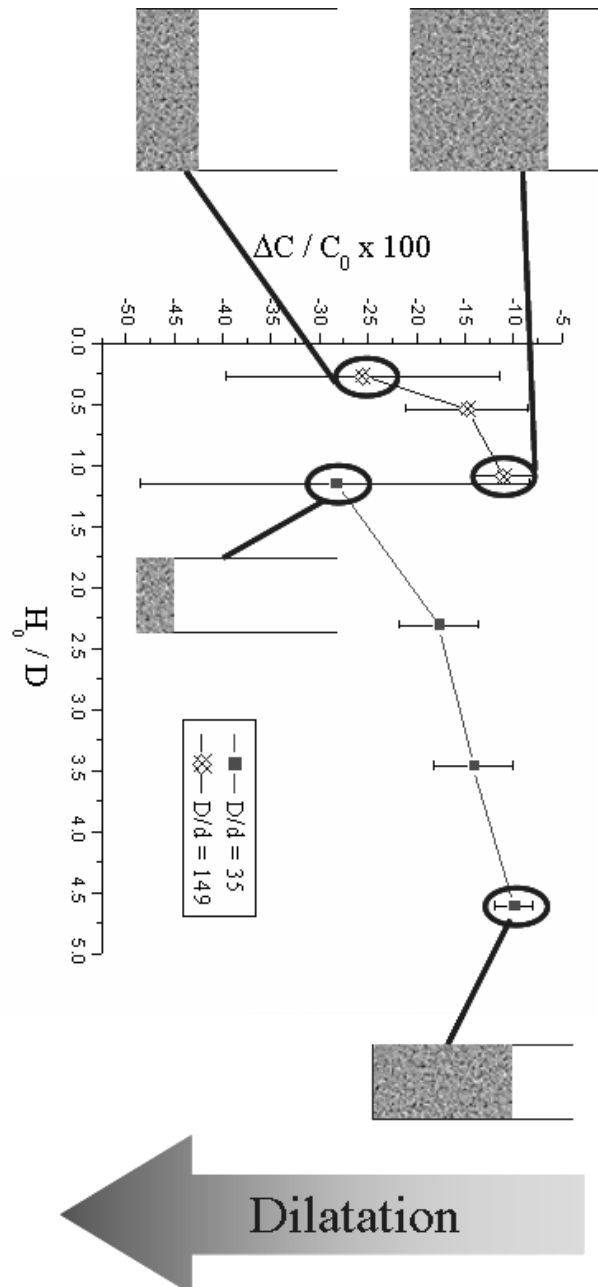


Figure 66 – Influence du rapport H_0/D sur la dilatation du milieu granulaire à 5g 20 Hz. $d_{moy} = 370 \mu\text{m}$, pot vibrant EMSE, paroi lubrifiée au silicone.

V.E.2.d Modification du système convectif

D'autre part L'augmentation du diamètre des récipients a permis d'observer une modification de la convection. Ainsi les échantillons de diamètre 13 mm présentent un seul type de convection : la convection de type pente. La multiplication par deux du diamètre des récipients ($D = 28$ mm) permet de former des dôme correspondant à une convection torique. En multipliant encore par deux le diamètre des récipients ($D = 55$ mm), un nouvel état de surface est observé. Pour une vibration de 1,2 g 100 Hz la formation d'un cratère est observée au centre de la surface du milieu granulaire (fig.67). Ce phénomène correspond à l'apparition d'un nouveau type de convection constituée de deux cellules de convection toriques placées côte à côte dans le récipient. Ce phénomène a été décrit par Wassgren [87]. Pour exister, une cellule a besoin d'un minimum d'espace, correspondant à sa taille critique. Nous avons estimé cette taille critique en considérant que le gradient de vitesse des grains dans une couche en mouvement touche N_c grains avec N_c compris entre 5 et 10 grains. Une cellule cylindrique devrait donc comporter $2N_c$ soit 15 grains en moyenne suivant le diamètre du cylindre. Ceci correspond pour des grains de sable de diamètre moyen égale à $370 \mu\text{m}$ à un minimum de $2N_c d$ soit 11 mm de diamètre pour une cellule. Ainsi à partir d'un diamètre de récipient de 22 mm, il serait possible d'observer théoriquement deux cellules. En fait, cette observation n'est réalisée qu'à partir d'un diamètre de 55 mm et pas avec un diamètre de récipient de 28 mm. Donc le nombre critique de grains pour la bifurcation du nombre de cellule de convection est tel que :

$$(g) \quad \frac{28}{0,370} \cdot \frac{1}{4} < N_c < \frac{55}{0,370} \cdot \frac{1}{4}$$

Ceci est vrai pour le couple (Γ, f) étudié et avec une surface recouverte de silicone.

L'augmentation du diamètre du récipient permet l'insertion de cellules de convection supplémentaires si le diamètre du récipient est un multiple de la taille critique de la cellule.

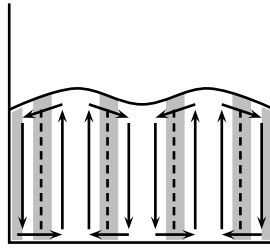


Figure 67 – Schéma de la formation d'un cratère et dédoublement des cellules de convection. Les zones en gris indiquent les zones de cisaillement.

En comparant les systèmes convectifs avec le comportement global des milieux granulaires, on note que le passage d'une convection de type pente à une convection de type dôme modifie fortement le comportement du milieu granulaire (fig.61). Alors que l'augmentation du nombre de cellules de convection toriques induit des modifications minimales du comportement du milieu granulaire (fig.61).

Influence du diamètre des échantillons sur la convection

- ▶ L'augmentation du diamètre des échantillons permet d'augmenter le nombre de cellules de convection.
- ▶ Une cellule de convection a besoin d'un espace minimum pour exister.
- ▶ Le changement de convection modifie le comportement global du milieu granulaire.
- ▶ Application directe à la présence de lames métalliques.

Ces résultats sont directement applicables à la fabrication des fusibles. En effet *Ferraz Shawmut* produit des fusibles de diamètre et de hauteur différents et insère également un nombre variable de lames métalliques à l'intérieur des coques céramiques. L'insertion d'une lame métallique au centre d'une coque céramique correspond à la création de deux sous-volumes. Ainsi l'observation du comportement des grains de sable dans un cylindre de diamètre D_i et dans un cylindre de diamètre $2D_i$ coupé en deux par une lame métallique est proche. Grâce aux résultats trouvés au cours de cette étude, on sait qu'en fonction du nombre de lames métalliques insérées dans le fusible, les cellules de convection seront différentes, que la mobilité des grains de sable sera modifiée et enfin que la compacité finale obtenue sera différente. Ainsi il est désormais possible d'adapter les caractéristiques de la vibration au nombre de lames métalliques des fusibles.

Troisième partie

ANALYSE DE LA MICROSTRUCTURE PAR TOMOGRAPHIE X

Etude par tomographie X

Jusqu'à récemment l'observation de l'arrangement interne d'un milieu granulaire nécessitait de figer l'échantillon dans de la résine puis d'y découper des tranches. Chaque coupe était ensuite polie et examinée à l'aide d'un microscope. Malheureusement cette méthode comporte quelques défauts. En effet lors des phases de tronçonnage et de polissage, des grains peuvent être arrachés, créant ainsi de nouvelles porosités et faussant l'analyse. D'autre part, les relations stéréologiques qui permettent d'estimer certaines grandeurs de la microstructure à 3D à partir de mesures sur un plan de section présentent des limites. Par exemple il n'est pas possible à partir d'une section 2D d'estimer la connexité d'un empilement de particules et le nombre total de particules par unité de volume. D'autre part, l'arrangement des grains n'étant pas forcément isotrope, l'application de certaines relations de stéréologie est délicate. L'utilisation de cette méthode classique d'observation des arrangements de grains n'est donc pas totalement satisfaisante.

A l'heure actuelle, une nouvelle méthode permet de déterminer les caractéristiques internes d'un empilement granulaire sans le détruire : la tomographie par rayons X. Cette technique, non destructive, permet de réaliser l'image en trois dimensions d'un empilement. L'analyse d'images permet ensuite de réaliser des mesures quantitatives directement sur l'image 3D sans avoir besoin de poser aucune hypothèse, quant à la répartition spatiale des phases analysées.

Ainsi pour compléter les mesures de compacités dynamique et relaxée développées dans les chapitres précédents, nous avons réalisé plusieurs images 3D d'échantillons et développé des algorithmes de traitement d'images permettant de déterminer des grandeurs telles que la taille des grains, le nombre de contacts de chaque grain et la surface de ces contacts. La compacité locale des échantillons a également pu être déterminée ainsi que les caractéristiques de la phase poreuse. L'intérêt de la tomographie X est de pouvoir réaliser les mesures aussi bien sur la globalité des échantillons que localement, afin de détecter ou non la présence de gradient. Avant de détailler les traitements numériques, nous allons présenter le principe de la tomographie par rayons X et détailler la préparation des échantillons analysés.

VI.A PRINCIPE DE L'ANALYSE TOMOGRAPHIQUE

VI.A.1 *La tomographie X*

VI.A.1.a Historique

A l'origine de la tomographie X se trouve la radiographie X. Cette technique fournit une image 2D en projection d'une structure 3D sur laquelle les informations s'empilent les unes sur les autres. Les premières tomographies apparaissent en 1923-1925. Elles sont fondées sur un principe proposé par Boccage : faire tourner la source de rayons X et le récepteur simultanément autour du patient ou de l'objet. Il s'agit en fait de pseudo-tomographie reconstituant un seul plan net. Les autres plans sus- et sous-jacents apparaîtront flous sur le document final.

A l'origine du principe de Boccage se trouve une théorie mathématique développée par Radon en 1917. D'après lui, il est possible de connaître un objet complexe inconnu à partir de ses projections dans différentes directions de l'espace en le reconstruisant. Malheureusement sa théorie est mise à l'écart en raison des quantités de données trop importantes à traiter pour l'époque. Il faut attendre l'apparition des premiers calculateurs pour que l'idée soit testée. En 1968, les scientifiques Hounsfield et Mc Cormack mettent au point un prototype industriel permettant de réaliser des projections sous différents angles dans des plans de

l'espace et de reconstruire ensuite un objet 3D. La tomographie X est née. Tous deux reçurent le prix nobel de médecine en 1979 pour leurs travaux [82].

VI.A.1.b Principe de la mesure

Le principe de la tomographie par absorption de rayons X repose sur l'analyse multi-directionnelle de l'interaction d'un faisceau de rayons X avec la matière. L'enregistrement par des détecteurs du rayonnement transmis s'effectue après traversée d'un objet. Selon la nature de l'objet, le faisceau de rayons X va être plus ou moins absorbé et une image 2D représentant l'atténuation du faisceau émis est réalisée. Chacun des composants de l'objet atténue le rayonnement X en fonction de sa nature et de son épaisseur. Les détecteurs mesurent une différence d'intensité du faisceau entre l'entrée et la sortie de l'objet qui s'exprime par la loi de Beer-Lambert pour les milieux homogènes :

$$(a) \quad I_{\text{sortie}} = I_{\text{entrée}} \cdot e^{(-\mu \cdot \rho \cdot x)}$$

où μ est le coefficient d'atténuation linéaire de la matière traversée, ρ la masse volumique de l'échantillon et x l'épaisseur de l'échantillon [43]. Ensuite l'échantillon pivote de quelques degrés et une seconde image est réalisée. Cette opération sera répétée jusqu'à posséder suffisamment d'informations pour recréer l'image en 3 dimensions. Dans un premier temps, un sinogramme est construit représentant l'atténuation du faisceau X pour l'ensemble des projections 2D en fonction du degré de rotation de l'échantillon. C'est à partir de ce sinogramme que les ordinateurs peuvent recréer le volume virtuel de l'objet. Trois méthodes existent pour réaliser les images de tomographie X. Dans le premier cas, le tomographe est de technologie "Fan Beam" ou "Eventail" ce qui signifie que le système d'acquisition (source + détecteurs) fournit des données 1D pour la reconstruction d'images 2D. L'image 3D est reconstruite grâce à un algorithme de traitement de la série d'images 2D [43]. Pour la seconde méthode, le tomographe, de génération plus récente, dispose d'un système "Cone Beam". Le faisceau émis et les récepteurs fournissent des données 2D permettant de reconstruire l'image 3D [43]. Enfin le rayonnement synchrotron permet d'obtenir un faisceau parfaitement monochromatique et parallèle (source placée à l'infini) permettant de réaliser des quantifications de phases et d'éliminer les artefacts lors de la reconstruction de l'image [9]. Le principe d'acquisition et de reconstruction d'une image 3D avec le synchrotron est

identique à celui d'un tomographe "Cone Beam". L'ensemble des géométries de faisceau disponibles sont résumées dans la figure 68.

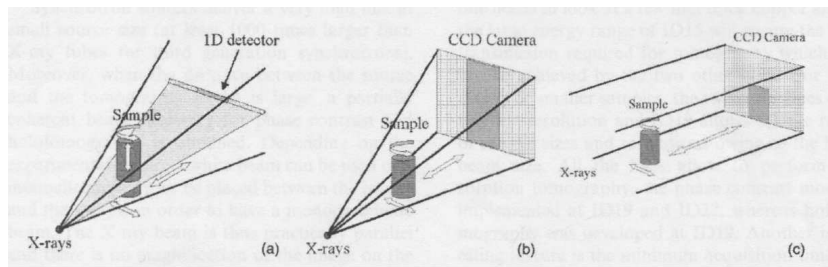


Figure 68 – Les 3 types de faisceaux disponibles en tomographie X. (a) géométrie "Fan Beam", (b) géométrie "Cone Beam" et (c) cas d'une source synchrotron [71].

Dans le cas des tomographes "Fan Beam", l'analyse de l'échantillon est réalisée tranche par tranche (fig.69). En effet la géométrie 1D du faisceau ne permet qu'un balayage transversal de l'échantillon, c'est-à-dire couche par couche. L'angle d'ouverture du faisceau est compris entre 30 et 60 degrés. Ensuite soit l'échantillon pivote sur lui-même, soit l'ensemble source-détecteur tourne autour de l'objet. Par la suite le faisceau X et le récepteur sont déplacés afin d'analyser la couche située juste au-dessus de la précédente et ainsi de suite sur toute la hauteur de l'échantillon. Cette technique, la plus ancienne, est longue et gourmande en temps de calcul pour la reconstruction car il faut déjà reconstruire les couches 2D puis le volume 3D [82; 71].

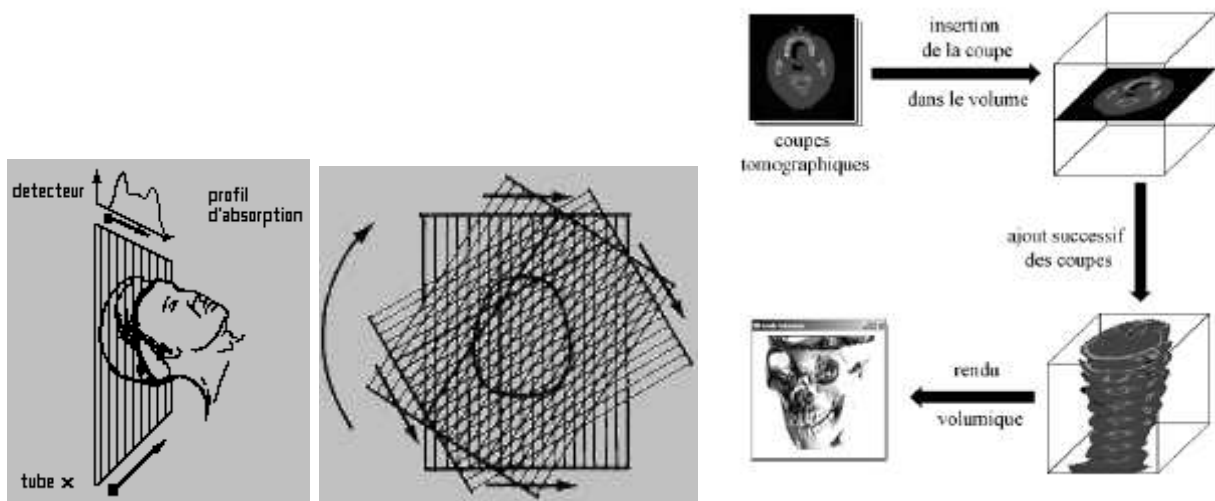


Figure 69 – Principe de la tomographie X avec un faisceau "Fan Beam" [11; 47].

Les tomographes "Cone Beam", plus récents, disposent d'une source de rayons X conique qui intersecte un détecteur plan (fig.70). Dans ce cas, la source irradie l'ensemble de l'objet

en une seule fois et les récepteurs placés derrière l'échantillon mesurent l'atténuation du faisceau sur une projection 2D. Il suffit alors de faire pivoter l'échantillon pour pouvoir reconstruire le volume 3D correspondant à l'objet analysé. Cette dernière technique est plus rapide que la précédente et nécessite moins de temps de calcul [82; 71].

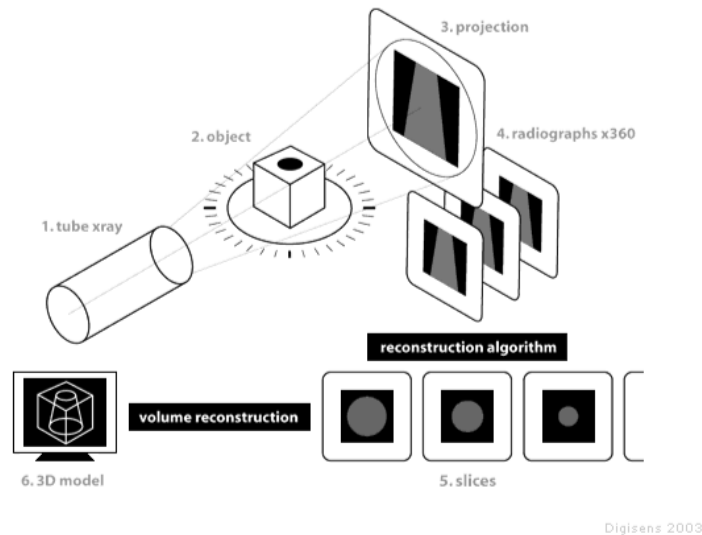


Figure 70 – Principe de la tomographie X par faisceau "Cone Beam" [12].

Enfin une nouvelle technique de prise de vue a été développée pour les applications médicales ; il s'agit du scanner hélicoïdal. Avec les tomographes décrits précédemment, l'objet pivotait tandis que la source X et les détecteurs étaient fixes. Pour les scanners médicaux, l'objet (en l'occurrence le patient) est immobile et la source X et les récepteurs tournent autour de lui. Les scanners hélicoïdaux sont constitués d'un anneau dans lequel sont insérés la source et les récepteurs de rayons X. Cette fois l'objet se déplace linéairement pendant que tourne l'anneau [82].

Dans le cas du rayonnement synchrotron, des électrons, émis par un canon à électrons, sont accélérés dans un accélérateur linéaire (linac) puis transférés dans un accélérateur circulaire (booster synchrotron) jusqu'à ce qu'ils atteignent une énergie de 6 milliards d'électronvolts (6 GeV). Ils sont alors envoyés dans un anneau de stockage où des aimants disposés à l'entrée des lignes de lumière les concentrent en un faisceau extrêmement fin permettant de produire des rayons X extrêmement brillants. L'échantillon à analyser est placé dans la ligne de lumière. La source du faisceau X étant située à l'infini, le faisceau qui irradie

l'échantillon est de géométrie parallèle (fig.68). Certains artefacts créés lors de la reconstruction des images sont ainsi évités. Dans le cas du faisceau synchrotron, c'est l'échantillon qui pivote et non le faisceau.

VI.A.1.c Les essais préliminaires

Pour analyser des échantillons par tomographie X, il existe plusieurs possibilités tels que les scanners médicaux, les (micro)tomographes classiques et enfin l'utilisation d'un rayonnement synchrotron. Le choix dépend de l'échantillon à analyser, et plus précisément de son coefficient d'absorption des rayons X, et de son épaisseur. Ces deux paramètres vont déterminer l'énergie du faisceau nécessaire à l'analyse. Ensuite il faut connaître la résolution souhaitée et la résolution permise par l'appareil. Ainsi un scanner médical fournit une précision de l'ordre du millimètre tandis que le rayonnement synchrotron peut fournir une résolution de l'ordre de $0,1 \mu\text{m}$.

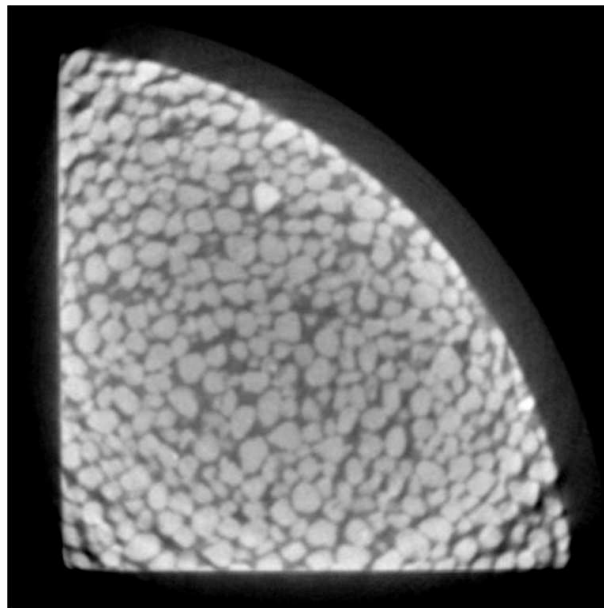


Figure 71 – Exemple d'une coupe 2D extraite d'une image 3D obtenue avec un tomographe classique. Image Digisens.

Dans un premier temps nous avons réalisé un essai avec un micro-tomographe de la société Digisens. Les échantillons analysés représentent des quarts de cylindres de diamètre 28 mm et de hauteur 30 mm. La résolution obtenue est de $20 \mu\text{m}$ dans le plan XY et de $36 \mu\text{m}$ dans la hauteur. Un exemple d'image obtenue est présentée à la figure 71. Deux problèmes se sont alors présentés à nous. Une forte dérive lumineuse est visible sur les images (bords

plus clairs que l'intérieur de l'échantillon) ce qui nécessite un traitement de correction de la dérive lumineuse pouvant modifier certaines caractéristiques des grains. Le second souci est la résolution qui n'est pas excellente. En effet avec une résolution de $30 \mu\text{m}$ pour des grains de $630 \mu\text{m}$, la quantification de certains paramètres de l'empilement granulaire sera limitée.

Finalement nous avons obtenu du temps de faisceau sur la ligne ID 19 à l'European Synchrotron Radiation Facility (ESRF) de Grenoble qui nous proposait pour des échantillons cylindriques de 13 mm de diamètre et 14 mm de haut une résolution de $15 \mu\text{m}$ sans dérive lumineuse (fig.72). Le rayonnement synchrotron présente l'avantage d'un faisceau très fin et très énergétique (mille milliards de fois plus brillant que le faisceau de rayons X utilisé à l'hôpital). D'autre part le faisceau X produit à l'ESRF est parfaitement monochromatique et cohérent (source située à l'infini), ce qui n'est pas le cas avec les tomographes classiques.

