



HAL
open science

Étude des milieux granulaires secs et mouillés à l'aide des ondes ultrasonores

Thomas Brunet

► **To cite this version:**

Thomas Brunet. Étude des milieux granulaires secs et mouillés à l'aide des ondes ultrasonores. Acoustique [physics.class-ph]. Université de Marne la Vallée, 2006. Français. NNT : 2006MARN0341 . tel-00129738v2

HAL Id: tel-00129738

<https://theses.hal.science/tel-00129738v2>

Submitted on 23 Jul 2007

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

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



THÈSE DE DOCTORAT PRÉSENTÉE POUR OBTENIR LE TITRE DE

Docteur de l'Université de Marne La Vallée

Spécialité : Physique

présentée et soutenue publiquement le 14 décembre 2006 par :

Thomas BRUNET

Étude de milieux granulaires secs et mouillés à l'aide des ondes ultrasonores

Devant le jury composé de :

M. Jean-Claude Bacri	Professeur (MSC) Université Paris VII	Rapporteur
M. Stéphane Douady	Directeur de Recherche CNRS (LPS) ENS Paris	Rapporteur
M. Mathias Fink	Professeur (ESPCI-LOA) Université Paris VII	Président de Jury
M. Xiaoping Jia	Professeur (LPMDI) Université de Marne La Vallée	Directeur de thèse
M. Pierre Mills	Professeur (LPMDI) Université de Marne La Vallée	Co-directeur de thèse

À Daniel Gaillard,

« Tu ne marchais pas, tu courais. Lorsqu'on t'apercevait de loin, te dirigeant vers le lycée, on avait peu de chances de te rattraper. Car tu avais ton but et tu te dirigeais vers lui, sans te laisser distraire. Et pourtant, quand nous parvenions à t'atteindre, nous étions tout surpris de te trouver accueillant, à l'écoute, disponible, content d'être là et de dialoguer, à tel point que tu avais souvent du mal à mettre fin à la rencontre. Ta démarche n'était donc pas une fuite mais ta propre façon de te diriger dans la vie. Tu n'avais pas de temps à perdre pour ce qui te paraissait inutile. Mais tout ce que tu faisais, tu l'accomplissais avec passion c'est-à-dire sans compter ta peine, tes heures, ta fatigue, et cela, jusqu'au bout. Gare à celui qui, en passant, te posait une question sur un problème quelconque. Si tu la trouvais pertinente, tu ne lâchais pas prise tant que tu n'avais pas trouvé la solution. Combien de nuits as-tu passé à chercher ce qui nous avait fait renoncer depuis longtemps ?

Car ce qui t'animait, c'était la passion du sens : tu voulais comprendre aussi bien le fonctionnement de la nature dans ton activité de jardinge, que celui des différents outils (informatiques ou autres) que tu utilisais, que celui de l'univers dans lequel tu étais plongé. Tu aspirais à l'intelligence du monde. C'est pourquoi ton intérêt ne se limitait pas à un domaine particulier, comme la physique, mais tu voulais embrasser, en les reliant, tous les aspects du monde. La religion n'était donc pas chez toi un accident mais ce qui te permettait de mieux saisir en un tout, la fin et le sens de l'existence.

C'est cette intelligence dans tout ce que tu faisais qui fut souvent pour toi une source de souffrance. Car tu avais du mal à comprendre que l'on ne comprenne pas et tu étais désarmé et vulnérable devant ceux qui refusaient tout effort pour chercher à comprendre.

Quels que soient les torts qu'on ait pu te causer, tu n'étais ni méprisant ni rancunier et tu savais pardonner car tu avais une profonde confiance en autrui.

Même ta maladie qui te ressemblait le moins puisqu'elle t'empêchait désormais de te hâter, n'a pas altéré ta confiance profonde dans le sens de l'existence. Tu as, comme toujours, cherché à la comprendre ; tu en as pris la mesure sans illusion et tu l'as affrontée avec sérénité et courage.

Tu n'étais pas un homme de réunion mais tu n'étais pas pour autant un solitaire et encore moins un homme seul. On savait, malgré ta discrétion, que tu étais là, disponible, prêt à rendre service. Avec toi, nous avons perdu un recours, une assurance, car tu étais un homme fondamentalement bon et droit. »

J.-F. Skrzypczak

Remerciements

Je tiens, en premier lieu, à exprimer mes plus sincères remerciements à Xiaoping Jia. Je ne saurais tarir d'éloges à son sujet tant j'ai apprécié ses grandes qualités scientifiques et humaines en tant que directeur de thèse. Un enthousiasme inoxydable pour discuter de "la Science en marche" associé à une démarche scientifique rigoureuse, une honnêteté intellectuelle indiscutable, et enfin une disponibilité de chaque instant... autant d'attributs qui ont permis la mise en place de ce cadre de travail idéal, à la fois motivant et exigeant. De plus, j'ai particulièrement été touché par la confiance qu'il m'a accordée ; je lui suis infiniment reconnaissant. Merci Xiaoping pour ces trois belles années.

Ce travail de thèse a aussi bénéficié des conseils éclairés de Pierre Mills dont la co-direction a motivé bon nombre de discussions passionnantes et fécondes. Grâce à son regard critique, il a toujours su relancer les discussions en cours en proposant de nouvelles pistes de recherche jusque-là insoupçonnées. Un grand merci, Pierre, pour ce suivi agréable et enrichissant.

La dernière étude, portant sur l'interaction non linéaire onde ultrasonore-matière granulaire, a débuté lors d'une collaboration avec Paul A. Johnson. Son esprit enthousiaste et son apport en qualité de Géophysicien ont participé grandement au bon déroulement de ce travail. Merci Paul.

Je remercie chaleureusement Jean-Claude Bacri et Stéphane Douady pour leur examen attentif et pertinent de ce manuscrit de thèse ainsi que Mathias Fink pour avoir accepté de présider ce jury. Je leur suis très reconnaissant de s'être penchés sur ce travail avec autant d'entrain et de curiosité.

Je souhaite également exprimer ma gratitude à l'égard de Christiane Caroli pour ses conseils concernant nos interprétations. Je tâcherai, à l'avenir, de faire bon usage de ses précieuses recommandations.

Je me dois aussi de saluer deux Physiciens dont la rencontre a fortement conditionné mon orientation. Le premier est le dédicataire de ce travail. Ce n'est, non sans émotion, que je me souviens de la manière exaltée dont il nous enseignait la Physique au lycée et de l'opiniâtreté avec laquelle il tâchait de nous faire comprendre tel ou tel phénomène. Nul doute que ses cours passionnants sont à l'origine de mon intérêt pour cette discipline.

Quelques années plus tard, j'ai découvert l'univers vaste et complexe des milieux granulaires au cours de mon stage de DEA dirigé par Jean-Pierre Hulin. Je lui suis très redevable pour m'avoir encadré avec attention et prévoyance pendant cette étude expérimentale captivante sur l'effet « Janssen dynamique ». Je le remercie vivement pour sa gentillesse et son soutien.

Ce travail de thèse a été effectué au sein du Laboratoire de Physique des Milieux Divisés et Interfaces dirigé par Michèle Adler. Je la remercie vivement de m'y avoir accueilli et prodigué de bons conseils. Un grand merci également à Bernard Prunet-Foch pour sa gentillesse et sa sollicitude. Je garde un très bon souvenir de leur enthousiasme partagé lorsqu'ils ont observé la dynamique singulière d'impact d'une goutte de lait "texturé" ; ces moments d'allégresse sont inestimables.

Dans ce travail expérimental, David Hautemayou s'est toujours montré d'excellent conseil pour modifier ou améliorer les différents éléments du montage qu'il a conçus mais aussi pour appréhender avec sagesse le comportement d'un Zéphyr 750. Sa bonne humeur et son soutien moral, en toute circonstance, m'ont été d'une grande aide. Je souhaite également saluer la générosité et les nombreuses compétences de Jérôme Laurent. J'ai en effet toujours été impressionné par sa capacité à résoudre les problèmes (électronique et informatique) des uns et des autres avec une patience infinie et, dans le même temps, entreprendre un travail de recherche avec la ténacité et l'efficacité du chercheur passionné. Nos discussions sur la terrasse, à propos de l'état du bitume ou de l'interaction onde-granulaire, resteront des instants inoubliables. Bonne route à vous deux et que vive l'AMC-MLV !

Mes remerciements s'adressent également à tous les membres de l'équipe « Milieux Granulaires & Acoustique dans les Milieux Divisés » du LPMDI dont la compagnie a été particulièrement agréable. Merci Yacine pour tous ces bons moments partagés, merci aussi à Vincent et Amandine.

Je souhaite également saluer tous les membres du laboratoire pour leurs conseils avisés, notamment en matière de traitement des surfaces. Un grand merci à Max pour m'avoir appris ses techniques de lavage - ô combien efficaces, à Christelle pour ses recommandations sur le choix des surfactants, à Florence sur les procédés de silanisation et à Élise et Sylvie pour m'avoir fourni les huiles Silicone. Un grand merci à Rossana Combes pour tout le temps qu'elle m'a gentiment consacré quant à l'utilisation du MEB environnemental.

Cette tranche de vie n'aurait pas été aussi agréable sans des compagnons de route aux qualités remarquables : la prévenance de Seb Cloug, l'extrême gentillesse de Jean-René, la bonne humeur de Thomas d'Antibes, la capacité d'écoute et l'esprit de partage d'amis de toujours (Baptiste, Benal, Chamois). Merci à toi aussi Charron. Sans ton soutien et tes parpaings, je crains que rien de tout cela n'eut été possible.

Merci à mes parents pour leur appui moral inconditionnel depuis ces vingt-cinq dernières années. Je leur dois beaucoup et ne les remercierai jamais assez pour leurs encouragements. Merci à Marie-Claude et Gilles de votre venue qui m'a beaucoup touchée.

Merci enfin à mon Anthropologue Solognote préférée, merci Doue.

Table des matières

Introduction Générale	11
1 Propagation des Ondes Ultrasonores Cohérentes dans les Granulaires Denses :	
Caractéristiques des Matériaux	15
1.1 Milieux granulaires denses désordonnés	16
1.1.1 Origines du désordre dans une assemblée granulaire	16
1.1.2 Distribution des forces dans un milieu granulaire	17
1.1.3 Comment sonder le réseau de contacts d'un milieu granulaire 3D ?	18
1.2 Observation des ondes cohérentes dans un milieu granulaire	20
1.2.1 Dispositif expérimental	20
1.2.2 Protocoles de préparation des échantillons : compacité (densité)	21
1.2.3 Propagation d'ondes cohérentes dans un milieu granulaire dense et désordonné	22
1.2.4 Méthodes de mesure de la vitesse d'ondes	23
1.3 Analyse et discussion : de la micro-mécanique des contacts	
à l'approche des milieux effectifs	26
1.3.1 Contact de Hertz-Mindlin	26
1.3.2 Propagation d'ondes dans une chaîne de billes 1D	30
1.3.3 Propagation d'ondes élastiques dans un milieu granulaire "effectif"	32
1.4 Caractérisation par méthodes ultrasonores de milieux granulaires faiblement mouillés	34
1.4.1 Effets capillaires sur la structure d'un empilement granulaire	35
1.4.2 Effets capillaires sur les modules élastiques d'un empilement granulaire	36
1.4.3 Compétition cohésion/lubrification : mise en évidence et discussion	37
1.5 Conclusion	39
2 Diffusion Multiple des Ondes Élastiques :	
Étude des Mécanismes de Dissipation Interne	41
2.1 Diffusion multiple des ondes élastiques dans les milieux hétérogènes	43
2.1.1 Cas d'une suspension concentrée	44
2.1.2 Cas d'un solide hétérogène	45

2.2	Diffusion multiple des ondes élastiques dans les milieux granulaires	47
2.2.1	Montage expérimental	48
2.2.2	Modélisation du transport diffusif	50
2.2.3	Caractérisation du matériau	52
2.2.4	Applications en sismologie	54
2.3	Corrélations entre les propriétés physico-chimiques des surfaces des grains et la diffusion d'ondes	56
2.3.1	Caractérisation de l'état de surface des billes de verre	56
2.3.2	Traitements de surface	57
2.3.3	Influence de la mouillabilité des billes sur la dissipation/diffusion d'ondes	62
2.4	Dissipation frictionnelle dans un milieu granulaire sec	64
2.4.1	Facteur de qualité résultant de la dynamique du contact de Hertz-Mindlin	64
2.4.2	Comparaison théorie-expériences	66
2.4.3	Influence d'une couche de contamination	67
2.5	Dissipation visqueuse dans un milieu granulaire très faiblement mouillé	69
2.5.1	Mécanisme de dissipation d'origine visqueuse	69
2.5.2	Facteur de qualité résultant de la dynamique d'un contact mouillé	72
2.5.3	Autres mécanismes de dissipation susceptibles de se manifester : discussion	74
2.6	Conclusion	78

3 Acoustique Nonlinéaire :

Interaction Onde-Matière Granulaire	79	
3.1	Introduction	80
3.2	Paramètres de nonlinéarité réversible dans un milieu élastique continu	82
3.2.1	Milieux fluides : gaz et liquides	82
3.2.2	Solides ordinaires. Milieux granulaires denses confinés	84
3.3	Solutions de l'équation d'onde acoustique	88
3.3.1	Approximation du second-ordre	88
3.3.2	Extension de l'analyse par perturbation aux ordres supérieurs	90
3.4	Génération des harmoniques dans un milieu granulaire 3D :	
	Nonlinéarité hertzienne	93
3.4.1	Montage & filtrage temps-fréquence des harmoniques	93
3.4.2	Régimes linéaire et nonlinéaire de propagation acoustique	94
3.4.3	Atténuation des ondes acoustiques dans les deux régimes	97
3.4.4	Dépendance des harmoniques supérieures en contrainte - ordre de grandeur	100
3.5	« Softening » des modules élastiques du matériau granulaire :	
	Nonlinéarité hystérétique	102

3.5.1	Modèle de Mindlin	103
3.5.2	Interaction irréversible des ondes élastiques avec le milieu granulaire	105
3.5.3	Micro-réarrangements liés au premier passage des ondes	108
3.6	Auto-démodulation d'amplitude dans les milieux granulaires	109
3.6.1	Description de l'antenne paramétrique	109
3.6.2	Antenne paramétrique dans un milieu granulaire	112
3.6.3	Influence des nonlinéarités hystérétiques sur l'antenne paramétrique	116
3.7	Conclusion	118
	Conclusion générale	119
	Annexes :	122
	A Mouillage d'un substrat solide par un liquide	123
	B Modélisation d'un matériau viscoélastique linéaire	125
	Bibliographie	128

Introduction Générale

Un matériau granulaire est une assemblée de particules discrètes dont la taille peut être très variable mais supérieure à $1\mu m$: des fines poudres ($\sim 10^{-6}m$) compactées composant les cachets d'aspirine, en passant par les dunes du désert ($\sim 10^{-4}m$) jusqu'au ballast des voies ferrées ($\sim 10^{-1}m$) et aux anneaux de Saturne ($\sim 10^2m$). De par une définition aussi générale, ces matériaux divisés sont à l'évidence omniprésents dans notre quotidien. Bon nombre d'industries traitent de la matière en grains (agriculture, génie civil, industrie pharmaceutique, ...) et ils jouent aussi un rôle primordial dans les processus géotechniques tels que les glissements de terrain ou l'érosion et, à une échelle encore plus grande, la tectonique des plaques sismiques qui détermine la morphologie de la Terre. En dépit d'une simplicité apparente, les milieux granulaires présentent une variété de comportements qui les rendent inclassables parmi les trois états de la matière habituels, à savoir solide, liquide et gazeux et sont parfois considérés comme un état supplémentaire de la matière [69]. Ces milieux ont par ailleurs des propriétés que l'on ne trouve dans aucun des trois autres états, parmi lesquelles on peut citer l'effet de voûte, la dilatance et la ségrégation. S'ils sont non-cohésifs, les forces entre grains sont alors uniquement répulsives et la forme du matériau est déterminée par les conditions aux limites (contrainte appliquée ou gravité).

La science des milieux granulaires a une longue histoire, en grande partie relatée par le monde de l'ingénierie qui se trouve, encore à notre époque, confronté à de nombreuses difficultés quant au traitement de ces matériaux divisés. Depuis plus de deux siècles, les scientifiques les plus éminents se sont, eux, penchés sur les aspects fondamentaux de ces problèmes : Coulomb (1773) proposa des idées sur la friction statique entre grains, Faraday (1831) découvrit l'instabilité de convection dans une poudre sous vibration et Reynolds (1885) introduisit la notion de dilatance qui implique qu'un empilement dense de grains soumis à un cisaillement ne peut s'écouler que si son volume peut augmenter, ... Les "tas de sables" sont souvent utilisés comme métaphore pour décrire la dynamique de nombreux systèmes dissipatifs. Par exemple, dès 1966, P.-G. De Gennes utilisait les avalanches granulaires comme une image macroscopique du mouvement des lignes de flux dans les super-conducteurs de type II [43]. Dans son ouvrage référence "Sables, poudres et grains" [34], Jacques Duran retrace le cheminement historique de la science des milieux granulaires conduisant à l'avènement de ce domaine de recherche tel que nous le connaissons actuellement.

Deux aspects particulièrement importants contribuent aux propriétés uniques des matériaux granulaires "athermiques" : la température ordinaire ne joue aucun rôle et les interactions entre grains sont dissipatives à cause de la friction solide et des collisions inélastiques. Il peut être tentant de considérer un écoulement granulaire comme un gaz dense qui est aussi composé de particules discrètes dont les forces cohésives sont négligeables. Cependant, contrairement aux gaz, l'énergie d'agitation thermique $k_B T$ est négligeable pour des particules micrométriques. La grandeur pertinente pour un tel milieu est le potentiel d'énergie mgd d'un grain de masse m , de diamètre d et soumis à la gravité terrestre g . Pour un sable typique, cette énergie est au moins 10^{12} fois supérieure à $k_B T$ à température ambiante. Ainsi, $k_B T$ n'étant pas une grandeur pertinente, les arguments de thermodynamique classiques sont inexploitable. Par exemple, un milieu granulaire composé de grains bidisperses tend à se ségréger lorsqu'il est secoué [35]. Comme il n'y a pas de force attractive entre les grains, cette séparation semble, de prime abord, violer le second principe de la thermodynamique qui devrait être favorable au mélange des particules [141]. Cependant, $k_B T \sim 0$ implique que les considérations entropiques peuvent être facilement dominées par les effets mécaniques. La température permet à un système d'explorer son espace des phases ce qui est exclu pour un milieu granulaire ($k_B T \sim 0$). À moins d'être soumise à une sollicitation extérieure, chaque configuration métastable restera "gelée" car insensible à l'agitation thermique. Dans un milieu granulaire, la vitesse d'agitation des particules à une échelle microscopique est complètement négligeable ; la seule échelle de vitesse pertinente est celle de l'écoulement, même s'il est possible d'établir une "température granulaire effective" pour ce système hors équilibre *via* un théorème de fluctuation-dissipation [27]. Des processus de dynamique lente ont été observés dans des "tas de sable" sous vibrations, phénomènes très similaires à la relaxation lente des verres, verres de spin, ... [68]. De même, ces matériaux peuvent avoir le même comportement qu'un liquide ordinaire [31]. Par ailleurs, les phénomènes de dynamique non linéaire étudiés dans les milieux granulaires peuvent avoir un intérêt fondamental pour les problèmes de stick/slip à l'échelle microscopique [96, 108] comme pour l'étude de la dynamique des tremblements de terre sur des échelles géologiques [18]. Ainsi, les nombreuses questions soulevées par l'étude des milieux granulaires expliquent le regain d'intérêt pour ces matériaux de la part de la communauté scientifique dans bon nombres de domaines (mécanique, physique ou encore géophysique) depuis une vingtaine d'années.

L'objectif de cette thèse est l'étude des propriétés viscoélastiques des milieux granulaires *denses* et *confinés*, par mesures couplées contrainte-déformation et ultrasonores.

Dans le cas d'un milieu granulaire non cohésif, les interactions entre les grains sont gouvernées par des forces de contact et de friction. Le champ de contraintes résultant d'une charge extérieure est extrêmement hétérogène, à cause de la formation de chaînes de forces à une échelle *mésoscopique*. Les propriétés statiques et dynamiques des matériaux granulaires denses sont essentiellement déterminées par ces réseaux de contact. La propagation des ondes ultrasonores fournit une méthode d'investi-

gation originale de ces matériaux granulaires. Elle représente aussi en soi un thème de recherche important d'un point de vue fondamentale (ondes effectives ou de Biot, diffusion multiple d'ondes élastiques) [33, 30, 85, 71]. Nos récentes études ont montré que les ondes ultrasonores apportent des informations très riches sur l'état de consolidation des matériaux, les rigidités de compression et de cisaillement des réseaux de contact ainsi que l'effet des ponts capillaires dans un milieu granulaire mouillé insaturé [47, 72].

Dans le cas des milieux granulaires cohésifs mouillés faiblement par les liquides ajoutés, on s'intéresse en particulier à la façon dont la cohésion et/ou la lubrification modifient les réseaux de contact. On cherche à développer les modèles reliant le comportement *macroscopique* aux interactions *locales* entre des particules.

Cette thèse est composée de trois chapitres. Le chapitre 1 aura pour premier objectif de discuter de la nature des forces de contact et de leur hétérogénéité au sein d'un milieu granulaire dense et désordonné. Après une brève description des différents modes de propagation des ondes ultrasonores dans ces milieux hétérogènes, nous traiterons du problème inverse qui consiste à caractériser les propriétés élastiques à l'aide des ondes "cohérentes" de grande longueur d'onde. Enfin, nous présenterons des résultats originaux concernant l'influence de la présence d'une faible quantité de liquide sur la structure et les propriétés élastiques du milieu *via* des effets de cohésion capillaire et de lubrification.

Dans le chapitre 2, nous décrirons les ondes élastiques multiplement diffusées, quand la longueur d'onde est comparable à la taille des grains. Après avoir rappelé certains travaux traitant de la diffusion multiple des ondes acoustiques dans les milieux hétérogènes, nous montrerons que leur transport dans un milieu granulaire dense obéit à un processus de diffusion. Grâce au facteur de qualité extrait du modèle de diffusion, nous mettrons au point une méthode originale et très sensible pour étudier la dissipation interne d'énergie vibrationnelle dans des milieux granulaires sec ou très faiblement mouillé. Nous détaillerons ensuite les différents traitements physico-chimiques appliqués aux grains constituant notre milieu granulaire et montrerons deux types de mécanismes responsables de la dissipation interne dans ces milieux (frictionnel et visqueux), à l'aide des modèles basés sur la théorie du micro-contact de Hertz-Mindlin. Enfin, nous discuterons qualitativement d'autres aspects importants concernant la dissipation : rugosité des grains ou encore lubrification des contacts par une couche adsorbée à leur surface.

Dans le chapitre 3, nous aborderons l'élasticité d'un matériau granulaire résultant de contacts inter-grains régis par une loi de comportement nonlinéaire (Hertz-Mindlin) et la propagation nonlinéaire des ondes acoustiques de fortes amplitudes. Dans un premier temps, nous rappellerons quelques bases théoriques concernant la propagation d'ondes acoustiques d'amplitude finie dans les milieux élastiques continus puis nous dériverons les solutions de l'équation d'onde dans le cas d'un milieu granulaire. Ensuite, grâce à une méthode de filtrage temps-fréquence, nous pourrions étudier

la génération d'harmoniques supérieures résultant de l'interaction nonlinéaire réversible des ondes acoustiques avec le matériau granulaire. Ces mesures nous permettront alors de distinguer le régime de propagation linéaire du régime de propagation nonlinéaire. Enfin, nous mettrons en évidence un comportement nonlinéaire hystérétique du matériau granulaire grâce à une observation originale de la variation de la vitesse d'onde. Nous montrerons, qu'au-delà d'une certaine amplitude d'excitation, des processus irréversibles instantanés entraînent une micro-compaction de l'échantillon accompagnée d'une dynamique lente permettant de retrouver les propriétés élastiques initiales de l'échantillon perturbé.

Chapitre 1

Propagation des Ondes Ultrasonores Cohérentes dans les Milieux Granulaires Denses : Caractéristiques des Matériaux

Sommaire

1.1	Milieux granulaires denses désordonnés	16
1.1.1	Origines du désordre dans une assemblée granulaire	16
1.1.2	Distribution des forces dans un milieu granulaire	17
1.1.3	Comment sonder le réseau de contacts d'un milieu granulaire 3D?	18
1.2	Observation des ondes cohérentes dans un milieu granulaire	20
1.2.1	Dispositif expérimental	20
1.2.2	Protocoles de préparation des échantillons : compacité (densité)	21
1.2.3	Propagation d'ondes cohérentes dans un milieu granulaire dense et désordonné	22
1.2.4	Méthodes de mesure de la vitesse d'ondes	23
1.3	Analyse et discussion : de la micro-mécanique des contacts à l'approche des milieux effectifs	26
1.3.1	Contact de Hertz-Mindlin	26
1.3.2	Propagation d'ondes dans une chaîne de billes 1D	30
1.3.3	Propagation d'ondes élastiques dans un milieu granulaire "effectif"	32
1.4	Caractérisation par méthodes ultrasonores de milieux granulaires fai- blement mouillés	34
1.4.1	Effets capillaires sur la structure d'un empilement granulaire	35
1.4.2	Effets capillaires sur les modules élastiques d'un empilement granulaire . . .	36
1.4.3	Compétition cohésion/lubrification : mise en évidence et discussion	37
1.5	Conclusion	39

1.1 Milieux granulaires denses désordonnés

1.1.1 Origines du désordre dans une assemblée granulaire

La nature même des contacts solide-solide entre les grains et, en particulier, le mécanisme du frottement solide régissent de manière complexe la statique et la dynamique des milieux granulaires. En réalité, à l'échelle d'un système multiparticulaire, il apparaît rapidement que le problème est inextricable parce qu'il offre un très grand nombre de solutions dont le choix dépend largement de *l'histoire du matériau*. La solution que la nature choisit n'est presque jamais totalement prévisible, car ce problème fait inmanquablement intervenir à la fois un désordre géométrique de l'empilement et un désordre des forces de contact résultant de la charge extérieure.

Le désordre géométrique est dû à l'arrangement des grains constituant l'empilement granulaire. Considérons, par exemple, une assemblée de sphères monodisperses de rayon R . L'empilement le plus ordonné possible que l'on peut réaliser est un réseau hexagonal compact de densité 0,74 ; en revanche, lorsque les sphères sont réparties de manière aléatoire, la densité maximale que l'on peut atteindre est 0,64. En outre, les milieux granulaires *réels* ne sont jamais constitués de particules strictement identiques à quelques microns près ; or, comme nous le verrons par la suite, les forces de contact entre deux solides s'exercent sur une distance de l'ordre du micron liée à la rugosité de surface.

Par ailleurs, que l'empilement granulaire soit régulier ou non, il existe toujours un désordre des forces de contact lié au frottement entre grains. Ainsi, il nous faut considérer le problème fondamental posé par la mobilisation des forces de friction. Le contact de deux solides engendre inévitablement deux réactions qui limitent le mouvement relatif de ces deux solides. La première est dirigée suivant la normale au plan tangent au point de contact. Ainsi la réaction d'un support horizontal équilibre le poids de l'objet supporté et la nature et l'amplitude de cette force de réaction nous paraissent déterminées, si les problèmes micro-mécaniques, tel que le fluage des micro-contacts, sont négligés. En revanche, il n'en va pas de même pour la réaction tangentielle au niveau du contact entre les deux solides. Cette force, opposée au glissement, présente par sa nature même une indétermination qui empêche une description exacte d'un problème de statique élémentaire impliquant des solides frottants. La loi de Coulomb précise que le mouvement relatif entre les deux solides ne peut s'opérer que si la force tangentielle de frottement F_t atteint la valeur critique de μF_0 , F_0 étant la force normale exercée pour maintenir les deux solides en contact. Cependant, lors de l'équilibre statique, avant que le mouvement ne commence, la force F_t possède une valeur inconnue comprise entre 0 et μF_0 .

Ainsi, au vu de ce qui précède, il semble *a priori* illusoire de tenter de décrire les forces de contact d'un empilement granulaire. Il est, dès lors, légitime de penser que ce désordre jouera un rôle primordial sur la distribution des forces dans un milieu granulaire.

1.1.2 Distribution des forces dans un milieu granulaire

Le désordre des contacts et des forces de frottements, inhérent à tout empilement granulaire réel, permet déjà de comprendre que ces matériaux puissent présenter des comportements inhabituels lorsqu'ils sont soumis à une sollicitation mécanique.

Par exemple, la pression mesurée à la base d'une colonne verticale remplie de grains n'augmente pas linéairement avec la hauteur de grains, contrairement à une colonne d'eau pour laquelle la pression est hydrostatique : elle sature même rapidement au-delà d'une hauteur équivalente au diamètre de la colonne. Ce phénomène, connu sous le nom de "problème du silo" ou "d'effet Janssen", est dû à la friction entre les grains et la paroi qui supporte alors une grande partie des forces. Janssen a proposé, en 1885, un modèle pour expliquer l'écrantage de la masse pesée au fond d'un silo à grain. Cet effet explique notamment pourquoi le débit d'un sablier est constant, contrairement à une clepsydre dont le débit diminue à mesure qu'elle se vide.

Comme suggéré par ce type d'effet, les comportements quasi-statiques et dynamiques d'un milieu granulaire sont intrinsèquement liés à la structure de l'empilement et du réseau de contacts. Les forces dans ce milieu se transmettent *via* les contacts entre grains, le long de chemins privilégiés appelés "chaînes de forces", qui supportent la plus grande partie de la charge appliquée. Des expériences dans un empilement de disques photo-élastiques placés entre polariseurs croisés [28, 60, 124] et des simulations numériques [109, 140] permettent d'observer ces chaînes de forces en 2D comme sur les deux clichés suivants, obtenus sous compression et sous cisaillement (Fig.1.1).

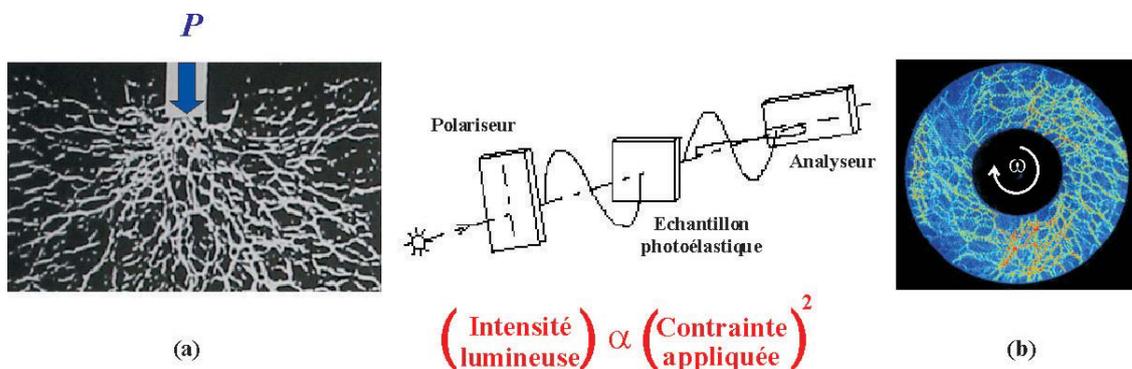


FIG. 1.1: Schéma du principe de la photoélasticimétrie permettant la visualisation des chaînes de forces dans un empilement bidimensionnel de grains photoélastiques (a) sous compression [28] (b) soumis à un cisaillement [60].

Il apparaît alors une très forte hétérogénéité de la répartition des forces au sein du milieu, conséquence directe du désordre inhérent au réseau des contacts dans un milieu granulaire. En outre, la figure 1.1a illustrent particulièrement bien la redirection des forces dans des directions perpendiculaires à la contrainte initiale. Cette propriété des matériaux granulaires conduit, dans le cas des forces liées à la gravité, à des effets importants et spectaculaires connus sous le nom d'*effets de voûte* ou *effets d'arche*.

1.1.3 Comment sonder le réseau de contacts d'un milieu granulaire 3D ?

La méthode photoélastique décrite précédemment est difficilement applicable dans un système granulaire 3D. Quelques méthodes ont alors été utilisées pour tenter de déterminer la distribution de forces dans un empilement granulaire réel. Le réseau de chaînes de forces a notamment pu être visualisé, par le groupe de Chicago [69], dans un empilement de billes de verre immergées dans un liquide de même indice optique (Fig.1.2a). Cependant, si cette technique d'élasticimétrie a le mérite de visualiser la présence de chaînes de forces, des mesures quantitatives de la distribution des forces s'avèrent extrêmement difficile avec cette méthode. En outre, la plupart des systèmes granulaires, constitués de grains opaques, ne peut pas être explorée par ces méthodes optiques.

En supposant, qu'une distribution des forces dans un plan est invariant en espace, le même groupe a alors étudié cette distribution avec une méthode originale [95] : ils ont tapissé les parois d'un récipient, contenant le matériau granulaire, de papier carbone, ainsi en contact direct avec les billes de verre. En mesurant la surface des marques laissées par les forces f exercées par chaque bille, ils ont montré (Fig.1.2b) que la distribution des forces est du type exponentiel : $P(f) \propto \exp(-f/f_0)$ pour des forces élevées.

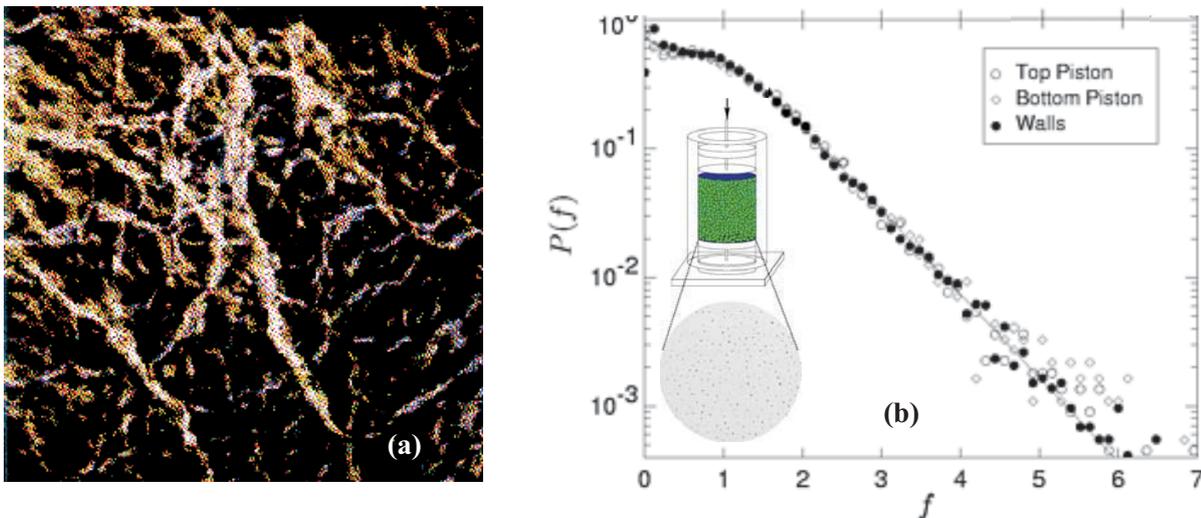


FIG. 1.2: (a) Chaînes de forces dans un empilement tridimensionnel de billes de verre immergées dans un liquide de même indice, extrait de Jaeger *et al* [69]. (b) Distribution $P(f)$ des forces normalisées f exercées sur le piston du haut, le piston du bas et les parois latérales, extrait de Mueth *et al* [95].

Ce résultat a, par la suite, été confirmé par des simulations numériques [109] et par d'autres expériences faites dans des matériaux granulaires soumis à un cisaillement continu [92]. Il est à noter que d'autres lois de distribution des forces ont également été observées dans certains empilements granulaires [24, 110].

Cependant, ces méthodes ne permettent pas d'accéder directement au coeur d'un empilement granulaire. En revanche, en se propageant à travers le réseau de chaînes de forces, les ondes élastiques constituent un bon moyen d'explorer les contacts entre grains, là où les techniques optiques s'avèrent inefficaces car uniquement sensibles au désordre géométrique [77]. Elles constituent alors une sonde originale et non invasive, à faible amplitude, de la structure et des propriétés mécaniques du matériau à travers lequel elles se propagent. Une première expérience a été réalisée en ce sens par Liu & Nagel, il y a plus de dix ans [85]. Ils ont saisi l'importance cruciale du désordre sur la propagation des ondes dans les milieux granulaires denses lorsque la longueur d'onde est de l'ordre de la "granulométrie". En outre, leurs expériences ont permis de mettre en évidence des effets nonlinéaires liés au comportement hystérétique du matériau granulaire en montrant que la propagation du son est extrêmement sensible au moindre changement de configuration de l'empilement.

Toutefois, les auteurs ont révélé un certain nombre de problèmes inexplicables comme la détermination de la vitesse de propagation du son dans un tel système. Pourtant, en mécanique des sols ou en géophysique, la détermination des vitesses ne semble pas problématique [29, 30] et leurs valeurs mesurées semblent être en assez bon accord avec l'estimation obtenue par l'approche des milieux effectifs, couramment utilisée pour décrire la propagation sonore dans les milieux granulaires. Nous verrons alors, dans ce chapitre, comment réconcilier ces deux descriptions en prenant soin d'identifier tous les modes susceptibles de se propager dans un échantillon granulaire [71].

1.2 Observation des ondes cohérentes dans un milieu granulaire

1.2.1 Dispositif expérimental

Notre matériau granulaire (Fig.1.3a) est constitué de billes de verre polydisperses fabriquées par Verre Industrie (®). Leur diamètre d est compris entre $400\mu m$ et $800\mu m$ et leur densité est $\rho_{verre} = 2,45g.cm^{-3}$. Ces billes sont confinées dans des cellules cylindriques rigides en duraluminium ($R_{cellule} = 16mm$), dites "oedométriques", de hauteurs variables ($L = 10 - 30mm$). Nous disposons, en outre, d'un autre jeu de cellules ($L = 10 - 70mm$) de plus grand rayon ($R_{cellule} = 30mm$) qui nous permet d'atteindre des contraintes plus faibles. Celles-ci seront utilisées dans le chapitre 3.

Les échantillons, ainsi confinés, sont alors soumis à des contraintes appliquées P grâce à une presse manuelle (Fig.1.3b) permettant de faire varier continument P sur une décade : de $100kPa$ à $1MPa$. Nous utiliserons aussi, dans le chapitre 3, un oedomètre (Fig.1.3c) pour travailler à contrainte constante pendant toute la durée d'une expérience. Nous verrons par la suite que pour cette gamme de contraintes, la force supportée par chaque bille est de l'ordre de quelques dixièmes de Newtons. La force de gravité est d'au moins un ordre de grandeur inférieur, elle est donc négligeable. Précisons que les expériences ont été effectuées dans l'air ambiant. Le taux d'humidité H a régulièrement été mesuré ($H \sim 30\%$) mais pas véritablement contrôlé.

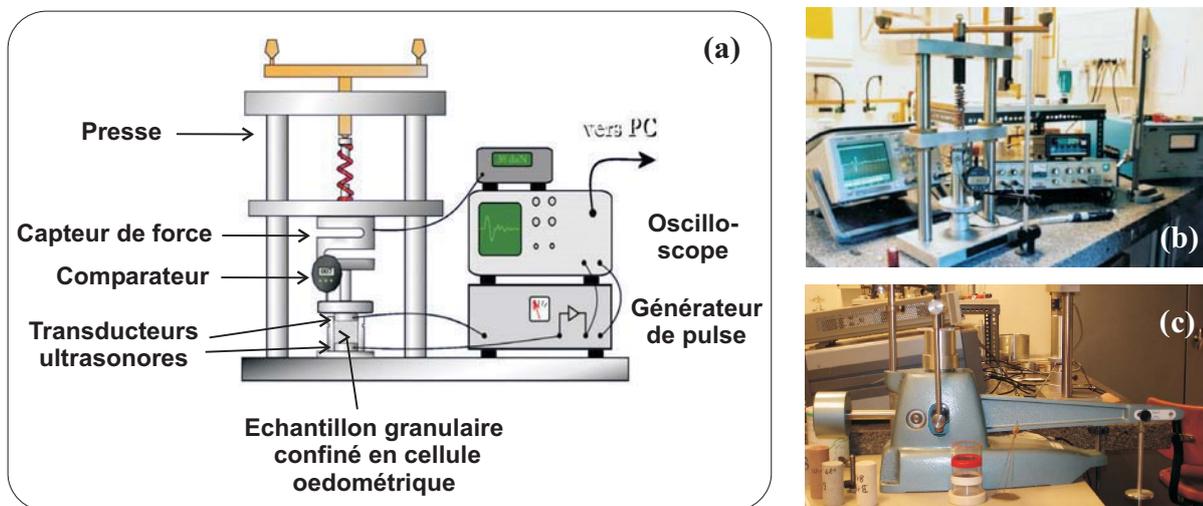


FIG. 1.3: (a) Schéma du dispositif expérimental (b) Photo de la presse manuelle (c) Photo de l'oedomètre.

Les cellules sont fermées de part et d'autre par deux transducteurs piézoélectriques large bande, centrés à $500kHz$, dont le rayon est identique à celui de la cellule ($R_{cellule} = 16mm$). L'un est utilisé en émission, générant des impulsions brèves ($\Delta t = 2\mu s$), l'autre en réception. L'acquisition du signal transmis, au préalable préamplifié, se fait sur un oscilloscope (Lecroy (®)). Avant d'être enregistré sur micro-ordinateur via un programme d'interfaçage, le signal est moyenné sur une cinquantaine de signaux pour améliorer le rapport signal sur bruit.

1.2.2 Protocoles de préparation des échantillons : compacité (densité)

Une caractéristique essentielle d'un empilement granulaire est sa compacité, ou densité ou encore fraction volumique solide Φ_{sol} . Elle est définie comme le rapport du volume réellement occupé par les billes sur le volume total de l'échantillon :

$$\Phi_{sol} = \frac{V_{billes}}{V_{cellule}} = \frac{M_{billes}}{\rho_{verre} \pi R_{cellule}^2 L} \quad (1.1)$$

Grâce à la friction statique et les chaînes de forces, un empilement granulaire peut être maintenu dans diverses configurations métastables l'empêchant de s'effondrer. Ainsi, en utilisant différents protocoles de préparation, il est possible de réaliser des empilements dont la densité varie de 0,55 à 0,64, d'après [100]. Les expériences de Richard & Brown [13] ont montré que la compacité d'un empilement aléatoire de billes sphériques monodisperses peut être supérieure à la valeur maximale prédite par la théorie : 0,64 (Random Close Packing) à cause d'effets de cristallisation. La structure d'un empilement granulaire est extrêmement sensible à la façon de remplir la cellule et sa compacité dépend fortement de son mode de préparation [102, 126].