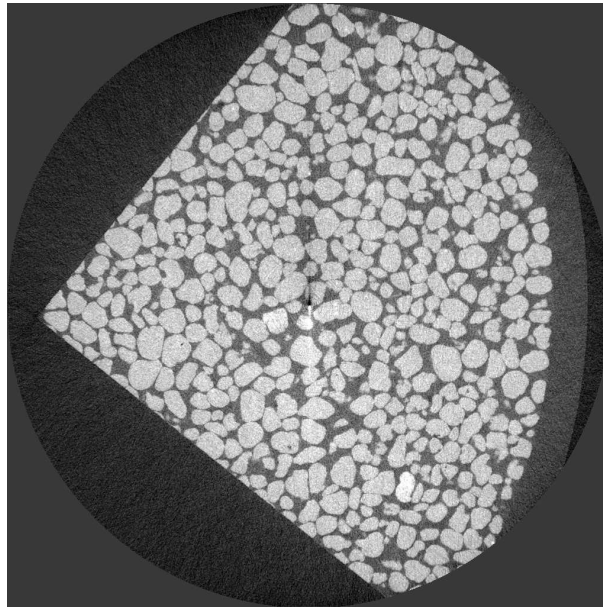


Figure 72 – Exemple d'une coupe 2D extraite d'une image 3D obtenue à l'ESRF.

Voyons maintenant les caractéristiques des échantillons analysés à l'ESRF.

VI.A.2 Réalisation des images 3D

VI.A.2.a Préparation des échantillons

Quatre échantillons ont été choisis pour être analysés à l'ESRF. Ils correspondent à 4 états relaxés différents. L'ESRF nous proposait une résolution de $15 \mu\text{m}$ pour une fenêtre d'analyse de 1024×1024 pixels² soit $15 \times 15 \text{ mm}^2$. Comme nous voulions pouvoir observer l'arrangement granulaire aussi bien aux parois qu'au coeur des échantillons, nous avons donc réalisé nos échantillons dans des tubes cylindriques de 13 mm de diamètre.

Quatre tubes en polystyrène transparent (les mêmes que ceux utilisés dans l'étude précédente) ont été préalablement recouverts d'un film de silicone sur leur paroi interne. Après séchage, un empilement de grains de sable 2 ($d_{\text{moy}} = 660 \mu\text{m}$) a été introduit dans les tubes selon la technique de la pluviation à un seul tamis, et ce, jusqu'à une hauteur de 14 mm. L'un des échantillons a été figé de suite dans la résine : il représentera l'état initial. Les trois autres tubes ont été vibrés respectivement à 1,2 g, 2 g et 15 g avec une fréquence de 60 Hz pendant 90 secondes, soit 5400 cycles (tab.8). Les trois échantillons ainsi préparés ont ensuite été figés dans de la résine époxy. Les caractéristiques des vibrations ont été choisies à partir des diagrammes (Γ, f) des mouvements granulaires et des compacités. Chaque échantillon est ainsi représentatif d'un comportement type du sable 2 contenu dans des récipients de hauteur 14 mm et de diamètre intérieur 13 mm.

échantillons	0	1	2	3
vibrations (60 Hz)	non	1,2 g	2 g	15 g
mouvements granulaires	rien	pente + Tassement	pente + Dilatation	vagues + Dilatation
compacité dynamique	0,698	0,710	0,630	trop de vol de particules
compacité relaxée	0,698	0,710	0,651	0,630

Tableau 8 – Caractéristiques des échantillons analysés à l'ESRF.

VI.A.2.b Images obtenues à l'ESRF

Le faisceau utilisé pour réaliser nos images 3D possède une énergie de 40 KeV. Le coefficient d'absorption des rayons X du sable est de $0,66 \text{ cm}^{-1}$.

Finalement, au lieu de réaliser une image par échantillon, il a été décidé de réaliser deux images par échantillon ; l'une correspondant à la moitié basse de l'échantillon et la seconde à la moitié haute (fig.73). Ces deux images correspondent à une hauteur d'échantillon de 9 mm chacune, avec une zone de recouvrement de 1 mm entre les deux images. Une fois les images réalisées, les ingénieurs de l'ESRF les ont recadrées et finalement 8 images de taille $920 \times 920 \times 570 \text{ px}^3$ présentant avec une résolution de $15 \mu\text{m}$ ont été réalisées.

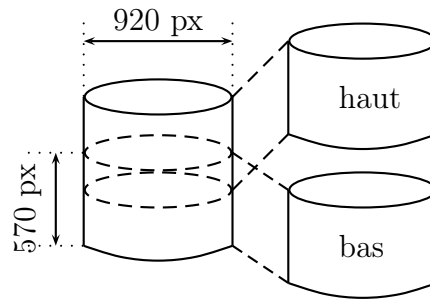


Figure 73 – Position des deux images "haut" et "bas" réalisées à l'ESRF pour chacun des échantillons.

Après obtention d'images brutes 3D des empilements granulaires, et pour étudier ces images, une première série de traitements numériques est nécessaire afin de seuiliser les images, puis les "nettoyer".

VI.A.3 Traitement des images

Toutes les opérations réalisées sur les images de tomographie X que nous présentons sont réalisées avec le logiciel d'analyse d'images 2D et 3D Aphelion[®] de la société Adcis.

✓ Découpage des images en sous-volumes

Chacune des images réalisées à l'ESRF (2 par échantillon) ont une taille de $920 \times 920 \times 570 \text{ px}^3$ ce qui correspond à une place mémoire de 3,8 Go. La capacité actuelle des ordinateurs ne permettant pas de gérer de telles quantités de données et d'effectuer les algorithmes

de traitement sur les images entières, la seule solution est de découper des sous-volumes pour chacune des images et réaliser les traitements sur ces sous-volumes. En choisissant correctement l'emplacement des sous-volumes, il sera possible de déterminer l'influence de la position à l'intérieur du tube sur des grandeurs comme la taille des grains, la taille des pores, la coordinence, etc...

Pour ce faire, 15 sous-volumes, répartis sur trois niveaux nommés "HAUT", "MILIEU" et "BAS", ont été créés par échantillon. Chaque niveau est formé de 5 sous-volumes de taille identique : $270 \times 270 \times 270$ px³ (fig.74). Or à chaque échantillon correspond deux images nommées "haut" et "bas" avec une zone de recouvrement de 1 mm. Suivant l'accélération utilisée pour vibrer les échantillons, la surface du milieu granulaire a été modifiée. Ainsi pour l'échantillon 1,2 g, une forte pente s'est formée à la surface de l'échantillon. Le positionnement des sous-volumes dans cette image était donc limité. Comme le positionnement des sous-volumes doit être identique pour les quatre échantillons afin de pouvoir les comparer, c'est l'échantillon 1,2 g qui a imposé la disposition des 15 sous-volumes. Ainsi l'image nommée "haut" fourni les cinq sous-volumes du niveau "HAUT" et l'image nommée "bas" contient les deux niveaux "MILIEU" et "BAS" soit 10 sous-volumes. La figure 74 représente les découpages en z et en (x,y) des sous-volumes. Une zone de recouvrement existe entre les deux niveaux "MILIEU" et "BAS".

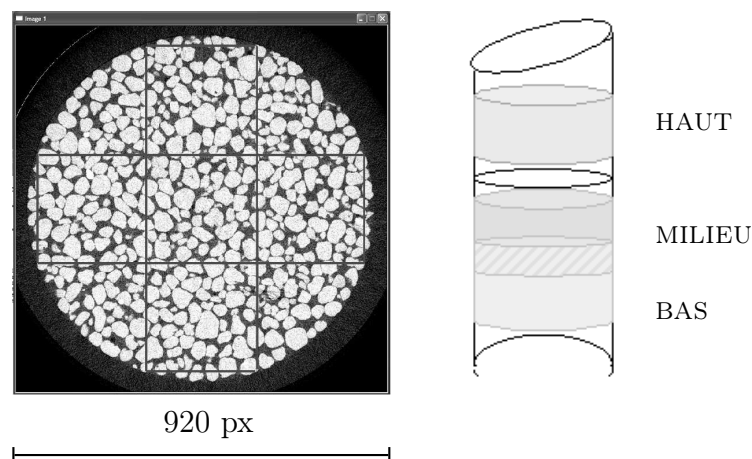


Figure 74 – Position des 15 sous-volumes dans les 2 images d'un échantillon.

La taille des sous-volumes a été déterminée par l'échantillon lui-même. Afin d'obtenir des sous-volumes remplis de grains, il fallait éviter de les positionner trop près des bords de l'échantillon. Ensuite des essais préliminaires ont montré que des volumes de 300 pixels de côté représentaient un volume acceptable pour les capacités de travail du PC. Les sous-volumes finalement créés mesurent 270 pixels de côté. Le nombre de grains par sous-volume varie de 210 à 260 environ.

✓ Uniformisation des niveaux gris dans les phases "sable" et "pores"

Malgré la bonne qualité des images obtenues à l'ESRF, il reste de petites corrections à effectuer avant de réaliser des mesures de taille de grains par exemple. Ainsi regardez bien la figure 75a, le niveau de gris à l'intérieur des grains n'y est pas uniforme mais semble bruité. De même les pores (en gris foncé) sont tachetés de points blancs. Le seuillage de ces images sera de mauvaise qualité car des petits points vont apparaître au milieu des pores. Afin d'uniformiser le niveau de gris dans la phase "sable" et dans la phase "pores", un premier traitement est réalisé qui va éliminer les imperfections. Pour cela une ouverture d'un élément structurant, un octaèdre de taille 1, est appliquée aux images. L'ouverture consiste à réaliser une érosion puis une dilatation des éléments de l'image. Ainsi les "taches", qui étaient en fait des pixels isolés, sont éliminées et les phases "sable" et "pores" deviennent plus uniformes (fig.75b).

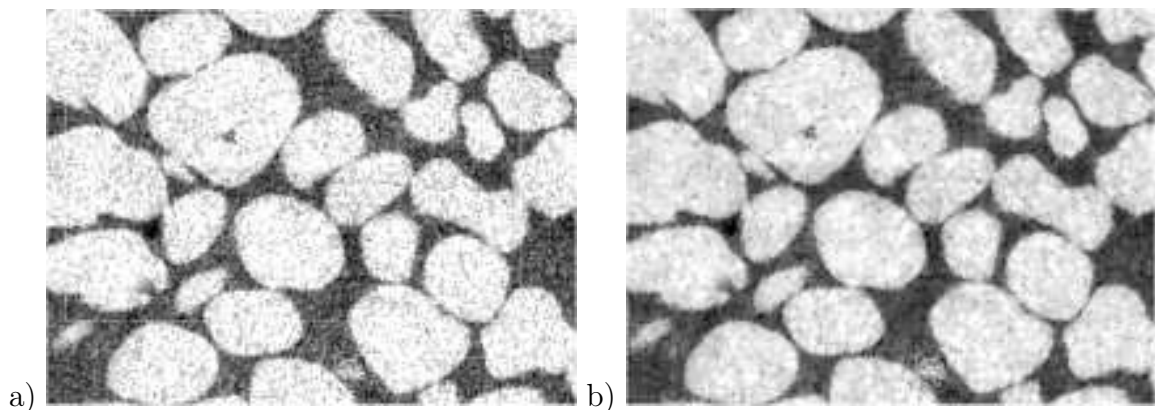


Figure 75 – Nettoyage du bruit de fond de l'image. Coupe 2D d'une image obtenue à l'ESRF avant (a), et après (b) une ouverture avec un octaèdre de taille 1. Echantillon vibré à 1,2 g 60 Hz.

✓ Seuillage

Maintenant qu'un filtrage a été réalisé, il est possible de seuiller les images proprement. Ce-

pendant une question s'impose : comment savoir si le niveau de seuillage est correctement choisi ? En effet un sur-seuillage va augmenter la taille des grains et un sous-seuillage augmenter la taille des pores. Dans les deux cas, les calculs de distribution granulométrique des grains et des pores seront faussés. L'idée consiste alors à choisir un paramètre caractéristique de notre échantillon, qui puisse être déterminé indépendamment par une mesure globale sur l'échantillon, et de déterminer sa valeur par analyse d'images pour différentes valeurs du seuil. Il suffit alors d'ajuster le seuil pour obtenir une valeur par analyse d'images qui soit la plus proche possible de la mesure globale. Le paramètre choisi est la compacité relaxée de l'échantillon. Ce paramètre, calculé au moment de la préparation des échantillons, est facilement mesurable par analyse d'images à partir d'une image seuillée. En effet la mesure de la compacité en analyse d'images consiste à compter le nombre de voxels appartenant à la phase "sable" et de diviser cette valeur par le nombre total de voxels contenus dans l'image.

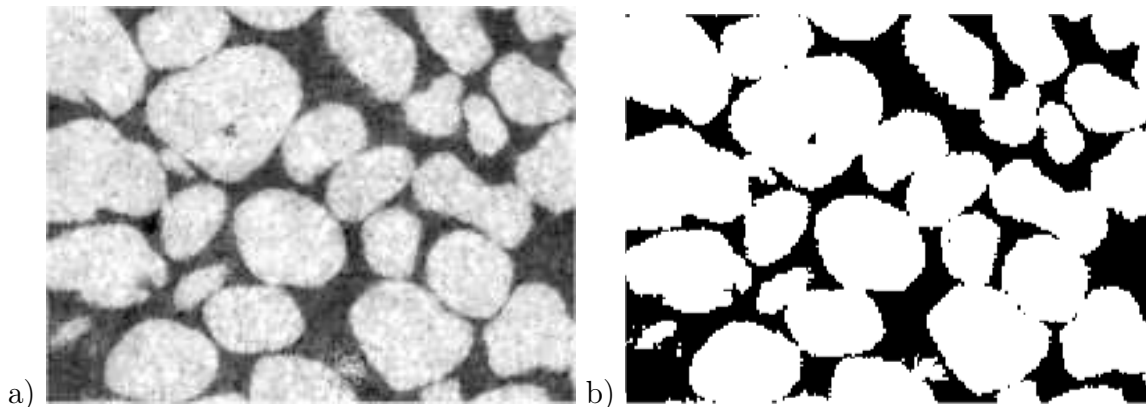


Figure 76 – Etape de seuillage. Coupe 2D extraite de l'échantillon vibré à 1,2 g 60 Hz avant et après seuillage.

En théorie la même valeur de seuil devrait être obtenue pour toutes les images car les quatre échantillons contiennent le même sable et la même résine donc les mêmes coefficients d'absorption des rayons X. Cependant les conditions d'acquisition ne sont pas parfaitement reproductibles, et une fois les images réalisées, les ingénieurs de l'ESRF ont recadré les niveaux de gris des images indépendamment pour chaque échantillon (2 images). En conséquence une même valeur de niveau de gris ne correspond plus à la même phase dans toutes les images. La valeur seuil est donc déterminée pour chaque échantillon à partir de sa compacité propre. Le tableau 9 récapitule, pour les quatre échantillons, la valeur de compacité

relaxée calculée à partir du volume et de la masse de grains dans un premier temps, et la valeur du seuil trouvée avec la valeur de la compacité correspondante ensuite.

échantillon	initial	1,2 g	2 g	15 g
compacité relaxée	0,698	0,710	0,651	0,630
valeur du seuil	140	130	145	152
compacité AI	0,693	0,710	0,659	0,633

Tableau 9 – Détermination du niveau de seuillage pour les échantillons analysés à l'ESRF (échelle des niveaux de gris 0 - 256).

✓ Lissage de la surface des grains

Le seuillage des images fait apparaître deux défauts dans les images : une forte rugosité à la surface des grains et l'apparition de petits grains de taille comprise entre 1 et 2 voxels (fig.77a). Afin de lisser quelque peu la surface des grains, une ouverture d'élément structurant un octaèdre de taille 2 est réalisée. D'après les courbes de granulométrie laser (fig.6) les plus petits grains contenus dans le sable mesurent $100 \mu\text{m}$. Tous les grains de taille inférieure à 6 voxels sont donc éliminés par une ouverture conditionnelle d'élément structurant, un octaèdre de taille 5 et de connexité 6 (fig.77b). Le principe de l'ouverture conditionnelle est d'éroder la phase "sable" puis de la reconstruire par une dilatation mais en conservant le souvenir de la forme des grains. Ainsi la forme des grains est conservée et les "faux" petits grains ont disparu.

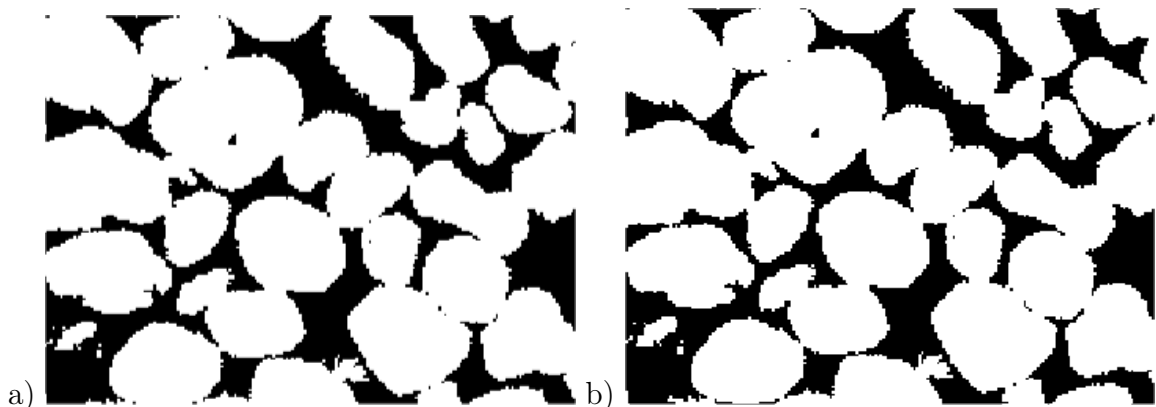


Figure 77 – Défauts de l'image seuillée (a) et l'image seuillée corrigée (b). Echantillon 1,2 g 60 Hz.

✓ Remplissage des "trous"

Désormais les images semblent de bonne qualité pour mettre en place les algorithmes de mesure (taille des grains, des pores, etc). Cependant certains algorithmes nécessitent une séparation préalable des grains. Pour ce faire, la fonction "ClusterSplitConvex" d'Aphelion[®] est utilisée. Cette fonction sépare les grains selon le principe de la ligne de partage des eaux contrainte par les maxima de la fonction distance. Seulement pour fonctionner correctement, cette fonction nécessite que les grains ne possèdent pas de porosité interne. En principe ce n'est pas le cas des grains de sable. Mais après observation des coupes 2D des images, plusieurs grains contenant des pores sont décelés (fig.78a). Ces "trous" sont donc bouchés artificiellement grâce à la fonction "hole fill" d'aphelion (fig.78b), qui applique une fermeture conditionnelle à l'image.

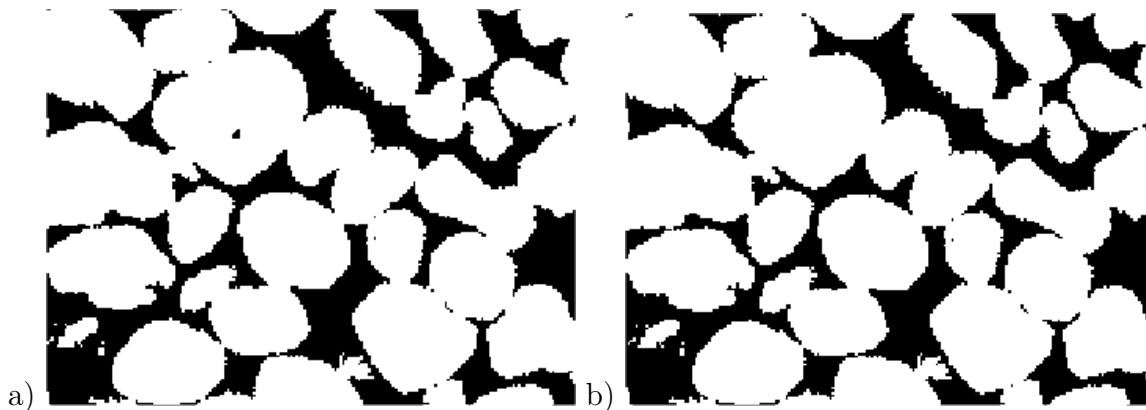


Figure 78 – Exemple de grain de sable avec une porosité interne (a) et après l'application de la fonction hole fill (b). Echantillon 1,2 g 60 Hz.

A ce stade des traitements, les sous-volumes obtenus sont appelés dans la suite "sous-volumes seuillés" (sous entendu "corrigés").

✓ Séparation des grains

Un algorithme de séparation d'objets (fonction ClusterSplitConvex) par ligne de partage des eaux de la fonction distance, avec un paramètre ajustable ("force" de la séparation), est proposé par le logiciel Aphelion[®]. Le résultat obtenu nous a semblé satisfaisant pour nos grains (fig.79). La valeur de la "force" de la séparation a été adaptée pour chaque échantillon afin d'obtenir des séparations correctes et éviter les coupures de grains. Tandis que la force du filtre est optimisée pour chaque échantillon, la connexité est fixé à 6. La

valeur de la force du filtre a été fixée respectivement à 20 %, 15 %, 25 % et 25 % pour les échantillons initiaux, 1,2 g, 2 g et 15 g.

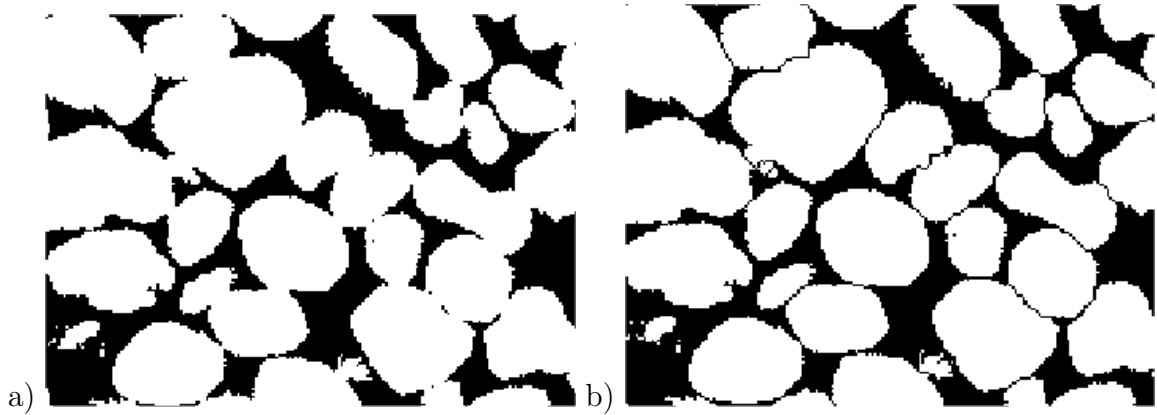


Figure 79 – Séparation des grains à partir de l'image seuillée (corrigée). Echantillon 1,2 g 60 Hz.

Les nouveaux sous-volumes obtenus sont nommés dans la suite "sous-volumes seuillés séparés". La figure 80 présente un rendu 3D de l'empilement granulaire de l'état initial dont les grains sont seuillés et séparés. Nous allons maintenant présenter les résultats obtenus avec différents algorithmes de traitement.