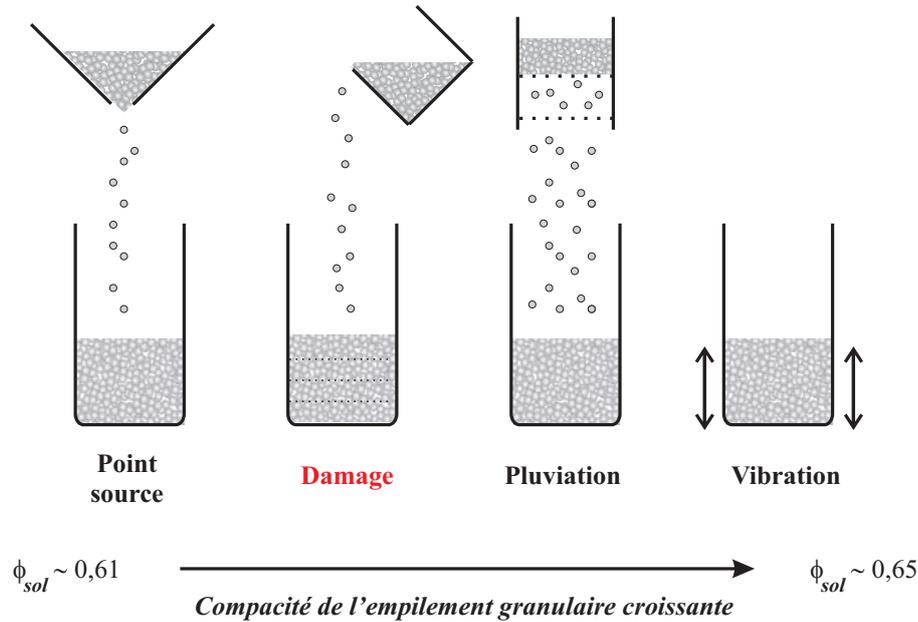


FIG. 1.4: Quelques protocoles couramment utilisés pour préparer un échantillon granulaire sec.

Parmi les différents protocoles expérimentaux (Fig.1.4), nous avons opté pour le damage car cette technique nous permettra, plus tard, de préparer aussi des échantillons humides à partir de billes faiblement mouillées par divers liquides. Cette technique, fréquemment utilisée en mécanique des sols, consiste à remplir la cellule par couches successives. La mesure de hauteur de nos échantillons secs indiquent une compacité comprise 0,62 et 0,63, avec une reproductibilité de $\frac{\Delta\Phi_{sol}}{\Phi_{sol}} \sim 0,5\%$.

1.2.3 Propagation d'ondes cohérentes dans un milieu granulaire dense et désordonné

Une expérience consiste à envoyer une impulsion brève ($\Delta \approx 2\mu s$), générée par un transducteur ultrasonore (T), dans un milieu granulaire d'épaisseur $L < 2R$, soumis à une contrainte P . Le signal transmis à travers l'échantillon est alors détecté par un autre transducteur (D) placé au fond de la cellule. Comportant un large spectre, centré à $f_0 = 1/\Delta t \approx 500kHz$, la transmission d'une telle impulsion permet d'identifier deux modes (E et S) de propagation selon le rapport de la longueur d'onde sur la taille des grains.

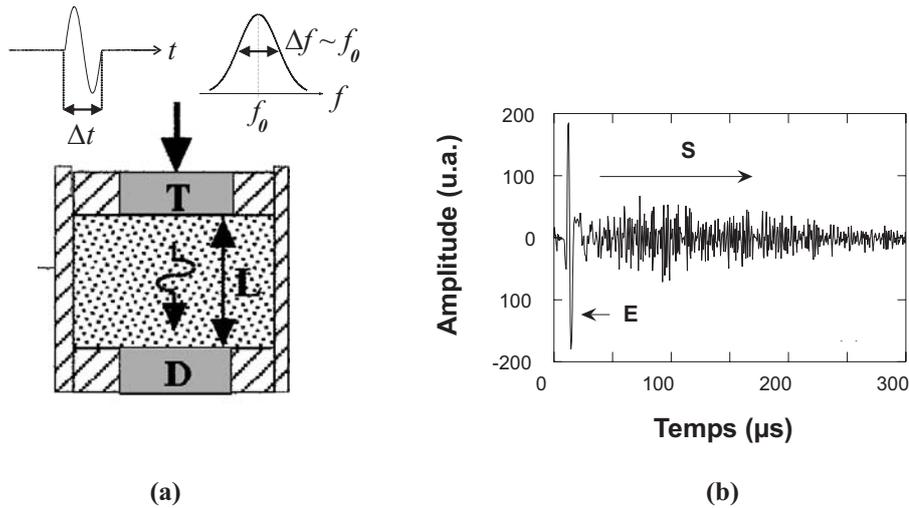


FIG. 1.5: (a) Dispositif expérimental : impulsion brève générée par un émetteur (T) et détecté par un autre transducteur (D) de même taille. (b) Signal ultrasonore ainsi détecté à travers un échantillon de billes de verre confiné et sous contrainte ($d \sim 400 - 800\mu m$, $L = 11mm$, $P = 0,75MPa$ et $\Delta t = 2\mu s$).

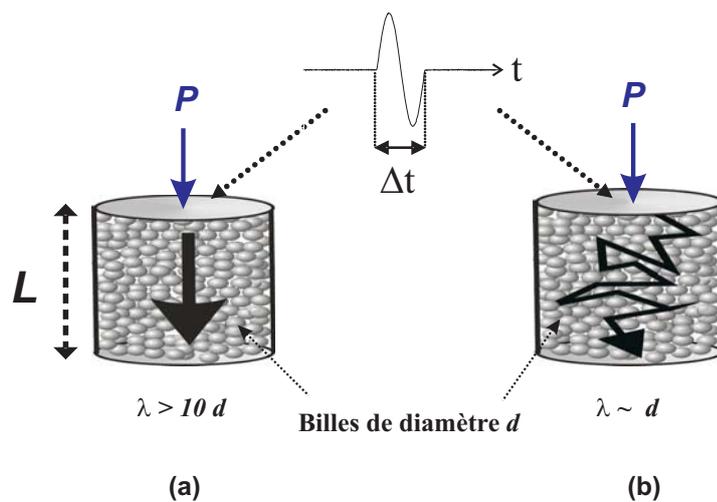


FIG. 1.6: Schéma de la propagation des ondes élastiques dans un milieu granulaire dense soumis à une contrainte P . (a) Propagation balistique de l'onde cohérente de grande longueur d'onde. (b) Diffusion multiple des ondes élastiques de petites longueurs d'onde.

Comme décrit précédemment par Jia, Caroli & Velicky [71], lorsque la longueur d'onde est très grande devant la taille des billes ($\lambda > 10d$), le signal se propage balistiquement d'où la dénomination "d'onde balistique" (Fig.1.6a) ou "onde cohérente" (ce point sémantique sera rediscuté dans l'introduction du chapitre 2). Cette onde basse fréquence, notée "E", n'est pas sensible au changement de configuration et nous verrons qu'elle n'est pas non plus sensible au moyennage sur plusieurs configurations d'un même échantillon (Fig.2.4). Si le protocole de préparation de l'échantillon est le même, le signal "E" est parfaitement reproductible d'une expérience à une autre.

En revanche, lorsque la longueur d'onde est de l'ordre de la taille des billes ($\lambda \sim d$), l'onde devient extrêmement sensible aux fluctuations spatiales du réseau de chaînes de forces. Elle est alors diffusée par les nombreuses hétérogénéités du milieu d'où le nom d'onde "multiplement diffusée" (Fig.1.6b). Ce signal associé à ce type d'ondes, noté "S", est lui spécifique à chaque configuration.

Par ailleurs, le signal détecté reste stable pendant toute la durée d'une expérience typique (1min). Cette stabilité montre que les ultrasons de faible amplitude (quelques nanomètres¹) utilisés ici, peuvent se propager dans le milieu granulaire sous contrainte sans produire de réarrangements irréversibles notables. Les caractéristiques de la propagation acoustique dans ce milieu quasi-élastique pourront alors être interprétées dans un cadre permettant de décrire les propriétés vibrationnelles d'un système amorphe en termes de champ inhomogène de contrainte.

Dans ce chapitre, nous limiterons notre étude à la propagation de l'onde cohérente dans différents empilements granulaires : secs et faiblement mouillés. Les ondes multiplement diffusées feront, elles, l'objet d'une attention particulière ; le chapitre 2 leur entièrement sera consacré.

1.2.4 Méthodes de mesure de la vitesse d'ondes

En utilisant des transducteurs de compression ou de cisaillement, il est alors possible de privilégier le mode longitudinal (Fig.1.7a) ou le mode transversal (Fig.1.7b). Notons que les ondes multiplement diffusées n'apparaissent pas sur ces enregistrements comme sur la figure 1.5. En effet, l'épaisseur de l'échantillon étant deux fois plus grande, les ondes diffusées sont atténuées avant d'atteindre le détecteur.

Comme évoqué dans l'introduction, selon Liu & Nagel, la détermination de la vitesse du son dans un milieu granulaire n'est pas sans ambiguïté. En effet, celle-ci peut varier d'un facteur 5 selon la méthode de mesure utilisée [85]. Nous allons donc, dans un premier temps, rappeler comment ils ont mesuré cette vitesse du son puis nous préciserons une méthode de mesure qui nous servira, par la suite, pour suivre la **variation de la vitesse** de propagation d'onde.

¹Pour l'estimation de l'amplitude du déplacement acoustique, cf chapitre 2.

Méthode dite du "temps de vol" ou "time of flight" (TOF)

Cette méthode consiste à mesurer le temps d'arrivée t_{vol} du signal se propageant dans le milieu :

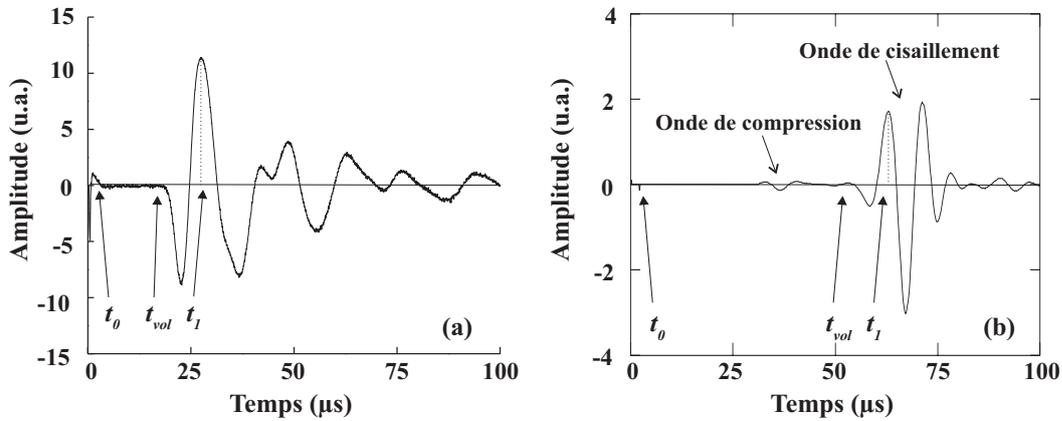


FIG. 1.7: Enregistrements caractéristiques de signaux ultrasonores obtenus grâce à l'utilisation de transducteurs (a) de compression ($d \sim 400\mu m - 800\mu m$, $P = 0,75MPa$) et (b) de cisaillement ($d \sim 200 - 300\mu m$, $P = 0,35MPa$).

La vitesse de propagation d'une onde de compression (Fig.1.7a) ou de cisaillement (Fig.1.7b) s'obtient alors facilement par :

$$V = \frac{L}{t_{vol} - t_0} \quad (1.2)$$

où t_0 est l'instant initial, repéré grâce au couplage électromagnétique entre les différents appareils électroniques. Par exemple, pour un échantillon constitué de billes de verre de diamètre d compris entre $400\mu m$ et $800\mu m$, d'épaisseur $L = 18mm$ et soumis à une contrainte $P = 0,75MPa$ (Fig.1.7a), l'onde de compression se propage à la vitesse $V_L = 980 \pm 50m.s^{-1}$ ce qui est conforme aux mesures effectuées par Jia *et al* [71] sur un échantillon de plus petite épaisseur ($L \approx 10mm$) mais constitué des mêmes billes : $V_L = 1070 \pm 30m.s^{-1}$.

Méthode de la phase spectrale

Il s'agit ici de mesurer une quantité analogue à la vitesse de groupe v_g . Pour cela, il nous faut calculer la phase spectrale $\phi(f)$ du signal détecté dans la gamme de fréquence f désirée. Si le milieu est non-dispersif, la vitesse de groupe s'exprime facilement par :

$$v_g = \frac{L}{t_g} = -2\pi L \frac{df}{d\phi} \quad (1.3)$$

Grâce au mode "FFT" (*Fast Fourier Transform*) du logiciel Origin $\text{\textcircled{R}}$, nous avons calculé la phase spectrale associée au signal de compression (Fig.1.7a) dont nous venons de mesurer la vitesse de propagation par méthode de temps de vol. Les fluctuations de cette phase spectrale, visibles sur la figure 1.8c, rendent délicate l'estimation de la vitesse de groupe. Un moyen de "gommer" ces fluctuations est de ne considérer que le signal direct correspondant à l'onde balistique. Comme précisé par Jia *et al* [71], le signal suivant le signal direct est difficilement identifiable (diffraction

d'onde, réflexions multiples sur les parois, ...) et peut polluer le calcul de la phase. Nous avons donc calculé la phase spectrale du signal tronqué (Fig.1.8b) qui apparaît comme une droite.

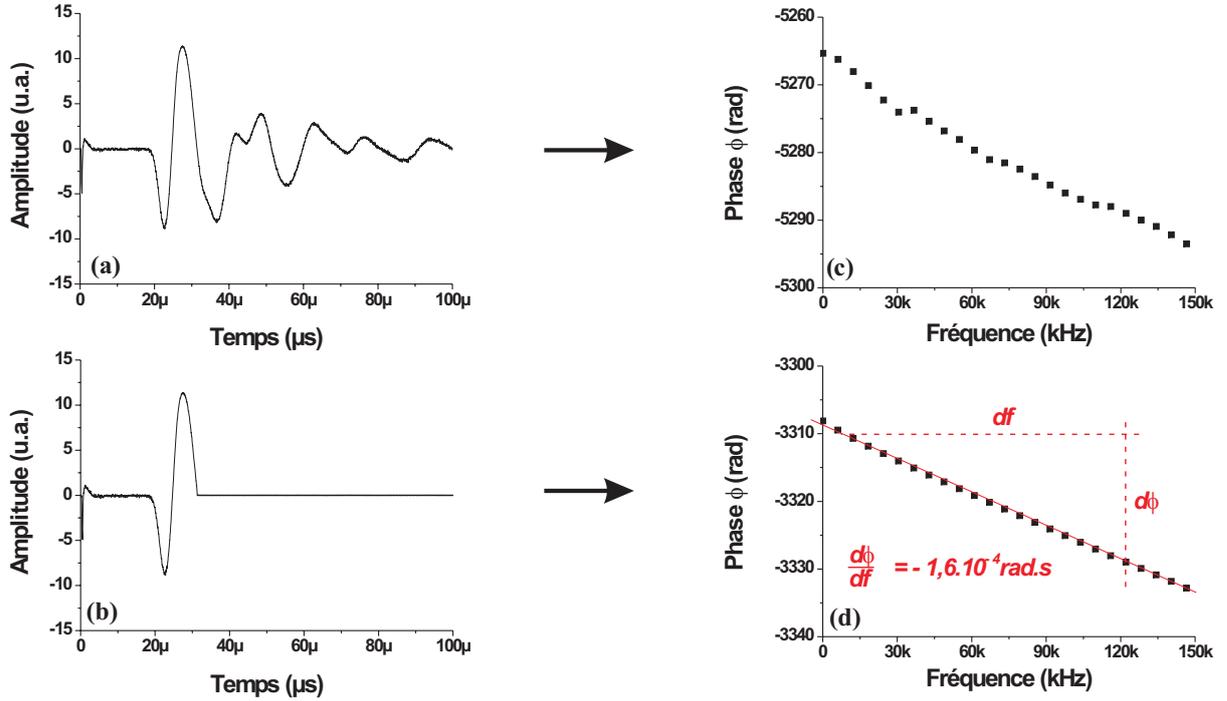


FIG. 1.8: (a) Signal tronqué (b) Phase spectrale $\phi(f)$ correspond au signal tronqué ($d \sim 400 - 800 \mu\text{m}$, $L = 20 \text{mm}$, $P = 0,75 \text{MPa}$).

Le temps de groupe $t_g = -\frac{d\phi}{d\omega}$ est indépendant de la fréquence car ϕ est linéaire avec f . Nous pouvons donc considérer que le milieu n'est pas dispersif pour cette gamme de fréquences. Une régression linéaire de cette courbe nous donne sa pente et nous permet d'estimer la vitesse de groupe d'après la relation 1.3 : $v_g \approx 700 \text{m.s}^{-1}$. Si cette valeur diffère sensiblement de v_{vol} ($= 980 \text{m.s}^{-1}$), nous obtenons le même ordre de grandeur par ces deux méthodes contrairement à Liu & Nagel dont les mesures diffèrent d'un facteur 5.

Dans la suite de ce chapitre, nous utiliserons plutôt la méthode de temps de vol car elle est plus simple. Par ailleurs, nous focaliserons notre attention sur la **variation** de la vitesse de propagation aussi nous ne cherchons pas, ici, à mesurer des vitesses de propagation **absolues**. C'est pourquoi, nous avons délibérément choisi de mesurer le temps d'arrivée t_1 du premier pic (cf Fig.1.7) et non le véritable temps de vol qui se mesure avec une moins bonne précision : $\Delta t_1 \sim 2\%$ et $\Delta t_{vol} \sim 5\%$. Précisons enfin, qu'une pré-contrainte a été appliquée sur chaque échantillon avant d'effectuer les mesures dans le but d'améliorer la reproductibilité de nos expériences en minimisant les effets hystérétiques. En conclusion, les mesures de vitesses de propagation du premier pic, *via* la mesure de t_1 , seront effectuées avec une précision de l'ordre de 3%.

1.3 Analyse et discussion : de la micro-mécanique des contacts à l'approche des milieux effectifs

La mécanique des corps solides, considérés comme des milieux continus, constitue le contenu de *la théorie de l'élasticité* [81]. Les équations fondamentales de cette théorie furent établies dans les années 1820 par Cauchy et Poisson. Les corps solides se déforment, sous l'action de forces appliquées, en changeant de forme et de volume. Dans le cas de petites déformations, la théorie de l'élasticité linéaire permet de trouver une relation linéaire entre les composantes du tenseur de déformation et celles du tenseur des contraintes. La déformation du corps est alors proportionnelle aux forces appliquées. Cette loi, valable pour les petites déformations est connue sous le nom de loi de Hooke. Si ces déformations sont de plus homogènes, cette loi fait intervenir deux coefficients de proportionnalité : le *module d'Young* E et le *coefficient de Poisson* ν du matériau constituant le corps. Dans le cas d'une compression uniaxiale, le coefficient de Poisson s'interprète comme le rapport de l'extension transverse sur la compression longitudinale tandis que le module d'Young représente le rapport de la pression de compression longitudinale sur l'allongement relatif longitudinal. Dans le cas d'un milieu granulaire, composé de grains macroscopiques, la mécanique de contact entre les grains doit jouer un rôle essentiel sur le comportement de l'empilement.

1.3.1 Contact de Hertz-Mindlin

Considérons maintenant deux billes sphériques de même matériau et de même rayon R . Lorsque ces sphères sont simplement en contact, sans contrainte extérieure appliquée, le contact est ponctuel (Fig.1.9a). En revanche, lorsque les sphères sont comprimées l'une contre l'autre, une déformation locale apparaît dans une petite région de forme circulaire autour du point de contact initial. En supposant R très grand devant le rayon a de cette zone de contact, cette dernière peut être considérée comme une surface circulaire. On suppose que ce plan tangent de contact reste stationnaire au cours de la compression et l'on note δ_0 la distance d'interpénétration des centres des sphères au cours de la compression (Fig.1.9b). Dans l'état comprimé, la force F_0 est maintenant essentiellement répartie dans la zone de contact de surface πa^2 . Soit σ la contrainte moyenne agissant sur la surface de contact. La loi de Hooke souligne que la déformation relative ϵ entre les deux sphères est proportionnelle à la pression (ou contrainte σ) exercée selon :

$$\sigma = E\epsilon \quad (1.4)$$

où E représente le module d'Young du matériau constituant les billes. L'ordre de grandeur de la déformation relative correspond au rapport entre le déplacement à l'intérieur de cette région sur la longueur typique de cette région :

$$\epsilon \approx \frac{\delta_0}{a} \quad (1.5)$$

D'après le théorème de Pythagore, utilisé au premier ordre en δ_0 , l'ordre de grandeur de l'aire de contact est approximativement :

$$a \approx \sqrt{\delta_0 R} \quad (1.6)$$

En supposant que la distribution de force F_0 est homogène dans toute l'aire de contact, la pression supportée par chaque bille est :

$$P = \frac{F_0}{a^2} \quad (1.7)$$

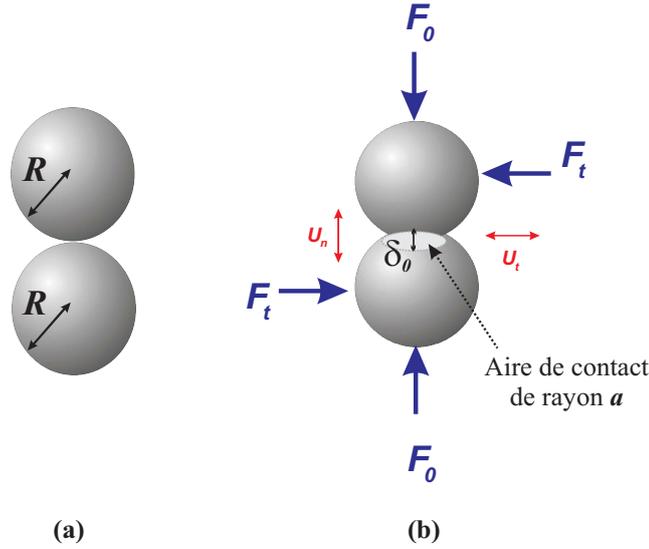


FIG. 1.9: (a) Contact de deux sphères identique de rayon R en l'absence de force extérieure : contact ponctuel. (b) Les deux mêmes sphères soumises à une force normale F_0 .

En réinjectant, les équations 1.5 et 1.7 dans l'équation 1.4, la distance d'interpénétration devient :

$$\delta_0 \approx \left(\frac{F_0}{ER^{1/2}} \right)^{2/3} \quad (1.8)$$

Cette loi, connue sous le nom de *loi de Hertz*, montre que l'interpénétration entre les billes est une fonction nonlinéaire de la force qui les comprime. De même, en combinant les équations 1.6 et 1.8, il vient l'expression du rayon de l'aire de contact suivante :

$$a \approx \left(\frac{F_0 R}{E} \right)^{1/3} \quad (1.9)$$

Ainsi les comportements du rayon de l'aire de contact a et la distance d'interpénétration δ_0 ont été obtenus à l'aide d'arguments dimensionnels. Pour obtenir les coefficients multiplicatifs de leur expression exacte, il faut faire appel à la théorie de Hertz [57] qui établit la théorie du contact statique entre deux corps solide en résolvant les équations de l'élasticité linéaire. Précisons ici les hypothèses de calcul nécessaires à l'obtention de ces expressions :

- Les surfaces de chaque corps sont supposées sans frottement pour que seule une force normale puisse se transmettre au cours de la compression.

- La rugosité des sphères est négligée, le contact est supposé continu.

- La déformation doit être suffisamment faible de telle sorte que les dimensions caractéristiques de la zone de contact soient très petites devant la taille des deux corps en contact.

- Pour calculer des déformations locales, chaque corps est considéré comme un milieu semi-infini.

Partant de l'équation de la surface de chaque corps au voisinage de leur point de contact, Hertz écrit ensuite deux relations entre la distribution de la pression de contact et chaque composante normale des déplacements des deux surfaces sous l'effet de cette pression. En combinant ces deux relations, Hertz remarque que la relation intégrale ainsi obtenue est analogue à celle donnant l'expression du potentiel créé par une distribution de charges uniforme à l'intérieur d'une ellipsoïde fortement aplatie. Cette analogie avec le problème d'électrostatique permet alors de déterminer la distribution de la pression à l'intérieur de la surface de contact et de conclure que le domaine de contact est délimité par une ellipse quelque soit la géométrie initiale des corps. Le rapprochement δ_0 entre les deux corps ainsi que les demi-axes de l'ellipse de contact sont alors déterminés en fonction d'intégrales elliptiques et de la force F_0 qui comprime les deux corps. Le principal résultat est que le rapprochement δ_0 est proportionnel à $F_0^{2/3}$ quelque soit la forme des corps en contact. Pour le cas du contact sphère-sphère, relatif à notre étude, d'après l'ouvrage de K.L. Johnson [75] :

$$a = \left(\frac{3F_0 R}{4E^*} \right)^{1/3} \quad (1.10)$$

$$\delta_0 = \frac{a^2}{R} = \left(\frac{9F_0^2}{16R(E^*)^2} \right)^{1/3} \quad (1.11)$$

où $E^* = \frac{E}{2(1-\nu^2)}$ est un coefficient généralement introduit pour alléger les notations.

Si une force tangentielle F_t est appliquée en plus de la force normale F_0 (Fig.1.9), elle cause une déformation élastique à l'interface. Si l'on suppose qu'il n'y a aucun glissement² au niveau du contact, les déplacements tangentiels de tous les points de la zone de contact sont les mêmes. Si les hypothèses précédentes sont satisfaites, contrairement à la théorie de Hertz, le déplacement tangentiel U_t est proportionnel à la force tangentielle (cf [75]) :

$$U_t = \frac{4Ga}{2-\nu} F_t \quad (1.12)$$

où G est le module de cisaillement du matériau constituant les sphères.

²Le cas avec glissement sera envisagé dans les chapitres 2 et 3.

La plupart des résultats présentés dans ce manuscrit ont été obtenus avec des billes de verres dont le diamètre d entre compris entre $600\mu m$ et $800\mu m$, d'où un rayon moyen $R = 0,35mm$. Comme nous le verrons par la suite, nos échantillons granulaires sont soumis à des contraintes extérieures P allant de $100kPa$ à $1MPa$. On montre facilement qu'une contrainte de cette gamme correspond à une force normale équivalente, supportée par chaque bille, comprise entre $0,038N$ et $0,38N$. En effet, soit F_{tot} la force appliquée sur l'échantillon, se transmettant à la première couche de N billes dont la surface totale est $\pi R_{cellule}^2$. Chaque bille de rayon R_{bille} supporte donc une force F_0 :

$$F_0 = \frac{F_{tot}}{N} = \frac{(\pi R_{cellule}^2)P}{N} \approx \frac{(N\pi R_{bille}^2)P}{N} = \pi R_{bille}^2 P$$

Ainsi d'après les équations 1.10 et 1.11, nous pouvons alors estimer le rayon de l'aire de contact (Fig.1.10a) et la distance d'interpénétration (Fig.1.10b), grâce aux données standards relatives au matériau "verre" : $E \approx 70GPa$ et $\nu \approx 0,25 \Rightarrow E^* \approx 37GPa$. Précisons que le module de cisaillement $G = \frac{E}{2(1+\nu)}$ du verre est égal à $28GPa$.

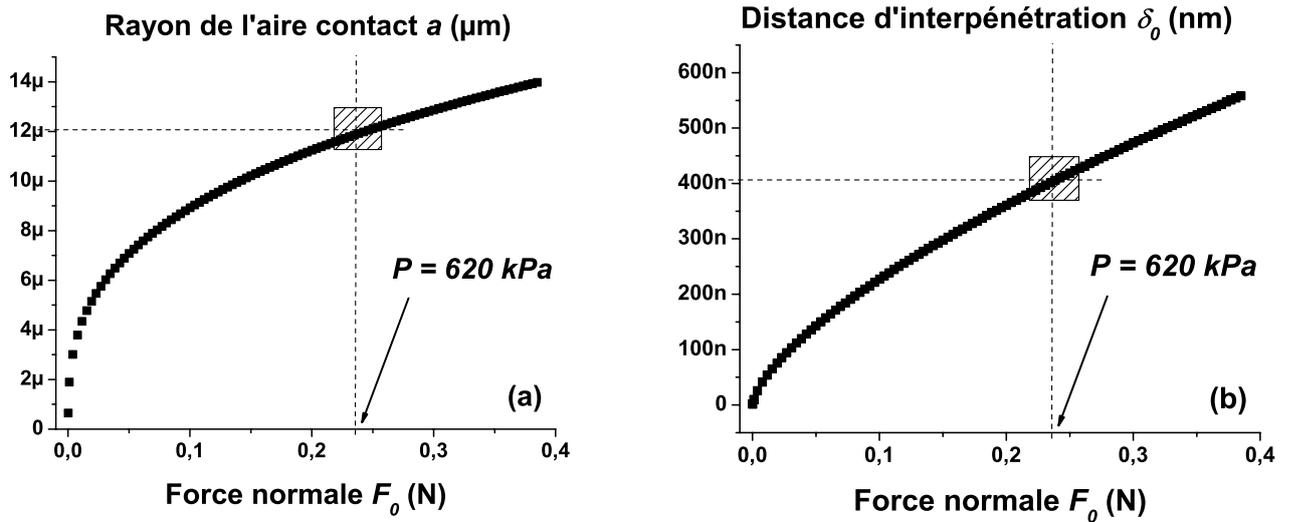


FIG. 1.10: (a) Rayon de l'aire de contact et (b) distance d'interpénétration en fonction de la contrainte appliquée P .

Il apparaît sur la figure 1.10b que la distance d'interpénétration est beaucoup plus faible que le rayon des billes : $\delta_0 \approx \frac{d}{1000}$. La déformation est donc localisée dans le voisinage immédiat de la zone de contact. Ainsi, la bille est constituée d'un coeur indéformable de masse $m \approx \frac{4}{3}\pi R^3 * \rho_{verre}$ (avec $\rho_{verre} \approx 2,45g.cm^{-3}$ la masse volumique du verre constituant les billes) et d'une partie déformable dont le comportement est régi par la loi de Hertz.

Cette déformation ϵ (à la surface de contact) est de l'ordre de $\frac{\delta_0}{R} = 10^{-3}$ ce qui est supérieure au seuil de plasticité du verre en matériau ("bulk") correspondant à une déformation $\epsilon \sim 10^{-4}$. Cependant, pour nos billes de verre, ce seuil ne semble pas atteint puisque les billes ne semblent ni fracturées ni fissurées après une expérience.

1.3.2 Propagation d'ondes dans une chaîne de billes 1D

Le comportement nonlinéaire d'une chaîne de billes a, tout d'abord, été étudié numériquement, pour différentes lois d'interaction nonlinéaires, afin d'étudier la propagation d'ondes de choc à l'intérieur de la chaîne [58]. Nesterenko a ensuite été le premier à donner une solution analytique à ce problème pour la loi d'interaction de Hertz. Il a notamment montré que les ondes de fortes compressions, c'ad avec une amplitude beaucoup plus grande que celle de la force statique F_0 , peuvent se propager à travers la chaîne à la manière d'*ondes solitaires* localisées. Quelques années plus tard, la preuve expérimentale de ces ondes a été apportée par Lazaridi & Nesterenko [83]. Plus récemment, Coste, Falcon & Fauve [22] ont mis en évidence la propagation de solitons.

Nous nous intéresserons, ici, à la propagation des ondes élastiques de faibles amplitudes. Considérons alors une chaîne unidimensionnelle constituée de billes identiques de rayon R (Fig.1.11a). La loi de Hertz, solution quasi-statique, reste valable en régime dynamique si plusieurs conditions sont respectées : la force normale F_0 et la distance d'interpénétration δ_0 doivent être des fonctions lentement variables du temps, les pressions P appliquées ne doivent pas dépasser le seuil de plasticité du matériau, ... (cf [37]). Si ces hypothèses sont satisfaites, il est alors légitime de modéliser une chaîne de billes identiques par une chaîne de masse ponctuelles de masse m , chacune interagissant avec ses plus proches voisins par la loi de Hertz (Fig.1.11).

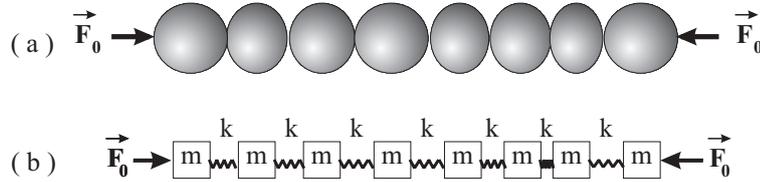


FIG. 1.11: (a) Schéma d'une chaîne de billes identiques soumises à une force F_0 . (b) Schéma équivalent de masses-ressorts.

En ne tenant seulement compte de la force d'interaction du contact de Hertz (effets dissipatifs négligés), la dynamique de la chaîne est décrite par le système d'équations différentielles nonlinéaires couplées, pour des longueurs d'ondes grandes devant le pas du réseau [22] :

$$\frac{d^2 U_n}{dt^2} = \frac{2\sqrt{2RE^*}}{3m} \left[(\delta_0 - (U_n - U_{n-1}))^{3/2} - (\delta_0 - (U_{n+1} - U_n))^{3/2} \right] \quad \forall n \in [2, N-1] \quad (1.13)$$

Dans l'approximation des très faibles déformations acoustiques, le déplacement relatif dynamique est supposé très inférieur au déplacement statique : $|U_i - U_{i-1}| \ll \delta_0$. Les contacts entre billes peuvent être alors assimilés à des ressorts dont la raideur k_0 est donnée par :

$$k_0 \equiv \left(\frac{\partial \delta_0}{\partial F_0} \right)^{-1} = \{3R(E^*)^2 F_0\}^{1/3} = \{3\pi(E^*)^2 R^3 P\}^{1/3} \quad (1.14)$$

et l'équation du mouvement peut être linéarisée comme suit :

$$\frac{d^2 U_n}{dt^2} = \frac{k_0}{m} (U_{n+1} - 2U_n + U_{n-1}) \quad \forall n \in [2, N-1] \quad (1.15)$$

La relation de dispersion entre le nombre d'onde k et la pulsation ω dans cette approximation s'obtient en substituant un déplacement de la forme $U_n = Ae^{i(\omega t - k2Rn)}$ dans l'équation précédente :

$$\omega = 2\sqrt{\frac{k_0}{m}}|\sin(kR)| \quad (1.16)$$

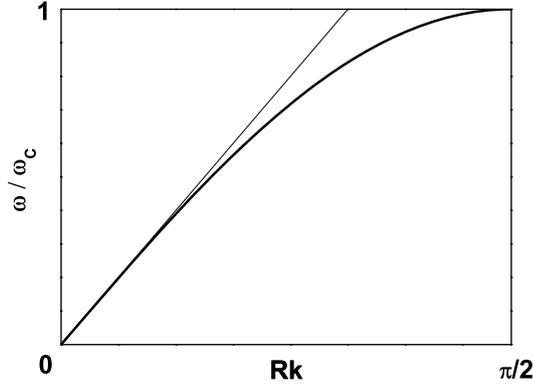


FIG. 1.12: Courbe de dispersion.

La pulsation de coupure de la chaîne, pulsation maximum au delà de laquelle les modes acoustiques longitudinaux considérés deviennent évanescents, vaut alors :

$$\omega_c = 2\sqrt{\frac{k_0}{m}} \quad (1.17)$$

La fréquence de coupure de la chaîne exprimée en fonction des paramètres connus est :

$$f_c = \frac{1}{\pi}\sqrt{\frac{k_0}{m}} = \left(\frac{9E^*}{8\pi^4\rho^{3/2}R^3}\right)^{1/3} P^{1/6} \quad (1.18)$$

En utilisant les valeurs mentionnées précédemment (E^* , ρ , R , ...), la fréquence de coupure d'une chaîne constituée de nos billes de verre est de l'ordre de $20kHz$. Pour des grandes longueurs d'ondes (milieu non-dispersif), les vitesses de phase et de groupe sont confondues et s'expriment de la manière suivante :

$$c_{1D} = \lim_{k \rightarrow 0} \left(\frac{\omega}{k}\right) = 2R\sqrt{\frac{k_0}{m}} = \frac{1}{\sqrt{\pi\rho}} \left(\frac{9E^*}{R}\right)^{1/3} F_0^{1/6} \quad (1.19)$$

Ainsi, la vitesse de propagation du son dans les systèmes unidimensionnels évolue alors comme $F_0^{1/6}$. Ce résultat classique a été observé expérimentalement depuis longtemps [63]. Coste & Gilles [23] ont de même validé la théorie de Hertz pour différentes chaînes de billes identiques. D'autres expériences ont été menées dans le domaine de propagation acoustique dans les réseaux unidimensionnels de billes. M. de Billy s'est notamment intéressé à la propagation d'ondes de fréquences bien supérieures, lorsque la longueur d'onde devient comparable, voir inférieure, à la tailles des sphères. Dans ce cas de figure, des modes dans la sphère, tels que l'onde de Rayleigh [9, 73], sont observables.

1.3.3 Propagation d'ondes élastiques dans un milieu granulaire "effectif"

Au vu de la figure 1.13, les vitesses des ondes cohérentes de compression V_L et de cisaillement V_S semblent dépendre, aux plus fortes contraintes, de la contrainte normale appliquée P avec une loi de puissance dont l'exposant est proche de $1/6$, comme prédit par le modèle précédent. Le mécanisme du contact de Hertz-Mindlin a servi de point de départ à la plupart des traitements théoriques en matière de modélisation micro-mécanique des milieux granulaires [29, 33, 47]. Comme nous l'avons vu précédemment, l'amplitude de la force de contact F_0 entre deux sphères identiques est liée au déplacement normal δ_0 selon une élasticité nonlinéaire du type $F_0 \propto \delta_0^{3/2}$, conduisant à une raideur $k_0 = \left(\frac{d\delta_0}{dF_0}\right)^{-1}$ dépendant de $F_0^{1/3}$ (même raisonnement pour la raideur tangentielle $k_t = \left(\frac{dU_t}{dF_t}\right)^{-1}$).

Pour assurer le passage micro/macroscopique - d'un seul contact à un réseau de contacts - il nous faire appel à la théorie des milieux effectifs qui a fait l'objet de nombreuses études dans la littérature [29, 33, 135]. Nous utilisons, ici, une version extrêmement simplifiée de cette théorie qui consiste à introduire un nombre de coordinance Z_0 correspondant au nombre moyen de contacts pour **chaque bille**. Cette approche statistique de champ moyen permet d'obtenir un module effectif M à partir de la raideur locale k_0 et de montrer :

$$V_{son} = \sqrt{\frac{M}{\rho_0}} \propto [\Phi_{sol} Z_0]^{1/3} \cdot [k_0(P)]^{1/2} \propto P^{1/6} \quad (1.20)$$

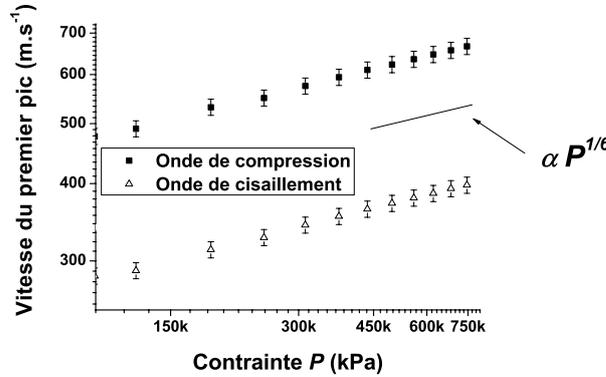


FIG. 1.13: Vitesses de propagation du premier pic pour les ondes cohérentes longitudinale et transversale en fonction de la contrainte appliquée P ($d \sim 400 - 800 \mu m$).

Cependant, plusieurs récentes études expérimentales [71, 87], théoriques [47, 127] et numériques [111], rapportent une déviation par rapport à la loi de puissance de Hertz versus P . Si aux fortes contraintes, la loi de puissance en $1/6$ attendue est observée ; en revanche, aux faibles contraintes, la vitesse de propagation dépend plutôt du quart de la contrainte P . Ce comportement avait déjà été observé, en 1957, par Duffy & Mindlin [33] dans des structures ordonnées de sphères identiques (réseau cubique à faces centrées). Domenico [30] a, lui, dressé le même constat pour des systèmes constitués de grains irréguliers.

Depuis, plusieurs approches microscopiques, visant à corriger le modèle micro-mécanique basé sur le contact de Hertz-Mindlin ont été développées pour expliquer cette déviation. Goddard [47] propose notamment une interprétation basée sur des considérations géométriques : le contact n'est plus sphérique mais conique, la relation force-déplacement est alors modifiée et devient $F_0 \propto \delta_0^2$ d'où une dépendance de la vitesse de propagation avec le quart de la force appliquée. Dans son modèle de "croûte molle", P.-G. de Gennes [44] incrimine l'état de surface des billes qui peut être sensible à des phénomènes d'oxydation.

Par ailleurs, le désordre incontestable des contacts dans un milieu granulaire tridimensionnel laisse à penser que des effets collectifs au sein du milieu granulaire peuvent aussi être à l'origine de la déviation observée aux faibles contraintes. Goddard [47] propose un mécanisme de "recrutement des contacts" au cours de la variation de la contrainte appliquée, modifiant ainsi le nombre de contacts $\Phi_{sol}Z_0$. Ce mécanisme peut être décrit par l'évolution du nombre de coordinance au cours d'un chargement mécanique, comme dans les simulations numériques de J.-N. Roux [111].

Ainsi, si le nombre de contacts $\Phi_{sol}Z_0$ dépend de la contrainte appliquée, la vitesse de propagation n'en dépendra *a priori* plus via une simple loi de puissance, expliquant donc la déviation observée par rapport à la loi de Hertz. L'expression de la vitesse de propagation (Eq.1.20) devient alors :

$$V_{son} \propto [\Phi_{sol}(P)Z_0(P)]^{1/3} .k_0(P)^{1/2} \quad (1.21)$$

Velicky et Caroli [127] ont récemment proposé un autre mécanisme pour expliquer la déviation de la loi de puissance de Hertz $V \propto P^{1/6}$. À partir d'une description "champ moyen" d'une assemblée de sphères légèrement dispersés en diamètre, ils ont montré que l'origine de la déviation est attribuée principalement à la fluctuation du champ de contraintes et non à la dépendance de $\Phi_{sol}Z_0$ avec P .

Dans nos expériences, le protocole de mesure de la vitesse de propagation (Fig1.7) ne nous permet pas de déterminer avec précision les valeurs absolues des vitesses de propagation des ondes cohérentes et encore moins un éventuel exposant d'une loi de puissance. Ainsi, il nous est difficile, à l'heure actuelle, de pouvoir vérifier quantitativement les différentes hypothèses responsables de la loi de puissance $V(P)$, dans un milieu granulaire en général.

Par ailleurs, dans le cadre d'une approche type milieux effectifs, il est possible de déduire, des vitesses d'ondes, les modules élastiques effectifs qui caractérisent le matériau granulaire : K le module effectif de compression et G le module effectif de cisaillement [112] :

$$\left\{ \begin{array}{l} V_L = \left(\frac{K+(4/3)G}{\rho} \right)^{1/2} \\ V_S = \left(\frac{G}{\rho} \right)^{1/2} \end{array} \right\} \text{ avec } \rho = \rho_{verre} \Phi_{sol} \quad (1.22)$$

Ainsi, les mesures acoustiques peuvent fournir un outil très utile pour une étude *in situ* des propriétés élastiques des matériaux granulaires. Notons que pour notre gamme de contraintes, les modules élastiques effectifs K et G sont de l'ordre de quelques centaines de kPa .

1.4 Caractérisation par méthodes ultrasonores de milieux granulaires faiblement mouillés

Le "château de sable" est l'exemple le plus couramment utilisé pour illustrer les effets considérables de la cohésion capillaire sur un empilement granulaire. En effet, inutile d'espérer bâtir de tels édifices avec du sable sec ou du sable saturé en eau. L'importance remarquable de ces forces capillaires, liées à la présence de très faible quantité d'eau, a motivé bon nombres d'études traitant de l'influence du taux d'humidité sur les propriétés mécaniques des empilements granulaires telles que l'angle de repos [10, 41, 59].

Ici, la cohésion capillaire a été assurée par l'ajout de quelques gouttes de différents liquides dans divers échantillons de billes sèches ($\Phi_{liq} \approx 0,5\%$). Pour une répartition optimale du liquide sur la surface des billes, le tout a été vigoureusement brassé pendant une dizaine de minutes. Dans l'hypothèse d'une répartition homogène, l'épaisseur de la couche de liquide est de l'ordre du micron. Pour de telles fractions volumiques Φ_{liq} , des ponts capillaires se forment au niveau des contacts entre billes (Figs.1.14) responsables de l'adhésion entre les grains.

Halsey & Levine [54] ont, d'ailleurs, proposé trois régimes distincts pour prédire la force capillaire exercée par les ménisques capillaires sur les grains au niveau de leurs contacts. Une valeur maximale F_A est atteinte au-delà d'une certaine fraction volumique de liquide qui correspond à la formation de ponts capillaires. Cette valeur est donnée par $F_A = 2\pi\gamma R$, γ étant la tension superficielle du liquide interstitiel. Prenons, par exemple, le cas de l'eau dont la tension de surface est l'une des plus élevées parmi les liquides ordinaires³ : $\gamma_{eau} \approx 70mN.m^{-1}$. Pour nos billes, de rayon moyen $R = 350\mu m$, la valeur maximale de la force d'adhésion est donc $F_A \sim 1,5.10^{-4}N$. Notons que cette valeur est complètement négligeable comparée à la force F_0 que chaque bille doit supporter dans la gamme de contrainte appliquée aux échantillons (Fig.1.10), en effet, $F_0 \sim 1000F_A$!

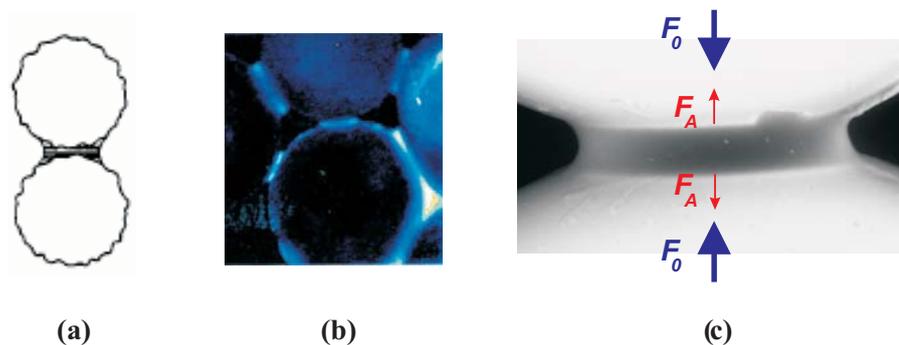


FIG. 1.14: Ponts capillaires entre billes (a) Schéma de Halsey & Levine : "spherical regime" extrait de [54] (b) Cliché (microscopie par fluorescence) d'un pont capillaire de DMSO entre deux billes de verre, extrait de [90] (c) Cliché pris au MEB environnemental d'un pont capillaire de trioléine entre deux de nos billes de verre .

³La tension de surface du mercure est, par exemple, est égale à $480mN.m^{-1}$ dans les conditions atmosphériques standards. Certains métaux fondus, comme le titane, ont une tension superficielle de l'ordre de $1N.m^{-1}$.

Dans ce travail, nous focaliserons notre attention sur l'influence des liquides ajoutés sur la structure et les propriétés viscoélastiques de milieux granulaires faiblement mouillés ($\Phi_{liq} \approx 0,5\%$).

1.4.1 Effets capillaires sur la structure d'un empilement granulaire

Toutes choses égales par ailleurs, les mesures de compacité d'échantillons mouillés montrent que leur structure est plus lâche que celle d'un empilement de billes sèches (Fig.1.15). Remarquons, de plus, que la compacité est d'autant plus faible que la tension de surface γ du liquide est grande. Ici, la tension de surface a été abaissée par rapport à l'eau ultra-pure (MilliQ) grâce à un tensioactif : le TTAB (bromure de tétradécyltriméthylammonium). D'après [129], l'utilisation de ce surfactant à $0,3g.L^{-1}$ fournit une solution, dont les viscosité et densité restent identiques à celles de l'eau, mais de tension de surface proche de $50mN.m^{-1}$. L'ajout de dodécanol ($80mg.L^{-1}$) dans une solution de TTAB à $3g.L^{-1}$ permet d'atteindre une tension de surface de $\sim 30mN.m^{-1}$.

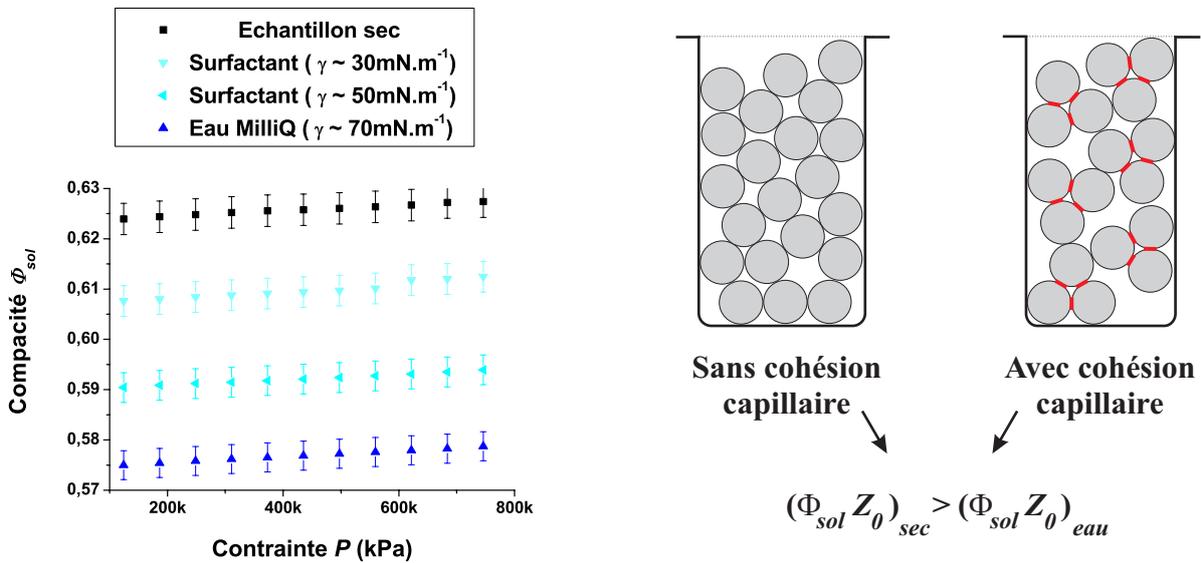


FIG. 1.15: (À gauche) Compacité de plusieurs échantillons granulaires, mouillés par des liquides de différentes γ . (À droite) Schémas illustrant l'influence des effets capillaires sur la compacité d'un empilement de billes (les traits en rouge représentent les ponts capillaires).

L'échantillon granulaire mouillé est préparé en ajoutant quelques micro-gouttes de liquide dans un échantillon de billes sèches, contenues dans un bécher. Lors du brassage de l'ensemble, des agrégats de quelques billes peuvent se former [11]. Le remplissage de la cellule oedométrique ne se fait donc pas bille par bille, mais agrégat par agrégat, d'où une compacité moindre comme illustré sur la figure 1.15. Ce phénomène, dû à la cohésion capillaire, peut donc se traduire par un nombre moyen de contacts plus faible dans le cas d'un échantillon de billes mouillées :

$$(\Phi_{sol} Z_0)_{eau} < (\Phi_{sol} Z_0)_{sec}$$

De façon analogue, les forces cohésives de Van der Waals confèrent aux poudres une structure extrêmement lâche : $\Phi_{sol} \sim 0,35$ [19]. Ces matériaux divisés se distinguent des milieux granulaires par une taille de particules plus petites, inférieure à $10\mu m$. À cette échelle, les effets de l'humidité sont, par ailleurs, extrêmement importants ce qui n'est pas le cas dans nos expériences, car notre milieu granulaire est constitué de billes dont le rayon est de l'ordre de quelques centaines de microns.

1.4.2 Effets capillaires sur les modules élastiques d'un empilement granulaire

Comme illustré par la figure 1.16, les mesures de vitesse d'ondes de compression indiquent une nette diminution par rapport au cas sec, comme cela a été observé pour la compacité. L'effet est, de même, d'autant plus marqué que la tension de surface est élevée (Fig.1.16).

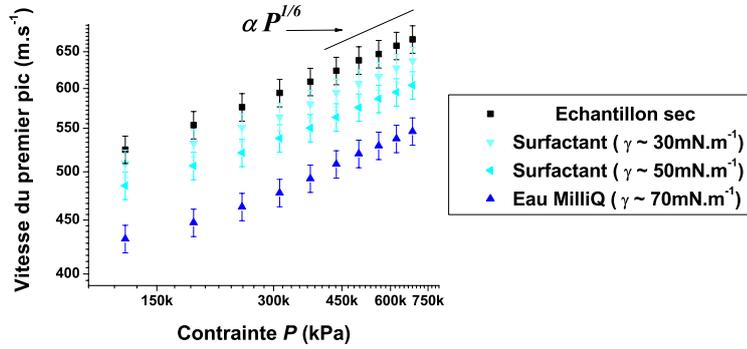


FIG. 1.16: Vitesse de propagation de l'onde cohérente de compression V_L dans plusieurs échantillons granulaires, mouillés par des liquides de différentes tension de surface γ .

Ce phénomène peut s'expliquer comme suit : la cohésion entre grains, assurée par les ponts capillaires, diminue le nombre moyen de contacts au sein de l'empilement granulaire faiblement mouillé. Or, la vitesse de propagation des ondes cohérentes, obtenues dans le cadre d'un milieu effectif, dépend directement de ce nombre moyen de contacts inter-grains (Eq1.21). Elle peut alors s'exprimer, dans ce cas, de la manière suivante :

$$V_{son} \propto [\Phi_{sol} Z_{eau}]^{1/3} \cdot [k_{eau}(P)]^{1/2} \quad (1.23)$$

avec $k_{eau}(P)$ la raideur des contacts dans le cas de l'échantillon mouillé par l'eau. À ce stade de notre analyse, nous supposons que cette raideur est la même que celle dans le cas sec, d'où : $k_{eau}(P) \approx k_{sec}(P)$.

Pour résumer, il apparaît donc que le paramètre-clé de ce problème est le **nombre moyen de contacts** $\Phi_{sol} Z_0$ qui est alors "fixé" lors de la préparation de l'échantillon. Pour un empilement faiblement mouillé, le nombre moyen de contacts est plus faible que pour un empilement de grains non cohésifs. La cohésion capillaire, qui dépend de la tension de surface du liquide interstitiel, réduit l'espace des configurations explorables par les grains lorsque ces derniers sont introduits dans la cellule oedométrique.

1.4.3 Compétition cohésion/lubrification : mise en évidence et discussion

Les effets de capillarité nous ont permis d'interpréter de façon cohérente, *via* Z_0 , les différences de comportement, en termes de compacité et de vitesse de propagation, entre un échantillon sec et un échantillon mouillé par de l'eau. Néanmoins, ces arguments semblent insuffisants pour comprendre les observations faites sur un empilement de billes mouillées par un *lubrifiant* : de la trioléine introduite dans les mêmes quantités ($\Phi_{liq} \approx 0,5\%$).

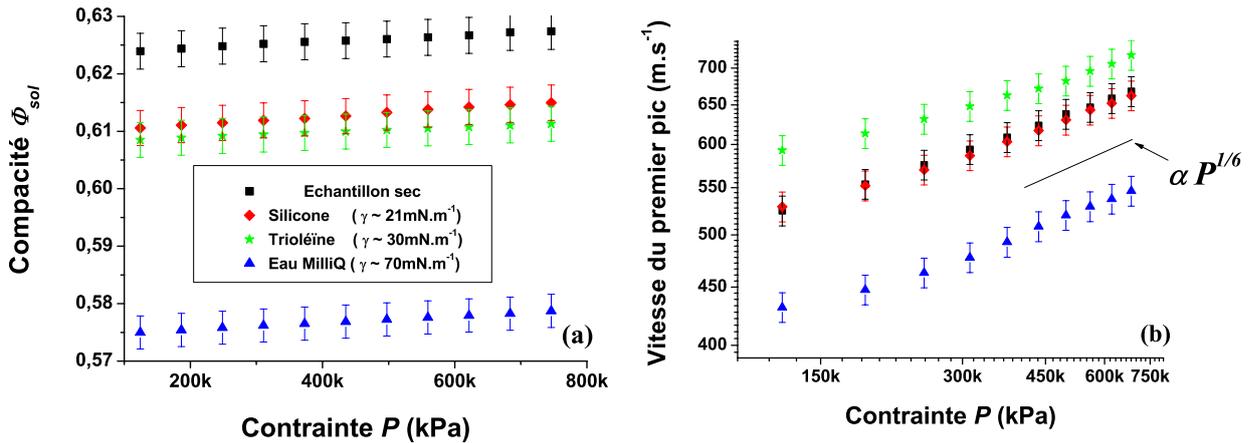


FIG. 1.17: (a) Compacité et (b) vitesse de propagation de l'onde de compression dans des échantillons secs et faiblement mouillés par de l'eau, de la trioléine et de la huile silicone.

La figure 1.17a montre que la compacité de l'échantillon mouillé par la trioléine est sensiblement la même que celle d'un échantillon mouillé par une solution surfactante de même tension de surface : ($\gamma \approx 30 \text{mN.m}^{-1}$). Cette observation est donc imputable aux effets capillaires décrits ci-dessus entraînant une diminution du nombre moyen de contacts : $(\Phi_{sol}Z_0)_{eau} < (\Phi_{sol}Z_0)_{trio} < (\Phi_{sol}Z_0)_{sec}$. Cependant, en dépit d'un nombre moyen de contacts plus faible, la vitesse de propagation de l'onde cohérente de compression est très nettement supérieure à celle d'un échantillon sec (Fig.1.17b). Ainsi, les mesures de compacité et de vitesse semblent contradictoires.

Pour comprendre ce comportement, nous proposons, ici, une explication qualitative en se plaçant à l'échelle microscopique de la rugosité des billes en contact. Comme illustré par la figure 1.18, l'aire de contact **réelle** n'est pas à proprement parler un disque de rayon a , comme prédit par Hertz dans le cas de billes parfaitement lisses, mais est plutôt constitué d'un ensemble de micro-contacts entre les aspérités. Dans le cas de billes sèches, le mouvement d'une bille par rapport à l'autre est frustré par le frottement et la jonction adhésive [6, 12]. En revanche, dans le cas lubrifié, le seuil de glissement est abaissé. Ainsi, les aspérités vont facilement glisser les unes par rapport aux autres pour conférer un maximum de stabilité au contact, entraînant ainsi un nombre de micro-contacts plus important que dans le cas sec comme illustré par la figure 1.18. Cette augmentation de la surface de contact réelle se traduit alors par une augmentation de la raideur résultante du contact local lubrifié :

$k_{trio} > k_{sec}$ ⁴. Enfin, via une approche de type milieux effectifs, cette interprétation microscopique nous permet d'expliquer l'augmentation de la vitesse de propagation observée (Fig.1.17b). Celle-ci est alors exprimée de la manière suivante :

$$V_{son} = [\Phi_{sol} Z_{trio}]^{1/3} \cdot k_{trio}(P)^{1/2} \quad (1.24)$$

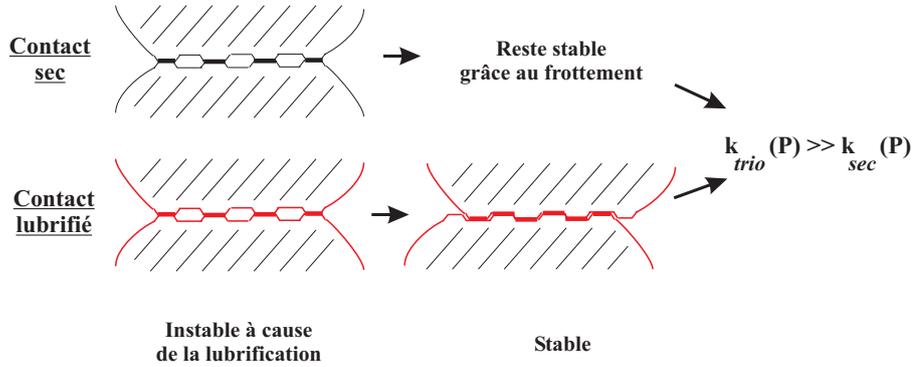


FIG. 1.18: Représentation schématique d'aspérités en contact dans le cas sec et lubrifié.

Pour résumer ces résultats, les deux paramètres pertinents permettant d'interpréter les effets de cohésion capillaire et de lubrification observés sur la structure et les propriétés élastiques d'un milieu granulaire faiblement mouillé, sont les suivants :

- le nombre moyen de contacts **apparents** : $(\Phi_{sol} Z_0)_{eau} < (\Phi_{sol} Z_0)_{trio} < (\Phi_{sol} Z_0)_{sec}$.
- la raideur moyenne des contacts **réels** : $k_{eau}(P) \approx k_{sec}(P) < k_{trio}(P)$.

$$\Rightarrow V_{eau}(P) < V_{sec}(P) < V_{trio}(P)$$

Enfin, les figures 1.17 précisent aussi les résultats obtenus avec de l'huile silicone de viscosité 20 fois supérieure à celle de l'eau et de tension de surface $\gamma = 21mN.m^{-1}$. Dans ce cas, les effets de lubrification et les effets de capillarité se manifestent dans les mêmes proportions puisque la vitesse de propagation mesurée dans ce matériau mouillé est la même que celle mesurée dans le cas sec. Cet exemple montre donc bien la complémentarité des deux mesures effectuées simultanément sur la hauteur et la vitesse.

⁴Les calculs détaillés sont donnés dans un manuscrit en cours de rédaction

1.5 Conclusion

Comme pour le contrôle non destructif (CND) de divers matériaux, les ondes ultrasonores de faible amplitude constituent une sonde originale, car non-invasive, pour caractériser la structure et les propriétés viscoélastiques du réseau d'un contacts d'un milieu granulaire dense sec ou faiblement mouillé. Lorsque la longueur d'onde est très grande devant la taille des billes, la propagation des ondes élastiques est balistique. Le milieu est alors perçu comme un milieu effectif homogène continu au regard de la propagation de ces ondes cohérentes (basse fréquence) dont la détermination des vitesses permet d'accéder aux modules effectifs de compression et de cisaillement caractérisant l'élasticité de ce matériau.

Par ailleurs, le modèle microscopique, basé sur la théorie du contact de Hertz-Mindlin, semble être relativement bien adapté pour décrire le comportement macroscopique du réseau de contacts constituant un milieu granulaire. Une approche de type milieu effectif permet d'assurer le passage micro/macro via le nombre de coordinance grâce à plusieurs hypothèses dont le mouvement affine entre grains voisins. Cependant, l'expression de ce nombre moyen de contacts n'est pas triviale. En effet, il n'est pas simple de prendre en considération les nombreux phénomènes intervenant simultanément à l'échelle microscopique de la rugosité (frottement, glissement) et à une échelle mésoscopique (effets collectifs de réarrangements).

L'étude de milieux granulaires faiblement mouillés ($\Phi_{liq} \approx 0,5\%$) a montré que la structure et les propriétés élastiques de ces matériaux étaient extrêmement sensibles à la présence du liquide interstitiel. Nous avons ainsi pu identifier deux effets antagonistes nous permettant d'interpréter les divers résultats quant à nos mesures de compacité et de vitesse de propagation des ondes cohérentes. D'une part, les effets capillaires tendent à diminuer le nombre moyen de contacts géométriques inter-grains et d'autre part des effets de lubrification "améliorent" ces contacts *via* les micro-glissements des particules entre elles à l'échelle des aspérités en augmentant l'aire de contact réelle.

Cependant, l'utilisation des ondes cohérentes semble limitée pour une étude plus quantitative de tels phénomènes se manifestant à l'échelle microscopique d'un contact. En effet, au regard de ces ondes de grande longueur d'onde, le milieu semble continu et homogène ; elles ne peuvent donc pas sonder l'échelle locale des contacts inter-grains. Seuls des effets collectifs ont permis de pressentir les effets de capillarité et de lubrification évoqués précédemment.

Comme nous allons le voir dans le chapitre suivant, les ondes multiples diffusées, dont la longueur d'onde est proche de la taille des grains, semblent mieux adaptées pour étudier les phénomènes physiques susceptibles de se manifester à l'échelle d'un contact, tels que la dissipation visqueuse liée à la présence de liquide interstitiel.

À terme, il serait intéressant de mener une étude systématique concernant l'influence de la teneur en liquide sur les propriétés viscoélastiques du milieu granulaire mouillé [5, 137].

Chapitre 2

Diffusion Multiple des Ondes Élastiques : Étude des Mécanismes de Dissipation Interne

Sommaire

2.1	Diffusion multiple des ondes élastiques dans les milieux hétérogènes . . .	42
2.1.1	Cas d'une suspension concentrée	43
2.1.2	Cas d'un solide hétérogène	44
2.2	Diffusion multiple des ondes élastiques dans les milieux granulaires . . .	46
2.2.1	Montage expérimental	47
2.2.2	Modélisation du transport diffusif	49
2.2.3	Caractérisation du matériau	51
2.2.4	Applications en sismologie	53
2.3	Corrélations entre les propriétés physico-chimiques des surfaces des grains et la diffusion d'ondes	55
2.3.1	Caractérisation de l'état de surface des billes de verre	55
2.3.2	Traitements de surface	56
2.3.3	Influence de la mouillabilité des billes sur la dissipation/diffusion d'ondes	61
2.4	Dissipation frictionnelle dans un milieu granulaire sec	63
2.4.1	Facteur de qualité résultant de la dynamique du contact de Hertz-Mindlin	63
2.4.2	Comparaison théorie-expériences	65
2.4.3	Influence d'une couche de contamination	66
2.5	Dissipation visqueuse dans un milieu granulaire très faiblement mouillé	68
2.5.1	Mécanisme de dissipation d'origine visqueuse	68
2.5.2	Facteur de qualité résultant de la dynamique d'un contact mouillé	71
2.5.3	Autres mécanismes de dissipation susceptibles de se manifester : discussion	73
2.6	Conclusion	77

2.1 Diffusion multiple des ondes élastiques dans les milieux hétérogènes

La propagation d'ondes classiques dans un milieu fortement diffusant est un problème d'une importance considérable dans bon nombre de domaines en physique [115]. Sa compréhension est loin d'être achevée malgré des efforts de recherche remarquables, particulièrement à travers l'étude de la propagation des ondes électromagnétiques (lumineuses) dans un milieu turbide (speckles optiques) et celle d'électrons dans un potentiel aléatoire. Des modèles théoriques de la diffusion multiple ont été développés et, en particulier, l'approximation de diffusion qui permet de décrire la propagation de l'intensité moyenne dans un milieu fortement diffusant. Dans cette approche, le transport des ondes est traité comme la marche au hasard d'une particule (photons, phonons et électrons).

En acoustique, l'étude de la diffusion multiple a suscité ces dernières années des intérêts considérables [70, 103, 120, 130]. Par exemple, sur le plan technologique, certains alliages (acier inoxydable "grossier") constituant les conduits de centrales nucléaires sont le siège d'effets de diffusion multiple à des fréquences couramment utilisées pour le contrôle non-destructif par méthodes ultrasonores ($\sim MHz$). Récemment, il a été montré que la description de la diffusion multiple d'ondes élastiques pouvait être appliquée aux matériaux hétérogènes tels que les polycristaux [130], les milieux granulaires et poreux [71] pour la même gamme de fréquences. Enfin, pour fréquences beaucoup plus basses ($\sim Hz$), en géophysique, la "coda", c'est-à-dire le long signal qui arrive les ondes directes entre l'épicentre d'un séisme et le sismomètre, peut aussi être interprété en termes de diffusion multiple alors que son temps de décroissance était généralement traité via le facteur de qualité Q_c dans une approximation de diffusion simple [2]. Récemment, Margerin, Campillo & Van Tigglen ont démontré que la diffusion multiple des ondes élastiques dans la Terre est responsable de la durée très longue des enregistrements sismiques dans la gamme de $1Hz$ à $20Hz$ [89]. Ainsi, nonobstant les multiples échelles et fréquences impliquées, le domaine de la diffusion multiple des ondes élastiques couvre bon nombre de domaines de recherche. Pour chacun d'eux, le principal problème est d'interpréter correctement ces ondes pour obtenir des informations sur la structure et les propriétés mécaniques et physiques du milieu étudié ("Problèmes inverses").

Notons, néanmoins, qu'il existe certaines différences sur le plan expérimental entre l'étude de la diffusion multiple en optique et celle en acoustique. En optique, l'intensité transmise ou rétro-diffusée d'une onde incidente à travers un milieu multi-diffusant résulte d'un double processus de moyennage. Premièrement, le temps de réponse d'un détecteur optique est plus grand que la longueur d'onde lumineuse. De plus, un moyennage supplémentaire s'opère sur les nombreuses configurations explorées par les centres diffuseurs dues à leur agitation thermique. En acoustique, contrairement aux photo-détecteurs, un transducteur piézoélectrique dans le domaine ultrasonore, ou un sismomètre dans le domaine de la géophysique, peut enregistrer directement les fluctuations temporelles de l'amplitude et de la phase d'un signal large-bande plutôt que l'intensité ("speckles acoustiques"). En ce sens, les signaux acoustiques sont plus riches que les signaux optiques. Dans ces matériaux,

la taille des "diffuseurs" est plus grande que celle rencontrée en optique aussi n'y a-t-il pas de mouvement brownien des diffuseurs ce qui autorise l'accès à chaque signal acoustique, signature d'une configuration donnée du milieu désordonné. Cependant, malgré la richesse de l'information ultrasonore, il reste néanmoins difficile de déduire les propriétés d'un milieu multi-diffusant avec le signal transmis/réfléchi sans un moyennage que sera précisé par la suite.

Pour un tour d'horizon des récentes avancées sur les plans expérimental et théorique, en matière de diffusion multiple des ondes acoustiques ("scalaires"), on pourra se référer à l'article de synthèse de Tourin, Derode et Fink [120]. Les deux descriptions possibles pour la propagation d'ondes acoustiques dans un milieu aléatoire y sont successivement présentées : modes "cohérent" et "incohérent". Les auteurs insistent particulièrement sur les fondements microscopiques de l'équation de transfert radiatif phénoménologique et montrent comment elle peut être résolue dans le cadre de l'approximation de diffusion.

2.1.1 Cas d'une suspension concentrée

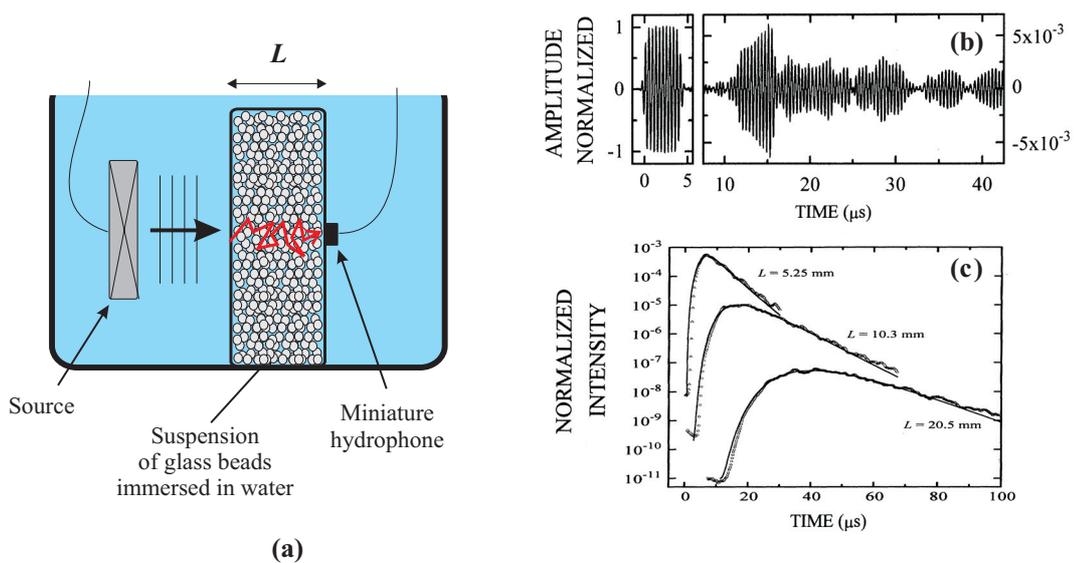


FIG. 2.1: (a) Représentation schématique de l'expérience de Page *et al* [103] réalisé dans une suspension concentrée de billes de verre immergées. (b) Évolution temporelle du signal ultrasonore transmis une suspension de $L = 10 \text{ mm}$ montrant les fluctuations temporelles du champ acoustique diffusé (c) Profil temporel de l'intensité moyennée pour trois épaisseurs d'échantillon différentes, extrait de [103].

Page *et al* [103] et Weaver *et al* [131] ont testé expérimentalement la validité de l'approximation de diffusion pour des ondes ultrasonores multiples diffusées dans une suspension concentrée de billes de verre immergées dans l'eau (Fig.2.1a). L'étude de la propagation d'impulsions brèves dans ce milieu a révélé, dans un premier temps, de très forts effets diffusifs pour des billes dont la taille est comparable à la longueur d'onde du son dans l'eau. Comme montré par Page *et al* [103], ces effets se caractérisent par une forte fluctuation temporelle de l'amplitude du pulse transmis (Fig.2.1b).

L'intensité transmise moyennée sur plusieurs configurations (~ 56) est obtenue en déplaçant horizontalement l'échantillon entre la source acoustique et le détecteur. Comme illustré par (Fig.2.1c), les profils d'intensité, pour 3 épaisseurs différentes, sont bien fittés par les solutions d'une équation de diffusion. Ainsi, ils ont pu caractériser le taux d'absorption et extraire le coefficient de diffusion ainsi que le libre parcours moyen, dont la mesure conjointe leur a permis d'estimer la vitesse de transport de l'énergie vibratoire. Grâce à ces résultats, ils ont validé l'approximation de diffusion pour la description de la propagation ultrasonore dans un type de milieu multi-diffusant. Cependant, les auteurs précisent que le traitement théorique de la propagation d'ondes classiques qu'ils ont utilisé, ne prend pas en compte l'information relative à la phase de l'onde bien qu'elle soit contenue dans la mesure de l'amplitude. Cette information autoriserait alors des mesures complémentaires quant à la dynamique du milieu en utilisant un équivalent acoustique des techniques de "Diffusing-Wave Spectroscopy" [106].

2.1.2 Cas d'un solide hétérogène

Si la propagation des ondes élastiques dans un solide est de nature vectorielle, il est néanmoins possible, dans certaines conditions, de décrire le transport de l'énergie des ondes élastiques à l'aide d'une équation de diffusion scalaire. Comme dans le cas du paragraphe précédent, pour appréhender ce passage "vectorielle-scalaire", il faut partir d'une théorie plus générale du transport diffusif des ondes élastiques développée pour un milieu élastique désordonné. En partant des premiers principes (équation d'onde élastique), Weaver [130] et Ryzhik *et al* [113] ont développé les équations du transport radiatif (RTE), prenant en compte les deux polarisations transversales et la conversion de mode entre le mode longitudinal et transversal. Les équations du transport radiatif résultantes sont déterminées explicitement en termes de densité de puissance spectrale des fluctuations de la densité du matériau et de son module élastique. Cette description fournit une bonne approximation pour les milieux homogènes lorsque les longueurs d'ondes sont comparables aux longueurs de corrélations des matériaux inhomogènes (densité et module élastique) autorisant d'importants effets de diffusion acoustique. Les fluctuations ne sont néanmoins pas suffisamment fortes pour engendrer des effets de localisations d'ondes.

La physique sous-jacente de ces ondes multiples diffusées diffère considérablement des ondes électromagnétiques ou des ondes acoustiques dans les suspensions à cause de l'interaction entre les ondes de compression et de cisaillement. La conversion de mode engendrée par les processus de diffusion entraîne un couplage des équations de transport pour les deux types d'ondes. Comme mentionné par Aki [1] et Knopoff [79], la conversion du mode de compression au mode de cisaillement est plus favorisé que la conversion inverse pour chaque diffusion simple. Pour des distances de propagation grandes devant le libre parcours moyen, le processus de conversion de mode conduit à

une complète dépolarisation des ondes de cisaillement et la mise en route du régime diffusif. Dans cette limite de diffusion, la conversion d'énergie d'un mode à l'autre s'équilibre indépendamment des détails des processus de diffusion et de la nature de l'excitation source. Le rapport d'énergie est gouverné par un théorème d'équipartition d'énergie [113, 130] :

$$K = \frac{U_S(t, \vec{r})}{U_P(t, \vec{r})} = 2 \left(\frac{v_p}{v_s} \right)^3 \quad (2.1)$$

où U_P et U_S sont les densités spatiales d'énergie, respectivement, de compression et de cisaillement. Le factor 2 de l'équation 2.1 est due à la polarisation des ondes de cisaillement. Pour des valeurs typiques des vitesses de $\frac{v_p}{v_s} \geq \sqrt{3}$, la loi d'équipartition prédit un rapport d'énergie $K \geq 10$. Cela montre que dans le régime diffusif, les ondes de cisaillement dominent le champ acoustique diffusé, comme observé dans des données sismologiques [56]. De plus, l'équation de transfert radiatif est réduite à une équation de diffusion comme l'équation 2.3. Le coefficient de diffusion D est une moyenne pondérée des coefficients individuels de diffusion des ondes de compression D_P et des ondes de cisaillement D_S :

$$D = \frac{D_P + K D_S}{1 + K} \quad (2.2)$$

avec le rapport $K \geq 10$ évalué précédemment à l'aide du théorème d'équipartition, l'équation 2.2 se réduit à $D \approx D_S = \frac{1}{3} v_s l_s^*$. Cette démonstration confirme ainsi l'applicabilité de l'équation de diffusion 2.3 "scalaire" (Eq.2.3) pour décrire les ondes élastiques multiples diffusées, dominées par des ondes de cisaillement en régime stationnaire diffusif dans un milieu élastique hétérogène. Comme mentionné précédemment, la diffusion simple prévaut aux temps courts. À la place d'un modèle de diffusion, une RTE fournirait certainement une description plus précise du transport des ondes aux temps courts aux distances de propagation intermédiaires.

2.2 Diffusion multiple des ondes élastiques dans les milieux granulaires

Dans le cas de notre étude sur les milieux granulaires, lorsque la longueur d'onde diminue sensiblement et devient comparable à l'ordre de grandeur de la taille de grains, les effets de diffusion causés par les fluctuations spatiales des chaînes de forces deviennent considérables et la théorie des milieux effectifs ne constitue plus une approche valable [71]. Dans ce régime, les ondes multiples diffusées se propagent selon des trajectoires spécifiques à chaque configuration de l'empilement granulaire¹ (cf Fig.2.2). Celle-ci étant déterminée par l'exacte structure des chaînes de forces, ces ondes constituent un outil très sensible pour l'étude des variations de configuration de ce réseau de contacts dues à des réarrangements irréversibles induits mécaniquement ou thermiquement [71, 84].

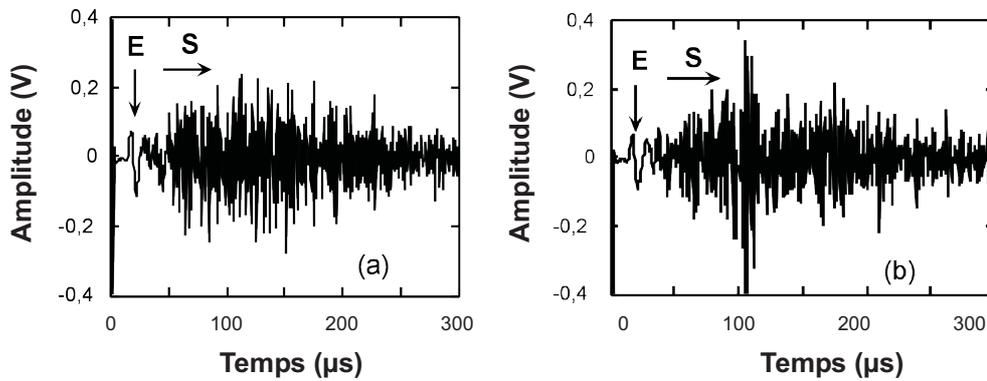


FIG. 2.2: Signaux ultrasonores, détectés par un petit transducteur, à travers un même échantillon de billes de verre sous une contrainte $P = 0,75\text{MPa}$ ayant subi : (a) un premier chargement puis (b) un deuxième. Extraits de [71]

Avant que ces ondes diffusées puissent servir quantitativement de sonde, il nous faut, dans un premier temps, étudier leur transport dans les milieux granulaires. Peut-il être décrit par une approche de diffusion classique comme dans un milieu aléatoire ou bien, comme suggéré par Liu & Nagel, est-il sensible à la présence des chaînes de forces [39, 71, 84] ?

Dans cette section, nous rapporterons les principales conclusions tirées d'une récente étude, menée par Xiaoping Jia [70], validant l'approximation de diffusion pour le transport de ces ondes multiples diffusées de faible amplitude, que nous présenterons, ici, de manière plus détaillée. Ces ondes permettront alors de caractériser les propriétés du matériau comme la longueur de corrélation des chaînes de forces et la dissipation interne, à des échelles de longueur inaccessibles par les ondes cohérentes de grandes longueurs d'ondes. Contrairement aux ondes cohérentes, les ondes multiples diffusées présentent l'avantage de séparer l'absorption de l'atténuation liée à la diffusion dans le milieu.

Après ces quelques rappels, nous présenterons des résultats originaux concernant les mécanismes de dissipation interne dans des milieux granulaires secs et très faiblement mouillés.

¹Précisons, ici que la propagation des ondes élastiques se fait à travers le réseau de contacts du milieu et non à travers le fluide ambiant comme dans le cas des expériences de Page *et al* [103].

2.2.1 Montage expérimental

Dans ce chapitre, nous utiliserons le dispositif expérimental mis au point au laboratoire lors de l'étude préliminaire mentionnée précédemment [70]. Les billes de verre utilisées dans nos expériences ont un diamètre d compris entre 600 et $800\mu m$ et sont déposées de manière aléatoire dans un cylindre en duralumin de diamètre $30mm$, constituant ainsi un échantillon d'épaisseur $L = 11mm$. Celui-ci est fermé de part et d'autre par deux pistons de diamètre identique à celui de la cellule. Le milieu granulaire, ainsi confiné, est soumis à une force normale appliquée sur le piston supérieur correspondant à une contrainte apparente comprise entre $100kPa$ et $700kPa$. Avant d'effectuer les mesures acoustiques, un cycle de charge et de décharge mécanique est appliqué sur l'ensemble dans le but de consolider au mieux l'échantillon et minimiser les effets hystérétiques. La compacité de cet empilement de billes sèches ainsi préparé est de l'ordre de $0,63 \pm 0,01$. Un transducteur-émetteur ultrasonore de diamètre $30mm$ et un petit transducteur-détecteur de diamètre $2mm$ sont respectivement placés sur l'axe en haut et en bas de la cellule cylindrique en contact direct avec les billes de verre (Fig.2.3).

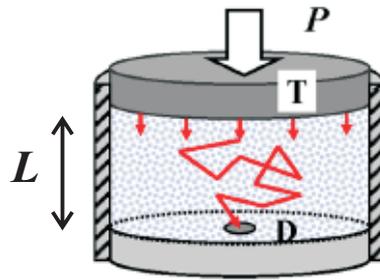


FIG. 2.3: Diffusion multiple d'ondes élastiques dans un milieu granulaire, d'épaisseur L , soumis à une contrainte P . "T" et "D" sont respectivement le transducteur source et le petit détecteur. Schéma extrait de [70].

Le signal d'excitation est un train d'ondes centré à $500kHz$ d'une dizaine d'oscillations. Cela correspond à une longueur d'onde $\lambda = v f \approx 2mm \sim 2,5d$ avec $v \approx 750m/s$ la vitesse du son (cf chapitre précédent). À ces hautes fréquences, la propagation des ondes acoustiques sera fortement marquée par les effets diffusants du milieu. L'excitation est de durée limitée à $20\mu s$ pour permettre la mesure de l'intensité ultrasonore transmise avec une bonne résolution temporelle. Les signaux transmis sont digitalisés puis moyennés pour améliorer le rapport signal/bruit et permettre une analyse conséquente des données.

La figure 2.4a, montre un signal ultrasonore transmis à travers un échantillon de billes de verre d'épaisseur $L = 11mm$ sous une contrainte axiale $P = 620kPa$. Ce signal temporel consiste en un signal cohérent E et d'un signal incohérent S spécifique à chaque configuration de l'empilement. La composante basse fréquence $E_p(\sim 50kHz)$, très bien définie au début de ces signaux transmis, correspond à l'onde de compression se propageant balistiquement à une vitesse proche de $v_p \approx 1000m/s$. Le signal incohérent suivant, haute fréquence S ($\sim 500kHz$), correspond aux ondes

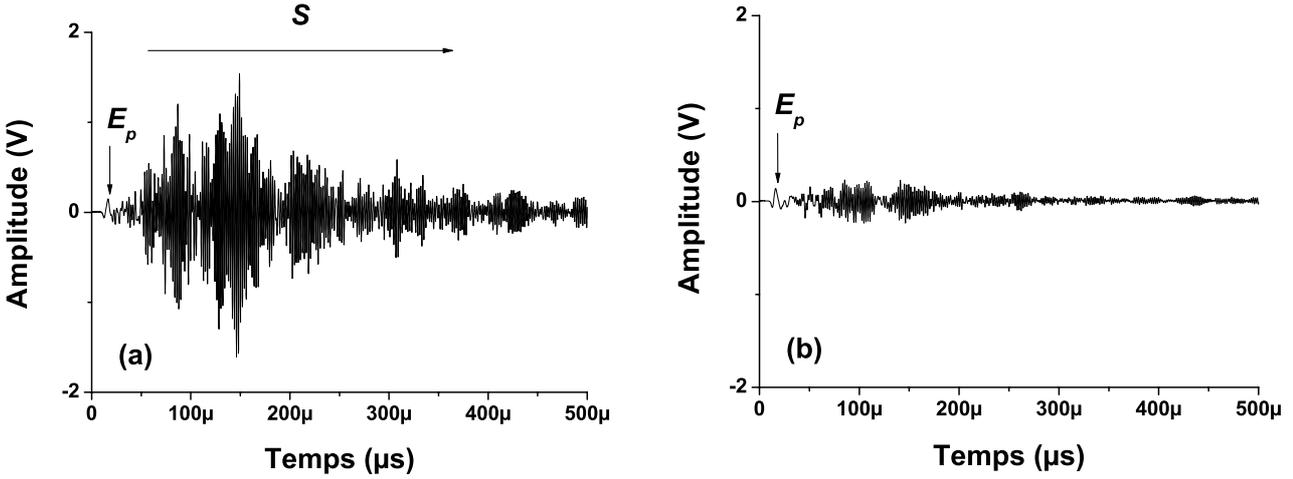


FIG. 2.4: (a) Signal ultrasonore transmis à travers un échantillon de billes de verre ($L = 11\text{mm}$ et $P = 620\text{kPa}$). (b) Signal obtenu après moyennage sur une cinquantaine de configurations.

multiplement diffusées par la distribution inhomogène des chaînes de forces. Les deux composantes, basse et haute fréquence, sont stables sur une échelle de temps associée à l'observation (plusieurs dizaines de minutes) révélant que le comportement hystérétique induit par la propagation de ces ondes est négligeable dans cette expérience. La sensibilité des ondes cohérentes et incohérentes aux changements de configuration de l'échantillon est illustrée à travers la figure 2.4b, par un moyennage du signal transmis sur 50 échantillons granulaires réalisés avec le même protocole décrit ci-dessus. À cause de leur phase aléatoire selon les différentes configurations, les ondes diffusées tendent à être annihilées par le moyennage. Seul le signal cohérent subsiste car son caractère auto-moyenné le rend insensible aux variations de configuration. En outre, même s'il n'apparaît pas sur la figure 2.4c, il est possible d'observer le signal cohérent correspondant à l'onde de cisaillement, notée E_S , dont la vitesse est de l'ordre de $v_s \approx 500\text{m/s}$ [70].