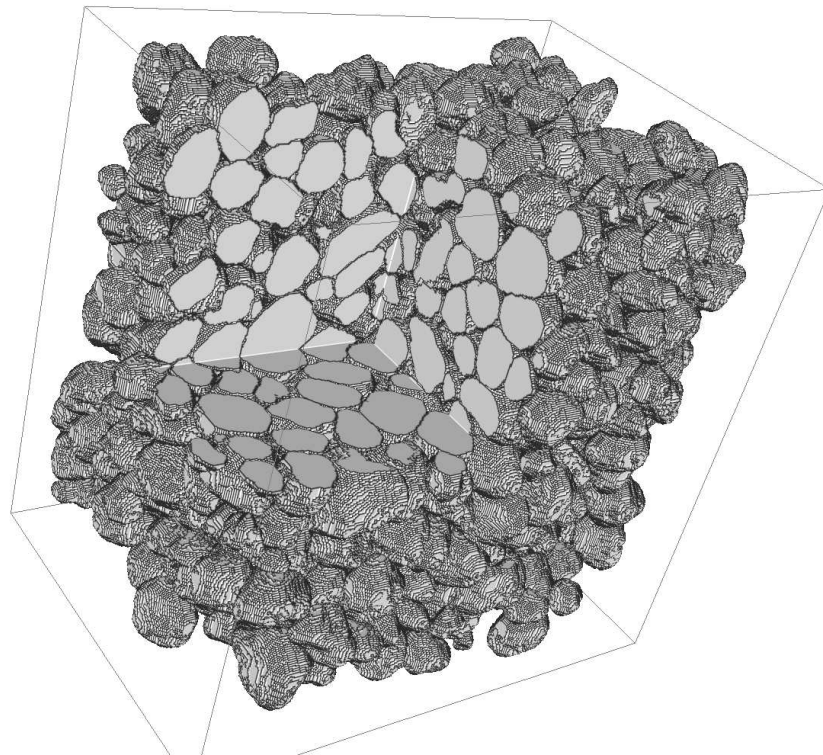


Figure 80 – Rendu 3D seuillé séparé de l'empilement granulaire de l'échantillon initial.

VI.B RÉSULTATS DE L'ANALYSE D'IMAGES

Dans un premier temps, une étude granulométrique est présentée afin de déterminer si l'application d'une vibration crée de la fragmentation des grains ou de la ségrégation. Une mesure des variations locales de la compacité des 4 échantillons est ensuite mise en relation avec diverses mesures réalisées sur les phases "grain" et "pore". Enfin une étude de détection des hétérogénéités à l'intérieur des échantillons est menée.

VI.B.1 *Analyse granulométrique*

Il existe plusieurs façons de mesurer la taille des grains en analyse d'images. Jusqu'à présent les images analysées étant à deux dimensions, il fallait avoir recours à des hypothèses pour trouver la distribution granulométrique réelle des grains. Généralement une mesure de la surface des grains était réalisée puis à partir de la distribution de tailles des surfaces et grâce à la matrice de Saltikov [10], il était possible d'obtenir une distribution granulométrique en volume, dans le cas de particules sphériques. A 3 dimensions, le problème est nettement plus simple, disons même qu'il n'existe plus ! En effet il suffit désormais de mesurer le volume en voxels des grains et de faire la conversion dans le système métrique pour connaître le volume des grains.

Pour ce faire nous utilisons les sous-volumes seuillés séparés dans lesquels les grains de sable sont parfaitement individualisés. Comme il s'agit de sous-volumes et non de volumes à part entière, il faut leur appliquer un masque de correction de bord. En effet lors de la découpe virtuelle des sous-volumes, des grains ont été tronqués et la présence de morceaux de grains va fausser la mesure granulométrique. Pour ce faire, tous les grains dont le centre est compris dans une zone de 28 pixels au bord du sous-volume sont éliminés du sous-volume. La taille de cette zone correspond à la taille des plus gros grains présents dans l'échantillon d'après la distribution granulométrique obtenue par diffraction laser. Ainsi la mesure de taille de grains réalisée par la suite n'est plus entachée d'un biais lié à la présence du bord, puisque tous les grains pouvant être potentiellement coupés sont éliminés de manière non sélective. La mesure de volume est convertie en un diamètre équivalent, égal au diamètre de la sphère de même volume.

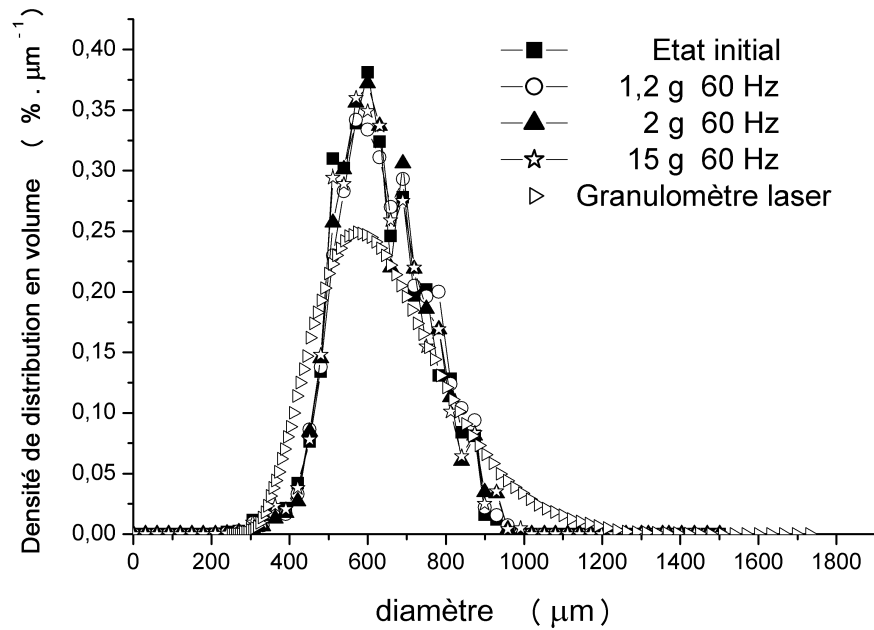


Figure 81 – Comparaison des distributions volumiques de la taille des grains obtenues par analyse d’images pour les 4 échantillons avec la courbe obtenue par granulométrie par diffraction laser (Malvern Mastersizer 2000). Les aires sous les courbes sont égales à 1.

Les diamètres moyens obtenus par analyse d’images concordent avec la valeur moyenne trouvée par granulométrie laser ($642 \mu\text{m}$). Les courbes des distributions granulométriques en volume (fig.81) montrent que les distributions calculées par analyse d’images sont plus resserrées que la courbe de granulométrie laser. La courbe de granulométrie laser est probablement plus large en raison de la technique utilisée qui peut donner pour une particule allongée un diamètre plus grand ou plus petit que le diamètre équivalent, selon que cette particule se présente avec sa plus grande dimension parallèle ou perpendiculaire au faisceau laser (fig.82).

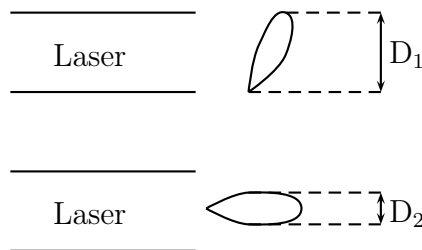


Figure 82 – Mesure de la taille d’un grain avec un faisceau laser.

Le tableau 10 récapitule les résultats obtenus par mesure du volume en voxels des grains dans les différents niveaux des échantillons. Au vu de la répartition des sous-volumes, deux comparaisons sont possibles : l'une sur la position le long de l'axe de rotation de l'échantillon ("HAUT-MILIEU-BAS") et l'une sur la position radiale ("COEUR-BORDS").

$\bar{D}_{grain} (\mu\text{m})$	initial	1,2 g	2 g	15 g	Laser
moyenne en "HAUT"	609 ± 10	624 ± 18	613 ± 34	611 ± 34	
moyenne au "MILIEU"	629 ± 2	618 ± 11	627 ± 14	616 ± 27	
moyenne en "BAS"	605 ± 6	636 ± 15	623 ± 26	623 ± 11	
moyenne au "COEUR"	617 ± 14	644 ± 16	635 ± 24	630 ± 7	
moyenne aux "BORDS"	614 ± 13	622 ± 13	618 ± 24	613 ± 26	
moyenne des 15 s-v.	614 ± 13	626 ± 16	621 ± 25	617 ± 25	642 ± 7

Tableau 10 – Bilan de la mesure granulométrique directe à 3 dimensions dans les différents niveaux des 4 échantillons.

La taille moyenne des grains n'évolue pas en fonction de la vibration, indiquant qu'il n'y a pas d'abrasion des grains. La comparaison des diamètres moyens des grains suivant la position des sous-volumes (tab.10) n'indique la présence ni de ségrégation ni de sédimentation. Les distributions de taille des grains sont parfaitement homogènes dans toutes les zones analysées des échantillons. Plusieurs explications possibles. Soit le système convectif qui s'est développé pendant la vibration a eu un effet de brassage qui a homogénéisé les échantillons au lieu de les ségréger. Soit la distribution granulométrique du sable n'est pas assez large pour que la ségrégation ait lieu. Enfin la dernière possibilité concerne le temps de vibrations. 5400 cycles, cela n'est peut-être pas suffisant pour que la ségrégation se produise. Cependant l'existence de gradients locaux de taille de grains n'est pas à exclure à l'échelle de quelques dizaine de grains.

Mesure de la taille des grains

- ▶ Bonne concordance entre la distribution de taille des grains de sable calculée par analyse d'images et la granulométrie obtenue par diffraction laser.
- ▶ Absence de fragmentation due aux vibrations.
- ▶ Absence de ségrégation à l'intérieur des échantillons.

Voyons maintenant comment évolue la compacité à l'intérieur des échantillons.

VI.B.2 *Mesure de la compacité locale*

Pour obtenir la valeur de la compacité d'un sous-volume, il suffit de réaliser une mesure de la fraction volumique. C'est-à-dire qu'à partir des sous-volumes seuillés non séparés, un comptage des voxels correspondant à la phase "sable" est effectué puis cette valeur est divisée par le nombre total de voxels du sous-volume.

Précédemment il a été expliqué que cette mesure nous avait permis d'optimiser notre seuillage et les résultats présentés (tab.9) correspondent à la valeur moyenne pour les 15 sous-volumes de chaque échantillon. Les valeurs des différents seuils sont assez proches et permettent d'obtenir des valeurs de compacité proches de celles obtenues par le calcul à partir de la masse de grains et du volume de l'échantillon. Intéressons-nous maintenant plutôt à l'évolution de la compacité en fonction de la position des sous-volumes. La figure 83 montre les valeurs de compacité obtenues pour les 15 sous-volumes seuillés des 4 échantillons.

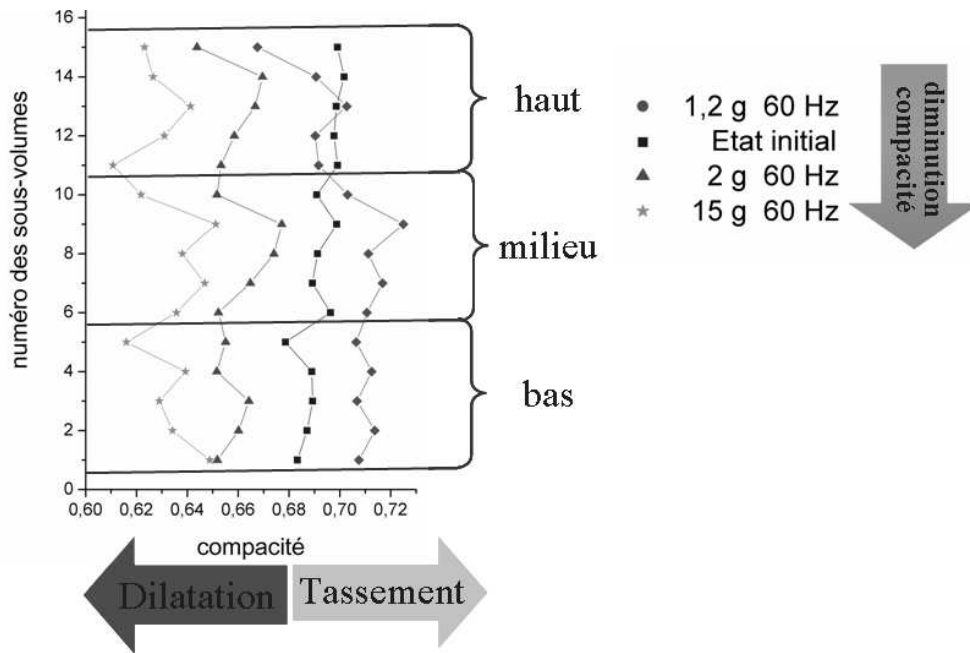


Figure 83 – Evolution de la compacité relaxée des 4 échantillons en fonction de la position des sous-volumes.

Deux cas de figure peuvent être décrits. Soit les échantillons sont globalement homogène en compacité, soit les échantillons sont globalement hétérogène en compacité. Ainsi la compacité de l'échantillon initial est globalement la même dans les trois niveaux ("HAUT-MILIEU-BAS"). De plus les fluctuations entre les sous-volumes d'un même niveau sont minimales. L'échantillon initial est donc globalement et localement homogène en compacité. Ce résultat prouve que notre mode de préparation des échantillons permet de concevoir des échantillons homogènes. Les deux échantillons vibrés à 2 et 15 g expriment bien une dilatation. Pour ces deux échantillons, la compacité fluctue grandement d'un sous-volume à l'autre. Cependant les compacités moyennes des trois niveaux sont proches. Les écarts de compacité entre les sous-volumes correspondent au brassage des grains lors de la convection et de l'expansion du sable. Les mouvements de grains étant nombreux et rapides, de fortes hétérogénéités dans les empilements granulaires sont alors observées. Les échantillons dilatés sont donc globalement homogènes en compacité mais sont localement hétérogènes en compacité. L'échantillon vibré à 1,2 g montre clairement deux zones. D'abord les sous-volumes des niveaux "BAS" et "MILIEU" sont tassés avec une compacité de l'ordre de 0,710, supérieure à la compacité initiale (0,697). A l'inverse, la compacité des sous-volumes du niveau "HAUT" indique que l'empilement est proche de l'état initial. Le phénomène de tassement

se produit donc dans les zones inférieures des échantillons. Ceci est en accord avec l'application d'une vibration verticale de faible amplitude. En effet la vibration se propage du bas vers le haut du milieu granulaire et donc seules les couches inférieures sont concernées par le tassement. Finalement le phénomène de tassement est un phénomène hétérogène puisque l'échantillon obtenu est globalement hétérogène en compacité. Localement l'échantillon est homogène en compacité, seules de faibles fluctuations sont observées.

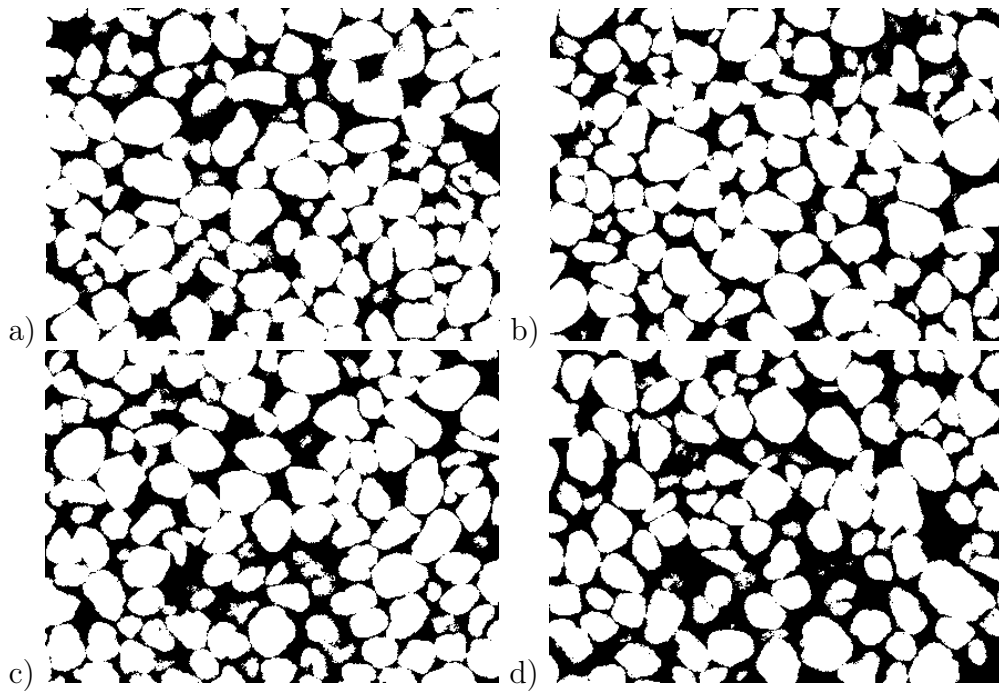


Figure 84 – Evolution de la microstructure des empilements granulaires suivant l'accélération. Coupes 2D (x,z) extraites des échantillons a) état initial, b) 1,2 g 60 Hz, c) 2 g 60 Hz, d) 15 g 60 Hz,

Les coupes 2D extraites des différents échantillons (fig.84) montrent l'évolution de la microstructure des empilements en fonction de l'intensité de la vibration. Ces images sont représentatives de l'évolution de la compacité. Les échantillons vibrés à 2 et 15 g (fig.84 c,d) présentent un espace poreux plus important. Une modification de l'arrangement des grains est également décelable. Ainsi des voûtes granulaires apparaissent dans les échantillons 2 et 15 g (fig.84 c,d).

Mesure de la compacité

- ▶ Faibles fluctuations de la compacité dans l'échantillon initial.
- ▶ La pluviation permet de construire des échantillons homogène en compacité.
- ▶ Le tassement est privilégié dans le fond de l'échantillon.
- ▶ Fortes fluctuations de la compacité dans les échantillons dilatés (2 et 15 g).

Si des variations locales de la compacité existent, des modifications de l'arrangement granulaire devraient être observées. Aussi nous avons réalisé une mesure de covariance pour déterminer la présence d'arrangements particuliers de grains. La variation locale de compacité est également observable avec des mesures de longueurs d'intercepts dans les phases "grains" et "pores".

VI.B.3 *Analyse de l'arrangement granulaire local*

Il est intéressant de réaliser une mesure de la covariance afin d'analyser l'ordonnement des grains dans les empilements granulaires et éventuellement observer la formation d'arrangements particuliers des grains. La covariance représente la probabilité pour qu'un point éloigné d'une distance r d'un point de départ soit dans la même phase ("sable" ou "pore"). Mesurer la covariance permet par exemple de déterminer s'il existe une périodicité à courte distance dans l'arrangement granulaire. La covariance permet alors de connaître l'ordonnement et donc l'homogénéité des échantillons dans les trois directions de l'espace. Contrairement aux autres algorithmes qui ont été appliqués aux 15 sous-volumes des 4 échantillons, cet algorithme n'a été appliqué qu'à quelques sous-volumes. Ce sont les sous-volumes seuillés-non séparés qui sont analysés ici.

Dans un premier temps, la covariance a été mesurée dans les trois directions de l'espace pour un sous-volume situé en haut et au bord de l'échantillon 1,2 g (fig.85). Les trois courbes obtenues se superposent, indiquant que l'arrangement granulaire est identique dans les trois directions de l'espace. Un seul pic apparaît, centré sur 42 pixels soit environ 630 μm . Le deuxième maximum, très estompé, se situe à 85 μm . Ceci est caractéristique de configurations à deux grains en contact. Le tassement du milieu granulaire n'a pas créé

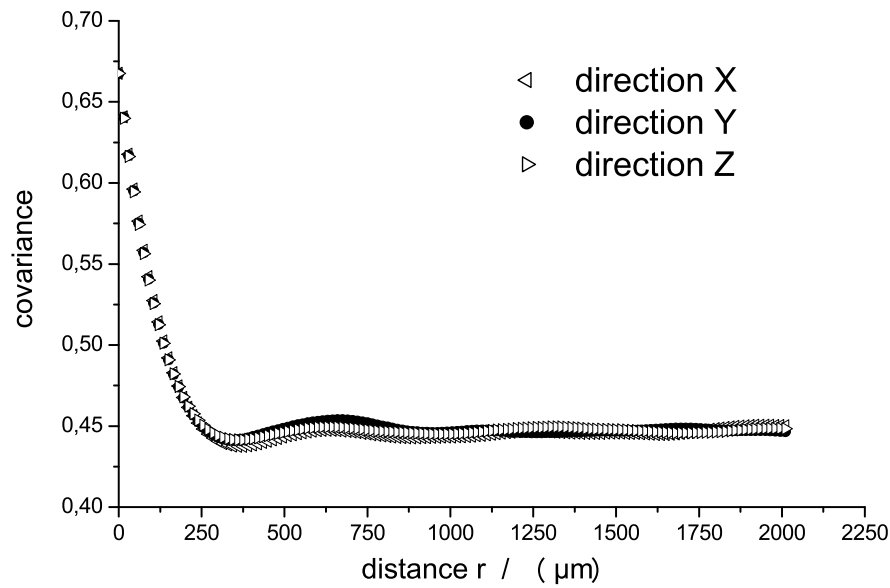


Figure 85 – Mesure de la covariance dans les trois directions de l'espace pour un sous-volume placé en haut au bord de l'échantillon 1,2 g.

d'arrangement structuré des grains.

Dans un deuxième temps, une comparaison a été effectuée entre plusieurs sous-volumes extraits des 4 échantillons. Pour chacun des 4 échantillons, c'est le sous-volume situé au centre du niveau "MILIEU" qui a été analysé dans la direction X (fig.86). Les courbes de covariance obtenues sont similaires et aucune n'indique la présence d'un arrangement particulier des grains. Quel que soit le niveau de vibration, l'ordre se situe à très courte distance, correspondant à la taille moyenne des grains. Par contre la covariance varie avec la compacité. En effet plus la compacité est forte, plus les contacts entre grains sont nombreux et plus la probabilité pour que deux points distants de r soient compris dans la phase "sable" est forte. L'inverse est attendu et observé dans le cas des échantillons dilatés. La valeur asymptotique théorique est égale à la compacité élevée au carré. Remarquons également que le pic de covariance est décalé vers la droite pour les échantillons dilatés. En fait dans un empilement lâche, la distance séparant deux grains est plus importante et donc la probabilité maximale pour laquelle deux points sont dans la même phase correspond à une distance plus grande. D'où ce décalage du pic vers la droite.

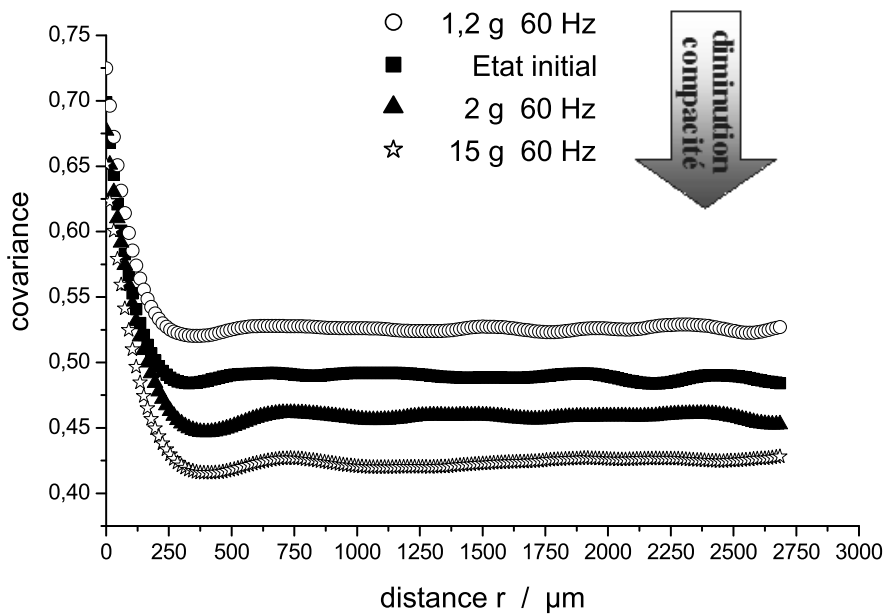


Figure 86 – Influence de la compacité sur l'évolution des courbes de covariance pour un sous-volume placé au centre, au milieu des 4 échantillons.