Pour étudier quantitativement les caractéristiques statistiques des ondes diffusées, nous suivons l'évolution temporelle et spatiale de l'intensité d'un train d'ondes injecté dans le milieu granulaire. Ainsi, nous pouvons suivre le comportement du transport de ces ondes après qu'elles aient perdu leur cohérence en phase à cause des effets diffusifs. Pour chaque configuration, nous retranchons la composante cohérente basse fréquence (E_P et E_S) du signal transmis (Fig.2.4a) à l'aide d'un filtre passe-haut numérique ($f \geq 300\text{kHz}$). Le bruit est limité, lui, par l'utilisation d'un filtre passe-bas analogique ($f \leq 3\text{MHz}$). Enfin, l'intensité des ondes diffusées est obtenue en prenant le carré de l'amplitude du signal transmis ainsi filtré. Dans la figure 2.5, sont représentées en coordonnées semi-logarithmiques, les intensités transmises des ondes diffusées moyennées sur 50 configurations indépendantes, pour trois échantillons d'épaisseur différentes. L'intensité augmente graduellement à partir des temps courts jusqu'à atteindre un maximum puis décroît exponentiellement aux temps longs. Lorsque l'épaisseur augmente, l'intensité est évidemment plus faible mais le profil temporel est

lui aussi modifié ; le maximum en intensité apparaît plus tard. Cette image rappelle sans nul doute la transmission d'ondes classiques par des processus diffusifs, observée dans les milieux fortement diffusants [115] ; en particulier dans les suspensions concentrées de billes de verre immergées dans l'eau [103, 131]. Cependant, les modes de transmission ultrasonore sont radicalement différents. Dans notre milieu granulaire sec, les ondes élastiques se propagent selon le réseau de contacts de bille en bille ; alors que dans une suspension, les ondes longitudinales se propagent à travers le fluide ambiant dans les pores après avoir été diffusées par les billes.

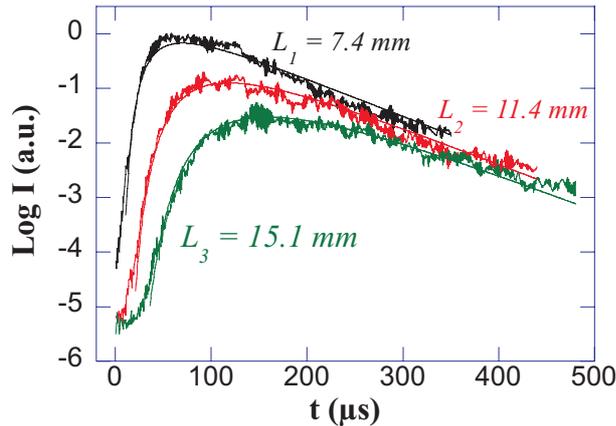


FIG. 2.5: Intensité, moyennée sur 50 configurations, des ondes diffusées se propageant à travers des échantillons granulaires de trois épaisseur différentes : $L = 7,4\text{mm}$, $L = 11,4\text{mm}$ et $L = 15,1\text{mm}$ ($P = 0,75\text{MPa}$). Les courbes théoriques sont en trait plein. Courbes extraites de [70].

2.2.2 Modélisation du transport diffusif

Dans la gamme de fréquences de nos expériences, bien en-deçà de la fréquence de résonance d'une bille de verre², le réseau granulaire peut être assimilé à un réseau aléatoire effectif de masses (billes) - ressorts (liens déterminés par les contacts de Hertz-Mindlin). De part une distribution inhomogène des forces de contact entre chaque bille, ce réseau est le siège de fluctuations spatiales de la densité et du module élastique, de manière analogue aux solides *amorphes*. Les effets de diffusion d'ondes observés dans de tels milieux élastiques peuvent être naturellement interprétés dans le cadre d'une théorie de transport radiatif développée pour un milieu aléatoire inhomogène. Comme dans le cas des matériaux amorphes, il n'y a pas de moyen évident de définir un milieu effectif d'une façon auto-consistante au-delà d'un ordre zéro d'une théorie de champ moyen. En fait, aucune théorie de transport élastique radiatif dérivée des premiers principes n'est valable pour un milieu granulaire.

Le modèle le plus simple pour décrire le profil de l'intensité transmise est celui d'une équation de diffusion. Le modèle de diffusion a été utilisé avec beaucoup de succès et souvent appliqué à la description du transport optique ou acoustique sur des longues distances dans les milieux fortement

²La fréquence de résonance d'une bille de verre utilisée dans ces expériences est : $f_{res} \sim (v_s)_{verre}/d \sim 4\text{MHz}$

diffusants [115]. Pour tester la validité de l'approximation de diffusion dans le cas de la propagation ultrasonore dans un milieu granulaire, nous avons suivi la méthode employée par Page *et al* [103]. Elle consiste à comparer l'intensité moyenne diffusée au flux transmis calculé à partir de la solution d'une équation de diffusion *scalair*e pour une densité d'énergie acoustique $U(r, \theta, z)$ dans une cellule cylindrique d'épaisseur L et de rayon $R_{cellule}$:

$$\partial_t U - D \nabla^2 U + \frac{U}{\tau_a} = f(r, \theta, z, t) \quad (2.3)$$

où $f(r, \theta, z, t)$ correspond à la puissance injectée par la source, D le coefficient de diffusion de l'énergie ultrasonore à travers un milieu aléatoire et τ_a^{-1} est le taux de dissipation d'énergie. Enfin, nous considérons un pulse ultrasonore instantané en incidence sur le milieu qui commence à diffuser après une distance de propagation z_0 dans l'échantillon. Ainsi, les conditions initiales sont $f(r, \theta, z, t) = f(r, \theta) \delta(t) \delta(z - z_0)$. Dans cette expérience, la face avant de l'échantillon est excitée uniformément par l'émetteur ultrasonore comme par un piston puisque son diamètre est exactement celui de la cellule. Pour une densité d'énergie acoustique transmise sur l'axe $r = 0$ du cylindre à une distance $z = L$ beaucoup plus petite que son diamètre, il est raisonnable d'approximer la solution à $U(z, t)$ correspondant au cas d'une onde plane incidente sur une plaque d'épaisseur L , soumise aux conditions initiales appropriées :

$$U - C \frac{\partial U}{\partial z} = 0 \quad \text{pour } z = 0 \quad (2.4a)$$

$$U + C \frac{\partial U}{\partial z} = 0 \quad \text{pour } z = L \quad (2.4b)$$

avec $C = \left(\frac{2l^*}{3L}\right) \frac{1+R}{1-R}$ et R est la réflectivité des parois de la cellule moyennée sur toutes les incidences θ . Dans cette étude, les réflexions internes sur les bords sont prises en compte d'une manière analogue à ce qui a été développé pour décrire la propagation diffusive de la lumière ou du son. Pour faire une estimation de R , la réflexion d'une onde longitudinale d'un milieu granulaire sur la paroi de la cellule en duralumin. En prenant pour cet alliage $\rho = 2,7 \cdot 10^3 \text{ kg.m}^{-3}$, $v_p = 6,4 \cdot 10^3 \text{ m.s}^{-1}$, $v_s = 3,1 \cdot 10^3 \text{ m.s}^{-1}$ et pour le milieu granulaire $\rho = 2,5 * 0,63 \cdot 10^3 \text{ kg.m}^{-3}$, $v_p = 10^3 \text{ m.s}^{-1}$, il vient une réflectivité sur la paroi de la cellule très proche de l'unité : $R \approx 0,96$. Une telle valeur est sans conteste bien plus grande que le coefficient de réflexion du flux pour une incidence normale d'un milieu granulaire sur du duralumin qui est 0,69. En effet, la plupart des ondes ultrasonores diffusées dans l'échantillon est en incidence sur les parois pour les très angles résultant de la réflexion interne totale. Pour simplifier, nous supposons que les parois de la cellule sont parfaitement réfléchissantes. Pour ces conditions limites, le flux en incidence normale transmis au détecteur est donné par :

$$J(t) = \frac{v}{4} U(L, t) = \frac{vU_0}{2L} e^{-t/\tau_a} \sum_{n=0}^{\infty} \frac{(-1)^n}{\delta_n} \cos\left(\frac{n\pi z_0}{L}\right) e^{-D(n\pi)^2 t/L^2} \quad (2.5)$$

où U_0 est l'énergie injectée par la source, $\delta_n = 2$ pour $n = 0$ et $\delta_n = 1$ pour $n \neq 0$. Pour

prendre en compte la largeur temporelle finie du signal incident, cette équation est convoluée avec l'enveloppe rectangulaire d'un train d'onde de durée $20\mu s$.

L'équation 2.5 prédit alors que le profil temporel de la densité moyenne d'énergie dépend sensiblement du coefficient de diffusion D et du temps d'absorption τ_a . La montée aux temps courts du signal diffusé est déterminée par D alors que la décroissance observée aux temps longs est fortement conditionnée par τ_a . La largeur du signal transmis est aussi influencée par les réflexions internes sur les interfaces de l'échantillon ce qui cause son étalement dans le temps et dans l'espace. Ainsi le signal ultrasonore reste plus longtemps et sur des distances plus grandes que le signal purement diffusif. Dans l'approximation de diffusion pour les équations de transport scalaire, le coefficient de diffusion est donné par $D = \frac{1}{3}v_e l^*$ où l^* est le libre parcours moyen et v_e est la vitesse à laquelle l'énergie est transportée. Si nous supposons que $z_0 = l^*$ et que v_e peut être identifiée à la vitesse de l'onde cohérente (ondes de cisaillement - cf explication plus bas), il vient une estimation du coefficient de diffusion $D \approx 0,13 \pm 0,01 m^2/s$ et du facteur de qualité $Q = (2\pi f \tau_a)^{-1} \approx 200 \pm 10$ en ajustant le profil temporel de l'intensité moyenne transmise. Les courbes en trait plein de la figure 2.5 sont le résultat de ces fits à partir de l'équation 2.5 en utilisant les mêmes valeurs de Q et D pour trois épaisseurs L d'échantillon différentes. Ainsi, le modèle de diffusion est globalement en bon accord avec les données expérimentales, sauf pour les temps très courts auxquels l'intensité acoustique est légèrement plus grande que l'extrapolation résultant du fit, l'approximation de diffusion devient inadéquate.

2.2.3 Caractérisation du matériau

Examinons maintenant les deux paramètres-clés du modèle de diffusion que sont D et τ_a , déterminés par le fit des données expérimentales, pour extraire des informations quant à la structure, le réseau de contacts et le mécanisme de friction interne dans les matériaux granulaires. Si la vitesse de transport est prise égale à celle de l'onde de cisaillement³ : $v_s \approx 500 m.s^{-1}$, il vient à partir de D une estimation du libre parcours moyen $l_s^* \approx 0,8 mm$. Comme l_s^* est la distance moyenne avant que la direction de propagation de l'onde ne soit rendue aléatoire, elle définit une échelle de longueur au delà de laquelle le milieu diffusant devient statistiquement isotrope et homogène. Le fait que l_s^* soit de l'ordre de la taille des grains d nous conduit à penser que la longueur de corrélation ξ du réseau de chaînes de forces dans un milieu granulaire dense en 3D est de *courte portée*. Ce résultat contraste avec la conjecture selon laquelle cette longueur de corrélation est plutôt longue portée [20, 45, 69] comme illustré par la figure 1.1. Nous pensons que la contradiction entre ces résultats provient de la dimensionalité du système qui pourrait avoir un effet décisif sur la topologie du réseau de contacts et par conséquent sur la distribution du champ de contrainte. Nos résultats sont en accord avec une

³Connaissant le rapport des vitesses de propagation des ondes longitudinale et transverse (Fig.1.13), la mesure de la vitesse de propagation de l'onde de compression (E_p) nous donne alors une estimation de celle de l'onde de cisaillement (E_s). Par la suite, nous utiliserons systématiquement cette méthode pour la détermination de v_s .

récente simulation numérique réalisée dans un empilement 3D de sphères élastiques dans lequel a été observé une transition continue entre une distribution de forces exponentielle puis gaussienne pour des contraintes appliquées assez élevées [87]. Ce changement est associé à une perte de localisation et une homogénéisation spatiale des chaînes de forces.

D'autre part, les mesures effectuées sur les ondes multiples diffusées nous permettent de déterminer les propriétés viscoélastiques à hautes fréquences du milieu granulaire. Contrairement aux ondes cohérentes, les ondes diffusées présentent l'avantage de séparer l'absorption caractérisée par le temps τ_a de l'atténuation due à la diffusion d'onde. Dans un milieu granulaire, la source la plus importante de dissipation vient du frottement au niveau des contacts. Pour étudier les effets de variation du contact frictionnel, X. Jia a aussi examiné succinctement l'influence d'une faible quantité de liquide interstitiel sur le taux d'absorption inélastique de champ des ondes diffusées, dans un milieu granulaire mouillé [70]. Une très faible quantité ($\Phi_{liq} \approx 0,015\%$) d'huile de pompe ($\eta \approx 20.10^{-3} Pa.scSt$ et $\gamma \approx 20mN.m^{-1}$) a été ajoutée à un échantillon de billes sèches puis le tout a été vigoureusement mélangé pour répartir de la façon la plus homogène possible le liquide sur la surface des billes. Pour de telles quantités de liquide, le liquide est coincé dans des micro-ménisques qui se forment dans les aspérités sur la surface rugueuse des billes [90]. La présence d'un tel liquide mouillant est non seulement à l'origine de forces adhésives mais aussi d'effets de lubrification entre les grains. Les figures 2.6a et 2.6b comparent alors les signaux transmis à travers des échantillons sec et mouillé. Les effets liés à la présence du liquide interstitiel, sont drastiques sur l'amplitude de l'onde, particulièrement sur les ondes diffusées aux temps longs.

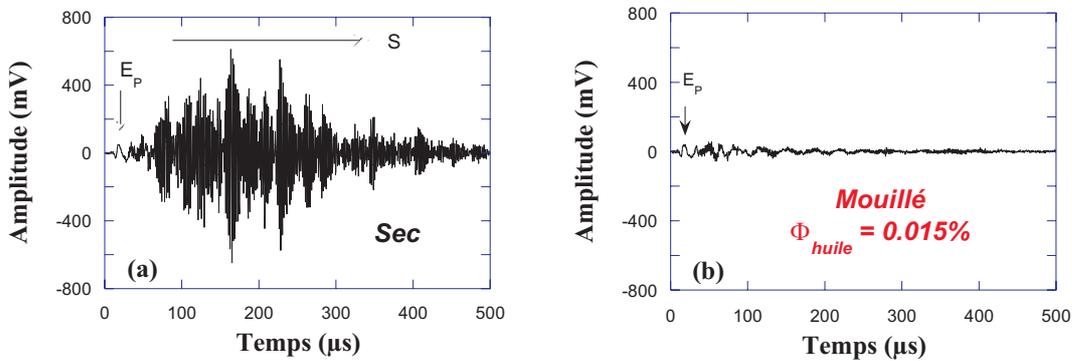


FIG. 2.6: Signaux ultrasonores transmis à travers deux échantillons de billes : (a) sèches et (b) mouillées par une très faible fraction volumique, $\Phi \approx 0,015\%$, d'huile de pompe ($L = 11,4mm$, $P = 0,75MPa$). Signaux extraits de [70].

Une telle dissipation, associée aux ondes diffusées, est alors imputable à la lubrification induite par l'huile de pompe qui tend à réduire le seuil de friction statique entre les grains et augmente le nombre de contacts qui peuvent potentiellement glisser lors du passage des ondes élastiques [105, 109]. Cette interprétation est, par ailleurs, cohérente avec une domination des ondes de cisaillement dans le régime diffusif. La figure 2.7 montre les profils des intensités de associés aux enregistrements temporels précédents (Fig.2.6) à partir sont extraits les paramètres du modèle de diffusion Q et D .

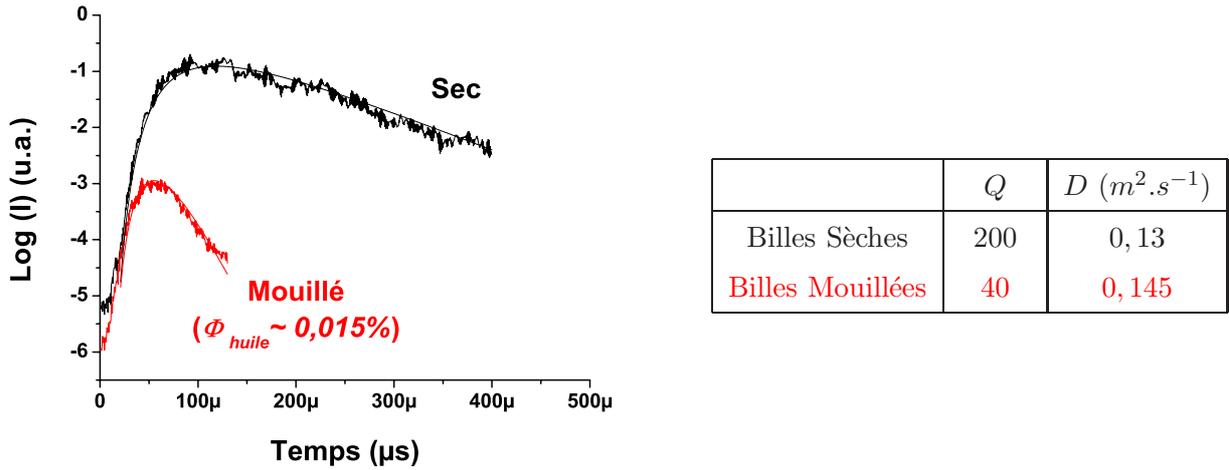


FIG. 2.7: Intensité, moyennée sur 50 configurations, des ondes diffusées se propageant à travers des échantillons granulaires sec et mouillé par de l'huile de pompe avec $\Phi \approx 0,015\%$ ($L = 11,4mm$, $P = 0,75MPa$). Les courbes théoriques sont en trait plein. Courbes extraites de [70].

Le fit des courbes expérimentales donne $Q_{huile} = 40 \pm 2$ et $D_{huile} = 0,15 \pm 0,01$ pour l'empilement de billes mouillé par l'huile de pompe. La faible valeur du facteur de qualité Q est cohérente avec une campagne de mesure d'absorption, conduite dans une gamme de fréquence plus faible par Pilbeam et Vaišnys [105]. L'augmentation du coefficient de diffusion D par rapport au cas sec est attribuée aux effets de lubrification qui sont responsables d'une vitesse de propagation plus élevée, de 10% à 15% [72], comme cela a été montré au chapitre précédent.

2.2.4 Applications en sismologie

Enfin, il est intéressant de faire le parallèle entre la diffusion multiple d'ondes ultrasonores ($500kHz$) que nous avons étudiée en laboratoire et la diffusion multiple des ondes sismiques ($\geq 1Hz$) sur des échelles de longueur beaucoup plus grandes, dans les croûtes lunaires et terrestres [25, 82]. Le terme de "coda" est très souvent utilisé pour désigner ces ondes multiples diffusées. Dans cette gamme de fréquence, la longueur d'onde est de l'ordre, voire plus petite que la taille des inhomogénéités de la partie supérieure du manteau; les effets de diffusion multiple sont donc aussi considérables. La figure 2.8 montre deux sismogrammes enregistrés sur la Lune et sur la Terre. Contrairement au cas Terrestre⁴, les ondes multiples diffusées sont très peu atténuées sur la Lune. Cet enregistrement ressemble, par ailleurs, de manière frappante au speckle acoustique enregistré dans un milieu granulaire sec (Fig.2.4a).

Il a été montré que les impacts de météorites et les contractions thermiques causent d'importantes fissures et fractures dans les roches en profondeur situées à une vingtaine de kilomètres de la croûte lunaire. L'absence d'eau sur la Lune empêche les fissures de cicatrifier, contrairement au cas de la

⁴L'atténuation des ondes multiples diffusées étant tellement forte que l'on peut distinguer très nettement les ondes cohérentes de compression P et de cisaillement S .

Terre. En outre, le faible gradient de pression lunaire avec la profondeur, associé à des températures internes plus froides accroît cette différence. Ainsi, la partie supérieure du manteau terrestre est un milieu très hétérogène composé de fissures tectoniques qui apparaît comme une structure divisé en blocs. L'énergie sismique se propage de bloc en bloc à travers les zones de contact maintenues par la pression due à leur enfouissement. La vitesse des ondes de compression est très faible près de la surface ($v_p \sim 100m.s^{-1}$) et augmente rapidement en profondeur atteignant $5000m.s^{-1}$ à $20km$ de la surface.

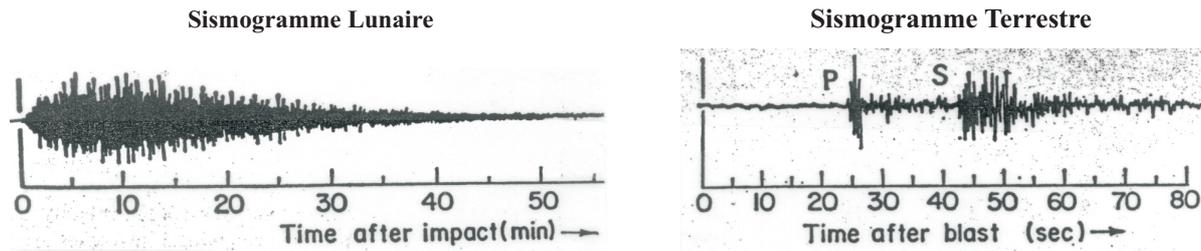


FIG. 2.8: Sismogrammes enregistrés sur la Lune et sur la Terre, extraits des travaux de Latham *et al* [82]. Le sismogramme lunaire a été enregistré au cours de la mission Apollo 12.

L'absence d'eau et d'autres fluides sur la Lune explique par ailleurs la très faible atténuation de la coda sismique caractérisée par un facteur de qualité $Q \sim 3000$ beaucoup plus élevé que celui du cas terrestre (au moins un ordre de grandeur). Cela résulte probablement d'un coefficient de friction entre particules lunaires beaucoup plus grand que le coefficient de friction entre grains terrestres à cause du "vide" lunaire plus important. Les conclusions tirées de ces observations concernant une plus faible vitesse de propagation et une plus faible dissipation d'énergie sur la Lune sont parfaitement appropriées au cas d'un milieu granulaire gouverné par un réseau de contacts très hétérogène. Ainsi, certains phénomènes révélés par nos expériences dans les milieux granulaires comme l'augmentation de la dissipation due à la lubrification des contacts, peuvent servir pour interpréter certaines observations faites sur Terre, concernant en particulier la coda haute fréquence générée par un tremblement de terre local dans les sols rocailloux.

2.3 Corrélations entre les propriétés physico-chimiques des surfaces des grains et la diffusion d'ondes

2.3.1 Caractérisation de l'état de surface des billes de verre

S'il est communément admis que la présence de liquide modifie fortement les propriétés mécaniques d'un empilement granulaire comme l'angle de repos [10, 59, 117], il n'est cependant pas aisé de savoir comment les propriétés interfaciales entre grains, déterminées par les propriétés physico-chimiques de la surface des grains et du liquide interstitiel, influencent quantitativement les propriétés macroscopiques du matériau granulaire. L'objet de cette section est de préciser les protocoles opératoires qui ont été utilisés pour la préparation des échantillons.

Les billes de verre micrométriques disponibles dans le commerce sont fabriquées à partir de plaques de verre broyées puis sphérolisées. Ce procédé permet d'obtenir des billes relativement sphériques qui peuvent être alors tamisées pour obtenir le diamètre souhaité (ici, $d \sim 600 - 800 \mu\text{m}$). La caractérisation de l'état de surface de ces objet n'est pas facile à cause de leur géométrie ; cependant, la microscopie électronique à balayage (MEB) permet de s'en faire une idée (Fig.2.9).

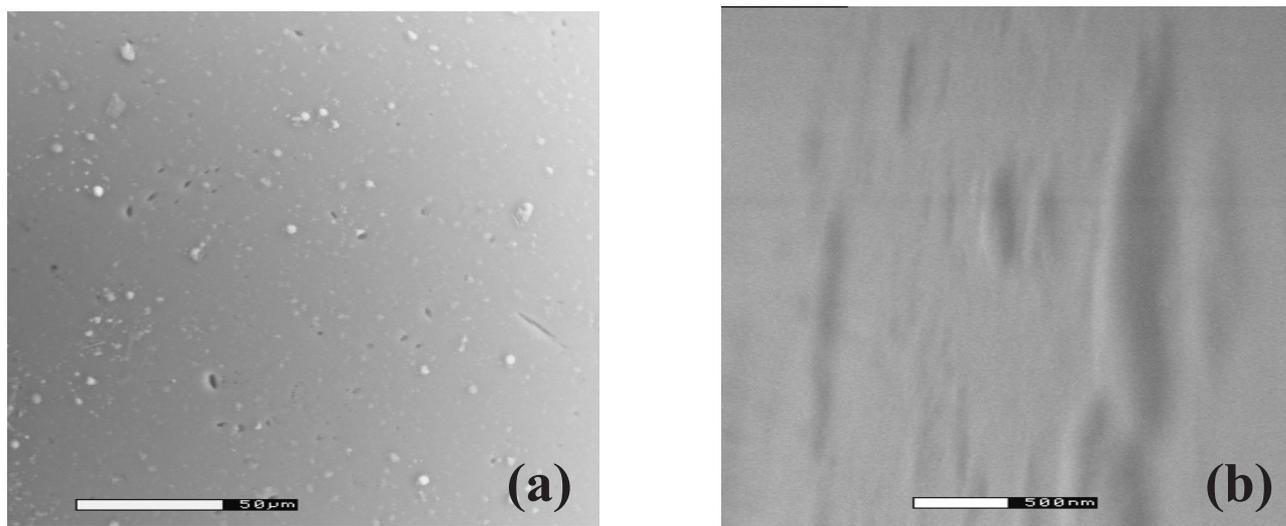


FIG. 2.9: Clichés, réalisés au MEB, de la surface d'une de nos billes de verre ($d \sim 600 \mu\text{m} - 800 \mu\text{m}$), les échelles de longueurs étant $50 \mu\text{m}$ pour le cliché (a) et 500nm pour le cliché (b).

Le cliché Fig.2.9a révèle la présence d'impuretés, de poussières et de micro-fissures à la surface des billes de verre utilisées dans nos expériences. La taille caractéristique de ces défauts est de l'ordre du micron. Pour descendre à une échelle plus petite, cette technique de microscopie montre rapidement ses limites avec les billes de verre comme en témoigne le cliché flou Fig.2.9b. Pour évaluer correctement la profondeur la rugosité de la bille, il aurait fallu utiliser un profilomètre. Cependant, on peut légitimement penser qu'elle est de l'ordre du micron comme suggéré par Mason *et al* [90].

En revanche, il nous impossible de connaître la nature des impuretés présentes à la surface

de ces billes. Cependant, leur conditionnement et leur transport est une source de contamination indéniable : poussières, graisses, ... Ces impuretés jouent un rôle indéniable dans la dissipation interne d'énergie vibrationnelle observée dans les milieux granulaires secs et influencent probablement la mouillabilité des billes qui les composent. Une étude quantitative de cette dissipation, en particulier pour un échantillon mouillé, nécessite donc un contrôle optimum de la chimie de surface des grains. Ainsi, une alternative a été envisagée : retirer la couche de contamination en lavant au mieux les billes ou, au contraire, recouvrir les impuretés en enrobant les billes d'un film solide le plus homogène possible.

2.3.2 Traitements de surface

Nettoyage des billes par traitement chimique

Ce protocole a été inspiré des techniques de lavage de substrat utilisées par l'équipe "Physique des mousses & des interfaces hors équilibres" du laboratoire. Il est schématisé sur la figure 2.10. Plusieurs étapes sont alors nécessaires pour un nettoyage optimal de la surface des billes de verre que l'on peut scinder en deux parties :

- Le **prélavage** : Les billes sont immergées dans de l'acétone pour éliminer les graisses éventuelles. Le tout est placé dans un bac à ultrasons pendant $15min$. Cette sollicitation mécanique permet de décoller les impuretés de la surface des billes. L'acétone est ensuite vidangée. De l'éthanol est alors utilisé pour dissoudre l'acétone restant (bac à ultra-sons pendant $15min$) puis évacué. Cette opération de prélavage se termine par un rinçage à l'eau ultra-pure par 5 bains successifs. L'échantillon granulaire est alors séché dans une étuve à $110^{\circ}C$ pendant $24h$. Lors de cette phase de séchage, il peut se former une croûte très fragile au dessus de l'échantillon granulaire. Ce phénomène, souvent observé lors du lavage des billes de verre, résulte probablement d'une interaction physico-chimique entre les particules présentes à la surface des billes et l'eau de rinçage. Il est, ici, sans importance car les billes vont subir un traitement chimique agressif qui a pour but de détruire toute trace d'impureté, même coincée dans les plus petites aspérités des grains.

- Le **décapage** : La solution d'acide sulfochromique utilisée a été préparée à partir d'un mélange de dichromate de potassium et d'acide sulfurique concentré (95%). Les billes, au préalable parfaitement séchées, sont alors immergées dans la solution pendant 5 minutes et sont légèrement agitées pour que l'acide pénètre dans toutes les micro-anfractuosités de la surface des billes. Ensuite, elles sont rincées à l'eau ultra-pure jusqu'à élimination complète de l'acide (l'eau est légèrement teintée de jaune tant qu'il reste de l'acide). Ce rinçage doit être soigneux et nécessite une vingtaine de bains. Enfin, les billes sont mises à l'étuve pendant $24h$ à $110^{\circ}C$. Après ce deuxième séchage, aucune croûte ne s'est formée au dessus de l'échantillon, ce qui tend à prouver l'efficacité de ce traitement chimique.

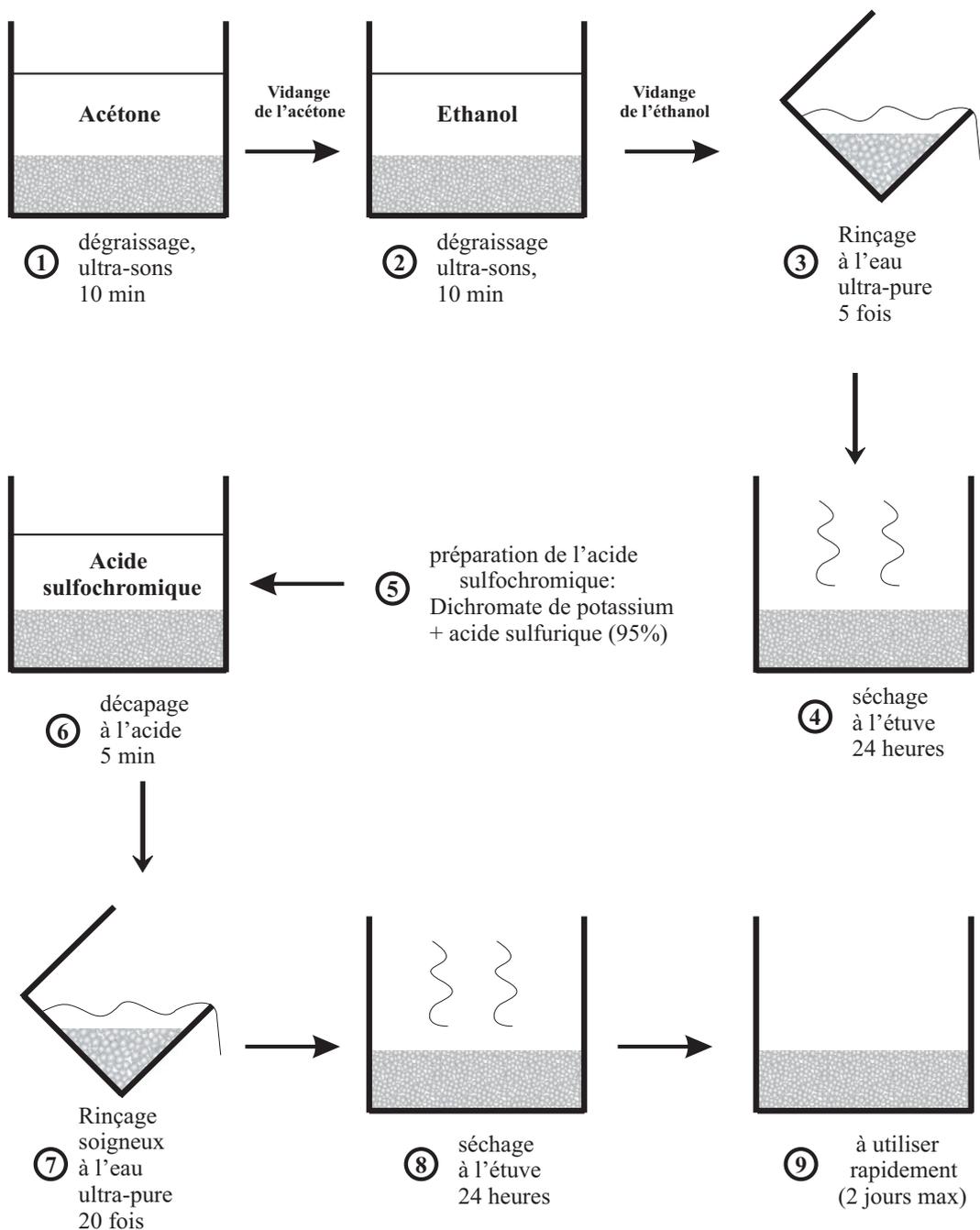


FIG. 2.10: Synoptique du procédé de lavage des billes par traitement chimique à l'acide.

Préparation d'un film solide enrobant les billes : Silanisation

Le procédé choisi pour recouvrir les billes de verre d'un film solide est la silanisation. Cette technique est très couramment utilisée dans les études sur le mouillage pour les propriétés d'hydrophobie qu'elle confère au substrat ainsi enrobé. Brzoska *et al* [15] ont étudié ces effets en utilisant un procédé de déposition inspiré des travaux de Sagiv [88] eux-mêmes dérivés des travaux de Zisman [8]. Il consiste à déposer des longues chaînes de *n*-alkyltrichlorosilanes sur des "wafers" plongés dans un solvant du type *n*-alcanes. Ici, nous avons utilisé une version très simplifiée de la méthode employée par Brzoska *et al* [14] :

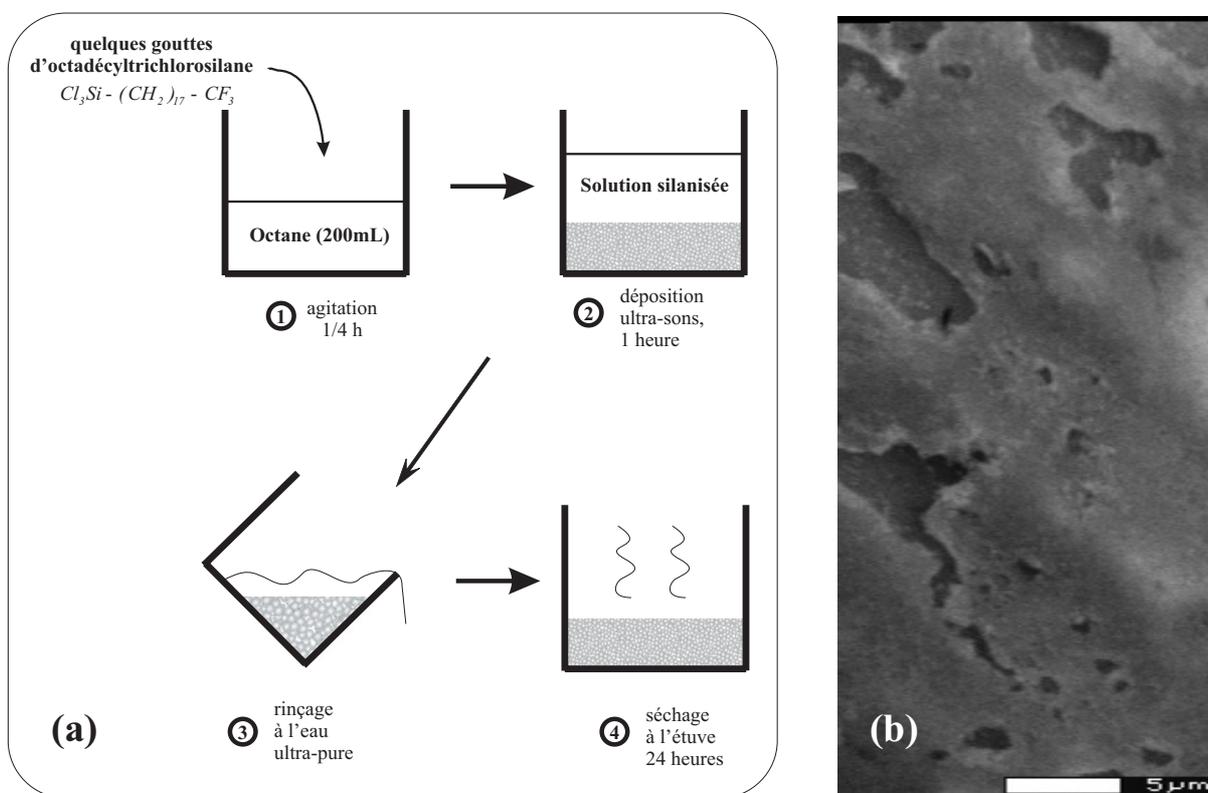


FIG. 2.11: (a) Synoptique du procédé de silanisation (b) Détail de la surface d'une bille silanisée (MEB).

Le cliché Fig.2.11b montre une petite partie de la surface d'une de ces billes silanisées par notre protocole (Fig.2.11b). Elle semble être recouverte d'une croûte épaisse (\sim micron) et craquelée. Au vu du procédé de silanisation utilisé, nous sommes très loin des dépositions moléculaires effectuées dans les travaux évoqués précédemment. Cependant, le but de cette silanisation était, pour nous, de recouvrir nos billes d'un film solide pour étudier ces effets sur la dissipation interne des ondes diffusées. Selon une étude récente réalisée par Bureau *et al* [16], le coefficient de frottement est très sensible à la présence du film de silane déposé sur les surfaces solides.

Conséquences en termes de dissipation et de diffusion d'ondes

La figure 2.12 permet de comparer les signaux transmis à travers des échantillons de billes non-lavées, lavées et silanisées. Sur chacun d'entre eux, nous pouvons identifier le signal cohérent (E_P) suivi des ondes multiples diffusées (S).

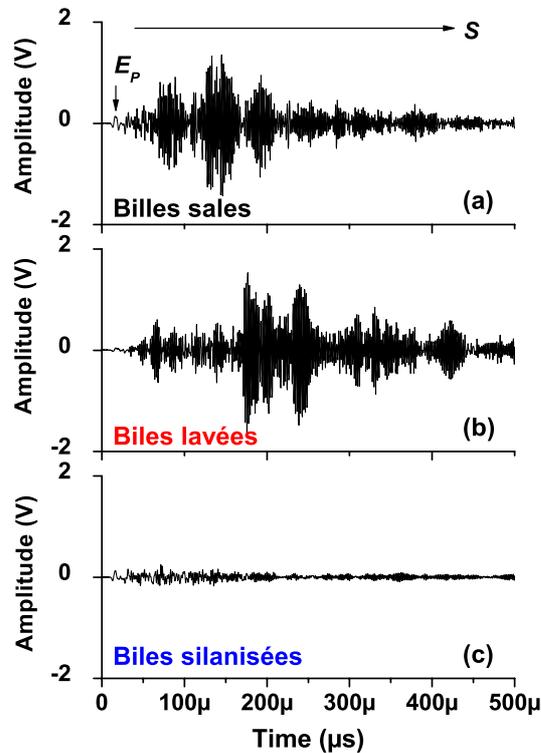


FIG. 2.12: Signaux ultrasonores transmis à travers trois échantillons de billes (a) non-lavées (b) lavées et (c) silanisées ($L = 11mm$, $P = 620kPa$ et $V_{input} = 60V$).

En comparant les figures 2.12a et 2.12b, les deux signaux transmis à travers des échantillons de billes sales et lavées paraissent globalement identiques. Cependant, la répartition de l'énergie transmise par les modes cohérent et incohérent n'est pas la même dans les deux cas. Pour les billes propres, les ondes multiples diffusées sont favorisées au détriment du signal balistique, très peu visible sur la figure 2.12b. Le nettoyage par traitement chimique a certainement éliminé la couche de contamination qui jouait le rôle de couche d'adaptation d'impédance au niveau des contacts entre grains ; ainsi, la transmission du mode cohérent est moins bonne. En revanche, les propriétés visqueuses de cette couche, recouvrant la surface des billes sales, sont à l'origine d'une atténuation plus forte du speckle acoustique. Il apparaît clairement sur la figure 2.12b que les ondes diffusées se propagent plus longtemps - c'est-à-dire sur une plus grande distance - dans un échantillon de billes propres.

La figure 2.12c indique, elle, une très forte atténuation des ondes diffusées dans les billes silanisées, rappelant le signal transmis dans un échantillon mouillé par de la trioléine (Fig.2.6). L'énergie vibrationnelle a donc certainement été dissipée dans la couche solide de silane qui se comporte

comme la couche de contamination à la surface des billes sales dont les propriétés visqueuses seraient plus marquées. À partir du modèle de diffusion, nous pouvons extraire des informations plus quantitatives sur la dissipation dans ces trois échantillons (Fig.2.13).

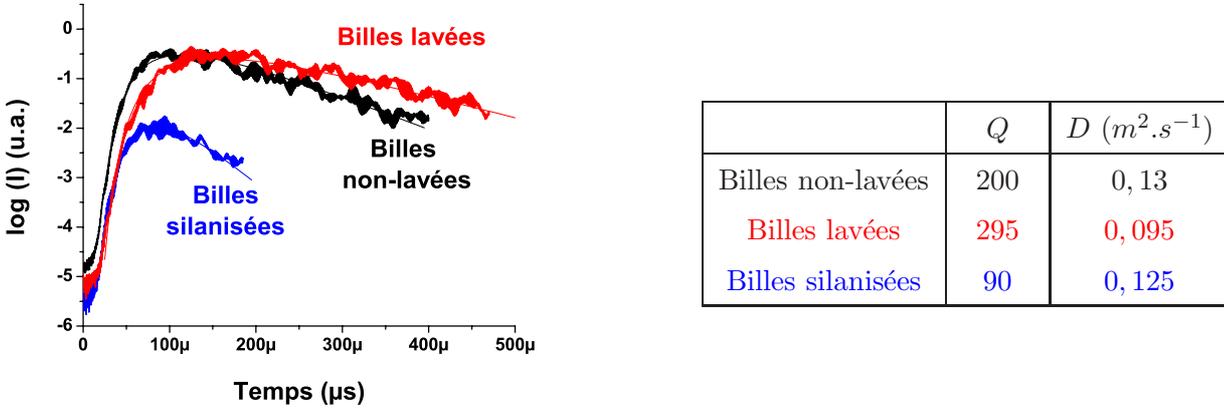


FIG. 2.13: Intensité des ondes diffusées se propageant à travers des billes non-lavées, lavées et silanisées (coordonnées semi-logarithmiques). Les courbes théoriques sont en trait plein ($L = 11mm$, $P = 620kPa$ et $V_{input} = 60V$).