Mesure de l'homogénéité

- ▶ La mesure de la covariance montre que l'arrangement granulaire est aléatoire.
- ▶ Le tassement n'induit pas la formation d'un ordre particulier.
- ▶ L'ordre à courte distance correspond à la taille moyenne des grains.

Maintenant que nous avons déterminé l'absence d'arrangement particuliers au sein des empilements granulaires obtenus par vibration, voyons si les mesures d'intercepts permettent bien d'observer les phénomènes de tassement et de dilatation.

VI.B.4 Influence de la compacité sur la porosité

Afin de caractériser la phase poreuse, nous allons analyser la taille des pores et leur répartition dans les échantillons. Deux techniques de mesure de leur taille sont développées. D'une part une mesure de la taille des intercepts et d'autre part la mesure de la taille des octaèdres pouvant être inclus dans les pores.

VI.B.4.a Mesure de la distribution de taille des intercepts

L'analyse des intercepts consiste à mesurer la distribution de taille des segments inclus dans la phase considérée (fig.87), la porosité ici.

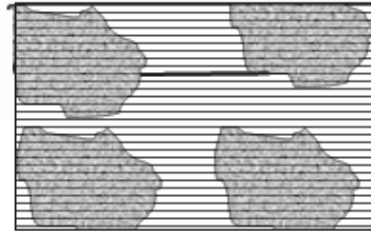


Figure 87 – Schéma de la méthode des intercepts.

La longueur moyenne des intercepts mesurée dans les pores est comprise entre 162 et 196 μm selon l'accélération de la vibration utilisée pour préparer les échantillons (fig.88). La taille des pores évolue à l'inverse de la compacité. Plus la compacité diminue, plus la taille des pores dans l'empilement augmente. En effet le volume augmente quand la compacité diminue et des intercepts plus grands peuvent donc être introduits.

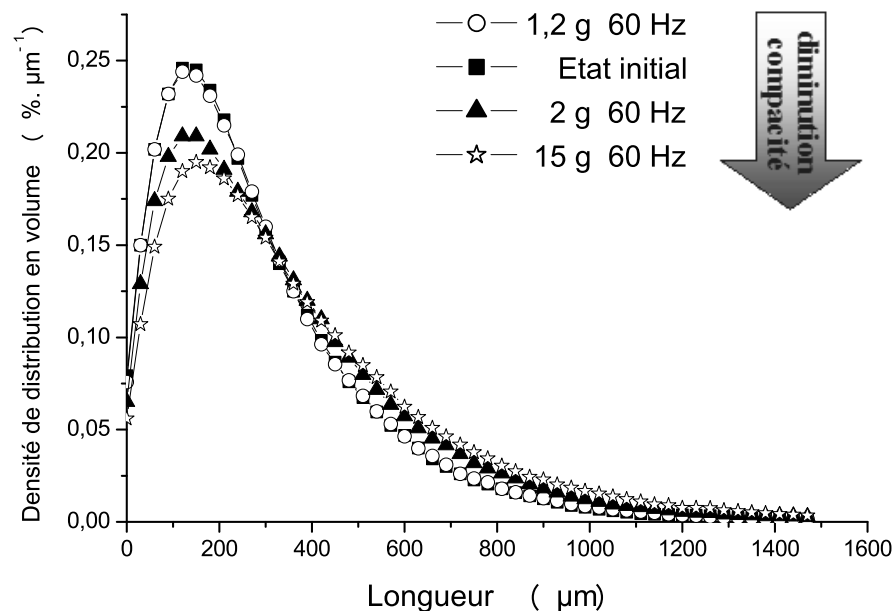


Figure 88 – Distribution en volume de la taille des intercepts dans la phase "pores". Diamètre moyen des grains = 630 μm .

Le tableau 11 résume les différentes longueurs moyennes obtenues en fonction de la position des sous-volumes. Les pores sont quasiment de même taille au centre et aux bords des échantillons. L'écart entre les deux valeurs augmente légèrement avec l'augmentation de la dilatation. Mais ces écarts, toujours inférieurs à la résolution des images, sont peu significatifs. De même la position le long de l'axe de révolution des échantillons a peu d'influence. Les fluctuations mesurées correspondent plutôt aux fluctuations de la compacité dans les sous-volumes. Ainsi dans l'échantillon 1,2 g, l'empilement dans le niveau "HAUT" est plus lâche que celui dans les deux autres niveaux. De même la longueur moyenne des pores dans ce niveau est plus grande (171 μm) que dans les deux autres niveaux (160 et 162 μm).

$\bar{l}_{pore} (\mu\text{m})$	initial	1,2 g	2 g	15 g
moyenne en "HAUT"	163 \pm 2	171 \pm 8	178 \pm 10	198 \pm 5
moyenne au "MILIEU"	159 \pm 2	158 \pm 3	183 \pm 11	194 \pm 10
moyenne en "BAS"	164 \pm 3	162 \pm 3	183 \pm 11	198 \pm 8
moyenne au "COEUR"	160 \pm 3	163 \pm 8	176 \pm 6	191 \pm 6
moyenne aux "BORDS"	163 \pm 3	164 \pm 7	182 \pm 11	198 \pm 7
moyenne des 15 s-v.	162 \pm 3	164 \pm 7	181 \pm 10	196 \pm 8

Tableau 11 – Longueurs moyennes des intercepts dans la phase "pore" en fonction de la position dans les échantillons.

Il serait intéressant de réaliser cette même mesure de la taille des intercepts dans les pores dans des directions de l'espace différentes afin de déterminer l'existence éventuelle d'une orientation des pores dans l'hypothèse que ces derniers sont de forme allongée.

Mesure des intercepts dans la phase "pore"

- La taille des intercepts dans les pores évolue en relation avec la compacité.

VI.B.4.b Mesure de la distribution de taille des octaèdres

La seconde technique permettant de mesurer la taille des pores consiste à y insérer des octaèdres. L'analyse consiste ici à mesurer la distribution de taille des octaèdres inclus dans la phase considérée. Cette méthode est complémentaire de celle des intercepts, puisqu'au

lieu de faire croître un segment 1D, ce sont des éléments volumiques qui sont introduits dans la phase. Cette méthode permet encore mieux d'observer l'effet de la vibration sur la taille des pores (fig.89). L'échantillon initial et l'échantillon tassé présentent une taille moyenne d'octaèdre de l'ordre de 180 μm . Tandis que cette taille augmente pour les échantillons vibrés à 2 g (207 μm) et 15 g (222 μm). La taille de l'octaèdre est représentée par le diamètre de la sphère de même volume.

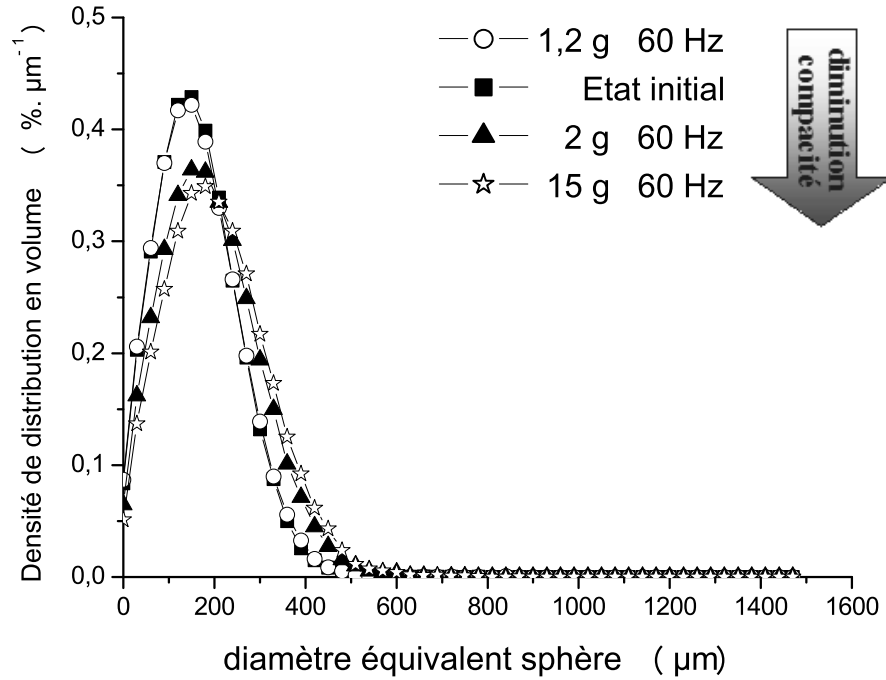


Figure 89 – Distribution en volume de la taille des octaèdres pouvant être inclus dans la phase "pores".

Le tableau 12 résume les tailles moyennes des octaèdres pouvant être inclus dans les pores en fonction de la position des sous-volumes. Comme pour les mesures précédentes, aucun effet de la position axiale ou radiale n'est visible. La taille de l'octaèdre moyen pouvant être inclus dans les pores évolue de façon inverse à la compacité des échantillons. Cependant les écarts de valeurs entre les diamètres moyens des octaèdres ne sont pas assez importants pour être significatifs.

$\bar{D}_{pore} (\mu\text{m})$	initial	1,2 g	2 g	15 g
moyenne en "HAUT"	178 ± 2	189 ± 11	205 ± 8	226 ± 11
moyenne au "MILIEU"	177 ± 2	172 ± 4	209 ± 13	217 ± 12
moyenne en "BAS"	181 ± 3	178 ± 4	208 ± 13	223 ± 8
moyenne au "COEUR"	177 ± 1	181 ± 13	205 ± 6	216 ± 12
moyenne aux "BORDS"	179 ± 3	179 ± 10	207 ± 11	223 ± 10
moyenne des 15 s-v.	179 ± 3	179 ± 10	207 ± 10	222 ± 10

Tableau 12 – Taille moyenne (diamètre équivalent) des octaèdres pouvant être inclus dans la phase "pore" suivant la position dans les échantillons.

Les différentes mesures réalisées sur les grains et sur les pores des 4 échantillons permettent de se conforter dans l'idée que toutes ces grandeurs sont liées. De l'évolution de la compacité découlent l'évolution de la taille des intercepts dans les grains et dans les pores, l'évolution de la covariance et bien sûr l'évolution des contacts entre grains. Ces résultats ne sont pas fondamentaux en eux-même mais pour la première fois une quantification 3D a pu être réalisée. Etudions maintenant les contacts entre les grains.

Mesure des octaèdres dans la phase "pore"

- ▶ La taille des octaèdres pouvant être inclus dans les pores évolue en relation avec la compacité.
- ▶ Cette méthode explicite bien l'effet du tassement et de la dilatation sur la phase poreuse.

L'évolution de la compacité s'observe également par l'intermédiaire de la mesure des intercepts dans la phase "sable".

VI.B.5 Mesure des intercepts dans la phase "sable"

Le principe de la mesure des intercepts est de mesurer la distribution de taille des segments pouvant être inclus dans la phase "sable" suivant une direction de l'espace donnée. Cet algorithme étant appliqué sur des grains non individualisés (sous-volumes seuillés non

séparés), l'effet du tassement (de la dilatation) se répercute sur la mesure des intercepts par le biais du nombre de contact entre les grains. En effet le phénomène de tassement entraîne une augmentation du nombre de contacts entre les grains et un intercept peut alors traverser plus d'un grain. D'où une augmentation de la longueur d'intercept dans la phase "sable" avec le tassement.

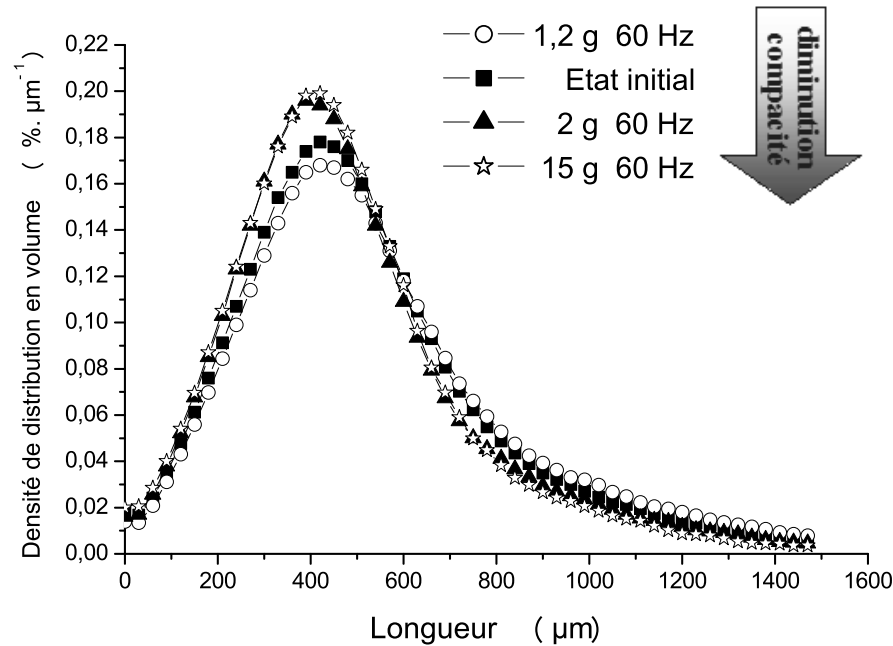


Figure 90 – Distribution en volume de la taille des intercepts dans la phase "sable".

Par exemple, dans l'échantillon 1,2 g dont l'empilement des grains est dense (0,710), les grains ont une probabilité plus grande de se toucher et un segment peut donc facilement traverser deux grains, ce qui augmente la longueur calculée. A l'inverse, dans un échantillon dilaté, il y a plus d'espaces libres entre les grains et la probabilité pour qu'un intercept traverse deux grains est plus faible. La figure 90 permet d'observer ce phénomène avec une taille moyenne d'intercept qui est plus importante dans l'échantillon tassé à 1,2 g (383 μm) que dans les échantillons dilatés à 2 g (350 μm) et 15 g (340 μm). L'ensemble des résultats des longueurs moyennes des intercepts est résumé dans le tableau 13. Les fluctuations de longueur des intercepts mesurés entre le "HAUT" et le "BAS" des échantillons (tab.13) sont reliées aux fluctuations de compacité déjà notées (fig.83). L'intercept moyen plus élevé dans le "BAS" de l'échantillon vibré à 1,2 g par exemple est dû à un nombre de contacts entre

grains plus élevé, en relation avec la compacité plus élevée dans le "BAS" de cet échantillon.

$\bar{l}_{grain} (\mu\text{m})$	initial	1,2 g	2 g	15 g
moyenne en "HAUT"	374 ± 3	373 ± 5	342 ± 16	336 ± 19
moyenne au "MILIEU"	358 ± 5	385 ± 8	360 ± 8	345 ± 14
moyenne en "BAS"	357 ± 2	390 ± 4	349 ± 17	339 ± 3
moyenne au "COEUR"	363 ± 9	388 ± 13	350 ± 13	339 ± 6
moyenne aux "BORDS"	363 ± 9	381 ± 8	351 ± 16	340 ± 15
moyenne des 15 s-v.	363 ± 9	383 ± 9	351 ± 15	340 ± 13

Tableau 13 – Bilan de la mesure de la longueur des intercepts dans la phase "sable" selon la position dans les échantillons.

Mesure des intercepts dans la phase "sable"

- ▶ La taille des intercepts évolue en relation avec la compacité.
- ▶ Augmentation du nombre de contacts avec le tassement.
- ▶ Rupture de contact et diminution de la longueur d'intercept moyen lors de la dilatation.

VI.C ETUDE DES CONTACTS ENTRE LES GRAINS

Afin de compléter les mesures de tailles des grains et des pores dans les empilements, une étude concernant les contacts entre les grains est également conduite. Caractériser les contacts entre grains va nous permettre entre autres de détecter des voûtes de grains. Les voûtes de grains sont à l'origine de blocages des empilements granulaires et permettent d'expliquer la dilatation de certains arrangements granulaires. Aussi pensons-nous pouvoir en trouver quelques unes dans les échantillons 2 g et 15 g. Cette dernière partie traite donc de la définition d'une surface de contact, de la réalisation de mesures physiques de ces contacts et enfin de la mise en place d'un algorithme de détection automatique des voûtes dans les empilements granulaires.

VI.C.1 Définition d'une surface de contact

Il existe trois types de contacts dans les milieux granulaires :

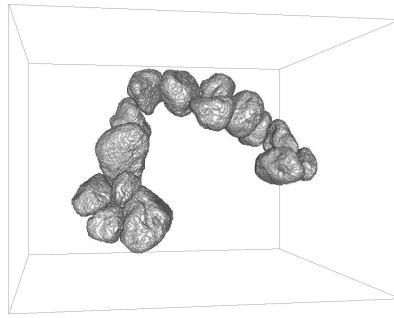


Figure 91 – Exemple de voûte de grains extraite d'un sous-volume de l'échantillon 2 g 60 Hz.

- ▷ les contacts ponctuels
- ▷ les contacts linéiques
- ▷ les contacts surfaciques

Les grains de sable utilisés pour réaliser les empilements étant de forme "sub-arrondis", ils possèdent des facettes pouvant être à l'origine de contacts surfaciques. L'observation des images de tomographie X montre des arrangements des grains de sable sous forme de "puzzle" avec de nombreux contacts surfaciques (fig.92).

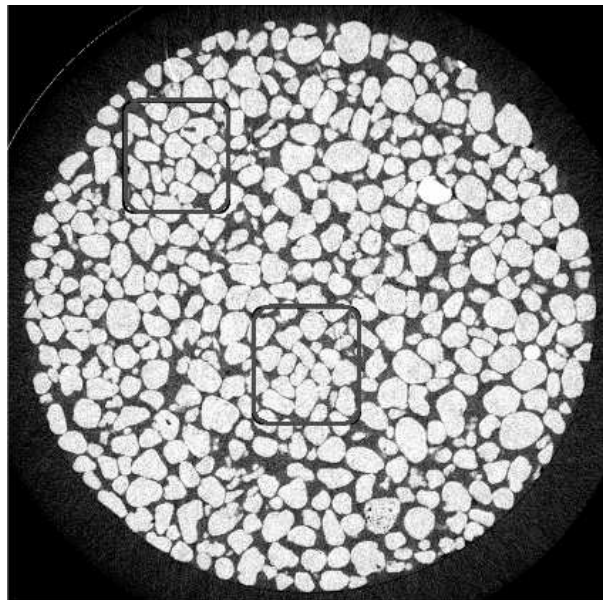


Figure 92 – Exemple d'arrangement des grains en "puzzle". Coupe 2D extraite de l'échantillon 1,2 g 60 Hz.

Grâce au logiciel Aphelion[®], il est possible d'observer ces surfaces de contact en trois dimensions. Afin d'observer ces contacts, nous avons dans un premier temps soustrait des images "seuillées" les images "seuillées séparées" d'un même sous-volume, le résultat devant correspondre aux zones de contact entre les grains. Seulement les mesures de coordonnée effectuées sur ces images étant problématiques, il a été nécessaire de revoir notre méthode de détection des contacts. Un nouvel algorithme de découpage des sous-volumes, de séparation des grains et de reconstruction des surfaces de contact est donc mis au point (Annexe E). Les résultats présentés dans la suite sont issus de ce nouvel algorithme.

VI.C.2 *Caractérisation des surfaces de contact*

VI.C.2.a **Comment mesurer les surfaces de contact ?**

Le problème du calcul d'une surface n'est pas un problème simple à trois dimensions. Malgré cela, dans la littérature de nombreux travaux traitent de ce sujet. Toutes les méthodes conçues permettent de calculer, avec plus ou moins de précision et d'efficacité (en termes de temps de calculs), la surface d'un objet volumique donné. Or dans notre cas, il nous importe de connaître une surface de contact entre deux grains, c'est à dire une entité non palpable, un objet d'épaisseur nulle. Cependant, les objets détectés avec l'algorithme explicité ci-avant et représentant les surfaces de contact ne sont pas d'épaisseur nulle.

Nous avons choisi de mesurer les surfaces de contact par la méthode de Crofton, basée sur la mesure de l'ensemble des surfaces projetées par l'objet dans toutes les directions de l'espace. Cette méthode doit donner une estimation correcte des surfaces de contact tant que l'épaisseur des zones de contact détectées est faible devant leur largeur, ce qui est réalisé ici (fig.113)

VI.C.2.b **Mesure de la surface des contacts**

La dilatation des empilements granulaires vibrés influencent peu les distributions de taille des surfaces de contact entre les grains (fig.94) sauf pour l'échantillon vibré à 15 g pour lequel les surfaces de contacts sont sensiblement plus faibles (tab.14). Une surface de

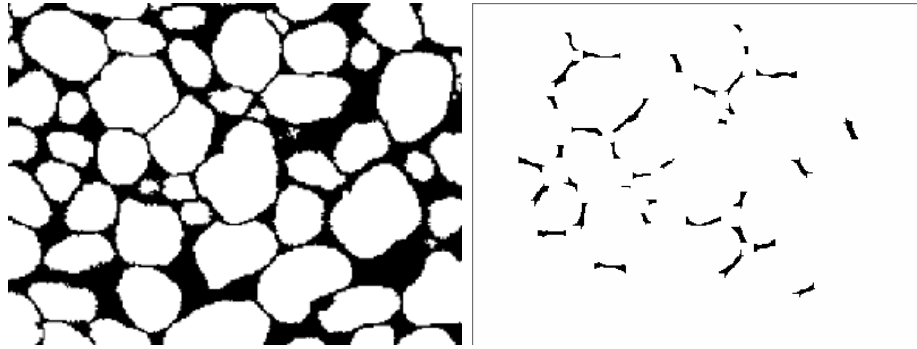


Figure 93 – Exemple de surfaces de contact qui ont été connectées par l’algorithme de reconstruction. coupes 2D

contact moyenne de 500 pixel^2 est mesurée, soit $56\,500 \mu\text{m}^2$ (tab.14).

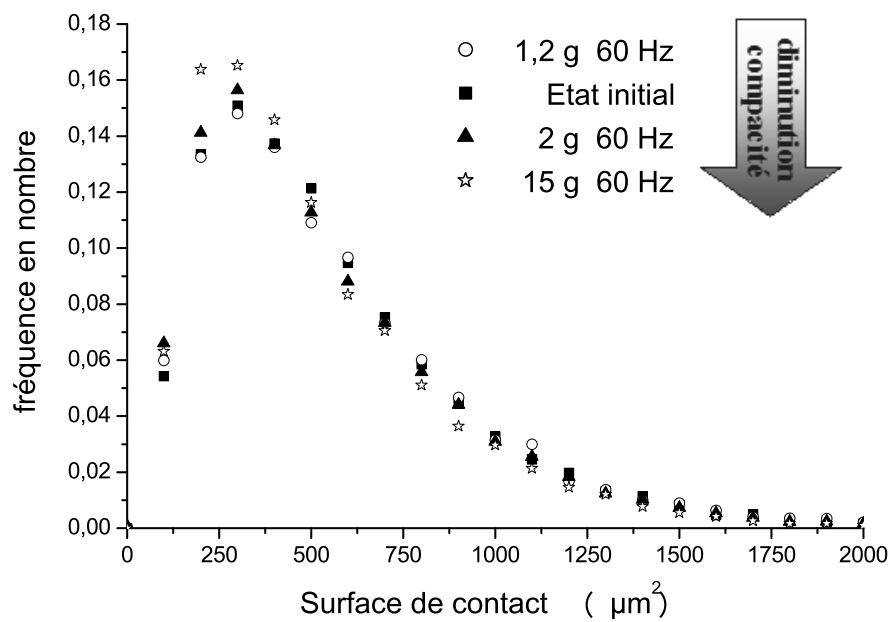


Figure 94 – Distribution en nombre des surfaces de contacts entre les grains pour les 4 échantillons (1 pixel^2 représente $225 \mu\text{m}^2$).

En supposant que la surface de contact soit un disque, son rayon serait de $134 \mu\text{m}$. Par comparaison avec la surface d’un grain, la surface de contact moyenne correspond à 4 % de la surface totale d’un grain ($d_{\text{moy}} = 660 \mu\text{m}$). Deux grandeurs intensives S_{CVS} et S_{VS}

\bar{S} (μm^2)	initial	1,2 g	2 g	15 g
moyenne en "HAUT"	55 800 \pm 1 800	56 300 \pm 2 300	54 200 \pm 4 000	53 100 \pm 2 000
moyenne au "MILIEU"	58 300 \pm 2 000	56 000 \pm 500	57 200 \pm 2 300	52 000 \pm 700
moyenne en "BAS"	55 600 \pm 1 600	57 200 \pm 2 000	55 100 \pm 4 500	51 800 \pm 700
moyenne au "COEUR"	57 600 \pm 3 200	58 100 \pm 900	58 300 \pm 4 300	52 700 \pm 1 600
moyenne aux "BORDS"	56 700 \pm 2 000	56 300 \pm 1 100	55 400 \pm 2 700	51 500 \pm 700
moyenne des 15 s-v.	56 700 \pm 2 300	56 500 \pm 1 100	56 500 \pm 1 100	52 000 \pm 700

Tableau 14 – Bilan de la mesure des surfaces de contact pour les 4 échantillons.

peuvent être calculées comme suit :

$$(b) \quad S_{CVS} = \frac{\text{Surface totale de contacts entre les grains}}{\text{Volume total des grains}}$$

$$(c) \quad S_{VS} = \frac{\text{Surface d'un grain}}{\text{Volume d'un grain}}$$

S_{CVS} représente la somme des surfaces de contacts détectées rapportée au volume de solide analysé. Tandis que S_{VS} représente la surface volumique d'un grain. Le rapport S_{CVS} / S_{VS} vaut 4,5 %, proche du rapport des surfaces calculé précédemment.

La distribution des surfaces de contact est liée à la distribution de taille des grains. La figure 94 présente la distribution des surfaces de contact entre les grains pour les quatre échantillons.

Mesure des surfaces de contact entre les grains

- ▶ La taille moyenne des surfaces de contact correspond à 4 % de la surface d'un grain de taille moyenne.
- ▶ Distribution de la taille des surfaces de contact est due à la distribution de taille des grains.
- ▶ La surface moyenne de contact diminue avec la dilatation.

La détection des surfaces de contacts va nous permettre de mettre au point un algorithme de détection des voûtes de grains à l'intérieur des échantillons.

VI.C.3 *Détections des voûtes de grains*

Définissons tout d'abord ce qu'est une voûte. Une voûte (fig.95) est constituée d'une succession de grains qui possèdent des contacts face-face entre-eux. Une voûte a une forme en arc-de-cercle sous lequel se trouve généralement un empilement plus lâche. Cette augmentation locale de la porosité est décrite par les cercles sur la figure 95. Egalement, un arrangement ordonné des grains au dessus de la voûte est créé. Ces caractéristiques sont typiques d'une voûtes. Aussi en ajoutant ces caractéristiques à la détection des surfaces de contacts, il est possible de mettre au point un algorithme de détection des voûtes.

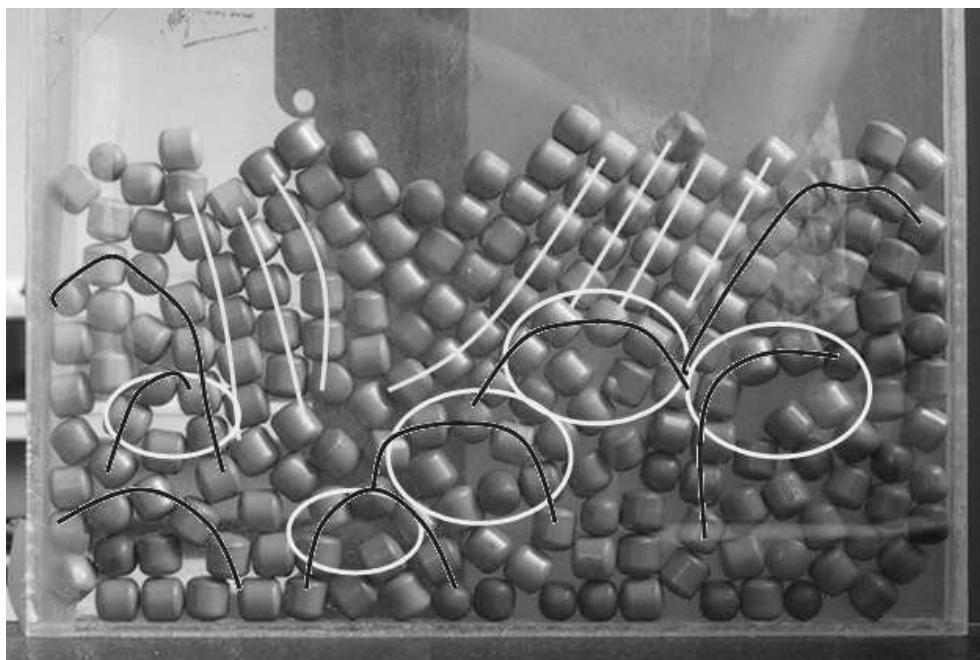


Figure 95 – Les caractéristiques d'une voûte.

Des voûtes ont été détectées dans les 4 échantillons étudiés. Chacun contient un nombre de voûtes différent et les paramètres (nombre de grains impliqués, position dans l'échantillon) de ces voûtes doivent varier avec la compacité (fig.96).

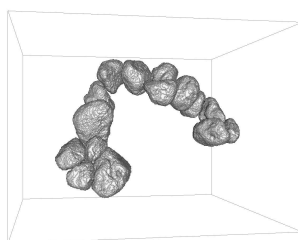


Figure 96 – Exemple de voûte de grains extraite d'un sous-volume de l'échantillon 2 g 60 Hz.

Grâce à la tomographie X, il est désormais possible d'étudier les caractéristiques internes d'un arrangement granulaire. Nous avons ainsi pu déterminer qu'un arrangement granulaire construit par pluiviation est globalement et localement homogène en compacité. Nous avons ainsi observé que ni la pluiviation, ni le tassement, ni la dilatation ne créent d'arrangement particulier des grains. L'ordre reste aléatoire. La tomographie X nous a permis d'analyser de différentes manières l'évolution de la porosité au sein des empilements granulaires. Enfin la réalisation d'un algorithme de détection d'hétérogénéités de structure telles que les voûtes granulaires est fort utile pour caractériser les empilements granulaires dans les fusibles. En effet la présence d'une voûte va créer une zone libre dans laquelle les vapeurs métalliques vont se regrouper créant une surtension locale amenant à l'explosion du fusible.

Conclusion

Cette étude s'inscrit dans le cadre de recherches menées au laboratoire SPIN / LPMG depuis 1990 portant sur l'influence de sollicitations mécaniques sur le comportement des milieux granulaires. Les études précédentes ont porté essentiellement sur l'effet des paramètres du procédé de compaction sur le comportement du milieu granulaire choisi et ses propriétés. Pour notre part, nous nous sommes orientés vers l'étude du comportement de milieux granulaires modèles (sables) soumis à des contraintes vibratoires. Les moyens mis en oeuvre ont été la mise au point de dispositifs expérimentaux permettant d'étudier l'effet de la vibration sur le comportement de sables servant de matière de remplissage aux fusibles. La tomographie X a également été utilisée afin de caractériser les empilements granulaires obtenus. De morphologie différentes, les sables réagissent-ils de manière identique aux vibrations? Lors de la fabrication, le but de l'emploi de systèmes vibrants est d'obtenir des empilements granulaires permettant une coupure électrique. Aussi il nous a semblé intéressant d'étudier l'impact des vibrations verticales sur des empilements de grains de sable pour des gammes de fréquence et d'accélération étendues. Il est ainsi devenu possible de déterminer quelle vibration il convient d'utiliser avec un sable donné pour obtenir le tassement désiré. La morphologie des grains de sable, les dimensions (diamètre et hauteur) des coques céramiques, et le nombre et l'agencement de lames fusibles insérées influencent l'arrangement des grains de sable et peuvent modifier l'effet des vibrations.

La première tâche de ce travail a été de caractériser les matériaux de l'étude. Une étude granulométrique et une analyse de la forme des grains ont été réalisées. Même si au cours de notre étude, seuls quelques sables ont été utilisés, la connaissance de la morphologie de

tous leurs sables permettra à *Ferraz Shawmut* de disposer de points de comparaison. Ainsi deux sables aux caractéristiques différentes ont été utilisés : l'un avec des grains anguleux et l'autre avec des grains arrondis. Un mode de préparation reproductible des échantillons a ensuite été testé. La technique dite de "pluiviation" semblait d'après la littérature très efficace pour réaliser des empilements de manière reproductible. Aussi avons nous mis au point un montage permettant le remplissage de récipients cylindriques par pluiviation avec un protocole particulier défini au laboratoire. La mesure de la compacité des empilements obtenus montre que la technique est reproductible. Les éprouvettes de sables obtenues présentant des compacités comparables, l'effet de la vibration peut être quantifié. Différentes hauteurs de chute des grains ont été testées, fournissant toujours un résultat reproductible. Par contre la mise au point d'une technique de pluiviation par double-tamis, dont le but est d'obtenir des empilements lâches, montre que le choix de la matière et de la maille du tamis a une influence non négligeable sur la compacité finale et sur la reproductibilité des échantillons. La technique de pluiviation, offrant plusieurs variantes, doit être utilisée avec soin pour apporter des garanties sur les caractéristiques des empilements modèles obtenus.

Par ailleurs un dispositif expérimental a été mis au point afin d'étudier l'effet des vibrations sur le milieu granulaire et suivre les mouvements des grains à la paroi. Une caméra vidéo rapide a été synchronisée sur la boucle d'asservissement d'un pot vibrant. Cette caméra nous a également permis de réaliser des films des mouvements d'ensemble qui animent les grains de sable pendant les vibrations. Le montage expérimental utilisé permet de faire varier la fréquence et l'accélération relative de la vibration. Les résultats obtenus sont alors représentés dans des diagrammes à trois dimensions : la fréquence, l'accélération relative et la variable mesurée. La variable mesurée correspond au type de comportement du milieu granulaire et à la compacité globale du milieu granulaire pendant les vibration et à l'arrêt des vibrations.

Plusieurs comportements de sables sous vibration ont été observés en fonction de la fréquence et l'accélération relative. Ainsi des systèmes convectifs avec des types "pente" ou "dôme" ont été observés. Pour des vibrations d'intensité plus importante, le milieu granulaire se déplace comme un solide "cohérent" ou au contraire se dilate. Enfin un phénomène

de "vagues" est observé à la surface du lit granulaire pour des vibrations de très fortes amplitudes. Une étude du phénomène de "pente" montre que l'inclinaison de la pente est maximale autour de 1 g puis diminue avec l'augmentation de l'accélération. L'orientation de la pente est aléatoire mais la pente est répétable. Chaque sable présente un comportement sous vibration qui lui est propre suivant la taille de ses grains et leur angulosité. Mais leur expansion et leur taux de tassement en dynamique sont similaires. Enfin tout deux se redensifient à l'arrêt de la vibration. Le tassement des empilements granulaires se produit pour des vibrations proche de 1 g.

Une étude a été réalisée sur l'influence de l'état de surface de la paroi interne des récipients. Du silicone a été ajouté à l'intérieur des récipients afin de réduire le coefficient de friction grain-paroi. Le comportement collectif des grains en est peu modifié. Quel que soit l'état de surface des parois des récipients, les diagrammes (Γ, f) de la compacité dynamique et relaxée montre une dépendance vis-à-vis de l'amplitude de vibration. Aussi avons nous développé un modèle reliant l'énergie nécessaire à un milieu granulaire pour se mouvoir, liée à l'amplitude de la vibration et au comportement du lit de sable. Nous en avons déduit qu'à chaque changement de comportement ou de compacité correspond un apport différent d'énergie par le pot vibrant, indépendamment de la fréquence et de l'accélération relative.

Ce travail s'inscrivant au départ dans une problématique industrielle, il est intéressant de réaliser une étude de dimensionnement permettant de comprendre les problèmes liés à un changement d'échelle. Des éprouvettes de diamètre et de hauteur différentes ont été préparées. Les dimensions des récipients jouent sur l'arrangement des grains de sable et sur la compacité. La variation du diamètre des récipients modifie les limites de transitions entre les différents mouvements. D'autre part, pour un diamètre de récipient D suffisamment grand, un doublement du nombre de cellules de convection est observé. Une taille critique t_c de cellule de convection estimée à une vingtaine de fois le diamètre d'un grain a pu être déterminée. Si D (ou H_0) $\geq n.t_c$, avec n un entier, une bifurcation peut s'opérer et une augmentation du nombre de cellules être observée. L'augmentation du diamètre des récipients influence peu la dilatation du milieu granulaire par rapport à la variation de la hauteur. La propagation des vibrations étant verticales, ceci pourrait expliquer l'influence

prédominante de la hauteur de sable. Une augmentation de la hauteur initiale de sable rend difficile la mobilité des couches granulaires inférieures, réduisant la dilatation de l'ensemble.

La dernière étude réalisée concerne *l'analyse des images 3D* obtenues par tomographie X. Avant de réaliser des mesures sur les empilements virtuels, nous avons opéré divers traitements dans le but d'améliorer leur qualité et de pouvoir séparer correctement les grains. Notre méthode d'estimation de la taille des grains par une mesure directe du nombre de voxels 3D est comparée avec les résultats obtenus avec un granulomètre du commerce. La mesure de taille des grains de sable fournit un résultat identique à celui obtenu par granulométrie laser. Cette mesure montre également l'absence de gradient de taille dans les 4 échantillons analysés par tomographie X. Ce résultat est peu trivial car nous savons par ailleurs que les vibrations dans un milieu granulaire sont des sources de ségrégation importantes. Il n'est pas pour autant illogique. En effet le comportement sous vibration des sables est dominé par la convection. Or d'après la théorie des mélanges, la convection permet d'obtenir des mélanges de bonne qualité, à l'inverse la diffusion est peu efficace. La première étude montre que seul l'échantillon initial est localement homogène en compacité. les échantillons dilatés (préparés à des accélérations de 2 et 15 g) montrent de larges fluctuations locales de la compacité. Mais globalement la compacité moyenne par couche est stable dans ces échantillons. L'échantillon tassé présente deux zones ; l'un tassée homogène en compacité et une autre (couche supérieure) dilatée hétérogène en compacité. La mesure de la covariance nous a permis de déterminer que les empilements de grains obtenus par vibration ne présentent pas d'arrangement particulier. L'ordre à courte distance correspond à la taille d'un grain : l'arrangement est aléatoire. Nous avons alors caractérisé la phase poreuse et l'arrangement granulaire à l'aide de trois techniques : la mesure des intercepts dans la phase poreuse, la mesure des octaèdres inclus dans la phase poreuse et la mesure des intercepts dans la phase "grain". Les résultats obtenus concordent avec l'évolution générale de la compacité. A savoir qu'une diminution de la compacité correspond à une augmentation du volume poreux et donc à une augmentation de la longueur moyenne des intercepts (diamètre des octaèdres) dans la phase poreuse. De même une augmentation de la compacité correspond à un rapprochement des grains, à une augmentation du nombre de contacts et donc à une augmentation de la longueur moyenne d'intercept dans la phase

grain". Ensuite nous avons voulu caractériser les contacts entre les grains. Pour ce faire il a fallu mettre au point un algorithme de reconstruction des surfaces de contact. Une distribution de la taille des surfaces de contact a été obtenue, en lien avec la distribution de taille des grains. Notre but était de pouvoir mesurer la coordinence \bar{z} des empilements. Malheureusement, notre algorithme ne fournit pas un résultat satisfaisant pour l'instant et devrait être amendé pour éviter les problèmes constatés dans l'évaluation de la distribution de \bar{z} . Cependant un algorithme de détection de voûtes de grains a été réalisé. Des voûtes de grains ont été détectées dans les quatre échantillons analysés.

L'étude qui vient d'être menée a permis de mieux comprendre l'importance de la vibration sur la qualité des empilements granulaires. Disposant de diagrammes (Γ, f) de la compacité des sables, la société *Ferraz Shawmut* peut désormais mieux définir les vibrations utilisées pour la fabrication des fusibles. L'étude du dimensionnement a permis d'observer l'effet sur les empilements granulaires de l'espace intérieur des fusibles. Afin de compléter cette étude, il faudrait réaliser des échantillons de taille identique mais dans lesquels des lames fusibles, en nombre et positionnement variables, seraient introduites et comparer les résultats obtenus avec ceux connus pour du sable seul. Cela serait également l'occasion d'étudier l'effet de l'introduction d'un élément étranger dans un milieu granulaire et d'observer l'impact sur le mouvement des grains et la formation des cellules de convection.

D'autres paramètres n'ont pas été pris en compte ici, mais dont l'étude peut être envisagée. Ainsi l'effet du flux de gaz à l'intérieur du milieu granulaire au cours des vibrations pourrait être analysé. La présence d'un couvercle au dessus du milieu granulaire modifie-t'il le transport du gaz dans le milieu granulaire par là le système convectif qui anime les grains? Il serait intéressant de réaliser des expériences en remplaçant l'air par de l'argon ou travailler à pression de gaz réduite (vide). Au cours de ces travaux, nous avons abordé l'influence de l'état de surface des parois des récipients sur le comportement des sables pendant la vibration. Cet effet mériterait d'être approfondi en utilisant des récipients de natures différentes. Notre modèle concernant la dissipation de l'énergie vibratoire pourra être étoffé par une étude sur les coefficients de restitution grain-paroi. Un autre paramètre à étudier concerne la nature de la vibration. Nous avons utilisé une vibration verticale, tandis

que pour la fabrication des fusibles des taps horizontales sont utilisées. Une comparaison entre vibrations verticales et horizontales et des taps verticales et horizontales serait une étude intéressante.

Ce travail nous a permis d'en connaître plus sur le comportement des sables sous vibration. Mais les milieux granulaires n'ont pas livré tous leurs secrets et bien des questions nous animent encore. En témoigne la richesse des sujets intéressants à étudier.

ANNEXES

Tests de contrôle de la qualité des fusibles

I TEST DE DURETÉ AU PÉNÉTROMÈTRE

Des tests de dureté au pénétromètre sont réalisés sur des fusibles étalons afin de vérifier régulièrement le procédé de tassement des fusibles (fig.97). La valeur donnée par l'appareil indique la profondeur d'insertion du pénétromètre dans le bloc de sable non aggloméré. Elle doit être inférieure à une valeur limite qui valide le bon remplissage du sable dans le bloc. Cette valeur limite de pénétration a été définie empiriquement selon le type de fusible testé. Cette technique de mesure de contrôle de la qualité de l'empilement à partir d'une mesure de dureté est bien adaptée pour l'investigation des milieux granulaires [31].

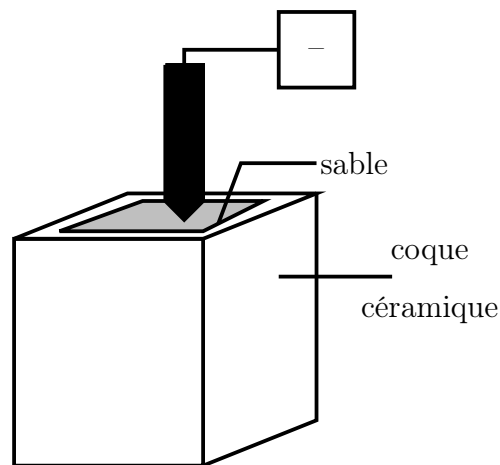


Figure 97 – Test de mesure de la dureté avec un pénétromètre.

II MESURE DE LA PRISE DE MASSE

La seconde technique, utilisée ponctuellement par la société *Ferraz Shawmut* afin de caractériser le tassement, consiste à mesurer la prise de masse des fusibles après ensablage. Dans un premier temps, le volume intérieur des corps en céramique est déterminé par la mesure de la quantité d'eau qu'ils peuvent contenir. Ensuite en mesurant la masse de sable introduite, il est possible de remonter à la compacité des fusibles. Une prise de masse maximum est significative d'un bon tassement. La mesure du volume intérieur de chaque corps en céramique est nécessaire, car une variation de 4 % de leur volume a été mise en évidence. C'est pour cette raison que cette technique n'est utilisée qu'au niveau de la recherche.

Les deux tests, précédemment décrits, permettent certes un contrôle macroscopique de la qualité de l'empilement mais ne fournissent aucune information sur la qualité de l'empilement granulaire à l'échelle microscopique.

Mesure de la coulabilité

Le testeur de poudre Hosokawa (fig.98) est un appareil permettant d'évaluer les paramètres d'écoulement et de déferlement d'une poudre. L'évaluation de l'écoulement d'une poudre nécessite l'utilisation de 4 paramètres qui influent sur le phénomène. Ces facteurs sont l'angle de repos, l'angle de spatule, la compressibilité, la cohésion ou l'uniformité. Le déferlement est la tendance d'une poudre à s'écouler par plaques. L'évaluation de ce paramètre nécessite 3 mesures sur l'angle de chute, la dispersibilité et l'angle de différence [72]. A chaque mesure correspond une note qui est reportée dans la fiche de mesure (fig.99).

Les indices de Carr, I_{carr} , et d'Hausner, H_r , sont des indices thermodynamiques définis comme : $I_{carr} = \frac{\rho_{tassée} - \rho_{aérée}}{\rho_{aérée}}$ Les poudres ayant un indice $I_{carr} < 0,15$ ont une bonne coulabilité. $H_r = \rho_{tassée} / \rho_{aérée}$ Les valeurs $1 < H_r < 1,2$ indiquent une poudre "free flowing", c'est-à-dire très coulable à coulable. Si $H_r > 1,4$ les poudres sont cohésives.



Figure 98 – Le powder Tester d'Hosokawa.