Dans un premier temps, comparons les billes propres à notre échantillon "référence" composé de billes sales, non-traitées. L'augmentation sensible du facteur de qualité montre bien que le lavage des billes réduit nettement la dissipation dans le milieu ($\Delta Q/Q \approx +50\%$). Le décalage des deux courbes (sales/propres) observable aux temps courts, se traduit par une nette diminution du coefficient de diffusion ($\Delta D/D \approx -30\%$). L'estimation de la vitesse de propagation des ondes de cisaillement, dans les billes lavées, donne $v_s \approx 450m.s^{-1}$. Cette diminution ($\Delta v_s/v_s \approx -10\%$) par rapport aux billes sales peut être attribuée à l'absence des effets lubrifiant dus à la couche de contamination mais elle ne suffit pas à expliquer un tel écart relatif du coefficient de diffusion. Reste alors le libre parcours moyen l^* qui peut, lui aussi, avoir été affecté par le nettoyage des billes. Il a été montré que les effets de lubrification au sein d'un matériau granulaire (ici dus à la couche de contamination) tendent à homogénéiser le réseau de chaînes de forces [72]. Ainsi, la structure d'un empilement de billes propres est-elle plus hétérogène et ses chaînes de force sont-elles caractérisées par une longueur de corrélation plus longue. À partir des valeurs de D et v_s , le libre parcours moyen ($l^* = 3D/v_s$) de l'échantillon propre est estimé à : $l_{propre}^* \approx 0,6mm < l_{sale}^* \approx 0,8mm$.

En termes de qualité des contacts inter-grains, la couche de silane ne semble pas avoir un plus grand pouvoir lubrifiant que la couche de contamination initialement présente sur les billes puisque le coefficient de diffusion D est sensiblement égal à celui des billes sales, de même la vitesse de cisaillement qui est de ($v_s = 490m.s^{-1}$) dans les billes silanisées. En revanche, le facteur de qualité révèle un caractère dissipatif beaucoup fort de la couche de silane ($Q = 90$). Ainsi, ces expériences ont, non seulement, mis en évidence une dissipation d'énergie vibrationnelle liée à la présence d'une couche **liquide** autour des grains, mais elles ont aussi démontré le caractère dissipatif d'une couche **solide**, qu'elle soit de contamination ou volontairement déposée à la surface des billes.

2.3.3 Influence de la mouillabilité des billes sur la dissipation/diffusion d'ondes

De tels traitements de surface nécessitent un savoir-faire particulier, ainsi les procédés que nous avons utilisés (Figs.2.10 et 2.11) ont simplement pour vocation de modifier l'état de surface de nos billes dans l'esprit décrit suivant. Le décapage des billes à l'acide a pour but de retirer les impuretés de la surface de nos billes de verre et ainsi augmenter sensiblement leur énergie de surface. *Contrario*, la silanisation décrite dans le paragraphe précédent devrait diminuer leur énergie de surface et les rendre hydrophobes. Nous avons alors réalisé des clichés (Fig.2.14) de gouttes d'eau ultra-pure déposées au compte-goutte sur des surfaces de verre composant nos billes. Des morceaux de plaque de verre, servant à la fabrication⁵ de nos billes, ont été utilisés comme substrats pour cette expérience, préférentiellement aux billes de verre dont la géométrie est plus complexe. Ces surfaces planes ont subies les mêmes traitements que les billes de verre : un lavage à l'acide (Fig.2.10) pour certaines plus une silanisation (Fig.2.11) pour les autres.

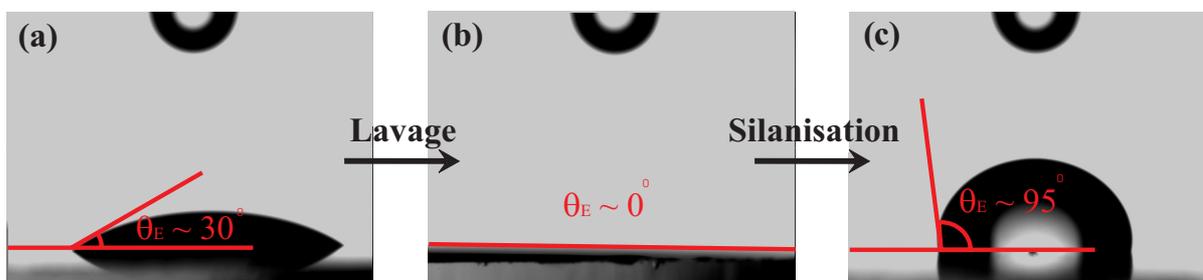


FIG. 2.14: Angles de contacts d'une goutte d'eau ultra-pure sur une plaque de verre (a) sale (b) propre (c) silanisée.

On pourra se référer à l'annexe A pour un rappel des bases élémentaires du mouillage d'un substrat solide par un liquide. L'eau se comporte alors comme un liquide "plutôt mouillant" ($0 < \theta_E \sim 30^\circ \leq \pi/2$) sur la couche de contamination de la plaque sale. En revanche, l'eau mouille complètement la surface de la plaque de verre ultra-propre rendue hydrophile par le décapage à l'acide ($\theta_E \sim 0$). Enfin, la goutte formée à la surface de la plaque silanisée indique une situation de mouillage partiel où l'eau se comporte plutôt comme un liquide "non-mouillant" ($\pi/2 < \theta_E \sim 95^\circ$) sur cette surface hydrophobe. Il est probable que la géométrie sphérique des billes de verre modifie les conditions de mouillage par rapport à la surface plane de la plaque de verre étudiée ci-dessus. Cependant, la mesure de l'angle de contact sur la plaque de verre permet d'illustrer qualitativement les propriétés de mouillage conférées au substrat par les deux traitements : lavage et silanisation.

Trois échantillons de billes de verre sales, propres et silanisées ont donc été mouillés par une très faible quantité d'eau ultra-pure ($\Phi_{eau} \approx 0,05\%$). Les valeurs du facteur de qualité Q et du coefficient de diffusion D ont alors été extraites pour ces échantillons à partir d'un moyennage sur une cinquantaine de configurations ; ces valeurs sont compilées dans la table 2.1.

⁵Ces plaques nous été données par le fabricant lui-même : Verre Industrie ®.

	Compacité	Q	$D (m^2.s^{-1})$	$v_s (m.s^{-1})$	$l^* (mm)$
Billes non-lavées					
• sèches	0,63	200	0,13	500	0,78
• mouillées	0,58	130	0,11	400	0,83
Billes lavées					
• sèches	0,63	295	0,095	450	0,63
• mouillées	0,58	110	0,11	400	0,83
Billes silanisées					
• sèches	0,63	90	0,125	490	0,76
• mouillées	0,63	85	0,125	490	0,76

TAB. 2.1: Récapitulatif des grandeurs caractérisant les trois types d'échantillon de billes propres, sales et silanisées ($L = 11mm$, $P = 620kPa$ et $V_{input} = 60V$).

Que les billes soient sales ou propres, la présence de l'eau dans le milieu entraîne une modification de la structure et des propriétés élastiques du matériau granulaire, comme nous l'avons observé avec le mode cohérent E (cf chapitre précédent). Dans un échantillon mouillé, les forces capillaires entre grains se traduisent par une diminution du nombre moyen de contacts inter-grains. Il en résulte une compacité et une vitesse de propagation d'ondes plus faibles. Notons que le libre parcours moyen, plus grand pour les billes mouillées ($l^* \approx 0,83mm$), reflète l'homogénéisation du réseau de chaînes de forces due à la lubrification des contacts par le liquide. Enfin, les valeurs du facteur de qualité Q montrent que la dissipation interne est plus forte dans un milieu mouillé, particulièrement dans un échantillon propre : $(\Delta Q/Q)_{sale} \sim -35\%$ et $(\Delta Q/Q)_{propre} \sim -60\%$. La surface des billes étant rendue hydrophile après lavage, l'eau s'étale mieux, lubrifiant ainsi de manière plus efficace les contacts.

Enfin, contrairement aux billes sales ou propres, l'eau n'a pas modifié la structure (compacité) de l'échantillon silanisé sec. L'eau n'adhère pas à leur surface hydrophobe et empêche ainsi l'agrégation des grains entre eux. L'eau n'a pas non plus modifié les propriétés viscoélastiques de l'échantillon sec malgré une légère augmentation de la dissipation ($\Delta Q/Q \sim -5\%$). L'eau ne s'étale que très difficilement sur la surface des billes et ne mouille donc pas, ou très peu, les zones de contacts inter-grains, siège de la dissipation interne dans un milieu granulaire.

Ces résultats montrent donc à quel point il est important de contrôler au mieux l'état de surface des billes si l'on souhaite faire une étude quantitative de la dissipation interne d'énergie vibrationnelle dans un milieu granulaire. Ainsi, ces précautions expérimentales s'avèreront indispensables dans la suite de ce chapitre, puisqu'il s'agira de comprendre et identifier les mécanismes responsables de cette dissipation dans les milieux granulaires sec et très faiblement mouillé.

2.4 Dissipation frictionnelle dans un milieu granulaire sec

2.4.1 Facteur de qualité résultant de la dynamique du contact de Hertz-Mindlin

Les contacts entre grains d'un milieu granulaire peuvent être modélisés par des ressorts dont le comportement est dicté par une équation d'état **nonlinéaire** : la loi de Hertz (Eq.1.8). Le type de modélisation décrit dans l'annexe B, basée sur une combinaison linéaire d'éléments ressorts et amortisseurs, convient aux matériaux viscoélastiques **linéaires**. Il ne peut donc *a priori* pas être utilisé pour modéliser un milieu granulaire. Il nous faut donc revenir à la définition générale du facteur de qualité Q suivante :

$$Q = 2\pi \frac{E_{storage}}{E_{dissipated\ per\ cycle}} \quad (2.6)$$

Pour alléger les notations, dans la suite de ce chapitre, nous prendrons E_s pour l'énergie emmagasinée ("storage") et E_d pour l'énergie dissipée par cycle. Dans ce modèle, nous considérons un contact entre deux billes identiques⁶, parfaitement lisses, soumises à une force normale constante F_0 et une force tangentielle F_t oscillante dont l'amplitude est bien inférieure au seuil de friction limite : $F_t < \mu F_0$ (Fig.2.15). Cette dernière n'entraîne donc pas de mouvement global de glissement des sphères l'une par rapport à l'autre mais elle induit néanmoins des forces frictionnelles au niveau de l'interface du contact. Celles-ci se traduisent par un léger déplacement relatif, qualifié de "micro-slip" ou "micro-glissement", des deux corps de part et d'autre de l'interface. Le reste de l'interface se déforme, elle, sans mouvement relatif et cette portion adhésive est dite "stick" ou "collée". On peut montrer que le siège des "micro-glissements" est un anneau de rayon intérieur $c = a(1 - (F_t/\mu F_0))^{1/3}$ et de rayon extérieur a (cf *Contact Mechanics* [75]).

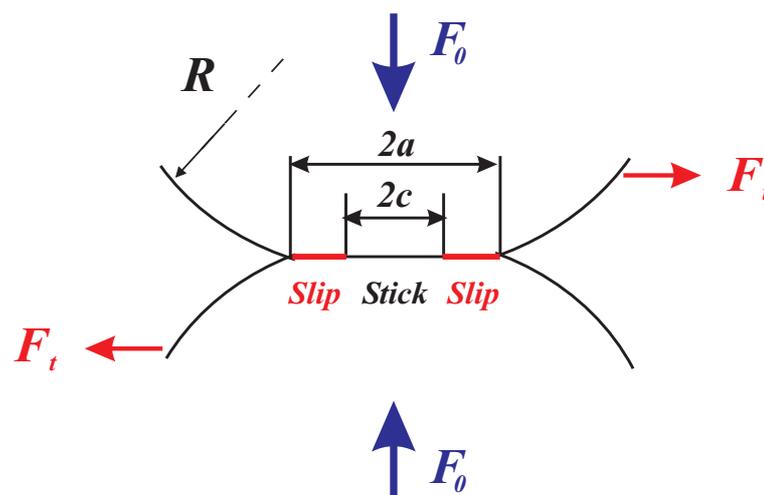


FIG. 2.15: Schéma illustrant le problème du contact entre deux sphères identiques, dit de Hertz-Mindlin.

⁶Leurs caractéristiques (G , E , ν et μ) sont identiques à celles mentionnées dans le premier chapitre.

En négligeant la rugosité, les contacts entre billes peuvent être modélisés par des ressorts comprimés de raideur k_t soumis aux perturbations acoustiques liées au passage des ondes ultrasonores. Notons qu'il s'agit d'une raideur tangentielle car les ondes multiples diffusées sont des ondes de cisaillement (cf première section de ce chapitre). L'énergie emmagasinée par ces ressorts est donc :

$$E_s = \frac{1}{2}k_t U_t^2 \quad (2.7)$$

avec U_t l'amplitude du déplacement tangentiel lié à la perturbation acoustique, l'expression de la raideur k_t étant donnée dans [75] :

$$k_t = \frac{F_t}{U_t} = \frac{4aG}{2-\nu} \quad (2.8)$$

Finalement, l'énergie emmagasinée par ce ressort est :

$$E_s = \frac{1}{2} \left(\frac{4G}{2-\nu} \right) \left(\frac{3R}{4E^*} \right)^{1/3} F_0^{1/3} \cdot U_t^2 \quad (2.9)$$

Le travail fourni par la force tangentielle, lié au passage des ondes acoustiques, pendant un cycle complet, est dissipé par un processus réversible de micro-frottements au niveau d'un anneau ceinturant la partie collée de l'aire de contact, de rayon $c \leq r \leq a$ (Fig.2.15). Mindlin *et al* [94] ont été les premiers à se pencher sur ce problème en dérivant une expression de l'énergie dissipée par cycle. Dans l'ouvrage de K.L. Johnson [75], on en trouve une expression simplifiée pour les faibles amplitudes d'excitation c-à-d $\frac{F_t}{\mu F_0} \ll 1$, μ étant le coefficient de friction dynamique verre/verre :

$$E_d = \frac{1}{18a\mu F_0} \left(\frac{2-\nu}{G} \right) F_t^3 \quad (2.10)$$

En utilisant l'équation 2.8, il vient après simplifications :

$$E_d = \frac{2}{9\mu} \left(\frac{4G}{2-\nu} \right)^2 \left(\frac{3R}{4E^*} \right)^{2/3} \frac{U_t^3}{F_0^{1/3}} \quad (2.11)$$

Ainsi, le rapport des équations 2.10 et 2.11 donne une expression du facteur de qualité Q :

$$Q = 2\pi \frac{E_s}{E_d} = \frac{9\pi\mu(2-\nu)}{8G} \left(\frac{4E^*}{3R} \right)^{1/3} \frac{F_0^{2/3}}{U_t} \quad (2.12)$$

Cette modélisation a été développée à l'échelle d'un grain. Le passage à l'échelle macroscopique d'un échantillon granulaire peut se faire dans une approche de milieu effectif. Le facteur de qualité Q reste alors inchangé mais il doit être exprimé en fonction de la contrainte apparente P appliqué sur l'échantillon et non plus de la force F_0 , via $F_0 = (\pi R^2)P$, d'où :

$$Q = 2\pi \frac{E_s}{E_d} = \frac{9\pi\mu(2-\nu)R}{8G} \left(\frac{4\pi^2 E^*}{3R} \right)^{1/3} \frac{P^{2/3}}{U_t} \quad (2.13)$$

Le facteur de qualité dépend alors de deux paramètres de contrôle : l'amplitude de la perturbation U_t et la contrainte de confinement P .

2.4.2 Comparaison théorie-expériences

Pour augmenter l'amplitude du déplacement tangentiel U_t , il suffit d'augmenter progressivement l'amplitude d'excitation du signal d'émission car $V_{input} \propto U_t$. La figure 2.16 montre qu'à faible amplitude d'excitation, Q ne dépend que très peu de V_{input} . En revanche, à plus forte amplitude, le facteur de qualité diminue sensiblement lorsque V_{input} augmente.

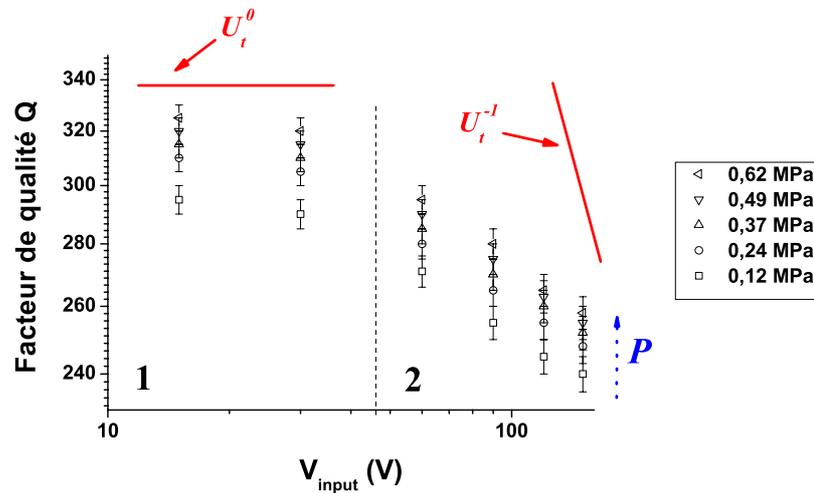


FIG. 2.16: Facteur de qualité Q en fonction de l'amplitude V_{input} pour un échantillon sec ($L = 11mm$).

D'après le modèle développé ci-dessus, le facteur de qualité doit être inversement proportionnel à l'amplitude d'excitation. Une étude expérimentale réalisée par K.L. Johnson [74], portant sur la dissipation d'énergie au niveau de deux surfaces sphériques en contact, a révélé un écart par rapport à cette théorie du contact de Hertz-Mindlin qu'il a attribué, notamment, à des effets de rugosité des corps en contact ; en effet, il est légitime de penser que les aspérités imbriquées les unes dans les autres vont frustrer le frottement des deux surfaces en contact. Ses expériences ont montré que l'énergie dissipée E_d est proportionnelle au carré de l'amplitude U_t et non au cube comme prédit par la théorie. Si cette dépendance quadratique de E_d avec U_t est prise en compte, sachant que $E_s \propto U_t^2$, le facteur de qualité Q ne devrait pas dépendre de V_{input} . Les deux dépendances distinctes observées sur la figure 2.16 illustrent les deux cas de figures envisagés précédemment, reflétant ainsi l'existence d'une transition entre deux régimes :

- Régime 1 : Pour les faibles amplitudes d'excitation, les aspérités en micro-contacts frustreront le frottement des deux surfaces rugueuses en contact : Q ne dépend presque pas de V_{input} .

- Régime 2 : Lorsque l'amplitude d'excitation est suffisante, les aspérités des deux sphères peuvent glisser les unes par rapport aux autres au niveau de la zone de contact. Ces "micro-frottements" sont responsables de la dissipation croissante observée avec l'amplitude d'excitation.

Pour tester la pertinence de notre modèle, nous avons fait varier la contrainte de confinement (Fig.2.17). Le facteur de qualité Q augmente avec la contrainte P comme prédit par l'équation 2.13, même si la dépendance de Q avec P n'est pas celle attendue. Il est probable que les effets liés à la rugosité des billes soient à l'origine de cet écart entre les expériences et la théorie comme cela a été observé pour les expériences précédentes en fonction de l'amplitude d'excitation (Fig.2.16).

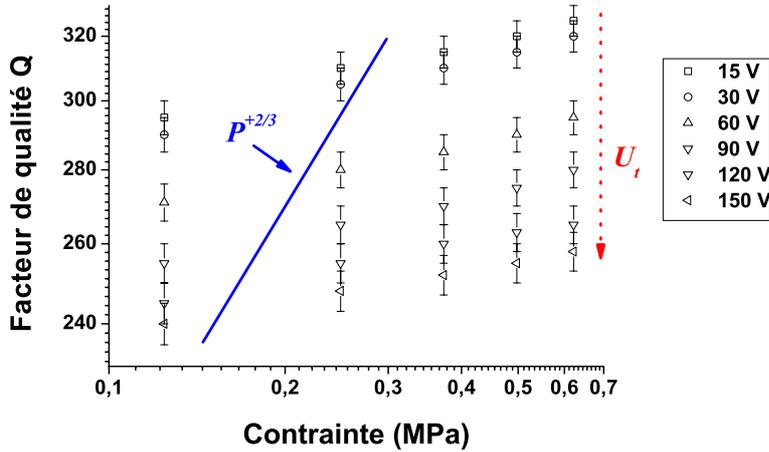


FIG. 2.17: Facteur de qualité Q en fonction de la contrainte appliquée P sur l'échantillon sec ($L = 11\text{mm}$).

2.4.3 Influence d'une couche de contamination

Par ailleurs, la difficulté d'exprimer une loi de frottement constitutive pour ces matériaux divisés a été soulignée par Pilbeam & Vaišnys [105]. Si leurs résultats expérimentaux ne sont quantitativement pas en bon accord avec leurs calculs basés sur les théories de Mindlin & Deresiewicz [93] et White [133, 134], l'influence du coefficient de friction sur la dissipation d'énergie vibrationnelle, comme prédit par l'équation 2.13 reste indéniable. À l'évidence, le contrôle de ce paramètre est extrêmement délicat dans un matériau granulaire. Cependant, il dépend *a priori* de l'état de surface des billes qui le constituent, aussi le facteur de qualité Q a été extrait pour les trois échantillons de billes sèches suivants :

- les billes "**ultra-propres**" ont été utilisées dès leur sortie de l'étuve (après lavage à l'acétone et à l'éthanol puis à l'acide sulfochromique).
- les billes "**propres**" ont subi le même traitement chimique que les précédentes mais ont été stockées à l'air libre pendant un mois dans un bécher avant d'être utilisées.
- les billes "**sales**" ont été utilisées telles qu'elles sont vendues dans le commerce, sans traitement de surface supplémentaire.

Les valeurs de Q (Fig.2.18) indiquent : $Q_{sale} < Q_{propre} < Q_{ultra-propre}$. Ainsi plus la surface des billes est contaminée plus le facteur de qualité est faible. Les billes "propres" ont certainement été polluées par des poussières présentes dans l'air ambiant lors de leur stockage. Cette contamination tend à "lubrifier" les contacts comme nous l'avons vu pour les billes silanisée, en diminuant le frottement entre grains : $\mu_{sale} < \mu_{propre} < \mu_{ultra-propre}$.

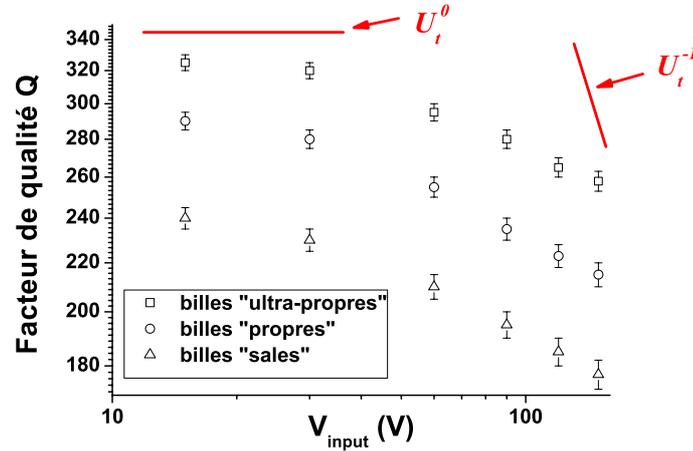


FIG. 2.18: Facteur de qualité Q pour trois échantillons de billes différentes : "ultra-propres", "propres" et "sales" ($L = 11mm$, $P = 620kPa$).

En utilisant les valeurs des paramètres caractérisant les billes de verre, mentionnés dans le chapitre précédent, il est alors possible d'estimer un ordre de grandeur théorique du facteur de qualité calculé à partir de l'équation 2.13. La seule inconnue restante est U_t , le déplacement tangentiel de la vibration ultrasonore. Des techniques interférométriques nous ont permis de mesurer le déplacement normal U_n de nos transducteurs : il est de l'ordre de quelques nanomètres. La mesure du déplacement tangentiel U_t est plus délicate mais reste réalisable grâce à des techniques plus sophistiquées. Cand *et al* [17] ont élaboré un interféromètre de Fabry-Pérot confocal à deux voies permettant la détection simultanée des deux composantes de la vibration ultrasonore. Ils ont ainsi mesuré le rapport de leur amplitude pour une génération assurée par un transducteur piézoélectrique : $\frac{U_n}{U_t} = 1,737$. Ainsi le déplacement tangentiel peut être raisonnablement estimé à $U_t \approx 2nm$. L'ordre de grandeur du facteur de qualité de nos expériences est donc :

$$\text{pour } P \in [0, 1 - 0,7MPa], \begin{cases} Q_{\text{exp}} \in [240 - 340] \\ Q_{\text{th}} \in [200 - 700] \end{cases}$$

Il semblerait que ce modèle sur-estime légèrement la valeur réelle du facteur de qualité. Il est probable que le traitement à l'acide, même agressif, n'ait pas complètement décontaminé la surface des billes. Aussi reste-t-il peut-être des impuretés, à l'origine de cette dissipation accrue. Cependant, le bon accord relatif entre les ordres de grandeur théorique et expérimental du facteur de qualité semblent confirmer l'origine frictionnelle de la dissipation d'énergie vibrationnelle observée dans un échantillon de billes sèches.

2.5 Dissipation visqueuse dans un milieu granulaire très faiblement mouillé

2.5.1 Mécanisme de dissipation d'origine visqueuse

La forte atténuation des ondes multiples diffusées dans un milieu granulaire mouillé a montré que la présence de liquide en très faible quantité ($\Phi \sim 0,05\%$) augmente considérablement la dissipation d'énergie vibrationnelle, en particulier lorsque le liquide est lubrifiant (Fig.2.6). Plusieurs mécanismes de dissipation ont alors été proposés, en particulier par des géophysiciens travaillant sur l'atténuation des ondes sismiques dans les roches. Pilbeam *et al* [105] a notamment souligné le rôle crucial joué par le liquide interstitiel sur la lubrification des contacts modifiant ainsi la friction entre grains. Tittmann *et al* [119] ont, eux, proposé un modèle phénoménologique de cette dissipation, prenant en compte la quantité de liquide adsorbée à la surface des grains. Rappelons aussi que Spetzler et ses collaborateurs [114, 128] ont mis en évidence un mécanisme de dissipation lié au déplacement de la ligne de mouillage d'un ménisque capillaire confiné entre deux surfaces planes.

Dans cette étude, les billes de verre sont mouillées par des huiles silicone Rhodorsil 47Vxx, fabriquée par Rhodia (®), xx indiquant la viscosité cinématique ν de l'huile en *centistokes*. Ces liquides présentent l'avantage d'être calibrés : leurs caractéristiques sont parfaitement connues (densité, tension de surface, ...). De plus, l'usage de telles huiles évite les éventuels problèmes d'évaporation rencontrés avec l'eau ultra-pure.

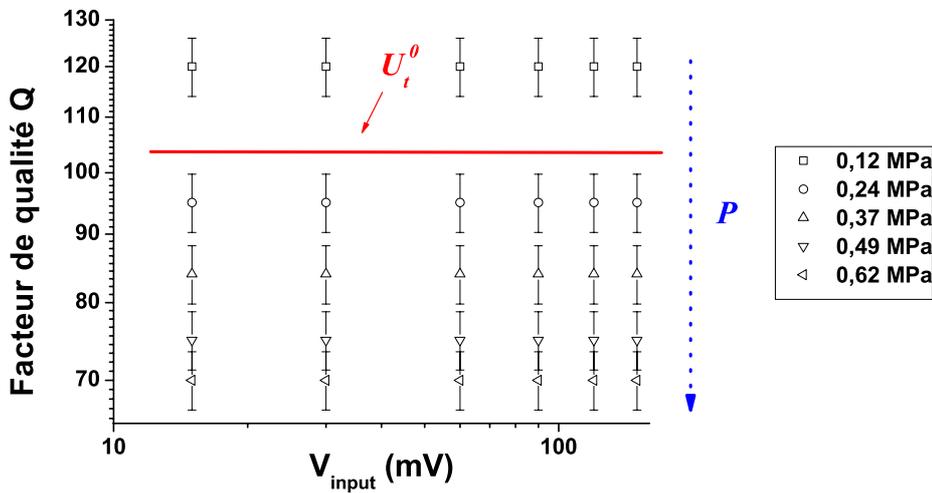


FIG. 2.19: Facteur de qualité Q en fonction de l'amplitude d'excitation V_{input} pour plusieurs contraintes de confinement, d'un échantillon mouillé par une très faible quantité d'huile silicone Rhodorsil 47V10 : $\Phi_{liq} = 0,05\%$ ($L = 11mm$).

Ainsi, le facteur de qualité Q d'un tel échantillon, ne dépend pas de l'amplitude d'excitation, et ce, quelque soit la contrainte de confinement P (Fig.2.19). Ce résultat laisse présager d'une dissipation d'origine visqueuse due à la présence du liquide interstitiel, dominant la dissipation frictionnelle mise en évidence dans le cas des billes parfaitement sèches.

L'élasticité du milieu est toujours assurée par les contacts inter-grains assimilés à des ressorts de raideur k_t , d'où $E_s \propto U_t^2$ (Eq.2.9). On montre facilement en hydrodynamique [53], que la force de frottement visqueux, par unité de surface, d'une couche fluide d'épaisseur δ_{liq} est du type : $\sigma_{t,n} = \eta \frac{\partial v_t}{\partial u_n} \sim \frac{\eta V_t}{\delta_{liq}} \sim \frac{\eta U_t}{\delta_{liq} T}$. Ainsi l'énergie dissipée par unité de surface correspondante est proportionnelle au carré de l'amplitude U_t de la force oscillante à laquelle elle est soumise :

$$E_d \sim \sigma_{t,n} \cdot U_t = \frac{\eta}{\delta_{liq} T} U_t^2 \quad (2.14)$$

Le facteur de qualité $Q = 2\pi \frac{E_s}{E_d}$ est alors indépendant de U_t . Contrairement à un empilement de grains secs, un milieu granulaire mouillé peut être alors décrit par un modèle de viscoélasticité **linéaire** de type Kelvin-Voigt. Un contact entre grains se comporte comme un ressort de raideur k_t mis en parallèle avec un amortisseur de viscosité η . Par ailleurs, ces effets visqueux dépendent *a priori* de la viscosité du fluide interstitiel. En utilisant d'autres huiles silicone (47V5, 47V10, 47V20, 47V50 et 47V100), il est possible de modifier seulement la viscosité du liquide. En effet, ces huiles présentent l'avantage d'avoir quasiment la même masse volumique et la même tension de surface :

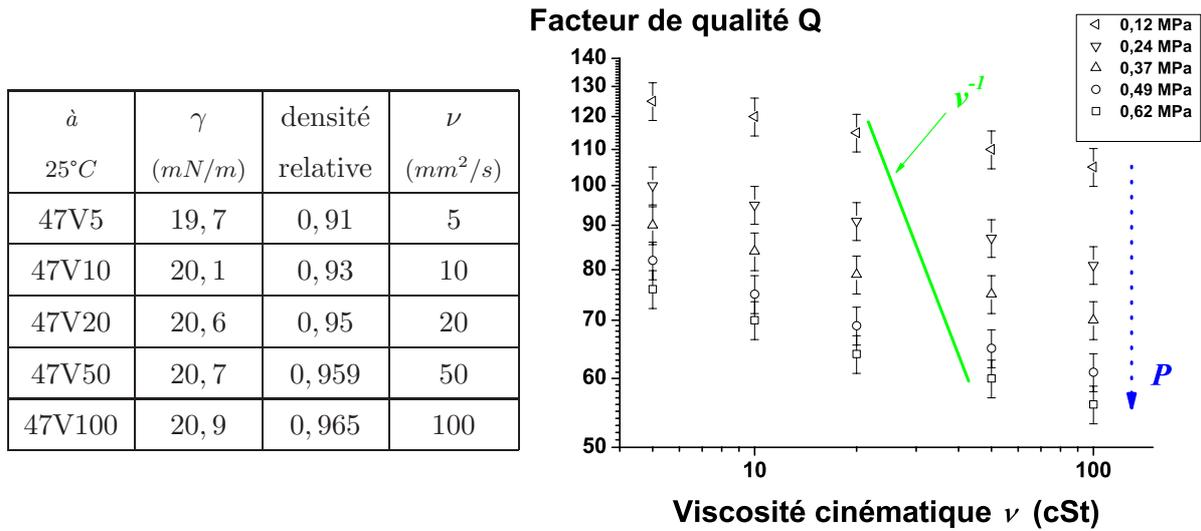


FIG. 2.20: (à gauche) Caractéristiques de différentes huiles silicone 47V : tension de surface γ (en $mN.m^{-1}$), densité et viscosité cinématique ν (en $mm^2.s^{-1}$ ou cSt). (à droite) Facteur de qualité Q en fonction de la viscosité cinématique du liquide interstitiel pour plusieurs contraintes de confinement, d'un échantillon mouillé par des huiles silicone Rhodorsil en très faibles quantités : $\Phi_{liq} = 0,05\%$ ($L = 11mm$).

Comme attendu, la figure 2.20 montre que la dissipation augmente (càd Q diminue) lorsque la viscosité augmente. Cependant, la tendance observée n'est pas aussi forte que ne le laissait présager l'équation 2.14, c'est-à-dire un facteur de qualité Q inversement proportionnel à la viscosité (dynamique η ou cinématique ν). Diverses interprétations pour tenter de comprendre cet écart à la théorie seront alors discutées à la fin de ce chapitre.

Mason *et al* ont montré (Fig.2.21a) que la répartition de liquide n'est pas homogène à la surface des billes pour de telles quantités de liquide. Cependant, en supposant un étalement parfait du liquide sur la surface des billes de verre, il est possible d'obtenir un ordre de grandeur de l'épaisseur δ_{couche} de la couche de fluide étalée à la surface des billes :

$$\frac{4\pi R^2 \delta_{couche}}{\frac{4}{3}\pi R^3} = \frac{\Phi_{liq}}{\Phi_{sol}} \Leftrightarrow \delta_{couche} = \frac{R \Phi_{liq}}{3 \Phi_{sol}} \approx 100nm \quad (2.15)$$

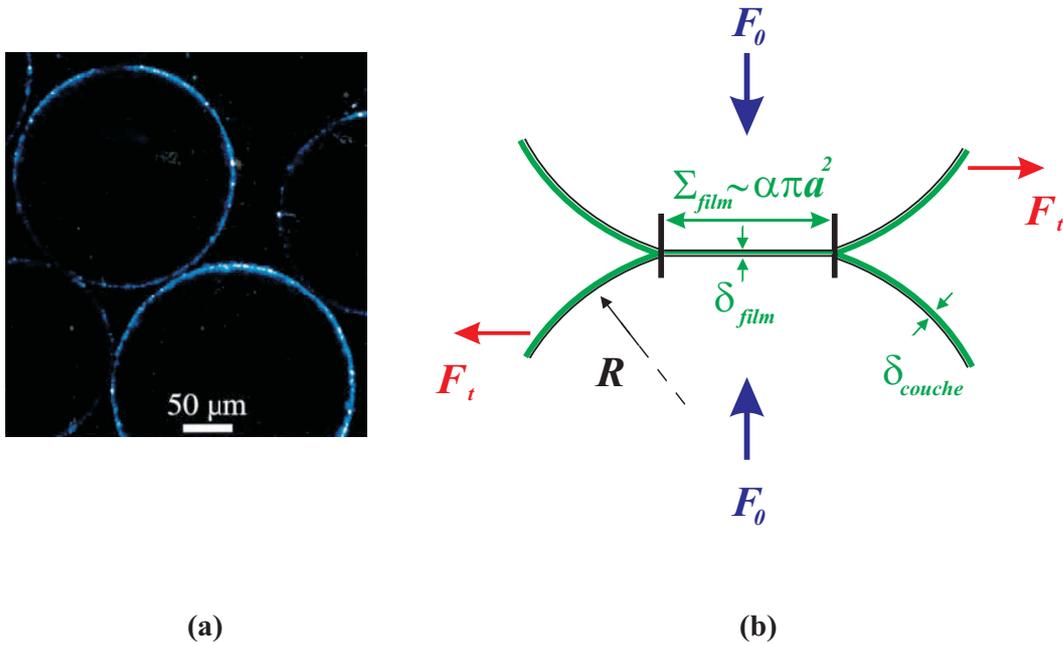


FIG. 2.21: (a) Cliché obtenu par Mason *et al* [90] en microscopie par fluorescence. Le liquide mouillant leurs billes de verre ($d \sim 300\mu m$) est du DMSO dont la fraction volumique est proche de celle de nos expériences : $\Phi_{liq} \approx 0,02\%$. (b) Schéma représentant la répartition du liquide mouillant à la surface de nos billes de verre et au niveau du contact inter-grains sous la forme d'un film mince confiné.

En revanche, il est difficile d'estimer l'épaisseur δ_{film} du film liquide confiné au niveau des contacts inter-grains résultant eux-mêmes de micro-contacts entre aspérités. Ne sachant pas comment ces dernières se déforment ni s'écrasent sous l'effet d'une charge extérieure F_0 , la description d'un contact entre deux billes rugueuses n'est pas simple. Ainsi, l'épaisseur du film liquide δ_{film} reste inconnue. Dans un premier temps, nous négligerons la rugosité et supposerons que le liquide mouille partiellement les zones de contacts. Nous supposerons donc que la dissipation observée provient du cisaillement d'un film liquide d'épaisseur δ_{film} et de surface $\Sigma_{film} = \alpha \pi a^2$ avec $0 < \alpha < 1$ comme illustré par le schéma (Fig.2.21b). Notons que la fraction volumique de liquide est trop faible pour observer la formation de ponts capillaires à l'échelle des billes (cf paragraphe suivant).

2.5.2 Facteur de qualité résultant de la dynamique d'un contact mouillé

Comment alors exprimer le facteur de qualité Q caractérisant cette dissipation visqueuse ? L'expression de l'énergie emmagasinée E_s est la même que dans le cas d'un échantillon sec (Eq.2.9). En revanche, il nous faut trouver une nouvelle expression pour l'énergie dissipée E_d . Calculons pour cela, la puissance dissipée P_d lors du cisaillement d'un film liquide de surface Σ_{film} et d'épaisseur δ_{film} , par une force oscillante F_t correspondant à un déplacement U_t :

$$P_d = \frac{dE_d}{dt} = F_{film} \cdot \dot{U}(t) \quad (2.16)$$

avec F_{film} la force résultante exercée sur la couche de liquide par les deux billes se déplaçant en sens opposé (Fig.2.21b), d'où l'introduction d'un facteur 2 dans l'expression suivante :

$$F_{film} = 2\eta \frac{\dot{U}(t)}{\delta_{film}} \Sigma_{film} \quad (2.17)$$

En notations réelles, le déplacement tangentiel d'une bille est du type $U_t = U_0 \cos(\omega t)$, d'où :

$$\frac{dE_d}{dt} = 2\eta \frac{\Sigma_{film}}{\delta_{film}} \omega^2 U_0^2 \sin^2(\omega t) \quad (2.18)$$

$$\Rightarrow \left\langle \frac{dE_d}{dt} \right\rangle_t = \eta \frac{\Sigma_{film}}{\delta_{film}} \omega^2 U_0^2 \quad (2.19)$$

L'énergie dissipée sur une période est donc :

$$E_d = \left\langle \frac{dE_d}{dt} \right\rangle_t \cdot T = \eta \frac{\Sigma_{film}}{\delta_{film}} \omega^2 U_0^2 \frac{2\pi}{\omega} = 2\pi\eta \frac{\Sigma_{film}}{\delta_{film}} \omega U_0^2 \quad (2.20)$$

D'après la définition du facteur de qualité Q (Eq.2.6) et l'expression de l'énergie emmagasinée E_s (Eq.2.9), il vient après simplifications :

$$Q = \frac{2G\delta_{film}}{\alpha\pi\omega(2-\nu)R} \left(\frac{4E^*}{3\pi} \right)^{1/3} \eta^{-1} P^{-1/3} \quad (2.21)$$

À partir des valeurs du facteur de qualité présentées dans les figures 2.19 et 2.20, l'expression précédente de Q nous permet d'estimer l'épaisseur δ_{film} du film liquide. En effet, tous les autres paramètres ($G, E^*, \eta \dots$) sont connus. Le modèle développé ci-dessus indique alors une épaisseur δ_{film} du film liquide de l'ordre de la dizaine de nanomètres pour l'huile 47V10 et une épaisseur de l'ordre de la centaine de nanomètres pour l'huile 47V100. Ces estimations semblent alors cohérentes avec les grandeurs caractéristiques de notre problème. En effet, si la hauteur des aspérités de nos billes de verre est de l'ordre de micron, il est probable que ces mêmes aspérités soumis aux fortes contraintes de nos expériences, au niveau des contacts inter-grains, perdent un ordre de grandeur sur leur hauteur.

Par ailleurs, pour une fraction volumique 20 fois plus grande, le facteur de qualité reste inchangé (Fig.2.22a). Si le paramètre Φ_{liq} conditionne fortement le régime⁷ d'adhésion entre billes [54], la dissipation interne dans le milieu ne semble pas affectée par la présence des ponts capillaires (Fig.2.22b) se formant pour de telles quantités de liquide. Ainsi, la dissipation d'énergie vibrationnelle se fait dans la couche fluide coincée au niveau des contacts et non dans les ponts capillaires.

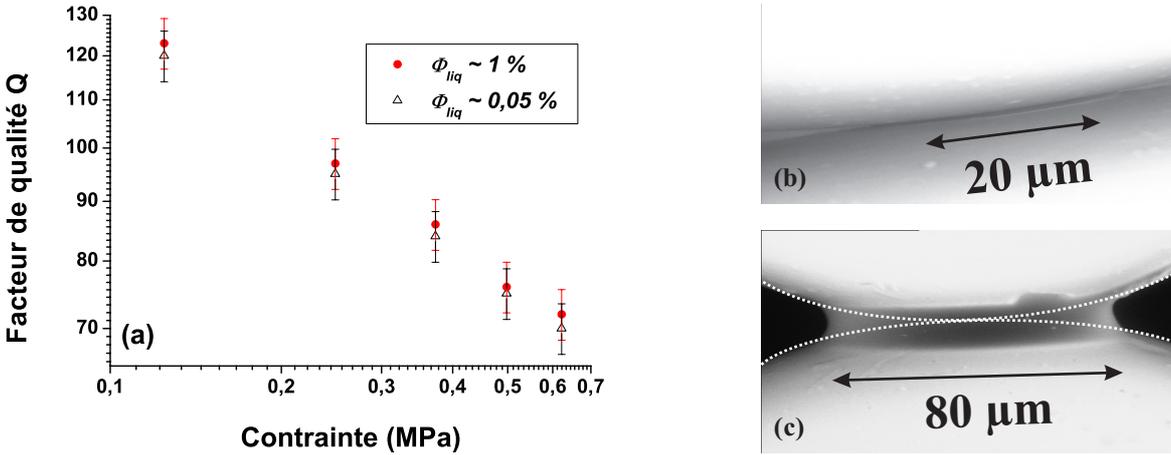


FIG. 2.22: (a) Facteur de qualité Q en fonction de la contrainte de confinement P pour deux échantillons mouillés par des fractions volumiques d'huile silicone Rhodorsil 47V10 différentes : $\Phi_{liq} = 0,05\%$ et $\Phi_{liq} = 1\%$ ($L = 11\text{mm}$). À droite, clichés pris au MEB environnemental de billes prélevées de ces deux échantillons, en contact ponctuel (sans contrainte appliquée) : (b) $\Phi_{liq} = 0,05\%$ et (c) $\Phi_{liq} = 1\%$. Les traits en pointillés de la figure (c) représentent les surfaces des billes masquées par le pont capillaire.

Enfin, précisons que les mêmes expériences ont été réalisées avec des liquides de même viscosité ($\nu = 1\text{cSt}$) mais de tension de surface différente grâce à l'ajout de SDS : $\gamma \in [30 - 70\text{mN.m}^{-1}]$. Nous avons privilégié un surfactant anionique pour éviter les problèmes de chimisorption et ainsi favoriser le mouillage des billes. Il se trouve alors que le facteur de qualité Q ne dépend pas de γ . Ce résultat tend donc à exclure un mécanisme de dissipation par déplacement de la ligne de mouillage [128] et laisse présager que le mécanisme d'origine visqueuse, décrit ci-dessus, est bien le mécanisme dominant responsable de l'atténuation des ondes multiples diffusées dans un milieu granulaire faiblement, voire très faiblement mouillé.

⁷Halsey & Levine ont distingué trois régimes : régime d'aspérité, régime de rugosité et enfin le régime de ponts capillaires où la force d'adhésion ne dépend plus de la quantité de liquide.

2.5.3 Autres mécanismes de dissipation susceptibles de se manifester : discussion

Malgré le bon accord entre la plupart de nos expériences et notre modèle de dissipation hydrodynamique, il subsiste une zone d'ombre concernant la dépendance du facteur de qualité Q avec la viscosité ν (Fig.2.20). Celle est bien moindre que celle prédite par le modèle (Eq.2.21).

Approche hydrodynamique

Un traitement chimique (Fig.2.10) a été appliqué aux billes pour améliorer leur mouillabilité. Cependant, il ne garantit pas un étalement parfait du liquide à leur surface ; en particulier, lorsque celui-ci est très visqueux comme une huile silicone. Dans le modèle précédent, il a été supposé que le film coincé au niveau des contacts formait une phase liquide uniforme, d'où une aire de contact intégralement mouillée ($\alpha = 1$). Un mouillage partiel de ces contacts, du à une dynamique d'étalement plus lente pour les fortes viscosités, se traduirait donc par un coefficient α inférieur à l'unité, d'où : $\eta \nearrow \Rightarrow \alpha \searrow$. Ainsi, les effets de la viscosité seraient amoindris par rapport aux prédictions théoriques. Le paramètre "clé" n'est peut-être donc pas simplement la viscosité mais plutôt le produit $\alpha\eta$ qui varie moins vite que η .

Remarquons aussi que dans de telles conditions ($\delta_{film} \ll \sqrt{\Sigma_{film}} \sim a$), des effets de lubrification hydrodynamique sont susceptibles de se manifester⁸. Le fluide confiné exerce alors une force répulsive normale F_N sur les deux surfaces. Celle-ci peut être énorme, jusqu'à déformer élastiquement les solides au voisinage des points de section minimale. L'expression analytique de cette force peut être obtenue [53] mais ne sera pas, ici, redémontrée. Retenons simplement que : $F_N \propto \eta$. Dans notre milieu granulaire, cette augmentation de la force normale pourrait alors se traduire par une augmentation de δ_{film} avec la viscosité, comme suggérée par nos résultats expérimentaux.

Approche tribologique

Dans l'ouvrage "Handbook of Micro/Nano Tribology", Israelachvili [66] rappelle qu'il est très difficile d'établir sans ambiguïté le bon régime de friction/lubrification. Ces régimes sont au nombre de trois : régime de lubrification "limite" (film moléculaire), régime de lubrification "mixte" ou "intermédiaire" et la lubrification en "film complet" ou élastohydrodynamique (liquide en volume). Il existe néanmoins un critère empirique, basée sur la courbe de Stribeck (Fig.2.23), qui est habituellement utilisé comme "indicateur". Cette courbe donne la tendance généralement observée de la force de friction ou du coefficient de friction comme une fonction de la vitesse de glissement, la viscosité du liquide lubrifiant et la charge appliquée sur le film.

⁸Un des exemples les plus courants illustrant ce phénomène, est celui de la feuille de papier que l'on fait glisser parallèlement à la surface horizontale d'une table lisse. La présence d'un film d'air entre la table et la feuille favorise le glissement par différence de pression entre l'air extérieur et la couche d'air intermédiaire.

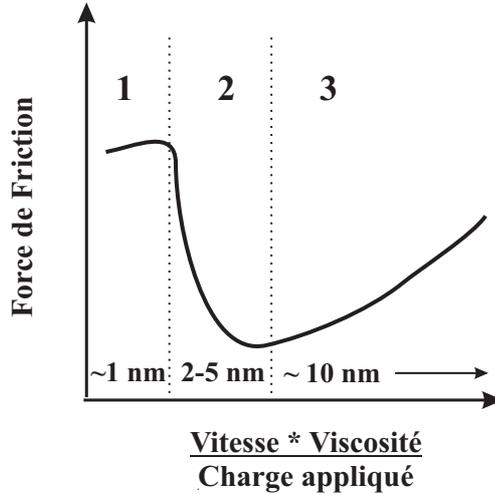


FIG. 2.23: Courbe de Stribeck, extraite de [66], illustrant les trois régimes de friction/lubrification : (1) lubrification limite, (2) lubrification intermédiaire et (3) lubrification élastohydrodynamique. Indication de l'épaisseur du film correspondante.

Pour un film liquide suffisamment épais ($\delta_{film} > 10nm$), les forces de friction sont essentiellement les forces hydrodynamiques ou les forces de visqueuses comme nous l'avons supposé dans notre modélisation de la dissipation visqueuse. Dans l'expression de la force de friction (Eq.2.17), le rapport de la vitesse sur l'épaisseur du film est appelé taux de cisaillement : $\dot{\gamma} = \frac{\dot{U}(t)}{\delta_{film}}$. Pour des forts taux de cisaillement, certaines propriétés du liquide peuvent changer. Il peut, en particulier, se comporter comme un liquide non-newtonien, c'est-à-dire $\eta = \dot{\gamma}^n$ avec $n \neq 0$. De plus, la viscosité du liquide est très sensible à la pression que subit le film (généralement, elle augmente avec P).

Granick et ses collaborateurs [61, 125] ont mis en évidence de tels effets sur des films nanométriques d'alcanes par des mesures directes de la viscosité. Leurs résultats, synthétisés dans [51], ont montré que pour des liquides simples (molécules à chaîne linéaire comme les alcanes), la viscosité d'un film mince est la même, à 10% près, que celle du "bulk", même pour des films dont l'épaisseur est de l'ordre d'une dizaine de molécules.

En revanche, des expériences [65] menées sur des liquides polymériques comme les polydiméthylsiloxanes (PDMS), ont montré que l'épaisseur limite du régime élastohydrodynamique se situait à une distance $D = 1 - 2R_g$ de chaque surface, avec R_g le rayon de giration des molécules. Les huiles silicones 47V que nous avons utilisées sont constituées de ces mêmes polymères (PDMS) dont le rayon de giration est de l'ordre de la dizaine de nanomètres pour cette gamme de viscosité, c'est-à-dire le même ordre de grandeur que l'épaisseur de la couche de liquide δ_{film} que nous avons estimée. Ainsi, des effets de lubrification mixte, voire limite, ignorés dans notre modélisation, sont susceptibles de se manifester dans nos expériences et pourraient justifier l'écart entre les valeurs du facteur de qualité Q prédites par le modèle et celles extraites de nos expériences.

Couplage des mécanismes frictionnel et visqueux

Dans cette dernière section portant sur la dissipation d'énergie vibrationnelle dans un milieu granulaire mouillé, la dissipation frictionnelle a été complètement négligée. La non-dépendance du facteur de qualité avec l'amplitude d'excitation nous a naturellement orienté vers un mécanisme de dissipation visqueuse. Par ailleurs, le bon accord entre les résultats expérimentaux et le modèle est incontestable (Fig.2.22). Néanmoins, la dissipation frictionnelle est-elle complètement dominée par les effets visqueux ? Pour tenter de répondre à cette question, nous avons comparé les facteurs de qualités Q de deux échantillons mouillés par des huiles différentes mais de même viscosité ($\nu \sim 100cSt$) : la trioléine et l'huile silicone 47V100. D'après les figures 2.7 et 2.20, pour $P = 620kPa$:

$$Q_{trioléine} = 38 < Q_{47V100} = 56$$

Notre modélisation hydrodynamique montre ici ses limites car elle n'explique pas cette différence notable du facteur de qualité. Précisons alors que la trioléine est une huile réputée pour ses excellentes propriétés lubrifiantes. Aussi faudrait-il prendre en compte simultanément les deux mécanismes de dissipation étudiés (visqueux et frictionnel). En utilisant la définition générale du facteur de qualité Q_{global} (Eq.2.6) et en superposant les contributions visqueuse et frictionnelle, il vient :

$$Q_{global} = 2\pi \frac{E_s}{E_d} = 2\pi \frac{E_s}{E_{d,fric} + E_{d,visq}} \quad (2.22a)$$

$$\Rightarrow \frac{1}{Q_{global}} = \frac{E_{d,fric}}{2\pi E_s} + \frac{E_{d,visq}}{2\pi E_s} = \frac{1}{Q_{fric}} + \frac{1}{Q_{visq}} \quad (2.22b)$$

$$\Leftrightarrow Q_{global} = Q_{visq} \cdot \underbrace{\frac{Q_{fric}}{Q_{fric} + Q_{visq}}}_{<1} \quad (2.22c)$$

La prise en compte de la dissipation frictionnelle entraîne alors, comme attendu, une diminution du facteur de qualité par rapport au cas "visqueux pur" : $Q_{global} < Q_{visq}$. Ce raisonnement pourrait alors expliquer la différence observée sur le facteur de qualité entre la trioléine et l'huile 47V100 qui ont pourtant même viscosité. L'huile silicone a très probablement un pouvoir lubrifiant bien moindre que celui de la trioléine. La coexistence des deux mécanismes de dissipation suppose que l'aire de contact globale entre les grains (Fig.2.24) est constituée de deux types d'interfaces :

- des aspérités "frottantes" en contact dont le comportement frictionnel dépend du pouvoir lubrifiant de la couche adsorbée à la surface des billes.
- des interfaces de type "sandwich" : solide-liquide-solide. Pour des épaisseurs de film suffisamment grandes ($\delta_{film} > 10nm$), le liquide se comporte comme un fluide newtonien. Le cisaillement de cette couche, lié au passage des ondes transverses, est alors à l'origine des effets visqueux observés.

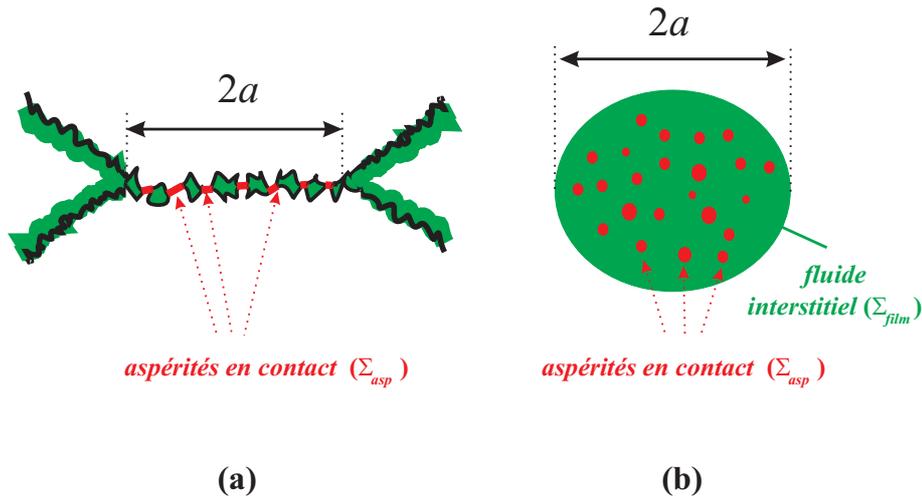


FIG. 2.24: (a) Schéma, en coupe, représentant un contact entre deux billes rugueuses mouillées par une faible quantité de liquide confinée dans la rugosité des billes. (b) "Vue de dessus" de ce même contact mettant en évidence les micro-contacts entre aspérités encerclées par une phase liquide connexe coincée au niveau du contact entre les billes.

Une véritable modélisation prenant en compte la dissipation d'origine visqueuse et la dissipation d'origine frictionnelle est extrêmement délicate ; la figure 2.24 ne donne qu'une image du problème à traiter. Si la surface Σ_{film} a été raisonnablement estimée à l'aire de contact de Hertz, la surface **réelle** Σ_{asp} des aspérités en contact est, elle, inconnue. Nous avons vu précédemment que la rugosité pouvait modifier fortement la dissipation frictionnelle dans le cas d'un milieu granulaire sec, elle jouera aussi *a priori* un rôle important pour un échantillon mouillé. Enfin, s'il est bien connu que les lubrifiants modifient la friction solide-solide entre deux surfaces en contact, la quantification d'un tel effet n'est pas aisée. Comment estimer le coefficient de friction $\mu_{trioleïne}$ d'une bille rugueuses de verre dont l'état de surface ne peut être parfaitement contrôlé ?

2.6 Conclusion

Après avoir rappelé quelques notions sur la diffusion d'ondes élastiques dans les milieux hétérogènes, nous nous sommes intéressés, dans ce chapitre, à la propagation des ondes dites multiplement diffusées, dans les milieux granulaires sec et très faiblement mouillé ($\Phi_{liq} = 0,05\%$). Il a été montré que le transport de ces ondes obéissait à un processus de diffusion scalaire caractérisé par deux paramètres : un coefficient de diffusion D et un temps inélastique d'absorption τ_a associé à la dissipation interne dans le milieu. La mesure du premier paramètre a permis de montrer que la longueur de corrélation ξ du réseau de chaînes de forces dans un milieu granulaire dense tridimensionnel est de courte portée et de l'ordre de la taille des grains. Les ondes diffusées permettant de séparer l'absorption de la diffusion d'ondes, les propriétés viscoélastiques du milieu granulaires à hautes fréquences ont, elles, été déterminées grâce à la mesure du facteur de qualité Q .

Nos premiers résultats ont montré une très grande sensibilité des ondes multiplement diffusées aux effets de variation du contact frictionnel, source la plus importante de dissipation dans un milieu granulaire. Les échantillons ont alors été préparés de telle sorte que les propriétés physico-chimiques des grains en contact au sein du milieu soient le mieux contrôlées que possible. Pour cela, l'usage de traitements chimiques efficaces s'est avéré indispensable, nous permettant de disposer d'un large panel d'échantillons de billes de verre : sale/ultra-propre, mouillable/non-mouillable, ... Ces précautions expérimentales étant prises, une étude qualitative et quantitative des mécanismes de dissipation interne est devenue envisageable.

La modélisation d'un matériau viscoélastique linéaire est très souvent élaborée à partir de combinaisons de modèles bien connus de type Maxwell ou Kelvin-Voigt généralisés. Ce type de modélisation est très mal adaptée pour décrire les propriétés viscoélastiques d'un milieu granulaire dont la loi de comportement est hautement nonlinéaire. L'utilisation de la théorie de "stick-slip" de Hertz-Mindlin nous a alors permis de modéliser la dissipation interne dans un milieu granulaire sec par l'intermédiaire d'une définition du facteur de qualité sans équivoque. Cette étude a aussi révélé des effets liés à la rugosité des billes, déjà suggérés par K.L. Johnson un demi-siècle auparavant [75]. Par ailleurs, les divers traitements de surface des billes ont permis de mettre en évidence des effets de friction/lubrification "solide" entraînant une diminution du frottement au niveau des contacts.

Enfin, nous avons étudié la dissipation interne dans un milieu granulaire faiblement mouillé ($\Phi_{liq} = 0,05\%$ et 1%) dont l'origine a été identifiée comme étant de nature visqueuse, dominant ainsi la dissipation frictionnelle. Une modélisation du phénomène, en très bon accord avec les résultats expérimentaux, a montré que l'énergie vibrationnelle se dissipe dans la couche fluide, coincée de l'aire de contact entre grains, et non dans les ponts capillaires. Enfin, nos résultats ont montré que de tels films minces pouvaient aussi modifier le frottement entre grains d'où la nécessité de prendre en compte l'existence de différents régimes de friction/lubrification "liquide" pour interpréter notamment la dissipation plus importante observée avec certaines huiles lubrifiantes comme la trioléine.

Chapitre 3

Acoustique Nonlinéaire : Interaction Onde-Matière Granulaire

Sommaire

3.1	Introduction	80
3.2	Paramètres de nonlinéarité réversible dans un milieu élastique continu	82
3.2.1	Milieux fluides : gaz et liquides	82
3.2.2	Solides ordinaires. Milieux granulaires denses confinés	84
3.3	Solutions de l'équation d'onde acoustique	88
3.3.1	Approximation du second-ordre	88
3.3.2	Extension de l'analyse par perturbation aux ordres supérieurs	90
3.4	Génération des harmoniques dans un milieu granulaire 3D :	
	Nonlinéarité hertzienne	93
3.4.1	Montage & filtrage temps-fréquence des harmoniques	93
3.4.2	Régimes linéaire et nonlinéaire de propagation acoustique	94
3.4.3	Atténuation des ondes acoustiques dans les deux régimes	97
3.4.4	Dépendance des harmoniques supérieures en contrainte - ordre de grandeur	100
3.5	« Softening » des modules élastiques du matériau granulaire :	
	Nonlinéarité hystérétique	102
3.5.1	Modèle de Mindlin	103
3.5.2	Interaction irréversible des ondes élastiques avec le milieu granulaire	105
3.5.3	Micro-réarrangements liés au premier passage des ondes	108
3.6	Auto-démodulation d'amplitude dans les milieux granulaires	109
3.6.1	Description de l'antenne paramétrique	109
3.6.2	Antenne paramétrique dans un milieu granulaire	112
3.6.3	Influence des nonlinéarités hystérétiques sur l'antenne paramétrique	116
3.7	Conclusion	118

3.1 Introduction

Par opposition aux déformations infinitésimales de l'approximation linéaire, l'acoustique non linéaire décrit la propagation d'ondes de forte amplitude, dite amplitude "finie". Les équations non linéaires décrivant la propagation de ces ondes résultent des équations générales dictant le comportement des milieux continus pour des déplacements d'amplitude modérée lorsque les termes non linéaires sont petits devant les termes linéaires. Pour les fluides, les premiers succès, quant au traitement théorique de ces ondes non linéaires, furent accomplis au 18^e et 19^e siècles par Euler (1755), Lagrange (1760), Poisson (1808), Stokes (1848), Riemann (1860), Rankine (1870), Hugoniot (1887), ... En particulier, d'intenses recherches ont conduit à la prédiction des effets de distorsion d'ondes par effets non linéaires cumulatifs menant à la formation d'ondes de choc (Fig.3.1). Des problèmes plus spécifiques dans le domaine de l'acoustique non linéaire ont alors été considérés par Rayleigh (1910) et plus tard, dans les années 1930, Fay (1931) et Fubini (1935) ont proposé des solutions décrivant la génération d'harmoniques pour les ondes acoustiques que Thuras et Jenkins ont mis en évidence expérimentalement en 1935.

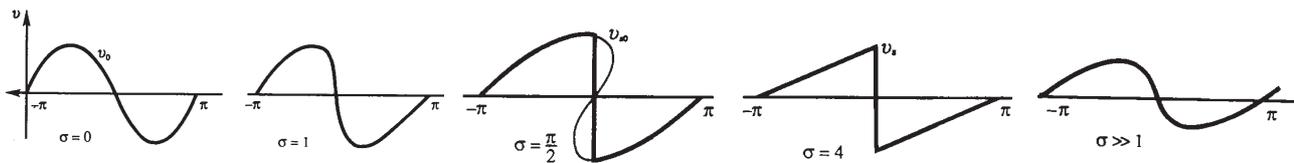


FIG. 3.1: Distorsion d'ondes comme une fonction de la distance normalisée σ ($\sigma = 1$ correspond au début de la formation des ondes de choc). La dernière figure illustre le cas des très longues distances ($\sigma \gg 1$) lorsque l'onde retrouve son profil initial grâce à l'amortissement des harmoniques supérieures. Extrait de [98]

Le milieu du 20^e siècle marque un tournant pour ce domaine de recherche principalement dû au développement des avions à réactions à la fin de la seconde guerre mondiale. De même l'acoustique sous-marine a connu un essor considérable grâce au développement de l'*antenne paramétrique*¹ par Westervelt (1963) et Zverev & Kalachev (1970). Les premières expériences visant à étudier les effets non linéaires dans les solides ont démarré dans les années 1950. Zarembo & Krassil'nikov (1970) ont, par exemple, étudié en détail la génération des harmoniques dans les cristaux. De fortes non linéarités hystérétiques, observées dans les métaux, ont été attribuées à une non linéarité structurale associée aux dislocations au sein du matériau. Ostrovsky (1978) a notamment observé d'importants effets de dynamique non linéaire ainsi que des phénomènes de relaxation lente dans un résonateur métallique. Les progrès effectués sur le plan fondamental ont permis l'utilisation de ces effets d'acoustique non linéaire dans bien des domaines : Contrôle Non-Destructif des matériaux, imagerie médicale, biologie, ... Pour un cheminement historique complet, on pourra se reporter aux deux ouvrages références de Blackstock & Hamilton [55] et Naugolnykh & Ostrovsky [98].

¹cf fin de ce chapitre

Les milieux granulaires que nous étudions appartiennent à la famille des géomatériaux. Ces matériaux dits "mésoscopiques" sont constitués de particules, souvent dures, assimilables à des éléments rigides et connectées entre elles par des "jonctions", souvent plus molles, assimilables à des éléments élastiques effectifs dont la mise bout à bout forment un ensemble gouvernant le comportement élastique du matériau. Il est d'usage de distinguer les milieux dits consolidés où les jonctions entre grains sont permanentes et forment le "bond-system" comme dans le cas des roches (Fig.3.2), des milieux non-consolidés comme les milieux granulaires où les contacts inter-grains sont assurés *via* une contrainte extérieure et forment un réseau de chaînes de forces (Fig.1.1). Depuis une quinzaine d'année, il est communément admis que la propagation des ondes acoustiques dans ces milieux est fortement nonlinéaire à cause de leurs structure "mésoscopique" inhomogènes (fissures, inclusions, ...) présentes dans ces milieux [52, 101]. Les paramètres de nonlinéarités associés sont 100 à 1000 fois plus élevés que ceux de milieux élastiques homogènes (voir les discussions ci-dessous).

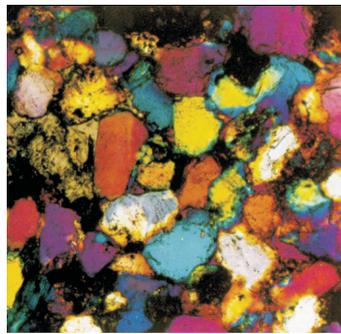


FIG. 3.2: Détail de la structure d'une roche appelée "grès de Berea", illustrant sa composition : diversité des particules qui la constituent et hétérogénéité du "bond-system". Extrait de [52].

Dans ce chapitre, nous rappellerons quelques éléments théoriques concernant la propagation nonlinéaire des ondes acoustiques permettant d'établir les équations d'ondes pour un milieu homogène (gaz, liquide, solide) dont les solutions seront obtenues à partir de méthodes approximatives. Nous focaliserons alors notre attention sur la propagation d'ondes d'amplitude finie dans les milieux granulaires. Dans un tel milieu, la nature même des contacts inter-grains, décrite par des relations fondamentalement nonlinéaires, est susceptible de révéler diverses nonlinéarités : hertzienne, hystérétique, ... pouvant se manifester à travers plusieurs phénomènes acoustiques. L'un d'eux est la génération d'harmoniques supérieures qui sera, ici, étudiée à l'aide d'une méthode de filtrage temps-fréquence. Nous mettrons aussi en évidence un phénomène de "softening" des modules élastiques du matériau granulaire sous de fortes sollicitations acoustiques en mode propagatif, récemment observé en résonance [76]. Ces observations seront alors reliées à la micro-mécanique du contact de Hertz-Mindlin. Enfin, nous présenterons quelques résultats concernant le phénomène d'auto-démodulation d'amplitude, que nous comparerons avec une récente étude portant sur le concept de l'antenne paramétrique dans les milieux granulaires [122].

3.2 Paramètres de nonlinéarité réversible dans un milieu élastique continu

3.2.1 Milieux fluides : gaz et liquides

La propagation d'ondes acoustiques d'amplitude finie dans un milieu réel n'est pas sans soulever bon nombres de problèmes qui ne trouvent de solutions que par une succession d'approximations mathématiques. Nous commencerons donc par considérer le cas idéal de la propagation d'une onde plane se propageant selon la direction x dans un gaz parfait pour ensuite envisager des situations plus réelles. En l'absence de forces extérieures, l'équation de continuité et de Navier-Stokes traduisant la conservation du moment s'expriment comme suit dans le système de coordonnées Eulériennes E (ou spatiales) :

$$\frac{\partial \rho^E}{\partial t} + \frac{\partial}{\partial x}(\rho^E v^E) = 0 \quad (3.1)$$

$$\rho^E \frac{dv^E}{dt} = \rho^E \frac{\partial v^E}{\partial t} + \rho^E v^E \frac{\partial v^E}{\partial x} = -\frac{\partial p^E}{\partial x} \quad (3.2)$$

où $\rho^E = \rho(x, t)$ est la densité du fluide, v^E la vitesse de la particule fluide et p^E la pression en coordonnées Eulériennes.

Pour plusieurs raisons, il est plus approprié d'exprimer ces équations dans un système de coordonnées attaché au fluide en mouvement. Ces coordonnées sont connues sous le nom de coordonnées Lagrangiennes L (ou matérielles). Les variables (ρ, v, p, \dots) dépendent alors non plus de la position instantannée x de la particule mais de sa position d'équilibre a . On définit ainsi le déplacement u de la particule par rapport à sa position d'équilibre par $u = x - a$ dans le cas unidimensionnel.

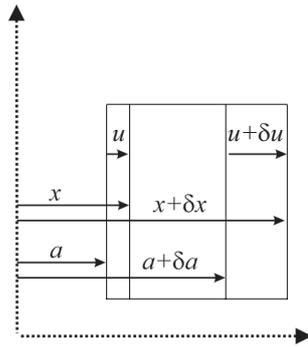


FIG. 3.3: Volumes élémentaires en coordonnées Lagrangiennes et Eulériennes.

Le volume élémentaire de fluide initialement contenu entre a et $a + \delta a$ se situe maintenant entre x et $x + \delta x$. En considérant ces éléments par unité de surface, il vient :

$$\rho_0 \delta a = \rho^L \delta x = \rho^L \left(1 + \frac{\delta u}{\delta a}\right) \delta a \quad (3.3)$$

En se souvenant que la vitesse Lagrangienne est donnée par $v^L = \partial u / \partial t$, nous pouvons écrire l'équation du mouvement en coordonnées Lagrangienne :

$$\rho_0 \frac{\partial^2 u}{\partial t^2} = -\frac{\partial p^L}{\partial a} \quad (3.4)$$

ce qui nous conduira à l'équation d'onde, une fois l'équation d'état précisée.

Équation d'état des gaz parfaits

L'équation d'état d'un gaz parfait est :

$$p^L = p_0 \left(\frac{\rho^L}{\rho_0} \right)^\gamma \quad (3.5)$$

que l'on peut développer en série de Taylor :

$$p^L = p_0 + p_0 \gamma \left(\frac{\rho^L - \rho_0}{\rho_0} \right) + p_0 \frac{\gamma(\gamma-1)}{2!} \left(\frac{\rho^L - \rho_0}{\rho_0} \right)^2 + p_0 \frac{\gamma(\gamma-1)(\gamma-2)}{3!} \left(\frac{\rho^L - \rho_0}{\rho_0} \right)^3 + \dots \quad (3.6)$$

où γ est le rapport des chaleurs spécifiques et $c_0 = (\gamma p_0 / \rho_0)^{1/2}$ est la vitesse d'une onde d'amplitude infinitésimale. En substituant Eqs.(3.3),(3.5) dans l'équation du mouvement, on obtient une seule équation pour le déplacement u :

$$\frac{\partial^2 u}{\partial t^2} = c_0^2 \frac{\partial^2 u}{\partial a^2} \left(1 + \frac{\partial u}{\partial a} \right)^{-(\gamma+1)} \quad (3.7)$$

dont le développement pour de faibles perturbations ($\partial u / \partial a \ll 1$) donne :

$$\frac{\partial^2 u}{\partial t^2} = c_0^2 \frac{\partial^2 u}{\partial a^2} \left(1 - (\gamma+1) \frac{\partial u}{\partial a} + \frac{(\gamma+1)(\gamma+2)}{2!} \left(\frac{\partial u}{\partial a} \right)^2 + \dots \right) \quad (3.8)$$

Équation d'état des liquides

Pour les fluides, autres que les gaz parfaits, le développement en série de Taylor de l'équation d'état $P = P(\rho, s)$ selon l'isentrope $s = s_0$ est donnée sous la forme :

$$p^L = p_0 + \left(\frac{\partial p}{\partial \rho} \right)_{s, \rho = \rho_0} (\rho^L - \rho_0) + \frac{1}{2!} \left(\frac{\partial^2 p}{\partial \rho^2} \right)_{s, \rho = \rho_0} (\rho^L - \rho_0)^2 + \frac{1}{3!} \left(\frac{\partial^3 p}{\partial \rho^3} \right)_{s, \rho = \rho_0} (\rho^L - \rho_0)^3 + \dots$$

$$\Rightarrow p^L = p_0 + A \left(\frac{\rho^L - \rho_0}{\rho_0} \right) + \frac{B}{2!} \left(\frac{\rho^L - \rho_0}{\rho_0} \right)^2 + \frac{C}{3!} \left(\frac{\rho^L - \rho_0}{\rho_0} \right)^3 + \dots \quad (3.9)$$

avec

$$A = \rho_0 \left(\frac{\partial p}{\partial \rho} \right)_{s, \rho = \rho_0} \equiv \rho_0 c_0^2 \quad (3.10a)$$

$$B = \rho_0^2 \left(\frac{\partial^2 p}{\partial \rho^2} \right)_{s, \rho = \rho_0} \quad (3.10b)$$

$$C = \rho_0^3 \left(\frac{\partial^3 p}{\partial \rho^3} \right)_{s, \rho = \rho_0} \quad (3.10c)$$

la vitesse d'une onde d'amplitude infinitésimale dans le liquide étant définie par l'équation (3.10a). Il est alors intéressant de comparer ce développement avec l'équation d'état d'un gaz parfait (Eq.3.6). En identifiant les termes du même ordre, il vient l'équivalence suivante :

$$\frac{B}{A} = \gamma - 1 \text{ et } \frac{C}{A} = (\gamma - 1)(\gamma - 2)$$

Toutefois, il est difficile d'évaluer le rapport B/A sous la forme Eq.(3.10) en raison de la très faible compressibilité des liquides. Le rapport B/A est alors généralement exprimé en termes de variations de la vitesse du son définie comme $c^2 = (\partial p / \partial \rho)_s$:

$$\frac{B}{A} = 2\rho_0 c_0 \left(\frac{\partial c}{\partial p} \right)_{s, \rho = \rho_0}$$

Une autre façon consiste à développer, dans B/A , la dérivée $(\partial c / \partial p)_s = (\partial c / \partial p)_T + (\partial T / \partial p)_s (\partial c / \partial T)_p$ où T est la température en écrivant $(\partial T / \partial p)_s = (\partial \rho^{-1} / \partial s)_p = (\partial \rho^{-1} / \partial T)_p (\partial s / \partial T)_p$ où $1/\rho$ est le volume spécifique et en introduisant les définitions standards des grandeurs thermodynamiques pour obtenir :

$$\frac{B}{A} = 2\rho_0 c_0 \left(\frac{\partial c}{\partial p} \right)_{T, \rho = \rho_0} + \frac{2c_0 T \alpha_T}{c_p} \left(\frac{\partial c}{\partial T} \right)_{p, \rho = \rho_0}$$

où $\alpha_T = \rho_0 (\partial \rho^{-1} / \partial T)_{p, \rho = \rho_0}$ est la compressibilité et c_p la chaleur spécifique à pression constante. De même, une expression du rapport C/A , moins utilisée en acoustique nonlinéaire, est donnée par Coppens et al. [21] :

$$\begin{aligned} \frac{C}{A} &= \frac{3}{2} \left(\frac{B}{A} \right)^2 + 2\rho_0^2 c_0^3 \left(\frac{\partial^2 c}{\partial p^2} \right)_{s, \rho = \rho_0} \\ &\approx \frac{3}{2} \left(\frac{B}{A} \right)^2 \text{ pour l'éthanol et l'eau à } 20^\circ\text{C sous } 1\text{atm} \end{aligned}$$

Mais les recherches menées sur l'étude du comportement nonlinéaire des liquides ont souvent privilégié la détermination du paramètre nonlinéaire B/A dont la valeur peut-être obtenue par diverses méthodes (cf Chap.2 [55]). En effet, ce rapport est le premier terme nonlinéaire apparaissant dans l'équation d'onde :

$$\frac{\partial^2 u}{\partial t^2} = c_0^2 \frac{\partial^2 u}{\partial a^2} \left(1 - \left(2 + \frac{B}{A} \right) \frac{\partial u}{\partial a} + \left(3 + \frac{3B}{A} + \frac{C}{2A} \right) \left(\frac{\partial u}{\partial a} \right)^2 + \dots \right) \quad (3.11)$$

3.2.2 Solides ordinaires. Milieux granulaires denses confinés

Équation d'état pour un solide ordinaire

L'étude de l'acoustique nonlinéaire dans les solides nécessite l'introduction de nouvelles variables qui ne sont pas utilisées dans les fluides. En effet, le champ de contraintes d'un solide en mouvement ne peut pas se résumer à un seul paramètre comme la pression dans les liquides. Ces contraintes nécessitent d'être soigneusement définies dans tous les problèmes de dynamique nonlinéaire. Deux

sources de nonlinéarités peuvent être reconnues : la nonlinéarité convective (indépendante des propriétés du matériau considéré) et la nonlinéarité constitutive inhérente au solide. *A priori* comme pour les fluides, les deux effets doivent être pris en compte bien que pour certains matériaux hautement nonlinéaires comme les roches, les nonlinéarités géométriques peuvent être négligeables.

Comme dans le paragraphe précédent sur les fluides, nous traiterons ici uniquement le cas de la propagation d'une onde longitudinal se propageant dans la direction x . En coordonnées Eulériennes, pour un solide, les équations du mouvement et d'état sont donnés par :

$$\rho^E \frac{dv^E}{dt} = \frac{\partial \sigma^E}{\partial x} \quad (3.12)$$

$$\sigma = K_0 \epsilon [1 + \beta \epsilon + \delta \epsilon^2 + \dots] \quad (3.13)$$

où σ est la contrainte et ϵ la déformation. Les coefficients (β, δ, \dots) caractérisent la nonlinéarité inhérente au matériau. Par le biais du module élastique K_0 , est défini la vitesse du son dans le milieu : $c_0 = (K_0/\rho_0)^{1/2}$. Par définition, la déformation ϵ est donnée par $\epsilon = (L - L_0)/L_0$ dans le cas unidimensionnel. Notons que, par convention, la déformation est négative pour une compression ($L < L_0$). En utilisant la conservation de la masse (Eq.3.3), valable pour tout milieu continu, on obtient une expression de la déformation en coordonnées matérielles :

$$\epsilon = \frac{L - L_0}{L_0} = \frac{\frac{1}{\rho} - \frac{1}{\rho_0}}{\frac{1}{\rho_0}} = \frac{\rho_0 - \rho}{\rho} = \frac{\partial u}{\partial a} \quad (3.14)$$

L'élasticité nonlinéaire d'un solide est habituellement formulée à l'aide d'une description Lagrangienne (cf Chap.9 [55]). En effet, un échantillon de laboratoire est facilement décrit dans son état d'équilibre (sans contrainte extérieure) par la coordonnée matérielle a . Ainsi, une expérience typique d'acoustique nonlinéaire dans un solide consistant à mesurer le temps de transit d'une onde à travers un échantillon d'une longueur *matérielle* donnée, fournit des renseignements sur la vitesse de l'onde dans les coordonnées matérielles. Dans ce système de coordonnées², l'équation du mouvement devient :

$$\rho_0 \frac{\partial^2 u}{\partial t^2} = \frac{\partial \sigma^L}{\partial a} \quad (3.15)$$

La contrainte et la déformation peuvent éliminées des équations précédentes pour conduire, comme dans le cas des fluides, à une seule équation en u :

$$\frac{\partial^2 u}{\partial t^2} = c_0^2 \frac{\partial^2 u}{\partial a^2} \left(1 + 2\beta \frac{\partial u}{\partial a} + 3\delta \left(\frac{\partial u}{\partial a} \right)^2 + \dots \right) \quad (3.16)$$

²A partir de là, nous omettrons volontairement l'exposant L ou E pour alléger les équations. Nous travaillerons quasiment toujours en coordonnées Lagrangiennes. Dans le cas contraire, l'utilisation des coordonnées Eulériennes sera très clairement explicitée.

Ainsi en identifiant les équations (3.8), (3.11) et (3.16), on retrouve l'analogie développée par Thurston & Shapiro [118] pour les paramètres nonlinéaires des gaz, liquides et solides :

$$\begin{cases} \beta &= -(1 + \frac{B}{2A}) &= -\frac{(\gamma+1)}{2} \\ \delta &= 1 + \frac{B}{A} + \frac{C}{6A} &= \frac{(\gamma+1)(\gamma+2)}{6} \end{cases} \quad (3.17)$$

Cas particulier des milieux granulaires

Dans un milieu granulaire, l'équation d'état caractérisant l'élasticité réversible résultant du contact hertzien, est donnée par la théorie de Hertz :

$$\sigma_0 = -C(-\epsilon_0)^{3/2} \quad (3.18)$$

où la compression σ_0 et la déformation ϵ_0 sont négatives. C est une constante positive qui dépend du matériau granulaire. La vitesse du son est définie par $c_0 = (K_{eff}/\rho_0)^{1/2}$ avec $K_{eff} = (d\sigma/d\epsilon)_{\sigma=\sigma_0} = \frac{3}{2}C(-\epsilon_0)^{1/2}$. En ajoutant l'incrément dynamique (σ_a, ϵ_a) autour de l'équilibre statique (σ_0, ϵ_0) , la relation contrainte-déformation devient :

$$-\sigma = -(\sigma_0 + \sigma_a) = C(-\epsilon_0 - \epsilon_a)^{3/2} = C(-\epsilon_0)^{3/2} \left(1 + \frac{\epsilon_a}{\epsilon_0}\right)^{3/2} \quad (3.19)$$

Précisons alors ici quelques notations pour éviter toute confusion. La position d'équilibre a définit la position d'équilibre du matériau granulaire **sous une contrainte statique** σ_0 de masse volumique ρ_0 . Ainsi, le déplacement acoustique u par rapport à la position initiale a est seulement due à la perturbation liée à la propagation de l'onde élastique. Selon ces conventions, la déformation acoustique est alors donnée par $\epsilon_a = \partial u / \partial a$ et ϵ_0 est une constante de ce système de coordonnées :

$$-\sigma = C(-\epsilon_0)^{3/2} \left(1 + \frac{1}{\epsilon_0} \frac{\partial u}{\partial a}\right)^{3/2} \quad (3.20)$$

En remplaçant cette expression de la contrainte dans l'équation du mouvement (Eq.3.15), il vient :

$$\frac{\partial^2 u}{\partial t^2} = -\frac{3}{2}C(-\epsilon_0)^{3/2} \frac{1}{\epsilon_0} \frac{\partial^2 u}{\partial a^2} \left(1 + \frac{1}{\epsilon_0} \frac{\partial u}{\partial a}\right)^{1/2} = c_0^2 \frac{\partial^2 u}{\partial a^2} \left(1 + \frac{1}{\epsilon_0} \frac{\partial u}{\partial a}\right)^{1/2} \quad (3.21)$$

dont le développement en série de Taylor ($\frac{1}{\epsilon_0} \frac{\partial u}{\partial a} \ll 1 \Leftrightarrow \epsilon_a \ll \epsilon_0$) donne :

$$\frac{\partial^2 u}{\partial t^2} = c_0^2 \frac{\partial^2 u}{\partial a^2} \left[1 + \frac{1}{2\epsilon_0} \left(\frac{\partial u}{\partial a}\right) - \frac{1}{8\epsilon_0^2} \left(\frac{\partial u}{\partial a}\right)^2 + \dots\right] \quad (3.22)$$

par identification avec (3.16), il apparaît clairement que les coefficients nonlinéaires d'un milieu granulaire dépendent de la déformation statique ($\beta = 1/4\epsilon_0$, $\delta = -1/24\epsilon_0^2$, ...). Les effets nonlinéaires tendent à disparaître lorsque la contrainte de confinement augmente.

Enfin, pour clore cette section et avoir une idée de l'ordre de grandeur de ces « paramètres non-linéaires » liés à l'élasticité réversible, nous présentons quelques valeurs tirées de la littérature. Nous avons alors utilisé les équivalences établies précédemment (Eq.3.17) : $\rho_0(dc^2/dp)_0 \equiv (\gamma - 1)_{gaz} \equiv (B/A)_{liq} \equiv -2(1 + \beta)_{sol}$.

	$\rho_0(dc^2/dp)_0$
Air (Gaz diatomique : $\gamma = 1,4$)	0,4
Eau distillée à 20°C sous 1atm *	5,0
« Pyrex glass »**	-7,2
Aluminium ***	12,4
« Cemented glass bead »****	298
Grès de « Berea » ****	1628
Milieus Granulaires ($\epsilon_0 \sim 10^{-4}$)	~ 5000

TAB. 3.1: Paramètres de Nonlinéarité pour différents milieux mesurés par * Coppens et al. [21], ** Hughes and Kelly [62], *** Smith et al. [116], **** Winkler and Liu [136].

Ces paramètres nonlinéaires ont été mesurés à l'aide de diverses méthodes. La méthode acousto-élastique est basée sur la mesure de la variation de la vitesse du son dans le milieu considéré en fonction de la pression (cf cas des liquides). Dans la section suivante, nous utiliserons la méthode dite "d'amplitude finie" qui consiste à mesurer les amplitudes des composantes f et $2f$, c'est-à-dire des première et deuxième harmoniques. Notons qu'une étude récente rapporte des mesures du paramètre nonlinéaire β de différents solides en utilisant une méthode basée sur la détection de la modulation de phase résultant de l'interaction paramétrique entre une onde acoustique haute fréquence et un pulse acoustique basse fréquence [67]. Cette dernière permet de mesurer la valeur *algébrique* du paramètre β qui est généralement de signe positif mais peut aussi être négatif comme dans le cas du verre de quartz ("fused quartz") : $\beta = -7,4$ d'après cette étude.