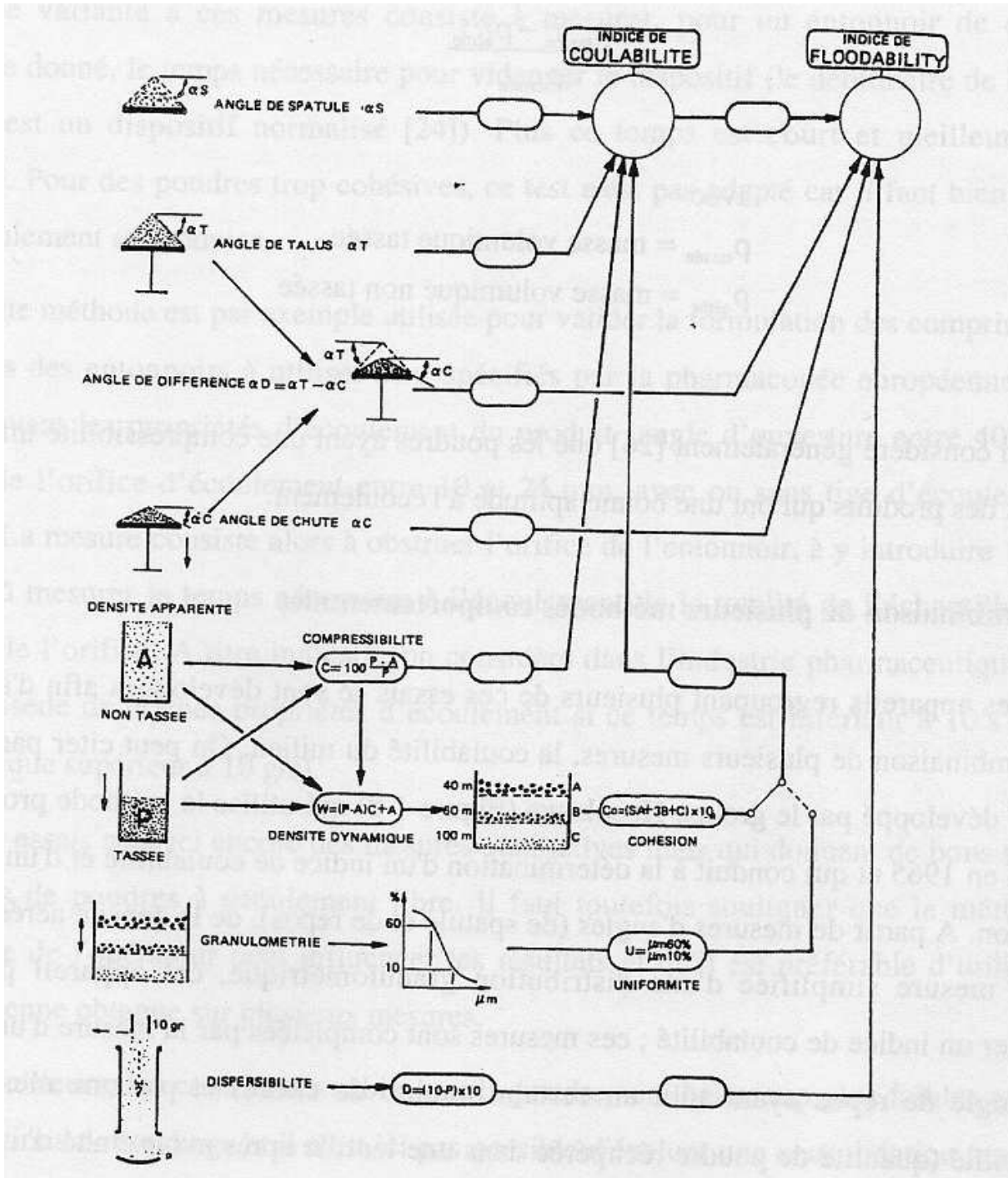


Figure 99 – Fiche de mesure Hosokawa.

La pluiviation par double-tamis

Une seconde technique de préparation des empilements initiaux a été testée afin d'obtenir des empilements plus lâches. Ainsi un second tamis est placé au fond des récipients, trois tiges de fer à 120° l'une de l'autre permettant de le remonter. La pluiviation se passe de la même manière que précédemment à la différence qu'une fois une couche de 4 mm de grains mise en place, le tamis placé au fond du récipient est remonté de 5 mm aérant ainsi l'empilement granulaire (fig.100), et ainsi de suite, couche par couche.

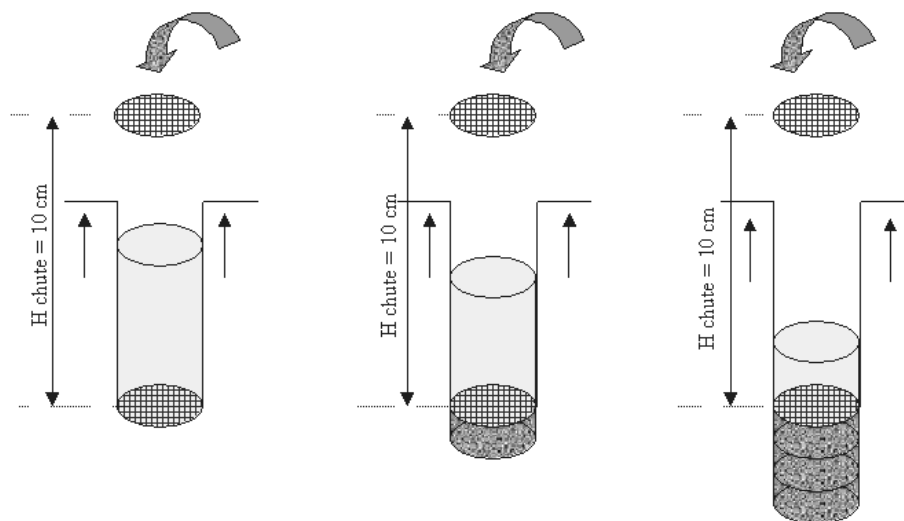


Figure 100 – Principe de la technique de pluiviation par double-tamis.

Les compacités obtenues sont plus lâches comme l'indique le tableau 15 qui récapitule les différents essais menés. La matière du second tamis influence légèrement les résultats et la reproductibilité est un peu moins bonne qu'avec la technique de pluiviation traditionnelle.

	tamis plastique maille 1,5 mm	tamis acier maille 1,6 mm	tamis acier maille 2,2 mm	tamis plastique maille 2,5 mm
compacité	0,583	0,589	0,590	0,575
écart-type	1,2 %	2,6 %	1,0 %	0,9 %

Tableau 15 – Bilan des essais de pluviation par double-tamis réalisés avec le sable 2. Le tamis supérieur est en acier de maille 2 mm, seules les caractéristiques du tamis introduit dans le récipient varient (récipient $D = 28$ mm, $H_0 = 30 \pm 1$ mm, sable 2 $d_{moy} = 660 \mu\text{m}$).

Etude des mouvements granulaires avec le pot vibrant *Ferraz Shawmut*

Deux pots vibrants ont été utilisés au cours de cette étude et les résultats obtenus diffèrent quelque peu d'un pot vibrant à l'autre. Malgré un contrôle minutieux de la planéité des porte-échantillons et l'utilisation d'éprouvettes de sable comparables, les résultats restent différents. Cette différence pourrait être due à la présence à l'intérieur du pot vibrant de l'EMSE d'un composant électronique qui intervient sur la consigne de vibration. Ce composant est absent du pot vibrant de *Ferraz Shawmut*.

I ETUDE DES SABLES

I.1 *Sable aux grains anguleux : Sables 4 et 8*

Pour cette partie, nous avons choisi de comparer deux sables : le sable 8 et le sable 4. Ces deux sables sont constitués de grains anguleux de taille moyenne respectivement égale à $270 \mu\text{m}$ et $370 \mu\text{m}$ (fig.5, tab.3).

✓ Comportement collectif des grains

D'après la littérature, l'apparition des premiers mouvements nécessite une accélération au moins égale à 1,2 g. Le sable 4 commence à se mouvoir quand Γ atteint 1,2 g quelle que soit la fréquence (fig.101). Par contre, les grains du sable 8 ($d_{\text{moy}} = 266 \mu\text{m}$) commencent à se mouvoir dès 0,6 g d'accélération à 20 Hz et 1 g à 100 Hz. Cette précocité pour la mise

en mouvement est probablement due à la taille des grains du sable 8. Ces grains étant plus petits, ils demandent chacun moins d'énergie pour se déplacer.

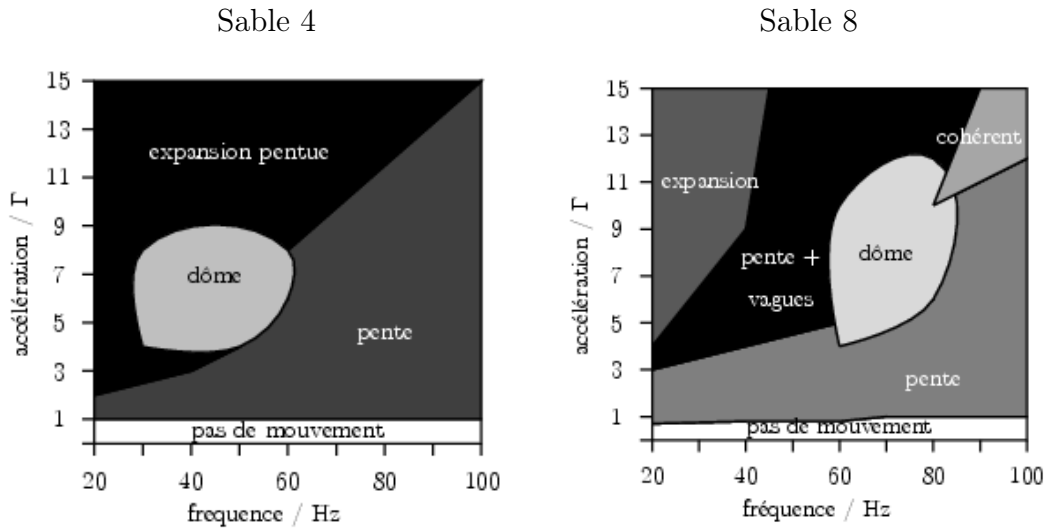


Figure 101 – Diagramme fréquence - accélération des mouvements des grains soumis à des vibrations verticales pour les sables 4 et 8. $d_{moyS4} = 370 \mu\text{m}$, $d_{moyS8} = 266 \mu\text{m}$, $D = 28 \text{ mm}$, $H_0 = 30 \text{ mm}$, pot vibrant *Ferraz Shawmut*, pas de silicone.

Les comportements sont assez différents d'un sable à l'autre. Tandis que le sable 8 montre une grande richesse de mouvements, l'ensemble des grains du sable 4 forment généralement une pente se dilatant plus ou moins suivant l'énergie apportée par la vibration. Leur seul point commun concerne la présence d'une zone de formation d'un dôme parfait. Pour le sable 8, les grains forment d'abord une pente, à laquelle viennent s'ajouter des vagues qui remontent la pente pour des vibrations plus énergétiques. Lorsque l'amplitude des vibrations augmente encore, l'expansion du milieu granulaire apparaît. L'intérêt du sable 8 est la mise en évidence de la formation de vagues en $f/2$ comme décrites dans la thèse de Wassgren [87]. Ce sable est celui qui propose la plus grande variété de comportements d'un milieu granulaire soumis à des vibrations verticales.

Par rapport aux résultats de Hsiao [33], la hiérarchisation des mouvements granulaires est différente. Ainsi le mouvement "cohérent" devrait se trouver entre la formation d'une pente et l'expansion. Or sur notre diagramme, la zone "expansion" et la zone "cohérent" sont situées loin l'une de l'autre (fig.101). La différence avec les résultats de Hsiao vient du fait que lors de ses expériences il a fait varier Γ et f de façon à toujours avoir une amplitude

égale à 5 mm. Cela signifie que pour $1 \leq \Gamma \leq 15$, la fréquence d'étude varie de 7 à 27 Hz. En plaçant les points de mesures de Hsiau sur notre diagramme, il est évident que les limites d'apparition des mouvements sont bien différentes. De plus, Hsiau a utilisé des billes de verre, tandis que nous utilisons des grains de sable polydispersés en taille et en forme.

✓ Etude de la dilatation volumique dans des conditions dynamiques

Au cours de la vibration, le volume du milieu granulaire est relevé de façon à pouvoir calculer le taux de dilatation du milieu. Par manque de mesures, les diagrammes présentés ici ne présentent pas l'évolution de la compacité dynamique en fonction de la fréquence et de l'accélération mais seulement des allures de courbes iso- $\Delta(V)$ déduites de nos mesures (fig.102). $\Delta(V)$ représente la différence entre le volume dynamique et le volume initial en pour cent. Autrement dit, un $\Delta(V)$ positif indique une dilatation du milieu ($C_{dynamique} < C_{initiale}$) et un $\Delta(V)$ négatif un tassement.

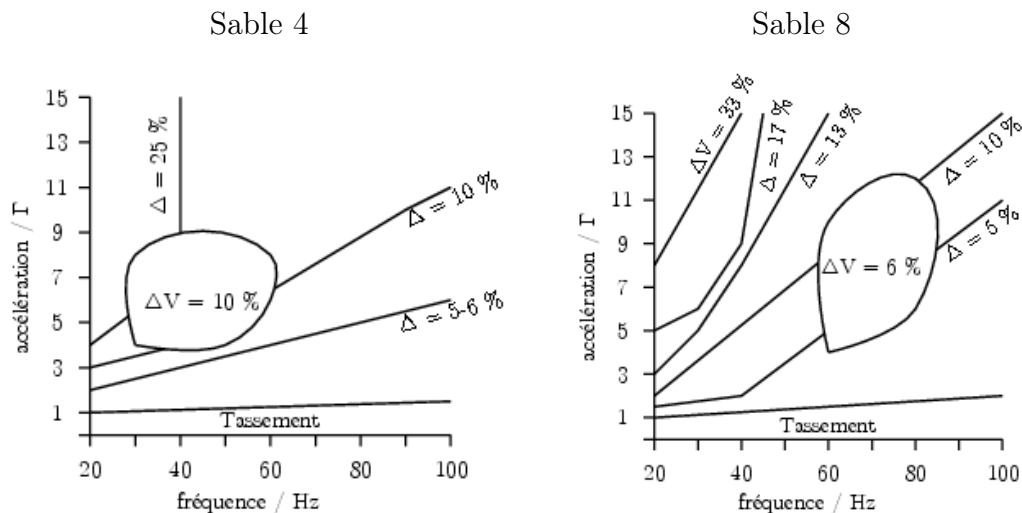


Figure 102 – Allure des courbes iso- $\Delta(V)$ dans un diagramme fréquence - accélération pour les sables 4 et 8 soumis à des vibrations verticales. $d_{moyS4} = 370 \mu\text{m}$, $d_{moyS8} = 266 \mu\text{m}$, $D = 28 \text{ mm}$, $H_0 = 30 \text{ mm}$, pot vibrant *Ferraz Shawmut*, pas de silicone.

Malgré des comportements différents sous vibration, les sables 4 et 8 se dilatent de manière similaire. Du tassement est observé dans la zone d'apparition du mouvement autour de 1 g. En dehors de cette zone, seule l'expansion est observée. Plus l'amplitude des vibrations est forte (fort Γ , faible f), plus la dilatation est importante. Le sable 8 se dilate légèrement plus avec une expansion volumique qui atteint les 33 %. L'expansion volumique est homo-

gène au sein des zones de "dômes". Les dômes de sable 8 se forment à une amplitude plus faible (0,4 mm) que ceux de sable 4 (1-2 mm), leur expansion est plus faible. Globalement les courbes iso-expansion volumiques suivent les contours des zones de mouvements granulaires (fig.101).

✓ Compacité relaxée du sable 4

Nous avons observé précédemment que les milieux granulaires se dilatent généralement sous l'effet de la vibration. Lorsque cette dernière est arrêtée, les grains retombent dans les récipients sous l'effet de la pesanteur. Le diagramme (Γ , f) de la compacité relaxée a été réalisé pour le sable 4 dont la compacité initiale vaut 0,636 (fig.103). Lors de l'arrêt de la vibration, une densification se produit sous l'effet de la pesanteur. Tandis qu'en dynamique, une dilatation maximale de 33 % était obtenue (fig.102), en statique (état relaxé) la dilatation maximale vaut 10 % (fig.103). Une zone plus dense est observée autour de 60 Hz pour $\Gamma \geq 8$. Pour le moment, nous ne nous expliquons pas cette reprise de densité du milieu granulaire vers 60 Hz.

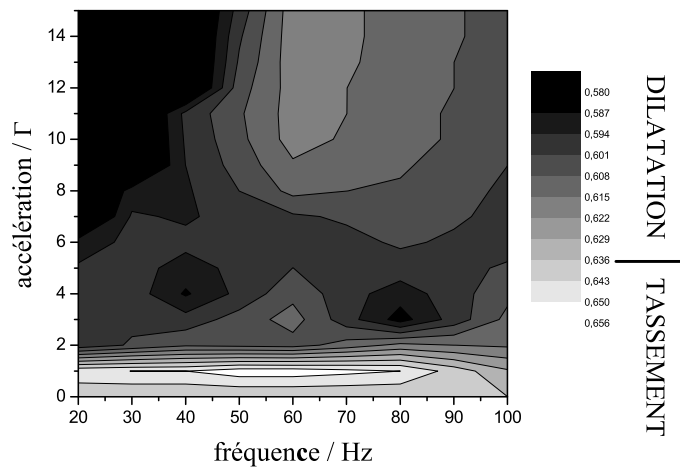


Figure 103 – Diagramme fréquence - accélération de la compacité relaxée du sable 4 suite à des vibrations verticales. $d_{moyS4} = 370 \mu\text{m}$, $D = 28 \text{ mm}$, $H_0 = 30 \text{ mm}$, pot vibrant *Ferraz Shawmut*, pas de silicone.

Sable 4 et 8 : grains anguleux, $d_{moyS4} = 370 \mu\text{m}$, $d_{moyS8} = 266 \mu\text{m}$, $CV = 6 \%$

- ▶ Le sable possédant les plus petits grains présente une plus grande diversité de mouvements granulaires.
- ▶ Pour les deux sables, seule la zone d'apparition du mouvement montre un tassement du milieu granulaire.
- ▶ Les taux de dilatation dynamique des deux sables sont similaires.

I.2 Sable aux grains arrondis : le sable 2

Le sable 2 est constitué de grains sub-arrondis de taille moyenne $d_{moy} = 660 \mu\text{m}$.

✓ Comportement collectif des grains

Le diagramme (Γ, f) des mouvements granulaires du sable 2 (fig.104) soumis à des vibrations verticales présente trois types de comportements. Dès que l'énergie fournie par les vibrations est suffisante, les grains se mettent en mouvement suivant un flux convectif simple formant une pente en surface. Ce comportement "pente" se transforme ensuite en expansion plane du milieu puis en vagues suivant l'augmentation de l'amplitude de vibration.

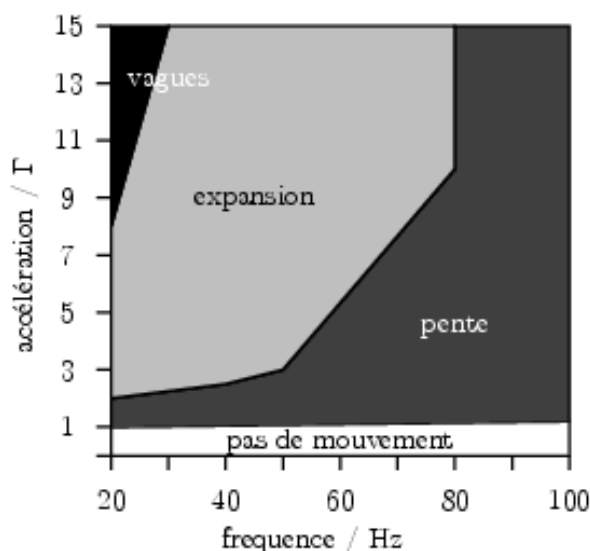


Figure 104 – Diagramme fréquence - accélération des mouvements d'ensemble du sable 2 soumis à des vibrations verticales. $d_{moy} = 660 \mu\text{m}$, $D = 28 \text{ mm}$, $H_0 = 30 \text{ mm}$, pot vibrant *Ferraz Shawmut*, pas de silicone.

✓ Compacité dynamique et relaxée

La compacité initiale d'un empilement de sable 2 est égale à 0,674. Les taux de dilatation relevés (fig.105) sont au maximum de l'ordre de 17 %, alors que les sable 4 et 8 montrent des taux de dilatation supérieurs à 20 %. Le diagramme (Γ , f) de la compacité relaxée (fig.105) montre un tassement maximal de 6 %. Finalement le sable 2 a un comportement collectif de ses grains différent des deux autres sables.

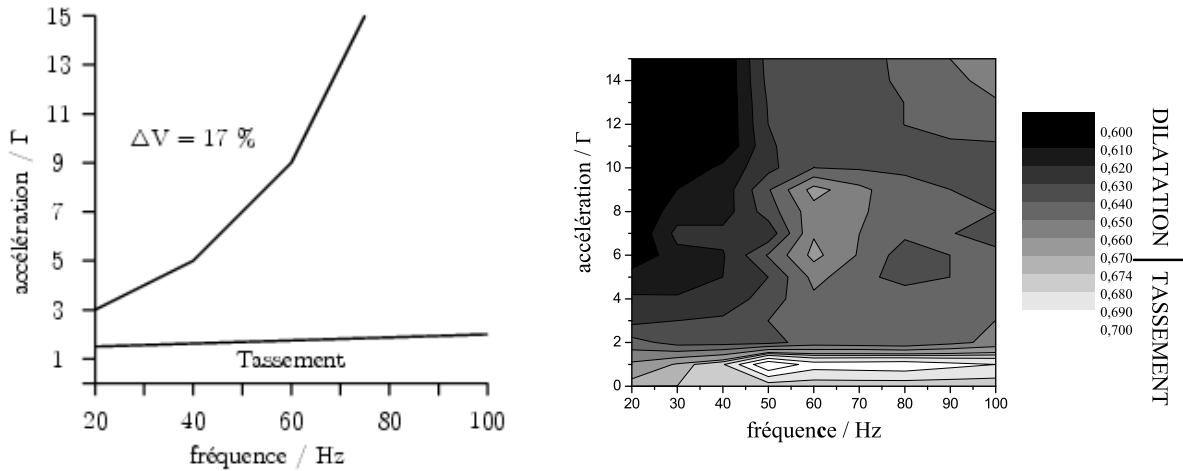


Figure 105 – Diagramme fréquence - accélération de la dilatation volumique et de la compacité relaxée du sable 2 soumis à des vibrations verticales. $d_{moy} = 660 \mu\text{m}$, $D = 28 \text{ mm}$, $H_0 = 30 \text{ mm}$, pot vibrant *Ferraz Shawmut*, pas de silicone.

Cas d'un sable aux grains sub-arrondis : le sable 2, $d_{moy} = 660 \mu\text{m}$

- ▶ Comportement collectif différent des deux autres sables.
- ▶ Dilatation dynamique inférieure aux deux autres sables.
- ▶ Tassement maximal de l'ordre de 6 %.

II ETUDE DES BILLES DE VERRE

✓ Mouvements d'ensemble des billes de verre

Le comportement des trois lots de billes de verre est identique malgré leur différence de diamètre moyen (fig.106). Trois types de mouvements collectifs de billes de verre sont observés successivement ; la formation d'une pente ou d'un dôme, l'expansion du milieu et des vagues. D'après Hsiau [33] et Wassgren [87], la mise en mouvement d'un milieu composé de billes de verre aboutit à la formation d'un dôme. Or Möbius [48] a récemment observé que l'utilisation de billes de verre de diamètre inférieur à $500 \mu\text{m}$ dans des récipients aux

parois lisses entraîne la formation d'un mouvement convectif asymétrique correspondant à la formation d'une pente et non d'un dôme. Le diamètre moyen de nos billes étant inférieur ou égal à $560 \mu\text{m}$ et les parois de nos récipients étant lisses, nos résultats sont cohérents avec ceux de cet auteur. Des dômes se forment parfois.

Les billes de verre se mettent facilement en mouvement. Ainsi à partir de 0,6 g et 20 Hz (soit une amplitude de 0,37 mm), une pente apparaît déjà et ce quelle que soit la taille des billes. L'accélération permettant la mise en mouvement du milieu granulaire évolue ensuite linéairement en fonction de la fréquence. Le premier comportement observé oscille entre la formation d'une pente et celle d'un dôme. Très souvent, les dômes sont desaxés montrant ainsi les deux comportements simultanément.

Etude des billes de verre

La taille de la zone d'expansion évolue avec la taille des billes de verre. Ainsi lorsque le diamètre moyen des billes augmente, la zone d'expansion apparaît pour des amplitudes de plus en plus faibles.

✓ Etude de la dilatation volumique dynamique

L'allure des courbes iso- ΔV montre que les trois lots de billes se comportent de façon identique (fig.107). Les taux de dilatation observés sont relativement similaires pour les trois lots de billes. La zone de tassement est comprise entre 0 et 2 g, valeur légèrement supérieure à celle des sables.

Les taux de dilatation des billes de verre sont similaires à ceux des sables.