3.3 Solutions de l'équation d'onde acoustique

Nous devons maintenant prendre en compte la dissipation interne d'énergie dans le milieu pour tenter de résoudre ces équations d'onde. Il est d'usage d'introduire le terme supplémentaire $\eta \frac{\partial^3 u}{\partial t \partial a^2}$ dans les équations du mouvement (3.4 et 3.15) :

$$\rho_0 \frac{\partial^2 u}{\partial t^2} - \eta \frac{\partial^3 u}{\partial t \partial a^2} = \begin{cases} -\frac{\partial p}{\partial a} & \text{pour les fluides} \\ \frac{\partial \sigma}{\partial a} & \text{pour les solides} \end{cases} \quad (3.23)$$

où $\eta = \nu \rho_0$ est la viscosité dynamique et ν la viscosité cinématique. Pour les solides, η et ν seront considérées comme des viscosités effectives caractérisant la *viscoélasticité* du matériau que l'on peut relier à un coefficient d'atténuation $\alpha = \nu \omega^2 / 2c_0^2$.

Après d'intenses recherches menées sur la propagation d'ondes dans les milieux continus dissipatifs, les premiers résultats ont été obtenus dans les fluides [3, 36, 49, 78] et un peu plus tard dans les solides [50, 107, 118] à l'aide de méthodes basées sur une analyse par perturbations. Elle suppose que les variables p , ρ , v , u peuvent s'écrire sous la forme de séries :

$$\begin{cases} p = p_0 + p_1 + p_2 + p_3 + \dots \\ \rho = \rho_0 + \rho_1 + \rho_2 + \rho_3 + \dots \\ v = v_1 + v_2 + v_3 + \dots \\ u = u_1 + u_2 + u_3 + \dots \end{cases} \quad (3.24)$$

dans lesquelles chaque terme est plus petit que le précédent d'un facteur \mathcal{M} , le nombre de Mach acoustique : $\mathcal{M} \equiv \frac{v_0}{c_0} \equiv \frac{u_0}{\lambda}$, où v_0 et u_0 sont respectivement les amplitudes des vitesse et déplacement au niveau de la source.

3.3.1 Approximation du second ordre

Équations de l'hydrodynamique

Dans son article de synthèse de 1958 [97], Naugolnykh rapporte les principaux résultats de l'époque concernant l'absorption des ondes acoustiques d'amplitude finie dans les milieux fluides dissipatifs, basés sur l'approximation au second ordre des équations de l'hydrodynamique en coordonnées *Eulériennes* en distinguant les cas des faibles et larges nombres de Reynolds $\mathcal{R}_e = \rho v L / \eta$. Nous nous intéressons ici uniquement à des milieux fortement dissipatifs (càd $\mathcal{R}_e \ll 1$). Ainsi l'équation de continuité (Eq.3.1) devient :

$$\frac{\partial \rho_1}{\partial t} + \rho_0 \frac{\partial v_1}{\partial x} = 0 \quad \text{Ordre 1} \quad (3.25a)$$

$$\frac{\partial \rho_2}{\partial t} + \rho_0 \frac{\partial v_2}{\partial x} + \frac{\partial(\rho_1 v_1)}{\partial x} = 0 \quad \text{Ordre 2} \quad (3.25b)$$

et celle de Navier-Stockes (Eq.3.2) :

$$\rho_0 \frac{\partial v_1}{\partial t} = -\frac{\partial p_1}{\partial x} + \eta \frac{\partial^2 v_1}{\partial x^2} \quad \text{Ordre 1} \quad (3.26a)$$

$$\rho_0 \frac{\partial v_2}{\partial t} + \rho_1 \frac{\partial v_1}{\partial t} + \rho_0 v_1 \frac{\partial v_1}{\partial x} = -\frac{\partial p_2}{\partial x} + \eta \frac{\partial^2 v_2}{\partial x^2} \quad \text{Ordre 2} \quad (3.26b)$$

Naugolnykh corrige les résultats obtenus par Gol'dberg [48] et propose les solutions de ce système d'équations, satisfaisant à la condition initiale $v = v_0 \sin(\omega t)$ pour un gaz parfait (Eq.3.5) :

$$v_1(x, t) = v_0 e^{-\alpha x} \sin(\omega t - kx) \quad (3.27a)$$

$$v_2(x, t) = \lambda v_0^2 \frac{(\gamma + 1)}{8\eta\pi} \rho_0 (e^{-2\alpha x} - e^{-4\alpha x}) \sin[2(\omega t - kx)] \quad (3.27b)$$

On retrouve ainsi l'expression classique d'une onde plane (Eq.3.27a) s'atténuant au cours de sa propagation coïncidant avec la solution de l'équation de Navier-Stockes linéarisée. De plus, il apparaît que l'amplitude de la seconde-harmonique (Eq.3.27b), nulle à la source, augmente avec la distance jusqu'à atteindre un maximum en $L_c = \ln 2 / 2\alpha$ puis décroît progressivement, révélant ainsi une compétition entre la croissance de l'harmonique par effets nonlinéaires cumulatifs et une absorption de celle-ci par dissipation interne. Des expériences visant évaluer le coefficient d'absorption dans différents liquides (à $\mathcal{R}_e < 1$ par [40] et à $\mathcal{R}_e > 1$ par [80]) ont confirmé ces prédictions.

Équations de l'élastodynamique

Quelques années plus tard, Gol'dberg [50] précise que les résultats obtenus pour les ondes longitudinales dans les gaz ou les liquides en coordonnées **Lagrangiennes** peuvent facilement se généraliser au cas des solides en substituant les coefficients appropriés dans l'équation d'onde finale. En ne retenant que le premier terme nonlinéaire de l'équation d'onde précédemment établie pour les solides (Eq.3.16), on a :

$$\begin{aligned} \frac{\partial^2 u}{\partial t^2} &= c_0^2 \frac{\partial^2 u}{\partial a^2} \left(1 + 2\beta \frac{\partial u}{\partial a} \right) + \nu \frac{\partial^3 u}{\partial t \partial a^2} \\ \Leftrightarrow \frac{\partial^2 u}{\partial t^2} - c_0^2 \frac{\partial^2 u}{\partial a^2} - \nu \frac{\partial^3 u}{\partial t \partial a^2} &= 2\beta c_0^2 \frac{\partial^2 u}{\partial a^2} \frac{\partial u}{\partial a} \end{aligned} \quad (3.28)$$

Le membre de gauche est une équation d'onde linéaire et le membre de droite représente la correction quadratique. La méthode par perturbations nous amène à chercher une solution sous la forme $u = u_1 + u_2$ satisfaisant les conditions suivantes :

$$\frac{\partial^2 u_1}{\partial t^2} - c_0^2 \frac{\partial^2 u_1}{\partial a^2} - \nu \frac{\partial^3 u_1}{\partial t \partial a^2} = 0 \quad (3.29a)$$

$$\frac{\partial^2 u_2}{\partial t^2} - c_0^2 \frac{\partial^2 u_2}{\partial a^2} - \nu \frac{\partial^3 u_2}{\partial t \partial a^2} = 2\beta c_0^2 \frac{\partial^2 u_1}{\partial a^2} \frac{\partial u_1}{\partial a} \quad (3.29b)$$

En supposant que la source émet un signal de pulsation ω d'amplitude u_0 et que la seconde-harmonique u_2 n'est pas présente à la source ($a = 0$), Polyakova a montré que [107] les solutions

satisfaisant aux conditions limites sont :

$$u_1(a, t) = u_0 e^{-\alpha a} \cos(\omega t - ka) \quad (3.30a)$$

$$u_2(a, t) = u_0^2 \frac{\beta \omega^2}{8\alpha c_0^2} (e^{-2\alpha a} - e^{-4\alpha a}) \cos(2\omega t - 2ka) \quad (3.30b)$$

Si ces prédictions théoriques ont été confirmées par des expériences (notamment par Zarembo et Krassil'nikov [139]), cette approximation du second-ordre ne donne pas d'expression pour les ordres supérieurs (troisième, quatrième,...). Pour une description plus quantitative des harmoniques supérieures, il nous faut faire appel à un développement plus poussé.

3.3.2 Extension de l'analyse par perturbation aux ordres supérieurs

Approche développée par Keck & Beyer pour les fluides

Comme l'a rappelé Naugolnykh, Fay [38] fut un des premiers à proposer un développement en série de Fourier en coordonnées *Lagrangiennes* pour $\partial u / \partial a$ dans la zone de « stabilité » des ondes càd la région de l'espace où les deux effets - croissance et atténuation des harmoniques - se compensent. Plus tard, Keck & Beyer [78] se sont intéressés à la résolution de l'équation d'ondes pour les gaz parfaits :

$$\frac{\partial^2 u}{\partial t^2} - \eta \frac{\partial^3 u}{\partial t \partial a^2} = c_0^2 \frac{\partial^2 u}{\partial a^2} \left(1 + \frac{\partial u}{\partial a} \right)^{-(\gamma+1)} \quad (3.31)$$

Dans l'analyse par perturbation, le développement du déplacement acoustique (Eq.3.24) est réinjectée dans l'équation précédente et les termes du même ordre sont égalisés. Si l'hypothèse $\alpha/k \ll 1$ est vérifiée, l'équation résultante peut alors être écrite sous la forme compacte d'un système d'équations faisant intervenir l'opérateur $\Omega(u)$ suivant :

$$\Omega(u_n) \equiv \frac{\partial^2 u_n}{\partial t^2} - \eta \frac{\partial^3 u_n}{\partial t \partial a^2} - c_0^2 \frac{\partial^2 u_n}{\partial a^2} = 0 \quad (3.32a)$$

$$\text{avec } \begin{cases} \Omega(u_1) = 0 \\ \Omega(u_n) = \frac{(\gamma+1)}{2} \frac{\partial}{\partial a} \left(\sum_{i=1}^{n-1} \frac{\partial u_i}{\partial a} \frac{\partial u_{n-i}}{\partial a} \right), n > 1 \end{cases} \quad (3.32b)$$

En s'appuyant sur la solution proposée par Fubini-Ghiron [42], les solutions du système précédent ont alors pu être développées comme suit :

$$v_n(a, t) = \frac{\partial u_n}{\partial t} = v_0 e^{-2\alpha a} \sin[n(\omega t - ka)] \sum_{s=0}^{\infty} \frac{(-1)^s (nK)^{n-1+2s}}{s!(n+s)!} C_{ns} \quad (3.33)$$

où $K = \left(\frac{\gamma+1}{8}\right) \frac{k}{\alpha} \mathcal{M}(1 - e^{-2\alpha a})$ avec $\mathcal{M} \equiv \frac{v_0}{c_0} = ku_0$ le nombre de Mach. Les coefficients C_{ns} sont des séries en puissance de $e^{-2\alpha a}$ dont les expressions ont été données jusqu'au septième ordre [78]. Les auteurs mentionnent des problèmes de rayon de convergence non-résolus. Ici, nous utiliserons simplement leurs solutions jusqu'au troisième ordre en faisant fi de ces considérations mathématiques.

De plus, nous avons approximé les solutions données par Keck & Beyer en ne gardant que le premier terme de chaque série. Pour cela, il faut s'assurer que K^2 est négligeable devant l'unité. Cette hypothèse étant faite, l'expression des trois premières harmoniques devient :

$$v_1(a, t) = v_0 e^{-\alpha a} \sin(\omega t - ka) \quad (3.34a)$$

$$v_2(a, t) = v_0^2 \frac{(\gamma + 1)\omega}{8\alpha c_0^2} (e^{-2\alpha a} - e^{-4\alpha a}) \sin[2(\omega t - ka)] \quad (3.34b)$$

$$v_3(a, t) = v_0^3 \left[\frac{(\gamma + 1)\omega}{8\alpha c_0^2} \right]^2 \left(e^{-3\alpha a} - \frac{3}{2}e^{-5\alpha a} + \frac{1}{2}e^{-9\alpha a} \right) \sin[3(\omega t - ka)] \quad (3.34c)$$

Notons qu'il est facile de vérifier la parfaite équivalence entre les expressions de la seconde harmonique obtenus par les différents calculs Eqs.(3.27b),(3.30b),(3.34b) en utilisant les définitions de α et c_0 ainsi que l'équivalence $\gamma + 1 = -2\beta$. Enfin, précisons que le passage d'une vitesse à un déplacement se fait par le biais de la relation $v_n = \partial u_n / \partial t$ avec $v_0 = \omega u_0$.

Application au cas des milieux granulaires

Dans le cas d'un milieu granulaire, l'ajout d'un terme supplémentaire dans l'équation d'onde (Eq.3.21) traduisant la dissipation interne dans le milieu conduit à :

$$\frac{\partial^2 u}{\partial t^2} - \eta \frac{\partial^3 u}{\partial t \partial a^2} = c_0^2 \frac{\partial^2 u}{\partial a^2} \left(1 + \frac{1}{\epsilon_0} \frac{\partial u}{\partial a} \right)^{1/2} \quad (3.35)$$

En faisant le changement de variable $\bar{u} = u/\epsilon_0$, on obtient :

$$\frac{\partial^2 \bar{u}}{\partial t^2} - \eta \frac{\partial^3 \bar{u}}{\partial t \partial a^2} = c_0^2 \frac{\partial^2 \bar{u}}{\partial a^2} \left(1 + \frac{\partial \bar{u}}{\partial a} \right)^{1/2} \quad (3.36)$$

On retrouve alors exactement l'équation d'onde des gaz parfaits (Eq.3.31) avec $\gamma = -3/2$. Si les hypothèses $\alpha/k \ll 1$ et $K^2 \ll 1$ sont satisfaites pour cette valeur particulière de γ , en adaptant les solutions Eqs.(3.34), il vient :

$$\bar{u}_1(a, t) = \bar{u}_0 e^{-\alpha a} \cos(\omega t - ka) \quad (3.37a)$$

$$\bar{u}_2(a, t) = \bar{u}_0^2 \frac{\omega^2}{32\alpha c_0^2} (e^{-2\alpha a} - e^{-4\alpha a}) \cos[2(\omega t - ka)] \quad (3.37b)$$

$$\bar{u}_3(a, t) = \bar{u}_0^3 \left[\frac{\omega^2}{16\sqrt{3}\alpha c_0^2} \right]^2 \left(e^{-3\alpha a} - \frac{3}{2}e^{-5\alpha a} + \frac{1}{2}e^{-9\alpha a} \right) \cos[3(\omega t - ka)] \quad (3.37c)$$

Pour obtenir les expressions du « véritable » déplacement de la particule u et non \bar{u} , il suffit d'utiliser le changement de variable inverse $u_n/\epsilon_0 = \bar{u}_n$ (pour $n \geq 0$), ainsi :

$$u_1(a, t) = u_0 e^{-\alpha a} \cos(\omega t - ka) \quad (3.38a)$$

$$u_2(a, t) = u_0^2 \frac{\omega^2}{32\epsilon_0 \alpha c_0^2} (e^{-2\alpha a} - e^{-4\alpha a}) \cos[2(\omega t - ka)] \quad (3.38b)$$

$$u_3(a, t) = u_0^3 \left[\frac{\omega^2}{16\sqrt{3}\epsilon_0 \alpha c_0^2} \right]^2 \left(e^{-3\alpha a} - \frac{3}{2}e^{-5\alpha a} + \frac{1}{2}e^{-9\alpha a} \right) \cos[3(\omega t - ka)] \quad (3.38c)$$

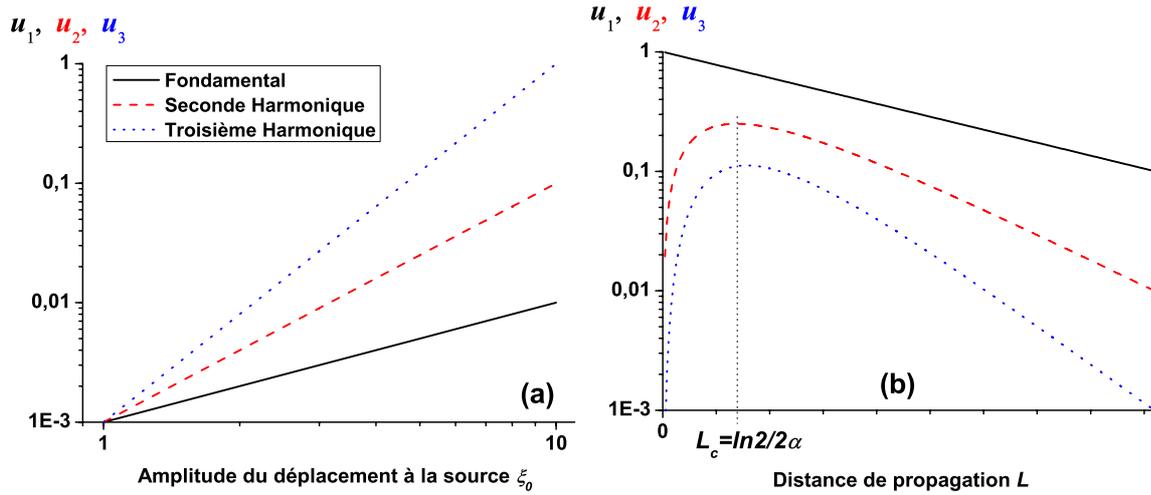


FIG. 3.4: (a) Dépendance des trois premières harmoniques avec l'amplitude de la source (coordonnées log-log) (b) Évolution avec la distance de propagation L (coordonnées semi-log). Les préfacteurs ont été pris égaux à l'unité.

La figure (3.4) montre les dépendances quadratique et cubique des deuxième et troisième harmoniques avec l'amplitude d'excitation. Par ailleurs, sur cette même figure, sont représentées leurs évolutions avec la distance de propagation L . On retrouve alors sur la deuxième harmonique la compétition entre croissance et atténuation dans la zone de « stabilité » aux alentours de L_c . Pour des distances de propagation grandes devant la longueur caractéristique d'atténuation ($= 1/\alpha$), les effets d'atténuation dominent et la décroissance de chaque harmonique est exponentielle : $u_n \propto e^{-n\alpha a}$. Enfin, il apparaît clairement que u_2 et u_3 diminuent lorsque la contrainte statique ϵ_0 augmente. En effet, dans ce type de milieu, les effets nonlinéaires sont d'autant plus importants que les contacts sont faiblement pré-contraints [122].

3.4 Génération des harmoniques dans un milieu granulaire 3D : Nonlinéarité hertzienne

3.4.1 Montage & filtrage temps-fréquence des harmoniques

Dans cette partie nous avons étudié un milieu granulaire composé de billes de verre semblables à celles utilisées pour les expériences de diffusion multiple (diamètre compris entre $600\mu m$ et $800\mu m$) mais non lavées. L'échantillon est confiné dans des cylindres en duralumin de diamètre $66mm$ dont nous disposons plusieurs hauteurs (entre $20mm$ et $70mm$). Les cellules sont fermées de part et d'autre par deux bagues ceinturant deux transducteurs longitudinaux large bande, de fréquence centrale $500kHz$ et d'ouverture $36mm$, en contact direct avec le milieu granulaire. L'émission des ondes acoustiques se fait par le haut et la réception par le bas (cf.Fig.3.5). Un oedomètre nous permet d'appliquer des contraintes constantes sur l'échantillon (de quelques dizaines jusqu'à quelques centaines de kPa) pendant toute la durée de l'expérience.

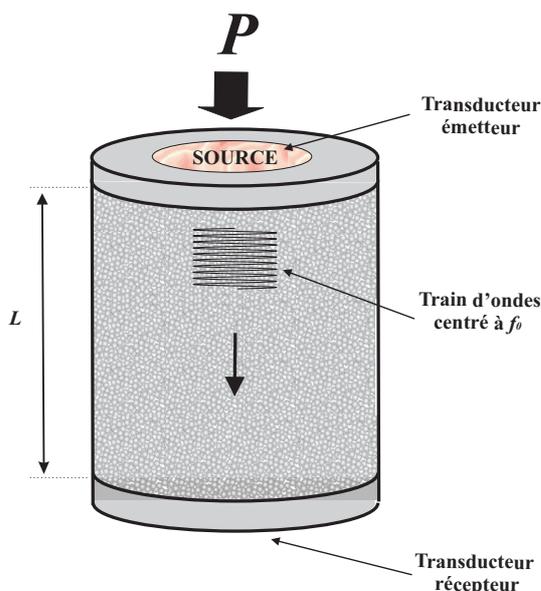


FIG. 3.5: Schéma de l'expérience. Un train d'ondes centré à f_0 est émis par le transducteur source

Des trains d'ondes centrés à plusieurs fréquences³ f_0 (de $25kHz$ à $150kHz$), dont la durée a été choisie constante à $\Delta t = 200\mu s$, ont été générés pour un générateur de fonction couplé à un amplificateur de puissance de $50dB$. Pour une meilleure efficacité à l'émission, un adaptateur d'impédance à 1800Ω a été placé entre l'amplificateur et l'émetteur. Le signal transmis est préamplifié puis visualisé sur un oscilloscope et enregistré sur un ordinateur.

³Pour cette gamme de fréquence, correspondant à des longueurs d'onde de l'ordre du centimètre, la propagation des ondes cohérentes est balistique.

Analyse temps-fréquence

Pour étudier la génération des harmoniques acoustiques, nous avons filtré les signaux enregistrés à des fréquences multiples de la fréquence d'injection f_0 à l'aide d'un filtre passe-bande numérique de largeur $\Delta f = \pm 5kHz$, appliqué respectivement sur les signaux temporels d'excitation et de transmission.

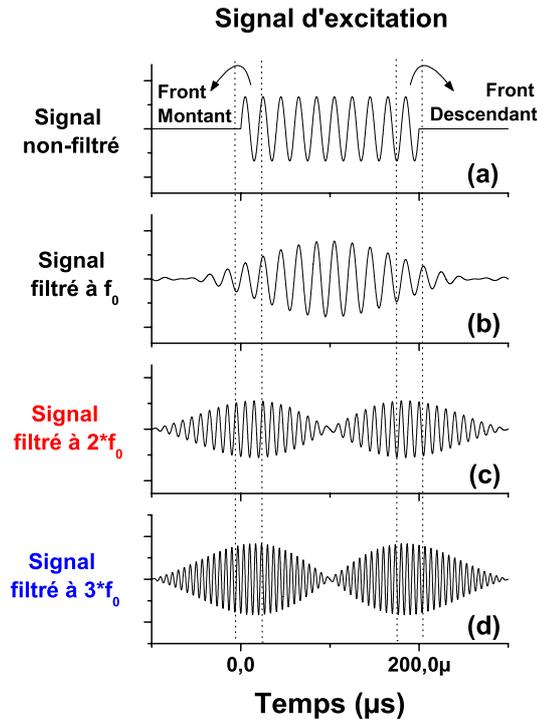


FIG. 3.6: Signal temporel d'excitation : train d'ondes centré à f_0 délimité par un front montant et un front descendant. (a) Signal brut non-filtré, (b) Signal filtré à f_0 , (c) Signal filtré à $2f_0$, (d) Signal filtré à $3f_0$.

Le filtrage du signal d'excitation à des fréquences multiples de f_0 (Fig.3.6) nous permet de localiser dans le temps la répartition spectrale d'un train d'ondes centré à f_0 . La composante centrale (à f_0) est maximale au centre du signal, là où le train d'ondes est bien établi. En revanche, les autres fréquences, en particulier $2f_0$ et $3f_0$, sont localisées au niveau des fronts montant et descendant du train d'ondes de manière symétrique. Leur présence est due à la forme de l'enveloppe du signal (de type gaussienne sur les fronts) qui possède un large spectre en fréquences.

3.4.2 Régimes linéaire et nonlinéaire de propagation acoustique

Ce même filtrage a été opéré sur des signaux transmis à travers l'échantillon granulaire pour deux fréquences d'injection, $f_0 = 25kHz$ et $f_0 = 50kHz$ (Fig.3.7).

Le filtrage du signal transmis pour $f_0 = 25kHz$ donne la même répartition spectrale que le signal d'excitation : concentration du mode fondamental au centre et répartition symétrique des autres fréquences sur les fronts. Le train d'ondes semble alors s'être propagé dans le milieu granulaire sans

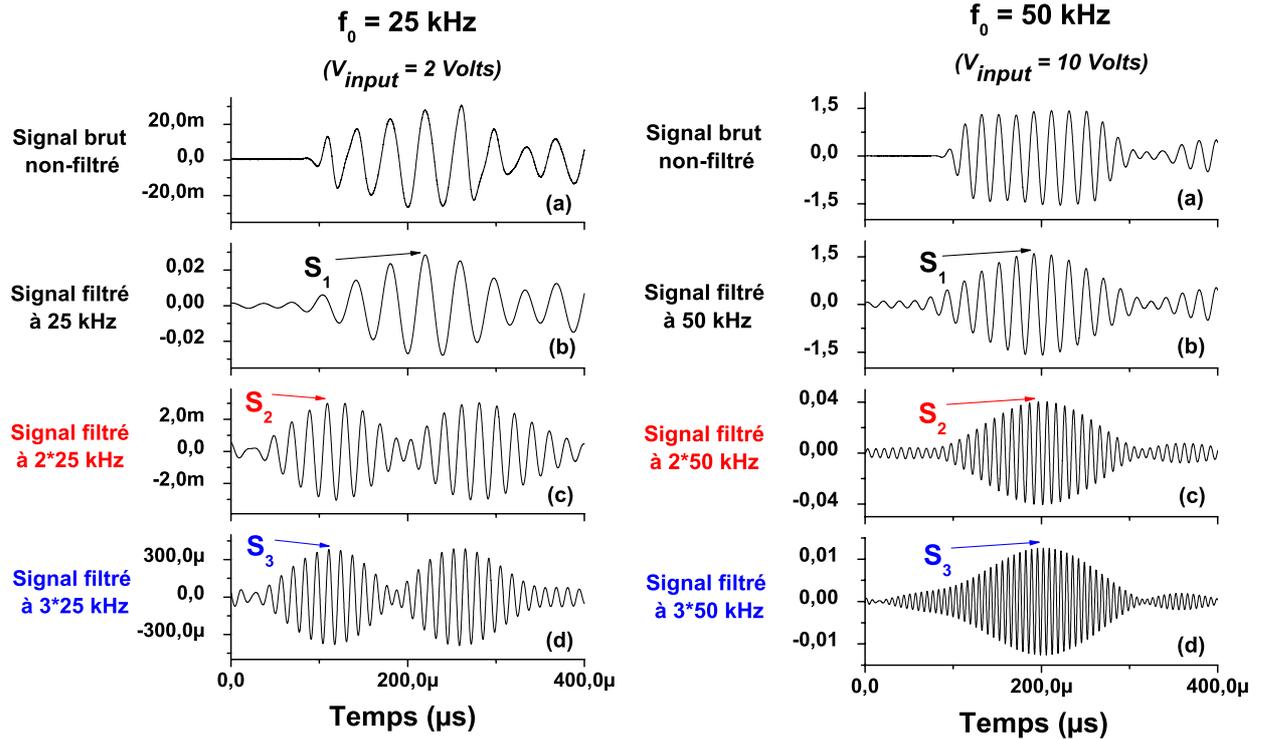


FIG. 3.7: Signaux temporels transmis à travers un échantillon granulaire ($L = 64mm$ et $P = 500kPa$) pour $f_0 = 25kHz$ et $f_0 = 50kHz$. (a) Signal brut non-filtré, (b) Signal filtré à f_0 , (c) Signal filtré à $2f_0$, (d) Signal filtré à $3f_0$.

se déformer conservant ainsi sa composition spectrale initiale - la prise en compte de l'atténuation des ondes fera l'objet du paragraphe suivant.

Par contre, pour $f_0 = 50kHz$, les signaux $2f_0$ et $3f_0$ sont clairement localisés au centre du signal, comme le mode fondamental. Initialement absentes à la source au centre du signal (cf Fig.3.6), ces fréquences multiples de f_0 sont donc apparues au cours de la propagation du signal acoustique dans le milieu granulaire révélant ainsi son caractère nonlinéaire par la génération d'harmoniques supérieures.

Pour une étude plus quantitative de ces phénomènes, nous avons mesuré l'amplitude de chacun de ces signaux filtrés. Dans la suite de ce chapitre, comme indiqué sur les enregistrements des signaux temporels précédents (Fig.3.7), on désignera par :

- S_1 l'amplitude du signal filtré à f_0 (fondamental)
- S_2 l'amplitude du signal filtré à $2f_0$ (2^e harmonique)
- S_3 l'amplitude du signal filtré à $3f_0$ (3^e harmonique)

Lorsque le signal a la forme d'un paquet gaussien, son maximum est facilement identifiable et mesurable ce qui est le cas pour $f_0 = 50kHz$. Pour les signaux présentant deux maximums ($2f_0 = 2 * 25kHz$ et $3f_0 = 3 * 25kHz$), les mesures ont été faites sur le premier pic. Au vu de la symétrie du signal d'excitation, les deux pics correspondant aux fronts montants et descendants sont quasiment identiques. Dans cette gamme d'amplitude, le signal conserve sa symétrie au cours de sa propagation.

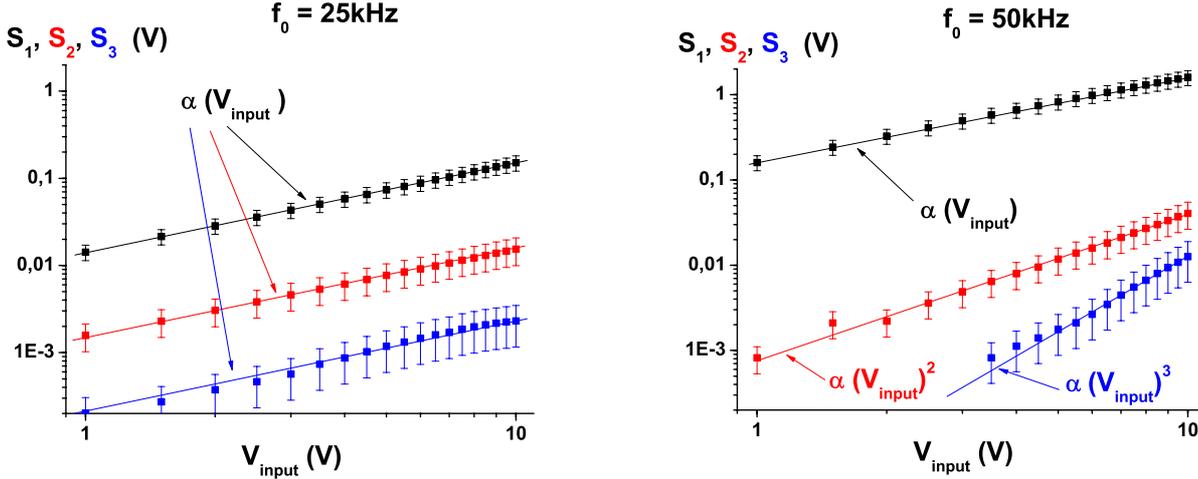


FIG. 3.8: Amplitudes des signaux filtrés à f_0 , $2f_0$ et $3f_0$ pour $f_0 = 25kHz$ et $50kHz$ ($L = 64mm$ et $P = 500kPa$).

Pour $f_0 = 25kHz$, les amplitudes S_1 , S_2 , S_3 dépendent linéairement de l'amplitude d'excitation alors que pour $f_0 = 50kHz$, les deuxième et troisième harmoniques dépendent respectivement du carré et du cube de V_{input} , confirmant ainsi leurs origines nonlinéaires pressenties par l'observation des signaux temporels filtrés (Fig.3.7). L'absence de points expérimentaux sur la troisième harmonique ($3 * f_0 = 3 * 50kHz$) est due à un trop faible rapport signal/bruit. Il est probable qu'à ces fréquences ($\geq 150kHz$), les ondes subissent quelques diffusions. Ce mécanisme d'atténuation, combiné celui d'origine dissipative, rend le signal tellement faible qu'il n'est plus détectable pour les faibles amplitudes d'excitation.

Ces mesures illustrent ainsi la transition d'un régime de propagation linéaire vers un régime nonlinéaire selon la fréquence d'émission f_0 . Cette fréquence peut être reliée à une distance de propagation nécessaire à la génération d'harmoniques supérieures par effets « d'accumulation ». Celle-ci est d'autant plus petite que la fréquence d'excitation f_0 est élevée. Ainsi, pour une fréquence $f_0 = 50kHz$, cette distance doit être inférieure à la longueur de l'échantillon $L = 64mm$ puisque l'on observe sans ambiguïté les premières harmoniques supérieures prédites par les équations d'ondes nonlinéaires explicitées précédemment (Eqs.3.38). Cependant, dans ce régime, le mode fondamental (approximation d'ordre un) se propage, lui, linéairement. Ainsi, nous montrons l'*existence* d'un régime *linéaire* quant à la propagation des ondes cohérentes dans notre milieu granulaire.

Les mesures faites sur les signaux filtrés à $2f_0 = 2*25kHz$ et $3f_0 = 3*25kHz$ laissent à penser que la longueur de nos échantillons n'est pas assez grande pour observer de tels effets nonlinéaires à cette fréquence. Cependant, en augmentant l'amplitude d'excitation, la transition entre les deux régimes apparaît à travers l'émergence de la troisième harmonique entre les fronts montant et descendant du train d'ondes. Pour de trop faibles amplitudes, cette harmonique est noyée dans le signal généré par la source mais à plus forte amplitude, elle devient clairement observable (Fig.3.9a).

L'amplitude S_3 du signal généré par la source est proportionnelle à l'amplitude d'excitation alors que l'amplitude de S_{3bis} ne l'est pas (Fig.3.9b). Comme en témoigne la dépendance « exotique » de la

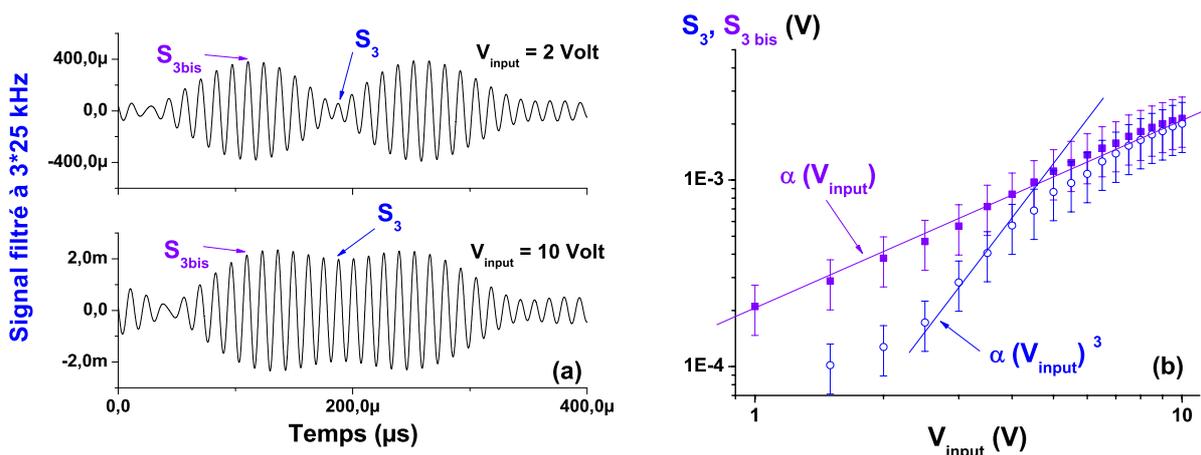


FIG. 3.9: Observation de la génération de la troisième harmonique pour $f_0 = 25\text{kHz}$ avec l'augmentation de V_{input} (a) Signaux temporels pour deux amplitudes d'excitation (b) Amplitudes des signaux filtrés ($L = 64\text{mm}$ et $P = 500\text{kPa}$).

troisième harmonique avec V_{input} , le régime nonlinéaire n'est que partiellement établi à la fréquence $f_0 = 25\text{kHz}$ pour une distance de propagation de $L = 64\text{mm}$.

3.4.3 Atténuation des ondes acoustiques dans les deux régimes

Un milieu hétérogène tend à se comporter comme un filtre passe-bas, caractérisé par une fonction de transfert $H(f_0)$. En effet, les hautes fréquences sont fortement atténuées par les effets de diffraction dus à la présence de diffuseurs dans le milieu. Les milieux granulaires, de par leur réseau très hétérogène de chaînes de forces, sont évidemment fortement diffusants (cf chapitre précédent). Il n'est pas facile de déterminer précisément la fonction de transfert $H(f_0)$ associée au milieu seul en s'affranchissant des effets de filtrage de l'électronique environnante (amplificateur, transducteurs). Nous pouvons néanmoins identifier simplement le type de filtre que constitue l'ensemble milieu granulaire-système électronique en déterminant le spectre fréquentiel d'un pulse (large bande spectrale) se propageant dans le milieu.

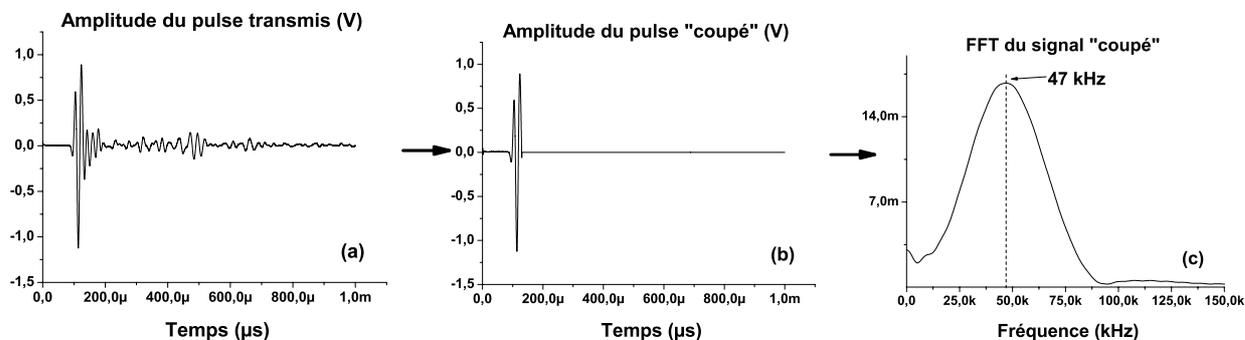


FIG. 3.10: (a) Signal brut correspondant à la transmission d'un pulse ($\Delta t = 2\mu\text{s}$) dans un échantillon granulaire (b) Troncature du signal pour ne garder que l'onde directe de compression (c) Transformée de Fourier du signal « tronqué » ($L = 64\text{mm}$ et $P = 500\text{kPa}$).

La transformée de Fourier du pulse transmis et coupé⁴ (Fig.3.10) livre alors son contenu spectral. Il apparaît alors que l'ensemble (milieu granulaire - système électronique) se comporte comme un filtre passe-bande centré aux alentours de $50kHz$. Si l'on peut pressentir que la fonction de transfert de cet ensemble résulte de l'association d'un filtre passe-bande (centré à $500kHz$) avec un filtre passe-bas (milieu granulaire), une étude plus quantitative de l'atténuation permettrait une meilleure compréhension des phénomènes mises en jeu.

En régime linéaire

L'atténuation des ondes cohérentes dans un milieu viscoélastique est caractérisée par le coefficient d'atténuation α . Dans le modèle de viscoélasticité décrit précédemment, seuls les effets de dissipation visqueuse ont été pris en compte, d'où une dépendance attendue de α avec le carré de la fréquence ($\alpha \approx \nu\omega^2/2c_0^3$). Dans ce type de milieu, l'atténuation ne peut, à priori, être décrite aussi simplement (phénomènes de diffraction ou diffusion). Cependant, une mesure du coefficient d'atténuation α permettrait certainement de mieux en comprendre les origines. Pour cela, nous avons tracé l'amplitude du fondamental S_1 comme une fonction de la distance de propagation L (Fig.3.11), pour plusieurs fréquences f_0 du signal d'émission (de $25kHz$ à $150kHz$). Précisons, ici, que selon le spectre fréquentiel précédent (Fig.3.10), les courbes $f_0 = 25kHz$ et $f_0 = 35kHz$ devraient se situer en dessous de celle à $f_0 = 50kHz$. Par souci de clarté, elles ont été « remontées » par un simple facteur multiplicatif. Cet ajustage est sans conséquence les valeurs de α ainsi extraites.

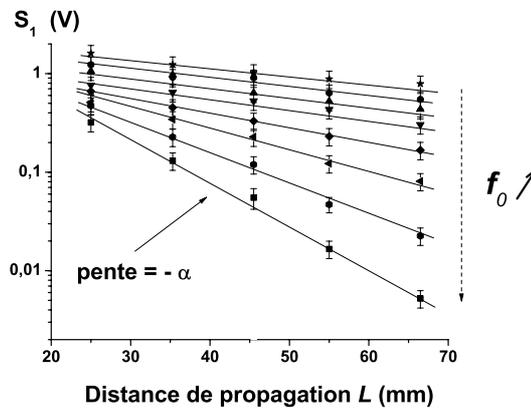


FIG. 3.11: Extraction du coefficient d'atténuation α pour quelques fréquences d'émission f_0 par la mesure de l'amplitude du fondamental S_1 en fonction de la distance de propagation L ($V_{input} = 10V$ et $P = 500kPa$).

Rappelons que dans l'approximation du premier ordre de l'équation d'onde (Eq.3.38a), le fondamental s'atténue comme une onde plane progressive amortie : $u_1 \propto e^{-\alpha L}$. En fittant les points expérimentaux par des lois de type exponentielle décroissante, il vient directement le coefficient d'atténuation α par la mesure de la pente des droites en coordonnées semi-logarithmiques (Fig.3.11).

⁴Seul le mode compressionnel est conservé pour éviter les interférences avec les ondes de cisaillements et les réflexions sur les parois. Ce traitement numérique offre une transformée de Fourier plus lisse, sans en altérer le contenu spectral.

f_0 en kHz	α en mm^{-1}	$1/\alpha$ en mm
25	0,02	50
35	0,021	47,5
50	0,022	45,5
75	0,025	40
100	0,035	28,5
125	0,05	20
135	0,07	14,5
150	0,1	10

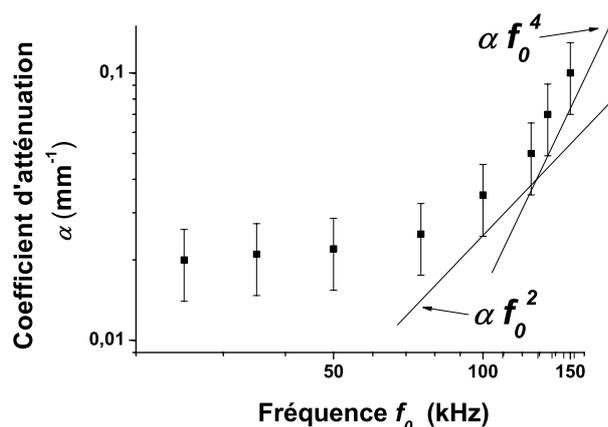


FIG. 3.12: Coefficient d'atténuation α pour différentes fréquences f_0 d'excitation ($V_{input} = 10V$ et $P = 500kPa$)

Le coefficient d'atténuation ne peut pas être exprimé par une simple loi de puissance ($\alpha \propto \omega^n$) dans cette gamme de fréquence (Fig.3.12). Aux plus basses fréquences ($\leq 75kHz$), α ne dépend que très peu de f_0 mais pour les plus hautes fréquences $\geq 100kHz$, il apparaît $\alpha \propto f_0^4$. Cette loi de puissance rappelle les processus diffusifs telle la diffusion de Rayleigh en ω^4 . Pour ces fréquences, la longueur d'onde λ est de l'ordre de quelques millimètres donc légèrement supérieure à la longueur caractéristique des chaînes de forces (hétérogénéités du milieu) qui est inférieure au millimètre (cf chapitre précédent). Il est donc légitime de penser que, dans ces conditions, les ondes acoustiques subissent une, voire plusieurs diffusions au cours de leur propagation.