✓ Etude de l'état relaxé

Nous avons observé précédemment que les milieux granulaires se dilatent généralement sous l'effet de la vibration. Lorsque cette dernière est arrêtée, les grains retombent dans les récipients sous l'effet de la pesanteur. Nous avons donc réalisé quelques mesures du volume final afin de tracer des diagrammes (Γ, f) présentant l'allure des courbes de dilatation volumique relaxée pour les billes de verre (fig.108).

Deux comportements sont clairement observables (fig.108). Alors que la dilatation volumique dynamique des trois lots de billes de verre est comparable, la dilatation volumique relaxée montre deux comportements différents. D'une part les billes de verre 1 montrent

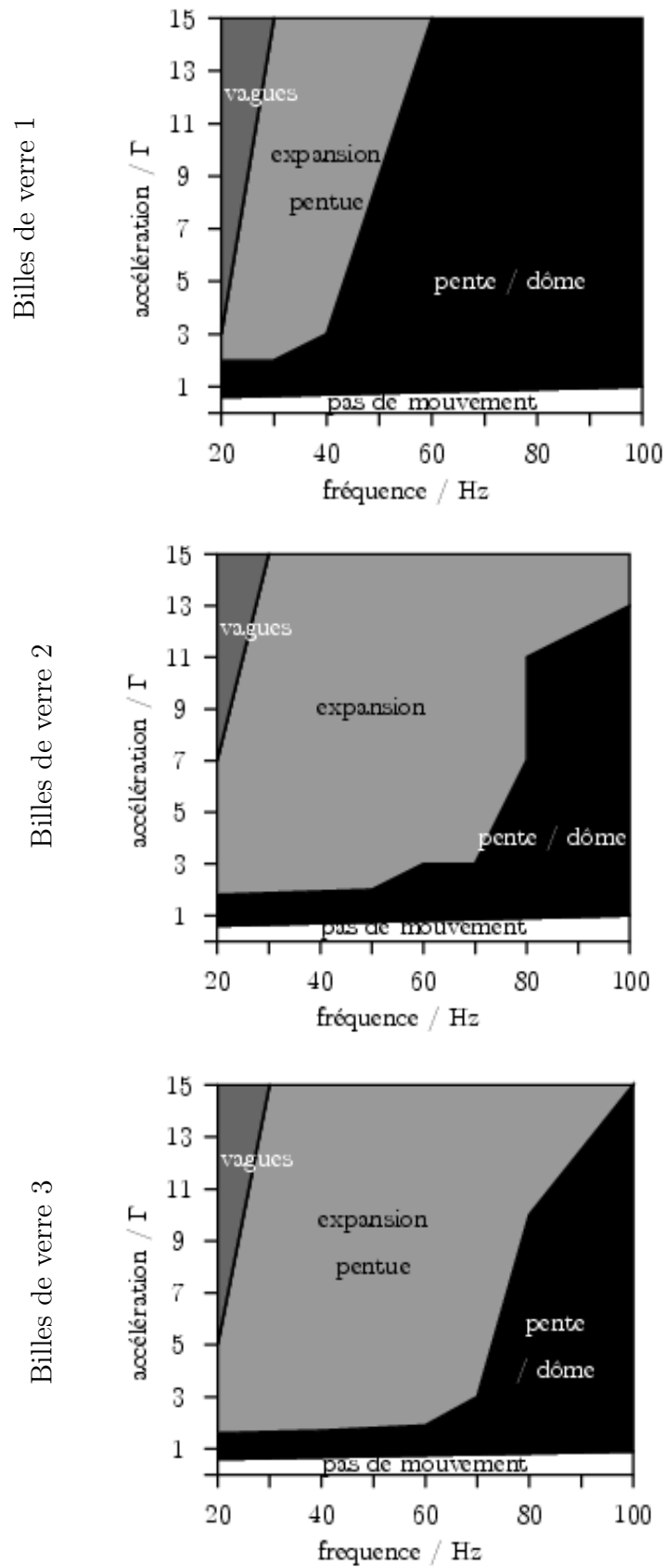


Figure 106 – Diagramme fréquence - accélération des mouvements d’ensemble des billes de verre soumises à des vibrations verticales pour les lots 1, 2 et 3. $d_{moyBV1} = 297 \mu\text{m}$, $d_{moyBV2} = 364 \mu\text{m}$, $d_{moyBV3} = 585 \mu\text{m}$, $D = 28 \text{ mm}$, $H_0 = 30 \text{ mm}$, pot vibrant *Ferraz Shawmut*, pas de silicone.

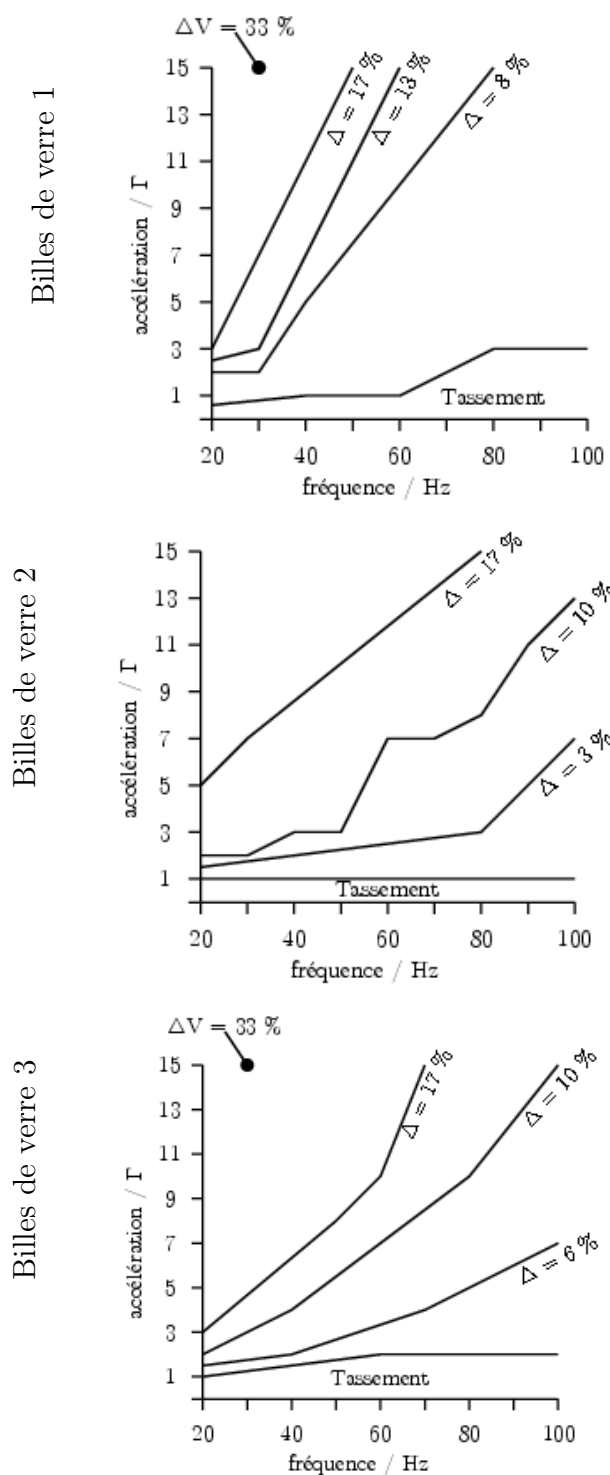


Figure 107 – Diagramme fréquence - accélération de la dilatation volumique dynamique des billes de verre soumises à des vibrations verticales pour les lots 1, 2 et 3. $d_{moyBV1} = 297 \mu\text{m}$, $d_{moyBV2} = 364 \mu\text{m}$, $d_{moyBV3} = 585 \mu\text{m}$, $D = 28 \text{ mm}$, $H_0 = 30 \text{ mm}$, pot vibrant *Ferraz Shawmut*, pas de silicone.

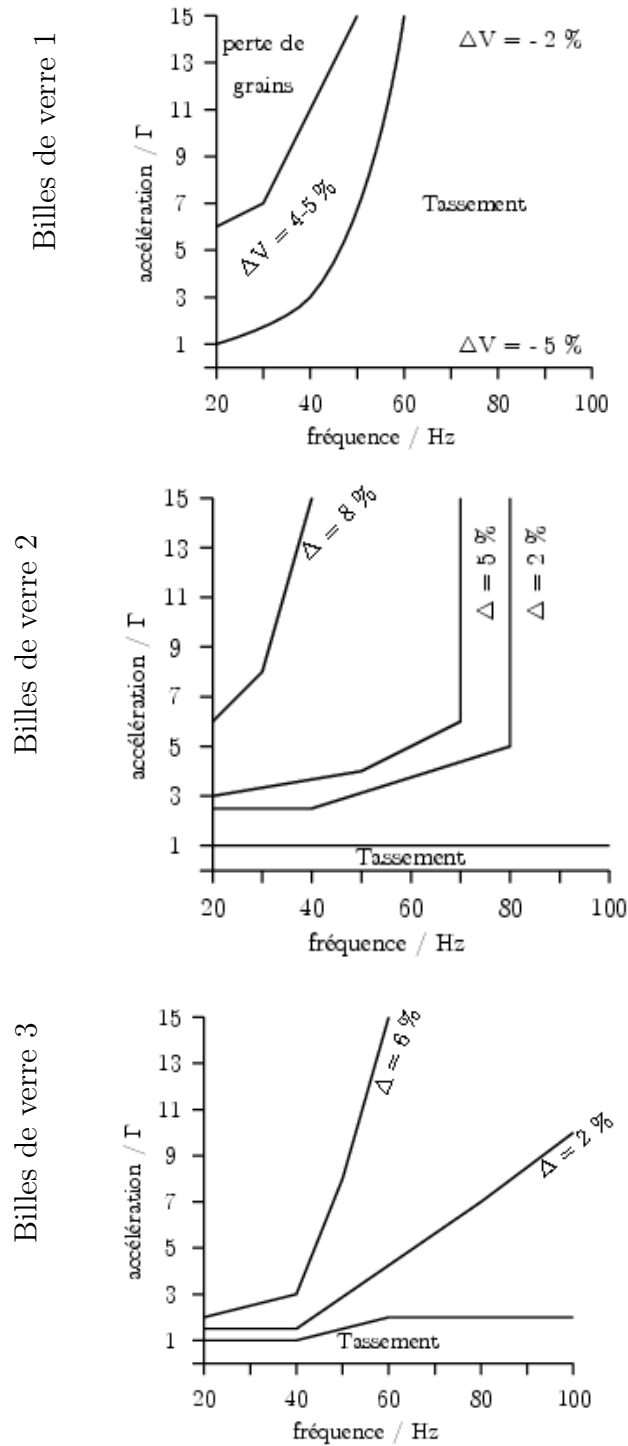


Figure 108 – Diagramme fréquence - accélération de la dilatation volumique relaxée des billes de verre suite à des vibrations verticales pour les lots 1 et 3. $d_{moy_{BV1}} = 297 \mu\text{m}$, $d_{moy_{BV2}} = 364 \mu\text{m}$, $d_{moy_{BV3}} = 585 \mu\text{m}$, $D = 28 \text{ mm}$, $H_0 = 30 \text{ mm}$, pot vibrant *Ferraz Shawmut*, pas de silicone.

une forte tendance au tassement après l'arrêt de la vibration et ce quelles que soient les caractéristiques de cette dernière. Ce taux de tassement varie de 2 à 5 %. Il diminue avec l'augmentation de l'amplitude dynamique. D'autre part les billes de verre 2 et 3 se redensifient à l'arrêt de la vibration mais sans conduire à un tassement par rapport au volume initial. Les taux de dilatation relaxés (6 %) sont inférieurs à ceux des sables (10 %).

Un diagramme (Γ, f) complet représentant la compacité relaxée du milieu granulaire a été réalisé avec les billes de verre 2 (fig.109). La compacité initiale du milieu est de 0,609 après pluviation. Suite à des vibrations verticales, la compacité relaxée varie entre 0,560 et 0,615. Le tassement du milieu granulaire ne concerne que la zone proche de la limite d'apparition du mouvement. Les courbes iso-compacité montre que la dilatation relaxée du milieu évolue comme l'amplitude de la vibration, c'est-à-dire proportionnellement à l'accélération Γ et à l'inverse du carré de la fréquence.

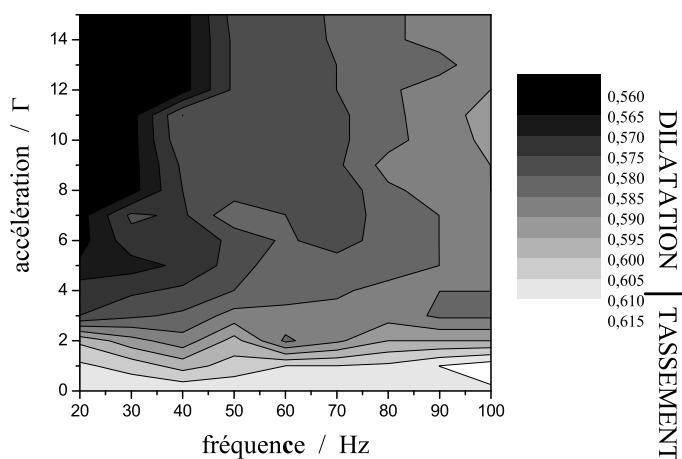


Figure 109 – Diagramme fréquence - accélération de la compacité relaxée des billes de verre 2 suite à des vibrations verticales. $d_{moyBV2} = 364 \mu\text{m}$, $D = 28 \text{ mm}$, $H_0 = 30 \text{ mm}$, pot vibrant *Ferraz Shawmut*, pas de silicone.

Billes de verre 1, 2 et 3 : sphériques de taille moyenne différente

- Le comportement collectif des billes de verre n'est pas influencé par leur taille. Seule la limite d'apparition du mouvement d'expansion est modifiée.
- Pas d'influence de la taille des billes de verre sur leur taux de dilatation en dynamique.
- En mode relaxée, les billes de verre de plus petite taille (Billes 1) se tassent quelle que soit l'accélération pour $f \geq 60$ Hz.

Algorithme de reconstruction des surfaces de contact

Le premier algorithme de séparation des grains ne permettant pas de détecter correctement les surfaces de contact entre les grains, un second algorithme est développé qui va nous permettre d'extraire toutes les surfaces de contact entre deux grains "suffisamment proches". Il faut prendre en compte le problème de la concavité des grains qui peut faire que deux grains soient en contact sur deux zones disjointes (fig.110). Entre ces deux zones les grains seront relativement proches 2-3 pixels (30-50 μm) mais pas directement en contact. L'idée est de pouvoir détecter cette zone de non contact comme un contact afin de réunir les deux contacts pré-existants.



Figure 110 – Illustration d'un contact double. Une zone de contact entre deux grains où l'un des grains présente une partie concave sur la zone de contact est entourée. Une seule zone de contact doit être extraite, alors que la différence directe entre l'image binaire de départ et l'image des grains séparés nous en donne deux. Coupe 2D extraite de l'échantillon 1,2 g 60 Hz.

Avant de présenter l'algorithme de reconstruction des surfaces de contact, un nouveau découpage des images a été réalisé et une nouvelle technique de séparation des grains a été appliquée. En effet la fonction "Cluster SplitConvex" d'Aphelion[®] crée des défauts en coupant quelques grains en deux risquant de perturber la reconstruction des contacts.

I UN NOUVEAU DÉCOUPAGE DES IMAGES

Précédemment, 15 sous-volumes avaient été découpés dans les deux images composant un échantillon et au besoin un masque de correction de bords était appliqué aux sous-volumes afin d'éliminer les grains tronqués par le découpage. Cette fois 27 sous-volumes sont créés par image, c'est-à-dire 54 sous-volumes par échantillon. Une zone de recouvrement entre les sous-volumes est imposée pour éviter les problèmes de bords. Cette zone de recouvrement doit être suffisamment importante pour que chaque grain puisse être présent en entier au moins une fois dans l'un des sous-volumes. En effet, si la zone de recouvrement est choisie trop petite, par exemple 50 pixels, et qu'un grain de longueur 70 pixels (taille maximum de nos grains) est coupé sur l'un des blocs, il se peut que, malgré cette zone de recouvrement, il ne soit pas correctement restitué dans le bloc adjacent.

Finalement, les 8 images réalisées à l'ESRF ($910 \times 910 \times 570 \text{ px}^3$) sont divisées en 27 sous-volumes de taille $410 \times 410 \times 300 \text{ px}^3$ (50 Mo) avec une zone de recouvrement de 150 pixels (fig.111).

II UNE NOUVELLE MÉTHODE DE SÉPARATION DES GRAINS

Comme précédemment, les sous-volumes sont seuillés, le bruit de fond est nettoyé, les trous dans les grains sont bouchés et la surface des grains est lissée. Seule l'étape de séparation des grains est modifiée. La figure 112 représente les différentes étapes du nouvel algorithme de séparation des grains.

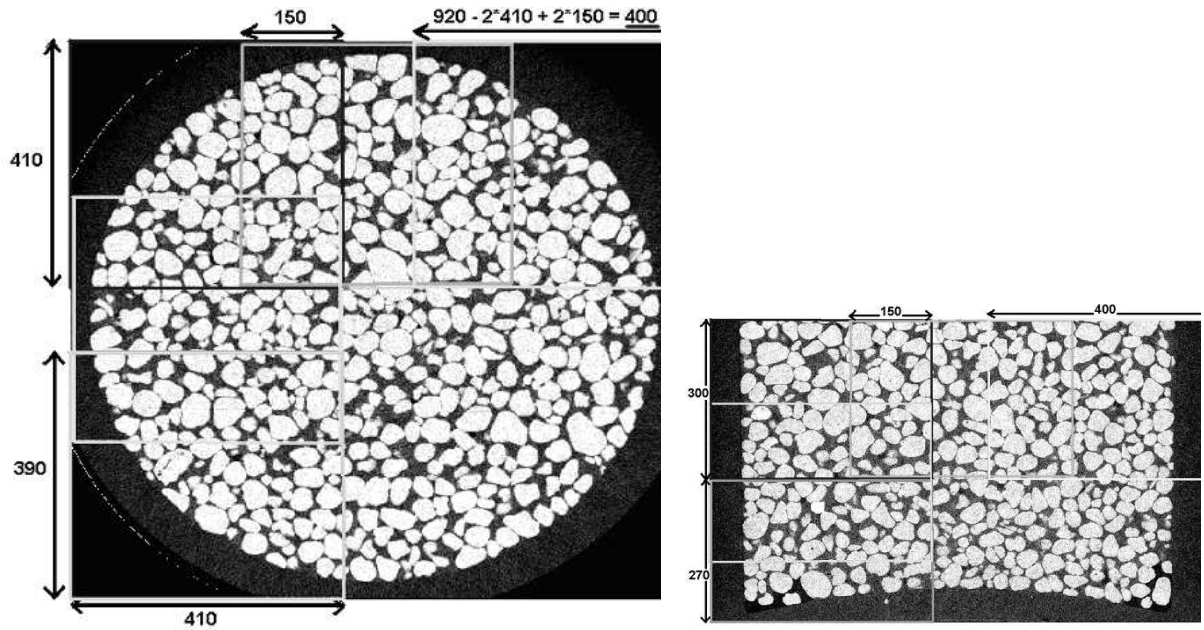


Figure 111 – Le nouveau découpage des sous-volumes.

III LA RECONSTRUCTION DES SURFACES DE CONTACTS

L'idée de base de l'algorithme est de détecter les zones où deux grains sont distants au plus de $30 \mu\text{m}$ (2 pixels) en effectuant une fermeture géodésique par un octaèdre de taille 1 sur l'image des grains séparés. Le but est de reconnecter tous les grains distants au plus de la taille de l'octaèdre sans pour autant déformer les grains dans les parties non concernées par les reconnections. En effet, une fermeture classique aurait pour effet de lisser les contours de nos grains et ainsi l'obtention des surfaces de contact juste par différence avec l'image des grains séparés s'avèrerait impossible. Cependant cela ne suffit pas pour détecter aussi la zone de concavité.

Pour pallier ce problème (et ainsi ne détecter qu'une seule surface de contact pour la zone entourée dans la figure 110), l'algorithme suivant est appliqué (fig.115).

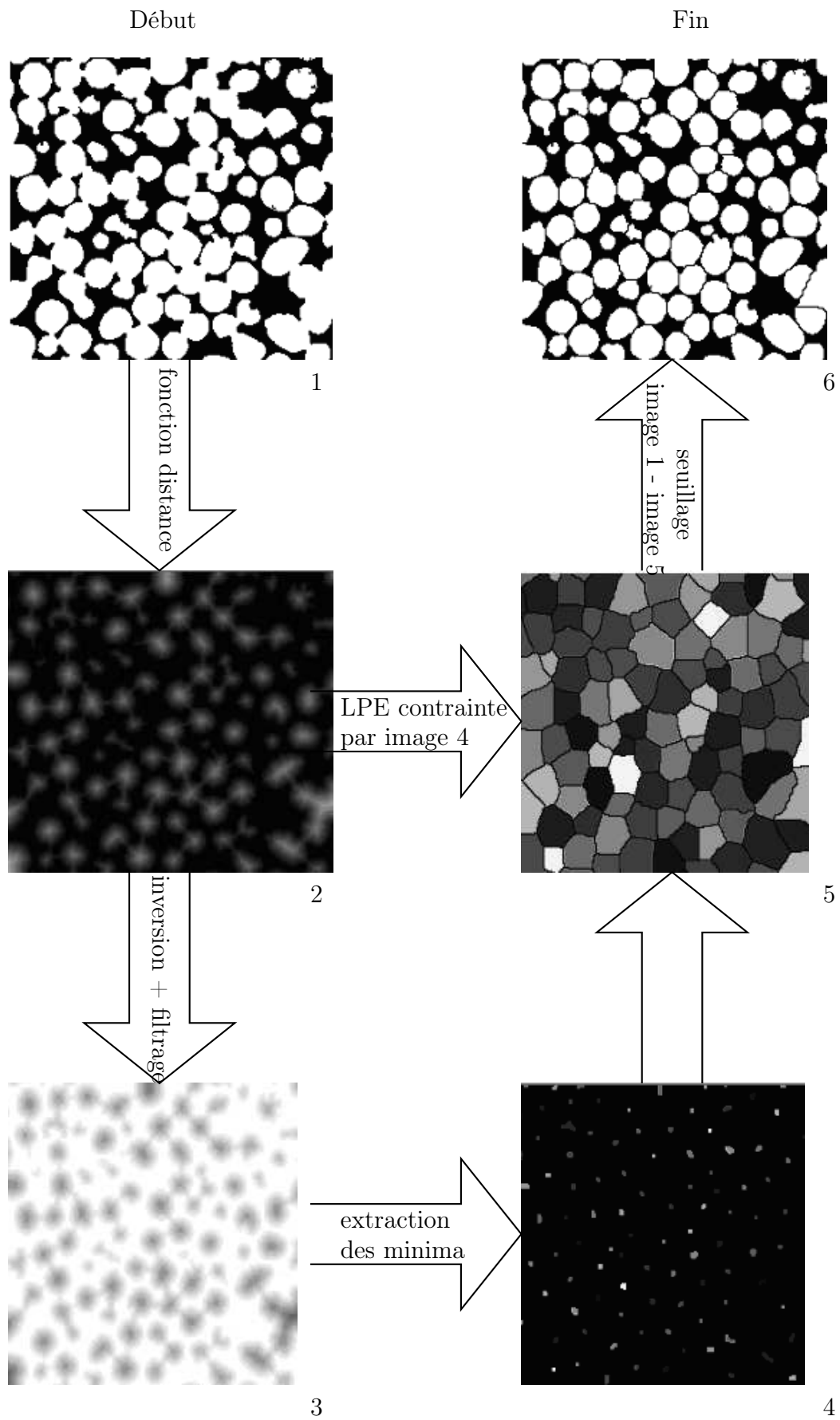


Figure 112 – Détails de l’algorithme de séparation des grains.

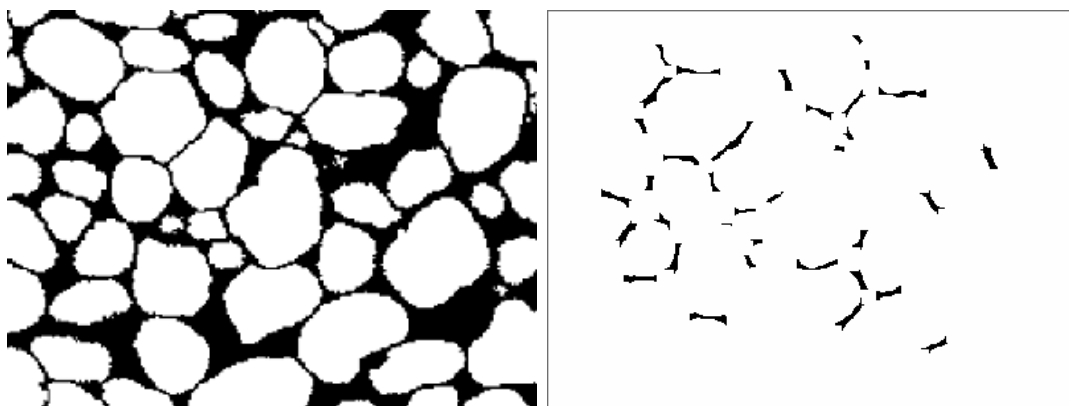


Figure 113 – Exemple de surfaces de contact qui ont été connectées par l’algorithme de reconstruction.

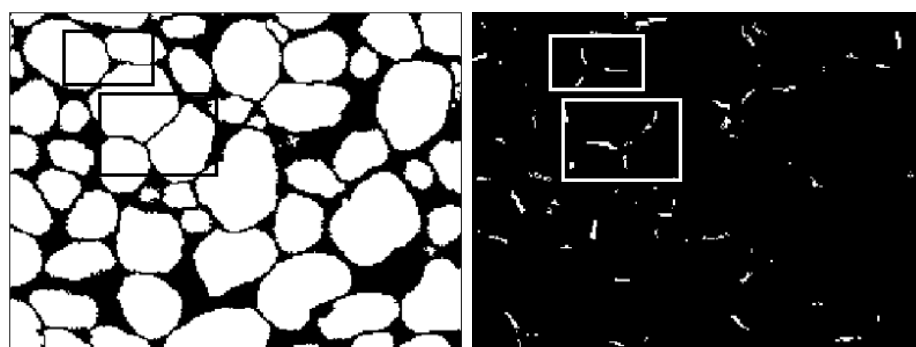


Figure 114 – Les défauts de contacts entre les grains. Coupe 2D extraite de l’échantillon 1,2 g 60 Hz.

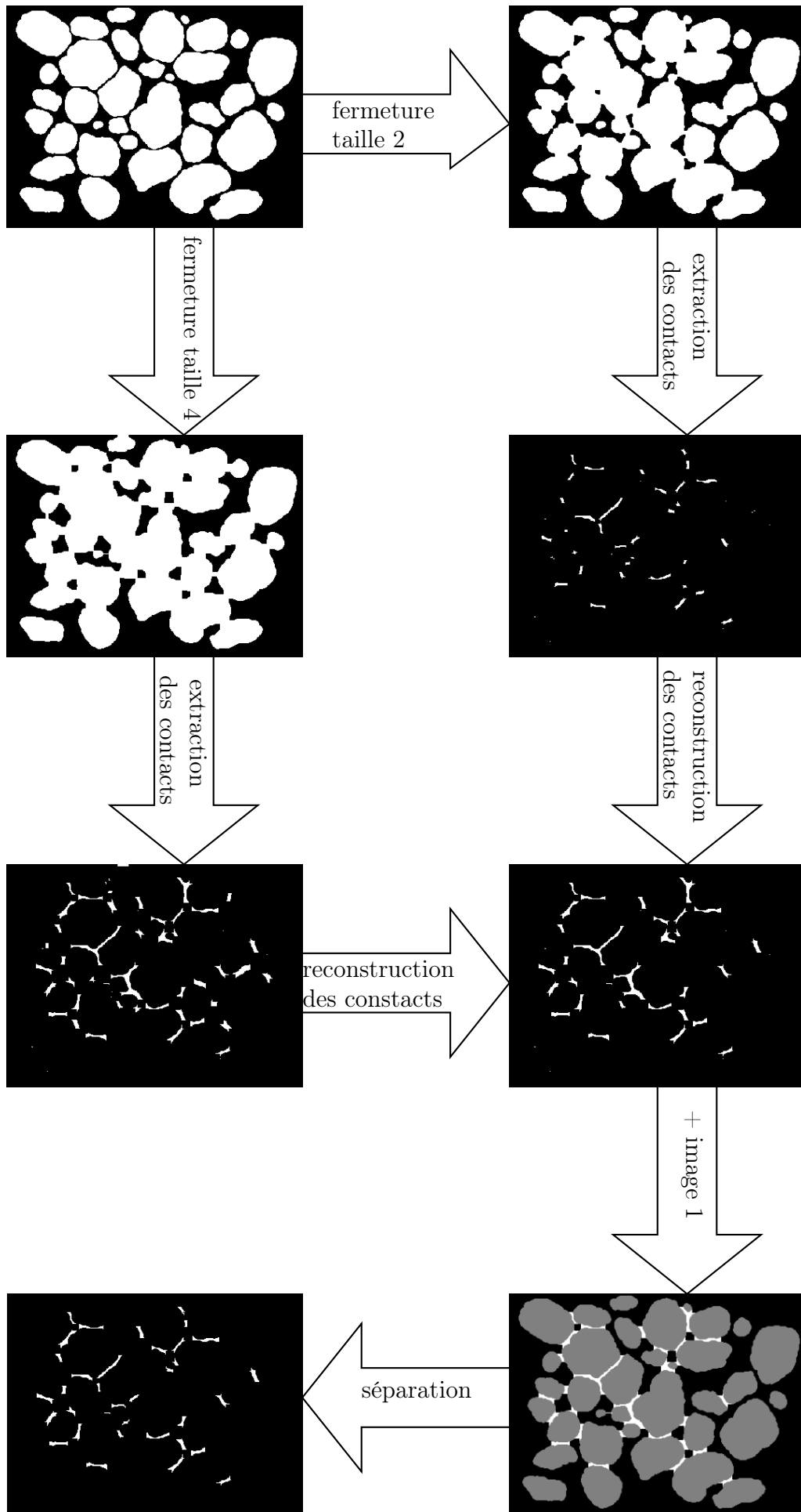


Figure 115 – Détails de l’algorithme de reconstruction des surfaces de contact.

BIBLIOGRAPHIE

Bibliographie

- [1]
- [2] D. Acevedo Reyes, J.M. Missiaen, and J.L. Gelet. Caractérisation des agglomérés de sable dans les fusibles de puissance, 2002.
- [3] E. Anderson and M.L. Hunt. Vibration-induced mixing and segregation phenomena in granular materials, 1994.
- [4] K.M. Aoki, T Akiyama, Y.J. Maki, and T. Watanabe. Convective roll patterns in vertically vibrated beds of granules. Physical Review E, 54(1) :874–883, 1996.
- [5] J.D. Bernal and J. Mason. Co-ordination of randomly packed spheres. Nature, 188 :910–911, 1960.
- [6] C.E. Brennen and C. Wassgren. Vertical oscillation of a bed of granular material. volume Powders and Grains 1993, pages 247–252, 1993.
- [7] N.V. Brilliantov, F. Spahn, J.M. Hertzsch, and T. Pöschel. A model for collisions in granular gases. Nature, 188 :910–911, 1960.
- [8] E. Clément, J. Duran, and J. Rajchenbach. Experimental-study of heaping in a 2-dimensional sandpile. Physical Review Letters, 69(8) :1189–1192, 1992.
- [9] P. Cloetens and J. Baruchel. Synchrotron-radiation microtomography. Highlights, 2002.
- [10] M. Coster and J.L. Chermant. Précis d’analyse d’images. 1985.

- [11] H. Deman, E. Georges, and L. Vanhaecke. Un aperçu de l'imagerie médicale, 2004.
- [12] Digisens. Digital scan service, service de microscanning haute précision en 2d et 3d. Technical report, 2003.
- [13] J. Dockal. Grain morphology : Roundness, surface features, and sphericity of grains. In Sedimentary Petrology Laboratory Manual, chapter 3. 2003.
- [14] S. Douady, S. Fauve, and C. Laroche. Subharmonic instabilities and defects in a granular layer under vertical vibrations. Europhysics Letters, 8(7) :624–627, 1989.
- [15] J. Duran. Sables, poudres et grains ; Introduction à la physique des milieux granulaires. Eyrolles Sciences, 1999.
- [16] J. Duran, T. Mazozi, E. Clement, and J. Rajchenbach. Size segregation in a 2-dimensional sandpile - convection and arching effects. Physical Review E, 50(6) :5138–5141, 1994.
- [17] T. Elperin and E. Golshtein. Effects of convection and friction on size segregation in vibrated granular beds. Physica A, 247(1-4) :67–78, 1997.
- [18] P. Eshuis, K. van der Weele, D. van der Meer, and D. Lohse. The granular leidenfrost effect. Powders and Grains 2005, 2 :1155–1158, 2005.
- [19] P. Evesque. Comment on : Convective flow of granular masses under vertical vibration. Journal de Physique, 51(8) :697, 1990.
- [20] P. Evesque and J. Rajchenbach. Instability in a sand heap. Physical Review Letters, 62(1) :44–46, 1989.
- [21] E. Falcon, S. Fauve, and C. Laroche. An experimental study of a granular gas fluidized by vibration. Granular Gases, 564 :244–253, 2001.
- [22] M. Faraday. On a peculiar class of acoustical figures and on certain forms assumed by groups of particules upon vibrating elastic surfaces. Philosophical Transactions of the Royal Society of London, 52 :299–340, 1831.
- [23] Ferraz-Shawmut. Notice technique t72 protistor. Technical report, 1974.

-
- [24] H.J. Frost and R. Raj. Limiting densities for dense random packing of spheres. Journal of the American Ceramic Society, 65(2) :C19–C21, 1982.
- [25] J.A.C. Gallas, H.J. Herrmann, and S. Sokolowski. Convection cells in vibrating granular media. Physical Review Letters, 69(9) :1371–1374, 1992.
- [26] A. Garcimartin, D. Maza, J.L. Ilquimiche, and I. Zuriguel. Convective motion in a vibrated granular layer. Physical Review E, 65(3) :031303, 2002.
- [27] A. Garcimartin, I. Zuriguel, D. Maza, J.M. Pastor, and J.F. Boudet. Time resolved particle dynamics in granular convection. arXiv :cond-mat/0402040, 2004.
- [28] J.F. Geng, E. Longhi, R.P. Behringer, and D.W. Howell. Memory in two-dimensional heap experiments. Physical Review E, 64(6) :060301, 2001.
- [29] R.M. German. Powder Metallurgy Science. MPIF, 1994.
- [30] A. Gioia. Intrinsic flowability : a new technology for powder-flowability classification. Pharmaceutical Technology, pages 65–68, 1980.
- [31] R. Gourves, F. Oudjehane, and S. Zhou. The in-situ characterization of mechanical properties of granular media with the help of penetrometers. Powders and Grains 97, pages 57–60, 1997.
- [32] S.S. Hsiau and C.H. Chen. Granular convection cells in a vertical shaker. Powder Technology, 111(3) :210–217, 2000.
- [33] S.S. Hsiau and S.J. Pan. Motion state transitions in a vibrated granular bed. Powder Technology, 96(3) :219–226, 1998.
- [34] S.S. Hsiau, P.C. Wang, and C.H. Tai. Convection cells and segregation in a vibrated granular bed. Aiche Journal, 48(7) :1430–1438, 2002.
- [35] S.S. Hsiau, M.H. Wu, and C.H. Chen. Arching phenomena in a vibrated granular bed. Powder Technology, 99(2) :185–193, 1998.
- [36] S.S. Hsiau and H.Y. Yu. Segregation phenomena in a shaker. Powder Technology, 93 :83–, 1997.

- [37] J. Jaimes, G.G. Joseph, E. Geffroy, and B. Mena. Pattern formation in oscillatory granular flows. Revista Mexicana de Fisica, 48(6) :534–538, 2002.
- [38] J.B. Knight, E.E. Ehrichs, V.Y. Kuperman, J.K. Flint, H.M. Jaeger, and S.R. Nagel. Experimental study of granular convection. Physical Review E, 54(5) :5726–5738, 1996.
- [39] P.E. Krouskop and J. Talbot. Anisotropic energy distribution in three-dimensional vibrofluidized granular systems. Physical Review E, 69(6) :061308, 2004.
- [40] P.Y. Lai. Dynamics of heap formation in grains : A continuum model. Chinese Journal of Physics, 38(4) :814–824, 2000.
- [41] J.W. Landry, G.S. Grest, L.E. Silbert, and S.J. Plimpton. Confined granular packings : structure, stress, and forces. Physical Review E, 67(4) :041303, 2003.
- [42] C. Laroche, S. Douady, and S. Fauve. Convective flow of granular masses under vertical vibrations. Journal de Physique, 50(7).
- [43] C. Laurent. Adéquation algorithmes et architectures parallèles pour la reconstruction 3D en tomographie X. PhD thesis, Université Lyon 1, 1996.
- [44] J.M. Luck and A. Mehta. Bouncing ball with a finite restitution : Chattering, locking, and chaos. Physical Review E, 48(5) :3988–3997, 1993.
- [45] S. Luding, E. Clément, A. Blumen, J. Rajchenbach, and J. Duran. Studies of columns of beads under external vibrations. Physical Review E, 49(2) :1634–1646, 1994.
- [46] S. Luding, H.J. Herrmann, and A. Blumen. Simulations of two-dimensional arrays of beads under external vibrations : Scaling behavior. Physical Review E, 50(4) :3100–3108, 1994.
- [47] P. Martineau and E. Beets. Etude de synthèse 2, 2003.
- [48] M.E. Möbius, X. Cheng, P. Eshuis, G.S. Karczmar, S.R. Nagel, and H.M. Jaeger. The effect of air on granular size separation in a vibrated granular bed. arXiv :cond-mat/0502622, 2005.

-
- [49] R.K. McGeary. Mechanical packing of spherical particles. Journal of the American Ceramic Society, 44(10) :513, 1961.
- [50] S. McNamara and S. Luding. Energy flows in vibrated granular media. Physical Review E, 58(1) :813–822, 1998.
- [51] A. Mehta and J.M. Luck. Novel temporal behavior of a nonlinear system : the completely inelastic bouncing ball. Physical Review Letters, 65(4) :393–396, 1990.
- [52] F. Melo, P.B. Umbanhowar, and H.L. Swinney. Hexagons, kinks, and disorder in oscillated granular layers. Physical Review Letters, 75(21) :3838–3841, 1995.
- [53] J.M. Missiaen. Etude par analyse d’images des milieux granulaires : Caractérisation des contacts et de l’homogénéité. PhD thesis, Ecole des Mines de Saint Etienne, 1989.
- [54] M.A. Naylor, M.R. Swift, and P.J. King. Air-driven brazil nut effect. Physical Review E, 68(1) :012301, 2003.
- [55] N. Nerone, M.A. Aguirre, A. Calvo, D. Bideau, and I. Ippolito. Instability in slowly driven granular packing. Physical Review E, 67(1) :011302, 2003.
- [56] X. Nie, E. Ben-Naim, and S.Y. Chen. Dynamics of vibrated granular monolayers. EuroPhysics Letters, 51(6) :679, 2000.
- [57] J.S. Olafsen and J.S. Urbach. Clustering, order, and collapse in a driven granular monolayer. Physical Review Letters, 81(20) :4369–4372, 1998.
- [58] J.S. Olafsen and J.S. Urbach. Velocity distributions and density fluctuations in a 2d granular gas. Physical Review E, 60(3) :2468–2471, 1999.
- [59] H.K. Pak, E. van Doorn, and R.P. Behringer. Effects of ambient gases on granular materials under vertical vibration. Physical Review Letters, 74(23) :4643–4646, 1995.
- [60] J. Paukert. Electric conductivity of arc extinguishing media for low-voltage fuses. International Conference on electric fuses and their applications, 1984.
- [61] P. Philippe. Etude théorique et expérimentale de la densification des milieux granulaires. PhD thesis, Université de Rennes, 2002.

- [62] P. Pieranski. Jumping particle model. period doubling cascade in an experimental system. Journal de Physique, 44 :573, 1983.
- [63] P. Pieranski, Z. Kowalik, and M. Franaszek. Jumping particle model. a study of the phase space of a nonlinear dynamical system below its transition to chaos. Journal de Physique, 46 :681, 1985.
- [64] P. Ponthenier. Contribution à l'étude de pré-industrialisation d'un procédé d'enrobage en lit fluidisé et d'agglomération de solides. PhD thesis, Université Lyon I, 1990.
- [65] M.C. Powers. A new roundness scale for sedimentary particles. Journal of Sedimentary Petrology, 23(2) :117–119, 1953.
- [66] A. Prevost, D.A. Egolf, and J.S. Urbach. Forcing and velocity correlations in a vibrated granular monolayer. Physical Review Letters, 89(8) :084301, 2002.
- [67] Spectral Dynamics products. Operator's manual sd1815 sine controller. Technical report, Scientific Atlanta Inc., 1991.
- [68] A.D. Rosato, D.L. Blackmore, N.H. Zhang, and Y.D. Lan. A perspective on vibration-induced size segregation of granular materials. Chemical Engineering Science, 57(2) :265–275, 2002.
- [69] E. Roueche, E. Serris, G. Thomas, and L. Perier-Camby. Influence of temperature on the compaction of an organic powder and the mechanical strength of tablets. Powder Technology, soumis le 5 aout 2005.
- [70] E. Roueche, G. Thomas, J.M. Misiaen, and J.L. Gelet. Experimental study of states of motion of 3d vibrated granular beds. Journal of Physics : Condensed Matter, soumis le 5 aout 2005.
- [71] L. Salvo, P. Cloetens, E. Maire, S. Zabler, J.J. Blandin, J.Y. Buffière, W. Ludwig, and E. Boller. X-ray micro-tomography an attractive characterisation technique in materials science. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B : Beam Interactions with Materials and Atoms, 200 :273–286, 2003.

-
- [72] D. Specte. Caractérisation des poudres. Technical report, Ecole des Mines d'Albi-Carmaux, 2002.
- [73] A. Susset. Système d'imagerie pour le tracking de grains de sable dans une éprouvette en vibration. Technical report, RD Vision, jan 2003.
- [74] A. Susset. Système d'imagerie pour le tracking de grains de sable dans une éprouvette en vibration. Technical report, RD Vision, sept 2003.
- [75] A. Susset, J.M. Most, and D. Honore. Développement et validation d'un algorithme de super-résolution par corrélation directe pour la piv : méthodes d'accélération du traitement. 8ième congrès francophone de vélocimétrie laser, Meudon, 2002.
- [76] Tira Vibration Test System. Selection guide. 2004.
- [77] Y.H. Taguchi. New origin of a convective motion : elastically induced convection in granular materials. Physical Review Letters, 69(9) :1367–1370, 1992.
- [78] B. Thomas, M.O. Mason, Y.A. Liu, and A.M. Squires. Identifying states in shallow vibrated beds. Powder Technology, 57(4) :267–280, 1989.
- [79] B. Thomas and A.M. Squires. Confirmation of faraday's explanation of bunkering in vibrated granular beds. Powder Technology, 100(2-3) :200–210, 1998.
- [80] N.B. Tuffillaro, T. Abbott, and J.P. Reilly. An experimental approach to nonlinear dynamics and chaos. Addison-Wesley, 1992.
- [81] N.B. Tuffillaro, T.M. Mello, Y.M. Choi, and A.M. Albano. Period doubling boundaries of a bouncing ball. Journal de Physique, 47 :1477–1482, 1986.
- [82] CERF Université de Rennes. Imagerie par les rayons x et radioprotection. 1995.
- [83] L. Vanel, D. Howell, D. Clark, R.P. Behringer, and E. Clement. Memories in sand : Experimental tests of construction history on stress distributions under sandpiles. Physical Review E, 60(5) :R5040–R5043, 1999.
- [84] G. Vivier. Relations entre la microstructure des blocs agglomérés et les propriétés électriques des fusibles. PhD thesis, INSA Lyon, 2000.

- [85] S. Warr, W. Cooke, R.C. Ball, and J.M. Huntley. Probability distribution functions for a single-particle vibrating in one dimension : experimental study and theoretical analysis. Physica A, 231(4) :551–574, 1996.
- [86] S. Warr, J.M. Huntley, and G.T.H. Jacques. Fluidization of a two-dimensional granular system : Experimental study and scaling behavior. Physical Review E, 52(5) :5583–5595, 1995.
- [87] C.R. Wassgren. Vibration of granular materials. PhD thesis, California Institute of Technology, 1997.
- [88] K. Wiesenfeld and N.B. Tufillaro. Suppression of period doubling in the dynamics of a bouncing ball. Physica D, 26(1-3) :321–335, 1987.

MOTS CLES :

Sable, vibrations verticales, mouvements granulaires, transfert d'énergie, tomographie X, compacité, contacts, voûtes.

RESUME :

L'une des façons de protéger une installation électrique d'une surintensité est d'utiliser un fusible. Les fusibles de la société *Ferraz Shawmut* contiennent du sable facilitant l'extinction de l'arc électrique créé par la surintensité. L'optimisation de l'arrangement des grains de sable grâce à une vibration permet d'améliorer les propriétés des fusibles. Des éprouvettes de sable, préparées par pluviation, sont vibrées à différentes fréquences et accélérations. Le comportement dynamique des grains de sable et la compacité montrent une dépendance vis-à-vis de l'amplitude de vibration. Une modélisation énergétique des états vibratoires est réalisée. Une étude de dimensionnement des fusibles montre que dans le cas de vibrations verticales, l'effet de la hauteur de sable sur la compacité du milieu granulaire est prédominant. Tandis que le diamètre des récipients modifie le système convectif. La caractérisation d'empilements granulaires vibrés relaxés par tomographie X montre que les vibrations ne créent pas de ségrégation. Une étude de la compacité locale et des mesures d'intercepts dans les phases "grains" et "pores" permettent l'étude du tassement (dilatation). Des hétérogénéités de structures sont également détectées.

KEYWORDS :

Sand, vertical vibrations, granular motions, energy transfer, X-ray Tomography, packing fraction, contacts, arches.

ABSTRACT :

One way to protect electrical installation from over-current is the use of fuse. The fuses of *Ferraz Shawmut* are filled with sand to enhance the extinction of the electrical arc due to overcurrent. Optimize the sand grains arrangement by vibration improve the fuses properties. A protocol was settled to build reproducible reference packings which are submitted to vertical sinusoidal vibration. The kind of motion exhibited by the sand grains and the packing fraction are studied as a function of both the frequency and the dimensionless acceleration. Master curves are derived and the results are interpreted in terms of the energy transferred to the packing per unit vibration cycle. The effect of the initial filling height of sand is most important than this of the inner container diameter. Finally a characterisation of relaxed vibrated grains arrangements is realized by X-rays tomography. Packing fraction, grains size distribution, pore size distribution and grain-grain contact area distribution are calculated.