En régime nonlinéaire

Après avoir caractérisé quantitativement l'atténuation correspondant à la propagation linéaire du mode fondamental dans notre milieu granulaire, le coefficient α a été extrait pour les harmoniques supérieures par la même méthode (Fig.3.13) pour $f_0 = 50kHz$. Cette fréquence a été choisie en raison d'un meilleur rapport signal sur bruit que les autres fréquences.

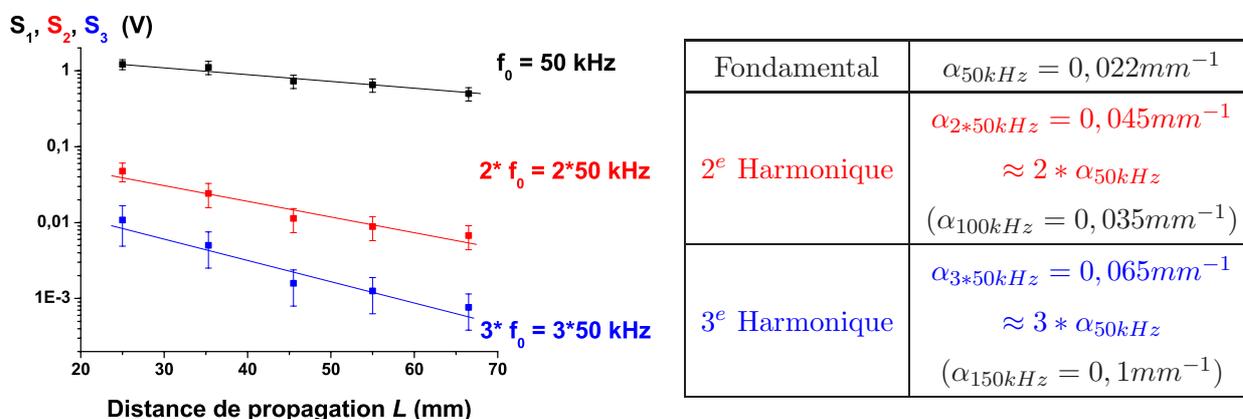


FIG. 3.13: Atténuation des trois premières harmoniques S_1, S_2, S_3 ($V_{input} = 10V$ et $P = 500kPa$)

Force est de constater que les valeurs du coefficient d'atténuation ainsi extraites pour les seconde et troisième harmoniques sont différentes de celles obtenues pour les modes fondamentaux : $\alpha_{2*50kHz} \neq \alpha_{100kHz}$ et $\alpha_{3*50kHz} \neq \alpha_{150kHz}$. Elles correspondent, par ailleurs, respectivement au double et au triple du coefficient d'atténuation du mode fondamental : $\alpha_{2*50kHz} \approx 2 * \alpha_{50kHz}$ et $\alpha_{3*50kHz} \approx 3 * \alpha_{50kHz}$, comme prédit par les équations de propagation nonlinéaires développées précédemment. Leurs solutions ont pu être exprimées de manière simplifiée (Eqs.3.38) moyennant la validation des deux hypothèses suivantes : $\alpha/k \ll 1$ et $K^2 \ll 1$ avec $K = \left(\frac{\gamma+1}{8}\right) \frac{u_0 k^2}{\alpha} (1 - e^{-2\alpha a})$. Pour le milieu granulaire ici étudié⁵, il nous faut prendre $\gamma = -3/2$. De plus, $\alpha = 0,022mm^{-1}$, $f_0 = 50kHz$ et $c_0 \approx 700m.s^{-1}$. Des mesures faites par interférométrie laser ont montrées que l'amplitude de la vibration de la source u_0 est de l'ordre de quelques nanomètres ($1nm \leq u_0 \leq 10nm$). Ces valeurs permettent alors de vérifier :

$$\begin{aligned} \bullet \frac{\alpha}{k} &= \frac{\alpha c_0}{2\pi f_0} \sim 0,05 \ll 1 \\ \bullet K &< \left(\frac{\gamma+1}{8}\right) \left(\frac{u_0}{\alpha}\right) \left(\frac{2\pi f_0}{c_0}\right)^2 \sim 6.10^{-6} \Rightarrow K^2 \ll 1 \end{aligned}$$

Par ailleurs, le coefficient d'atténuation $\alpha_{50kHz} = 0,022mm^{-1}$ correspond à une distance de propagation $L_c = \ln 2 / 2\alpha \approx 15mm$ pour laquelle l'amplitude de la seconde harmonique est maximale (Fig.3.4b). Le dispositif expérimental utilisé ($25mm < L < 65mm$) explore donc une zone où l'atténuation domine la croissance des harmoniques supérieures ($L > L_c$). Ainsi les termes en $e^{-(n+2)\alpha a}$ peuvent être raisonnablement négligés devant les termes en $e^{-n\alpha a}$ d'où une expression simplifiée pour les déplacements u_n des particules :

$$u_1(a, t) = u_0 e^{-\alpha a} \cos(\omega t - ka) \quad (3.39a)$$

$$u_2(a, t) = u_0^2 \left[\frac{\omega^2}{32\epsilon_0 \alpha c_0^2} \right] e^{-2\alpha a} \cos[2(\omega t - ka)] \quad (3.39b)$$

$$u_3(a, t) = u_0^3 \left[\frac{\omega^2}{16\sqrt{3}\epsilon_0 \alpha c_0^2} \right]^2 e^{-3\alpha a} \cos[3(\omega t - ka)] \quad (3.39c)$$

3.4.4 Dépendance des harmoniques supérieures en contrainte - ordre de grandeur

Il ne s'agit pas, dans ce paragraphe, de chercher une exacte correspondance entre la théorie et les expériences en termes de lois d'échelles ou d'ordres de grandeurs mais plutôt de les comparer le plus quantitativement possible.

Dans les expressions précédentes (Eqs.3.39), plusieurs paramètres dépendent de la contrainte appliquée P : la déformation statique (la théorie du contact de Hertz prédit $\epsilon_0 \propto P^{2/3}$), la vitesse de propagation du son (il a été montré au premier chapitre que $c_0 \propto P^{1/6}$) et par conséquent le coefficient d'atténuation ($\alpha \approx \nu \omega^2 / 2c_0^3 \propto P^{-1/2}$). Par ailleurs, l'amplitude de la vibration à la source (càd l'énergie injectée dans le système) dépend, à priori, elle aussi de la contrainte de confinement

⁵cf résolution de l'équation de propagation par la méthode de Keck & Beyer dans la section 3.3.2

mais il est difficile de déterminer expérimentalement cette dépendance. Pour contourner ce problème, nous avons considéré les rapports suivants pour s'affranchir de la dépendance de u_0 avec P :

$$\frac{u_2}{u_1^2} = \frac{\omega^2}{32\epsilon_0\alpha c_0^2} \propto P^{-1/2} \quad (3.40a)$$

$$\frac{u_3}{u_1^3} = \left[\frac{\omega^2}{16\sqrt{3}\epsilon_0\alpha c_0^2} \right]^2 \propto P^{-1} \quad (3.40b)$$

Pour cette expérience, l'oedomètre a été remplacé par la presse utilisée dans les deux premiers chapitres qui permet d'augmenter graduellement la contrainte de confinement sur un même échantillon. Si les points expérimentaux sont relativement dispersés (Fig.3.14a), en raison de probables micro-glissements à l'échelle des aspérités lors du chargement, ces résultats semblent confirmer les tendances prédites ci-dessus : le rapport S_3/S_1^3 diminue plus rapidement avec P que S_2/S_1^2 .

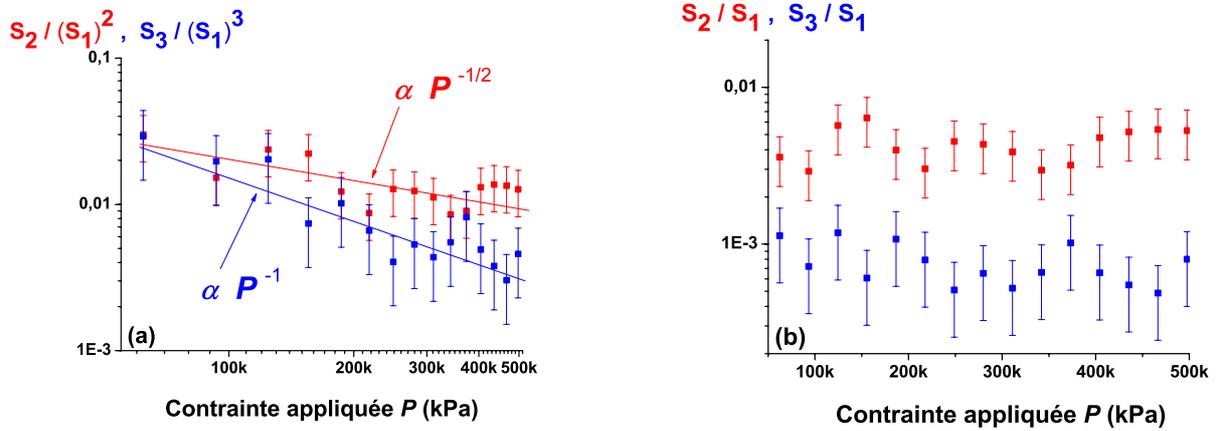


FIG. 3.14: (a) Dépendances des seconde et troisième harmoniques avec la contrainte de confinement P (b) Estimation de l'ordre de grandeur de ces harmoniques ($V_{input} = 10V$ et $L = 67mm$).

Rappelons ici que S_n désigne le signal détecté par le transducteur-récepteur. Ne connaissant pas la nature de ce signal (déplacement u ou vitesse v), il nous faut considérer le rapport **adimensionné** S_n/S_1 (et non S_n/S_1^n) qui donne le même ordre de grandeur, que S_n soit une vitesse ou un déplacement : $\frac{v_n}{v_1} = \frac{n\omega u_n}{\omega u_1} = n \frac{u_n}{u_1} \sim \frac{u_n}{u_1}$ pour $n = 2$ et $n = 3$. L'estimation de l'ordre de grandeur théorique concernant la seconde harmonique (u_2/u_1) est très proche des résultats expérimentaux (S_2/S_1) renforçant la pertinence de l'approximation du second ordre. En revanche, pour la troisième harmonique, la correspondance entre théorie et expériences est moins bonne montrant ainsi les limites du modèle pour les ordres supérieurs ($n \geq 3$) : ordre de grandeur très approximatif et dispersion plus importante des résultats pour les expériences en fonction de la contrainte appliquée.

$$\frac{u_2}{u_1} = u_0 e^{-\alpha a} \frac{\omega^2}{32\epsilon_0\alpha c_0^2} \sim 7.10^{-3} \quad (3.41a)$$

$$\frac{u_3}{u_1} = u_0^2 e^{-2\alpha a} \left(\frac{\omega^2}{16\sqrt{3}\epsilon_0\alpha c_0^2} \right)^2 \sim 6.10^{-5} \quad (3.41b)$$

3.5 « Softening » des modules élastiques du matériau granulaire : Nonlinéarité hystérétique

Un des phénomènes, peut-être le plus surprenant que nous ayons observé expérimentalement, concerne le « softening » du module élastique de l'échantillon granulaire lorsque l'amplitude d'excitation augmente. Comme illustré sur la figure 3.15, le temps de vol moyen d'un paquet d'onde⁶ augmente avec V_{input} entraînant une diminution du module élastique, d'où la terminologie de « softening » ou encore « adoucissement » du matériau. Précisons que cette variation de la vitesse est *globale*, elle est de l'ordre de 2% pour $P = 700kPa$ lorsque V_{input} varie de 10V à 250V, ce qui correspond à une diminution du module élastique de l'ordre de 4%. Sur la figure 3.15b, les flèches indiquent un décalage en bloc du signal vers la droite.

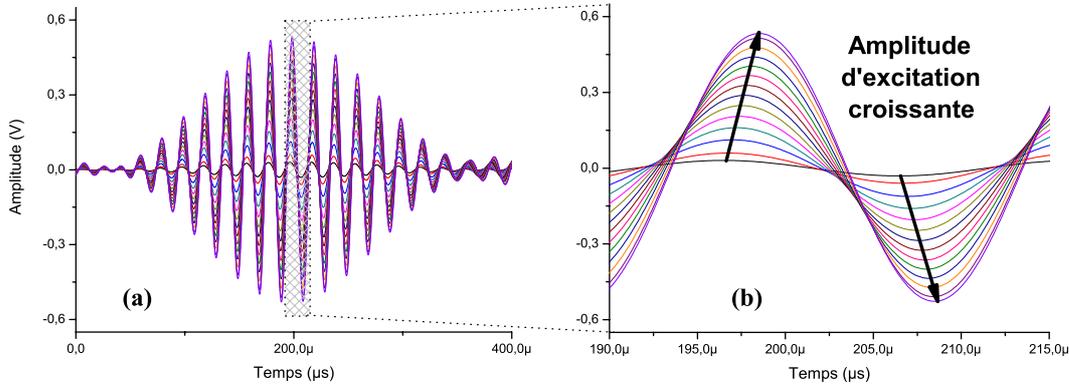


FIG. 3.15: (a) Mode fondamental ($f_0 = 50kHz$) pour plusieurs amplitudes d'excitation. (b) Zoom sur une période de ces signaux illustrant l'augmentation du temps de vol pour une amplitude d'excitation croissante ($L = 67mm$, $P = 700kPa$ et $V_{input} = 10 - 250V$).

Ce phénomène ne doit, en effet, pas être confondu avec la variation *locale* de vitesse, observée dans les solides ordinaires, responsable de la distorsion d'ondes conduisant à la formation des ondes de choc. Dans ce cas classique [55] de l'acoustique nonlinéaire, la vitesse d'une particule augmente ou diminue selon son signe mais reste globalement *inchangée* comme le montre la figure suivante :

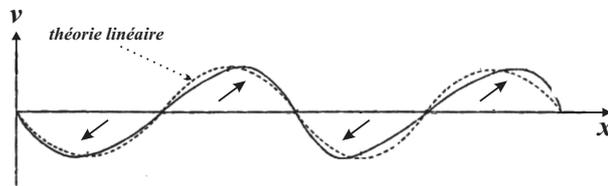


FIG. 3.16: Profil spatial de la vitesse d'une onde générée par un piston oscillant (Hugoniot, 1889). Extrait de [55].

⁶Il s'agit ici du mode fondamental ; précisons que cet effet de « softening » s'observe aussi sur la seconde harmonique. Toutefois, en raison d'un meilleur rapport signal/bruit nous focaliserons notre attention sur le fondamental. De plus, nous verrons par la suite, que le paramètre nonlinéaire β n'intervient pas dans le mécanisme que nous proposons.

3.5.1 Modèle de Mindlin

Pour interpréter ces résultats, nous invoquons ici un mécanisme hystérétique de frottement entre grains basé sur la théorie de *stick-slip* de Hertz-Mindlin. Considérons alors deux sphères identiques en contact soumises à une force normale constante F_0 et une force tangentielle oscillante $F_t(t)$ (Fig.3.17) dont l'amplitude F_t^* n'est pas suffisante pour séparer les deux corps ou les faire glisser l'un par rapport à l'autre : $F_t^* \leq \mu F_0$. La force normale appliquée étant constante, l'aire de contact de rayon a , et la contrainte normale résultante demeurent constantes selon la théorie hertzienne. L'application de la force tangentielle $F_t(t)$ dans le sens positive (chargement) entraîne un micro-glissement (*micro-slip*) au niveau de l'anneau $c \leq r \leq a$, ceinturant le disque de rayon c correspondant à la partie collée (*stick*) du contact.

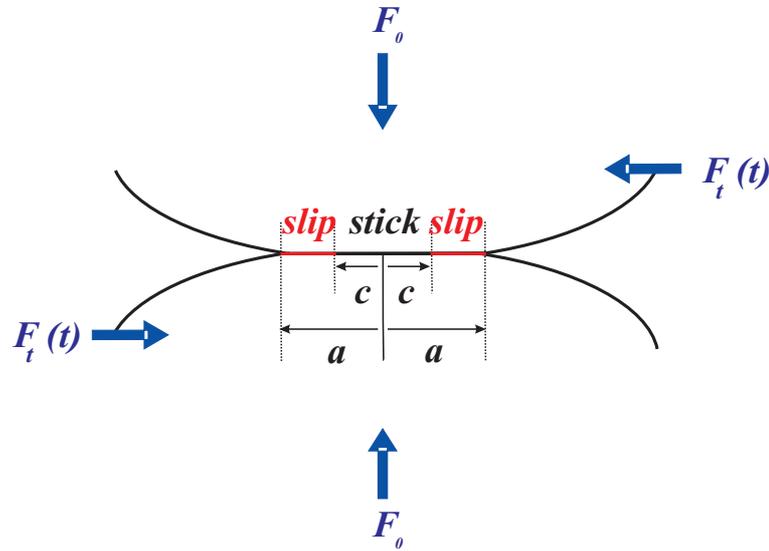


FIG. 3.17: Schéma d'un contact entre deux sphères identiques : disque *stick* de rayon c et anneau *slip* de rayon intérieur c et de rayon extérieur a .

Le déplacement tangentiel δ d'un corps par rapport à l'autre, lors d'un chargement (*loading*) est donné par l'équation suivante⁷ :

$$\delta_{load} = \frac{3(2-\nu)\mu F_0}{8Ga} \left\{ 1 - \left(1 - \frac{F_t}{\mu F_0} \right)^{2/3} \right\} \quad (3.42)$$

et correspond au chemin OA de la figure 3.18a. La raideur tangentielle *locale* associée à ce contact est donnée par : $\frac{dF_t}{d\delta} = \frac{4Ga}{(2-\nu)} [1 - F_t/\mu F_0]^{1/3}$. Elle est alors plus faible que la raideur initiale $D_t = 4Ga/(2-\nu)$ obtenue par Hertz-Mindlin dans le cas de non-glissement (*no-slip*). Notons que lorsque F_t tend vers la valeur-seuil de μF_0 , le rayon intérieur c de l'anneau de glissement tend vers 0 ainsi que la raideur $dF_t/d\delta$. Le cas où $F_t^* > \mu F_0$ traduit le glissement des deux sphères l'une par rapport à l'autre par frottement solide.

⁷Pour un cheminement plus détaillé de l'étude du contact entre deux sphères, se référer à l'ouvrage de K.L. Johnson : *Contact Mechanics* [75]

Revenons au cas où $F_t^* < \mu F_0$ (Fig.3.18a). À partir du point A ($F_t = F_t^*$), la force tangentielle commence à décroître ce qui est équivalent à l'application d'un incrément négatif dans F_t . Le déplacement tangentiel pendant cette phase de déchargement (*unloading*) est donné par :

$$\delta_{unload} = \delta^* - \Delta\delta = \frac{3(2-\nu)\mu F_0}{8Ga} \left\{ 2 \left(1 - \frac{F_t^* - F_t}{2\mu F_0} \right)^{2/3} - \left(1 - \frac{F_t^*}{\mu F_0} \right)^{2/3} - 1 \right\} \quad (3.43)$$

et correspond au chemin ABC de la figure 3.18a. Au point C, quand la force tangentielle est complètement opposée, en substituant F_t par $-F_t^*$ dans l'équation précédente, il vient : $\delta = -\delta^*$. Les conditions en ce point sont exactement opposées à celles au point A. Le chargement (*reloading*) à partir du point C, correspondant au chemin CDA, est alors décrit par :

$$\delta_{reload} = -\frac{3(2-\nu)\mu F_0}{8Ga} \left\{ 2 \left(1 - \frac{F_t^* + F_t}{2\mu F_0} \right)^{2/3} - \left(1 - \frac{F_t^*}{\mu F_0} \right)^{2/3} - 1 \right\} \quad (3.44)$$

La surface couverte par la boucle hystérétique représente l'énergie frictionnelle dissipée au cours d'un cycle ABCDA de chargement-déchargement. Nous avons vu, dans le chapitre précédent, que cette dissipation dépend du cube de l'amplitude de la force tangentielle T_* pour de faibles excitations.

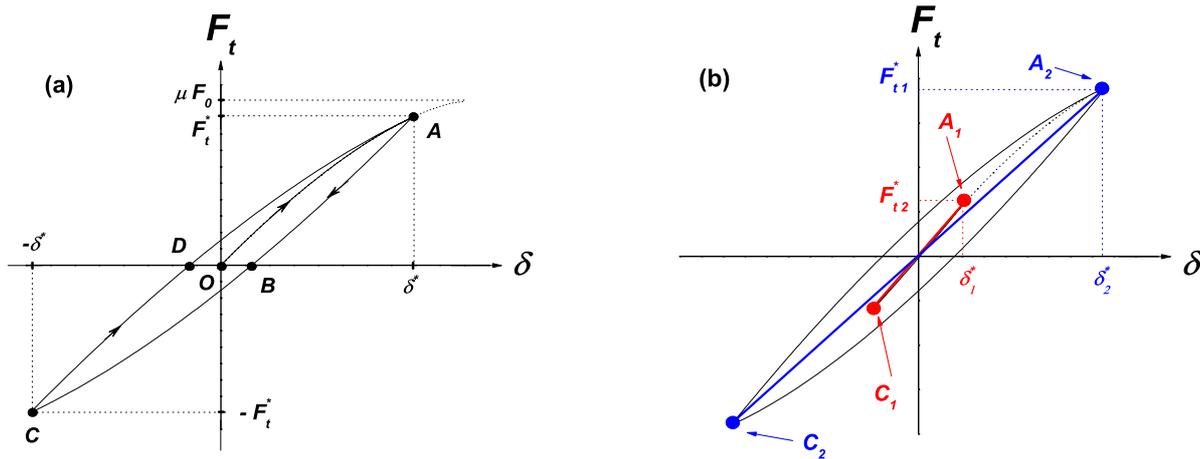


FIG. 3.18: (a) Relation force-déplacement tangentiels : boucle hystérétique associée à la dissipation frictionnelle lors d'un cycle de chargement-déchargement "acoustique". (b) Deux boucles hystérétiques pour deux amplitudes d'excitations différentes : $F_{t1}^* < F_{t2}^*$.

La raideur *moyenne* tangentielle associée à cette boucle hystérétique peut alors être définie par :

$$\left\langle \frac{dF_t}{d\delta} \right\rangle = \frac{1}{2\delta^*} \int_{-\delta^*}^{\delta^*} \frac{dF_t}{d\delta} d\delta = \frac{F_t(\delta^*) - F_t(-\delta^*)}{2\delta^*} \quad (3.45)$$

ce qui correspond aux pentes des deux droites (C_1A_1) et (C_2A_2) en trait plein de la figure 3.18b. Cette analyse montre bien la diminution de la raideur moyenne lorsque l'amplitude de la force tangentielle F_t^* augmente : $\left\langle \frac{dF_t}{d\delta} \right\rangle_1 > \left\langle \frac{dF_t}{d\delta} \right\rangle_2$. Dans une approximation de champ moyen, cette image physique illustre bien le mécanisme responsable de la diminution de la vitesse de propagation observée sur la figure 3.15. En effet, $\Delta c/c_0 \sim \Delta \left\langle \frac{dF_t}{d\delta} \right\rangle / D_t$ calculé à partir de l'équation 3.45 pour une contrainte $P = 700kPa$ et une déformation acoustique $\epsilon_a = 10^{-5}$ conduit à une diminution de

la vitesse de l'ordre de $-1,5\%$ ce qui est tout à fait comparable avec nos résultats expérimentaux (régime 1 de la figure 3.19).

3.5.2 Interaction irréversible des ondes élastiques avec le milieu granulaire

Comme mentionné précédemment, ce mécanisme de friction n'est plus valable quand $F_t > \mu F_0$, c'est-à-dire lorsque les deux sphères en contact commencent à glisser l'une par rapport à l'autre. Dans un empilement granulaire, les processus hystérétiques, s'accompagnant d'une perte de contact entre grains sous de fortes sollicitations, peuvent engendrer des réarrangements irréversibles entre les grains et une compaction du milieu [99]. Pour étudier cette transition où l'interaction des ondes élastiques avec le milieu granulaire devient *irréversible*, nous avons augmenté progressivement l'amplitude d'excitation V_{input} jusqu'à $250V$ en enregistrant entre chaque mesure, un signal de faible amplitude $V_{input} = 10V$ (cf. protocole Fig.3.19a). Ce dernier, faisant office sonde, permet de contrôler une éventuelle modification de la structure de l'échantillon causée par le passage des ondes de fortes amplitudes.

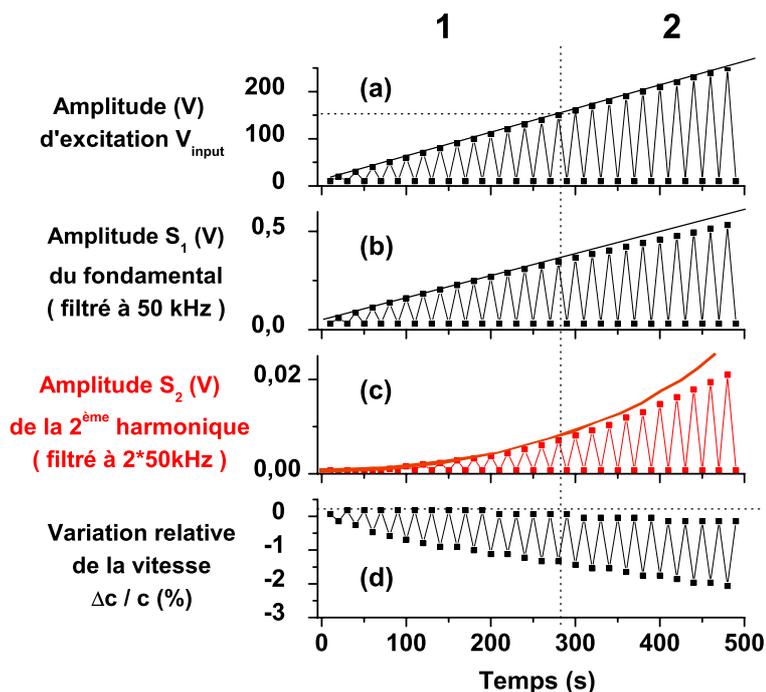


FIG. 3.19: Interactions réversible (Régime 1) et irréversible (Régime 2) entre les ondes élastiques et le milieu granulaire. (a) Amplitude du signal d'excitation au cours de l'expérience (b) Amplitude de la composante fondamentale du signal transmis (c) Amplitude de la deuxième harmonique (d) Variation relative de la vitesse de propagation ($L = 67mm$, $P = 700kPa$).

À amplitude modérée (régime 1), l'interaction onde-milieu est réversible. En effet, le module élastique retrouve instantanément sa valeur initiale après le passage d'ondes de fortes amplitudes. Nous observons, dans ce régime, la signature de la *coexistence* des nonlinéarités de Hertz et de Mind-

lin se traduisant, respectivement, par la génération de la deuxième harmonique (dépendant du carré de V_{input}) et la diminution de la vitesse de propagation. À plus forte amplitude (régime 2), les effets nonlinéaire hystérétiques deviennent prédominants et conduisent à des processus irréversibles. En effet, au-delà de $V_{input} = 150V$, les dépendances du mode fondamental et de la seconde harmonique (Fig.3.19b,c) avec V_{input} sont indéterminées ; en outre, le matériau ne retrouve pas instantanément son module élastique initial (Fig.3.19d)

Le seuil d'amplitude entre ces deux régimes dépend de la contrainte appliquée. Plus celle-ci est faible, plus la transition se manifeste rapidement et plus le phénomène de « softening » du module élastique est important : pour $P = 90kPa$, le régime irréversible est atteint pour $V_{input} = 40V$ (Fig.3.20) et la diminution de la vitesse de propagation atteint jusqu'à 6% se traduisant de manière équivalente par un ramollissement du matériau de l'ordre de 12% en termes de module élastique. Nous observons par ailleurs, un tassement de l'échantillon ΔL de l'ordre de $35\mu m$ sur toute la durée de l'expérience (Fig.3.20e). Cette variation de la hauteur est donc très inférieure à la taille des billes ($d \sim 700\mu m$), excluant par conséquent les réarrangements collectifs au sein du milieu granulaire observés dans les expériences de « tapping » [86]. Cette variation de hauteur $\frac{\Delta L}{L}$ "ramenée" à la taille d'une bille correspond à un déplacement de quelques centaines de nanomètres ($\frac{\Delta L}{L} * d \approx 350nm$), c'est-à-dire l'ordre de grandeur estimé des aspérités de la surface des billes (Fig.2.9).

Nos expériences suggèrent plutôt un effet lié à la rugosité de la surface des grains à une échelle plus petite que leur diamètre. Le contact *réel* entre deux sphères solides s'établit sur une surface micrométrique au niveau des aspérités. Au centre de la surface de contact, la contrainte tangentielle est minimum alors que la contrainte normale, elle, est maximum. La raideur des aspérités en contact à ce niveau est elle aussi maximum en raison d'une grande surface de contact. La force tangentielle étant faible dans cette région, la contribution de la déformation des aspérités à la raideur résultante globale du contact est négligeable. En revanche, sur les bords du contact, là où la contrainte tangentielle est plus grande (et la contrainte normale plus faible), des effets de glissements (au sens de Coulomb) peuvent se manifester lors de fortes sollicitations acoustiques au niveau des aspérités, d'où le terme de *micro-glissements*. La description de ce phénomène à l'échelle microscopique est parfaitement analogue à la description du frottement au niveau de l'anneau de contact de Mindlin entre deux sphères dures. La distribution des micro-contacts étant aléatoire [75], les processus hystérétiques décrits précédemment ("micro-sliding") liés à la vibration acoustique seront irréversibles et entraîneront des réarrangements à l'échelle microscopique.

Il est possible de récupérer une partie, voire la totalité, des micro-contacts perdus après le passage des ondes en laissant vieillir l'échantillon sous la même contrainte. Lors de ce vieillissement, le module élastique initial est alors retrouvé par un processus logarithmique (Fig.3.20f) correspondant à une récupération des contacts à l'échelle des aspérités : *aging effect* [6].

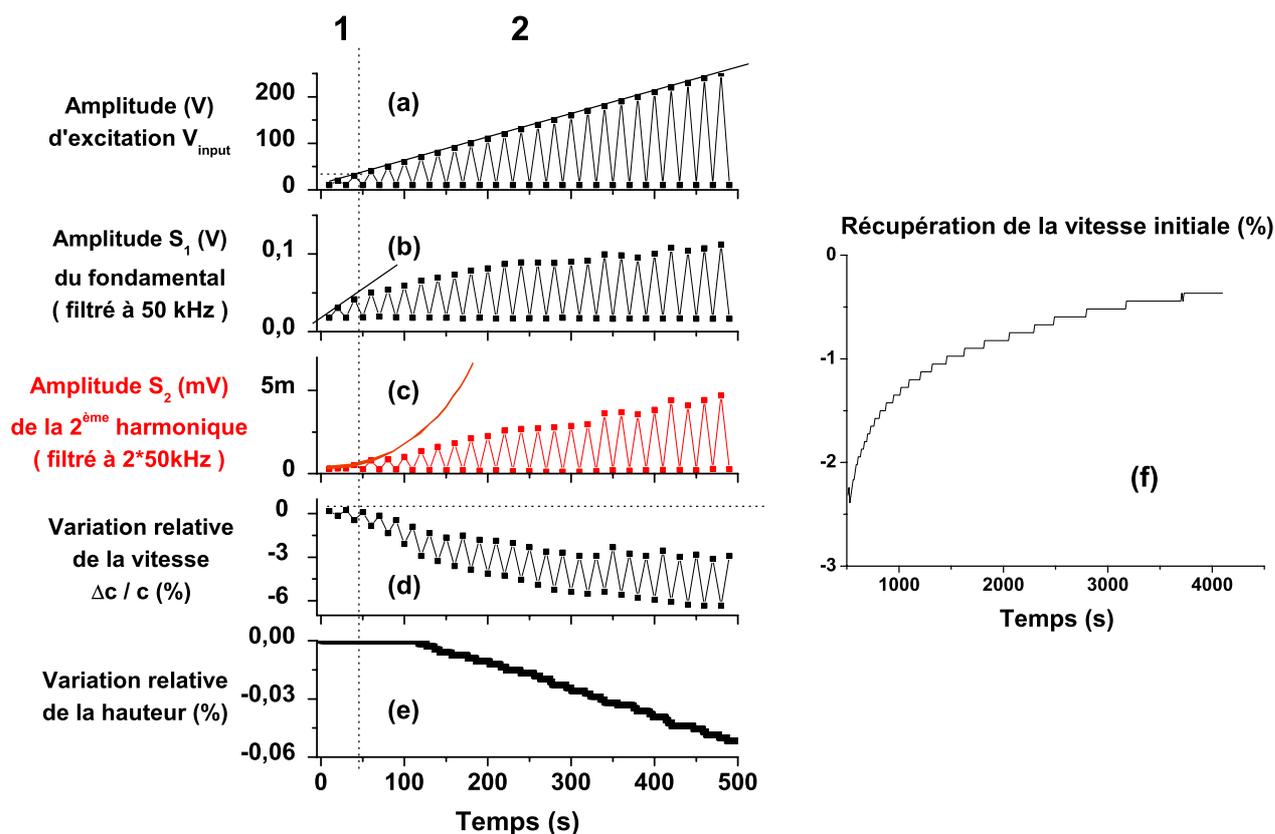


FIG. 3.20: Interaction réversible (Régime 1) et irréversible (Régime 2) entre les ondes élastiques et le milieu granulaire. (a) Amplitude du signal d'excitation au cours de l'expérience (b) Amplitude de la composante fondamentale du signal transmis (c) Amplitude de la deuxième harmonique (d) Variation relative de la vitesse de propagation (e) Variation relative de la hauteur (f) Récupération de la vitesse par vieillissement des contacts ($L = 67mm$, $P = 90kPa$).

3.5.3 Micro-réarrangements liés au premier passage des ondes

Les expériences menées par Liu & Nagel [85] ont montré que les effets hystérétiques irréversibles se manifestent lors du premier passage des ondes. Ce phénomène peut-être observé lors d'une série de charges et de décharges "acoustiques", en augmentant puis en diminuant progressivement l'amplitude d'excitation. Dans l'expérience suivante, nous avons effectué deux cycles de charge-décharge consécutives (Fig.3.21) : V_{input} varie de 10V à 250V lors du premier chargement (courbe 1) et de 250V à 10V lors du déchargement (courbe 1bis), même protocole pour le deuxième cycle (courbes 2 et 2bis).

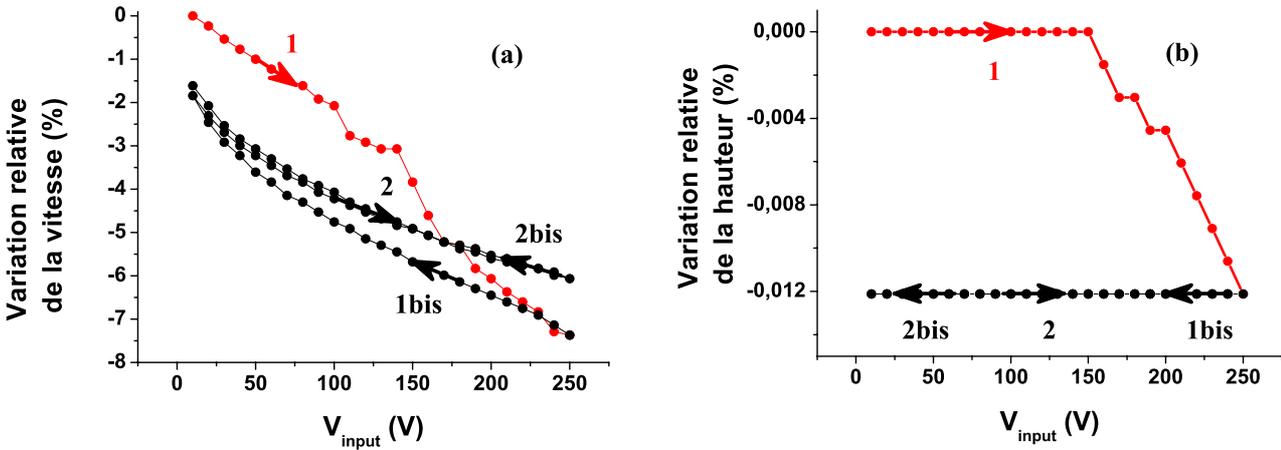


FIG. 3.21: Série de deux cycles de charge-décharge "acoustiques" (a) Variation relative de la vitesse de propagation (b) Variation relative de hauteur de l'échantillon.

Il apparaît très nettement que l'échantillon se compacte lors de la première charge "acoustique" (courbe 1 de la figure 3.21b) et lorsque l'amplitude maximale $V_{input} = 250V$ est atteinte pour la première fois, la hauteur ne varie plus. La structure du matériau granulaire a donc été modifiée par cette première rampe d'amplitude. Lors de la décharge "acoustique" l'amplitude d'excitation est ramenée à sa valeur initiale $V_{input} = 10V$ (courbe 1bis). Force est de constater que le module élastique n'a pas retrouvé sa valeur initiale puisque l'on observe une diminution de la vitesse de l'ordre de $-1,5\%$ (Fig.3.21a). Il résulte donc de ce premier cycle, une compaction de l'échantillon et un « softening » du module élastique témoignant des processus irréversibles liés aux micro-glissements entre billes à l'échelle des aspérités correspondant au cas où $F_t^* > \mu F_0$.

En revanche, les mesures faites pendant le deuxième cycle de charge-décharge montrent un comportement réversible du matériau lors de sa perturbation par les ondes acoustiques. En effet, les deux courbes 2 et 2bis se superposent. La diminution de la vitesse de propagation est toujours observable lorsque l'amplitude d'excitation augmente mais son ampleur est moindre. Elle est attribuée au mécanisme hystérétique décrit dans la section précédente dans le cas où $F_t^* < \mu F_0$.

3.6 Auto-démodulation d'amplitude dans les milieux granulaires

Les nonlinéarités des milieux granulaires ont fait l'objet de récents travaux [121] basés le concept d'antenne paramétrique qui utilise le phénomène d'acoustique nonlinéaire désigné par « auto-démodulation d'amplitude ». Ce terme, inventé par Bertkay dans les années 1960s, désigne la génération nonlinéaire d'un signal basse fréquence BF (onde secondaire) résultant de l'interaction nonlinéaire d'ondes hautes fréquences HF dites de pompage (ondes primaires). Les premiers résultats furent publiés par Westervelt en 1963 [132] puis Bertkay en 1965 [7] et indépendamment par Zverev et Kalachev en 1970 [142]. Si les premières expériences ont été menées dans l'eau, le concept d'antenne paramétrique peut être utilisé dans des milieux non linéaires fortement hétérogènes comme les milieux granulaires [122]. Nous rappellerons, dans cette section, quelques éléments théoriques concernant le phénomène d'auto-démodulation d'amplitude et présenterons quelques résultats expérimentaux obtenus dans les milieux granulaires.

3.6.1 Description de l'antenne paramétrique

Dans leur ouvrage [98] Naugolnykh & Ostrovsky, discutent de la théorie de l'antenne paramétrique en précisant son mode de fonctionnement de manière simple. Nous rappellerons, ici, les grandes lignes permettant d'aboutir à une expression du signal démodulé en reprenant leurs hypothèses. Cette théorie est généralement basée sur une approximation selon laquelle l'onde secondaire n'interagit pas avec les ondes primaires dont la propagation est supposée linéaire. Dans la littérature traitant de l'antenne paramétrique, la variable inconnue utilisée est souvent la pression p et non la vitesse v ou encore le déplacement u utilisés précédemment. Considérons alors une onde de pompage haute fréquence dont la forme est la suivante :

$$p_{HF} = \frac{1}{2}A(r, t)e^{i(\omega t - kx)} + c \quad (3.46)$$

où A , l'amplitude de la pression, est une fonction lentement variable et x la coordonnée sur l'axe du faisceau acoustique. Comme pour l'expression de la seconde harmonique trouvée précédemment, une solution est alors recherchée sous la forme de $p = p_{HF} + p_{BF}$ avec p_{BF} une faible composante basse fréquence. Seul le champ acoustique primaire ($p = p_{HF}$) sera substitué dans le terme non linéaire ; de plus, dans la mesure où les ondes sont considérées comme planes, nous pourrions utiliser $p = \rho_0 c_0 v = c_0^2 \rho$ par la suite. La dissipation ne sera prise en compte que pour l'onde de pompage.

L'équation d'onde, dite de Westervelt, que les auteurs utilisent a été établie pour les milieux fluides (gaz ou liquide). Nous l'adaptions, ici, en utilisant l'équivalence (Eq.3.17) entre les différents paramètres de non linéarité, d'où :

$$\frac{\partial^2 p}{\partial x^2} - \frac{1}{c_0^2} \frac{\partial^2 p}{\partial t^2} = \frac{\beta}{\rho_0 c_0^4} \frac{\partial^2 p^2}{\partial t^2} \quad (3.47)$$

Enfin, en considérant p_{BF} comme une fonction lentement variable, l'équation précédente peut être moyennée sur plusieurs périodes de l'onde de pompage. Il vient alors, pour la composante

lentement variable, l'équation d'onde inhomogène suivante :

$$\frac{\partial^2 p_{BF}}{\partial x^2} - \frac{1}{c_0^2} \frac{\partial^2 p_{BF}}{\partial t^2} = \frac{\beta}{\rho_0 c_0^4} \frac{\partial^2}{\partial t^2} \langle p_{HF}^2 \rangle = \frac{\beta}{2\rho_0 c_0^4} \frac{\partial^2 A^2}{\partial t^2} \quad (3.48)$$

où $\langle \rangle$ désigne un moyennage sur les temps « rapides ». Le membre de droite de l'équation précédente constitue une distribution de « sources virtuelles » pour le champ acoustique basse fréquence, associée à l'interaction des hautes fréquences de pompage avec la nonlinéarité du milieu. La solution générale de l'équation d'onde 3.48 est connue sous la forme :

$$p_{BF} = \frac{\beta}{8\pi\rho_0 c_0^4} \int_V \frac{1}{r} \frac{\partial^2 A^2(t - r/c_0)}{\partial t^2} dV \quad (3.49)$$

où l'intégrale se fait sur le volume occupé par les « sources » et r est une distance de l'élément dV au point d'observation. Dans le cas général, la quantité A^2 est spécifiée par la solution du problème nonlinéaire de diffraction de l'onde de pompage. Trouver A^2 et calculer l'intégrale de l'équation 3.49 peut s'avérer compliqué et nécessiter des hypothèses simplificatrices supplémentaires dépendant notamment des échelles caractéristiques de nonlinéarité (L_{nl}), d'atténuation ($L_a = \frac{1}{\alpha}$) et de diffraction ($L_d = \frac{1}{2}k\phi^2$, ϕ étant le rayon de l'émetteur).

Considérons alors la cas simple mais réaliste d'un pompage « linéaire », pour $L_{nl} \gg L_d$, c'est-à-dire que les distorsions nonlinéaires sont petites dans le champ acoustique de pompage qui peut être traité comme une onde se propageant linéairement en s'amortissant. La formation du champ acoustique basse fréquence dépend du rapport L_a/L_d , dont les deux cas extrêmes correspondent à deux régimes de fonctionnement de l'antenne paramétrique :

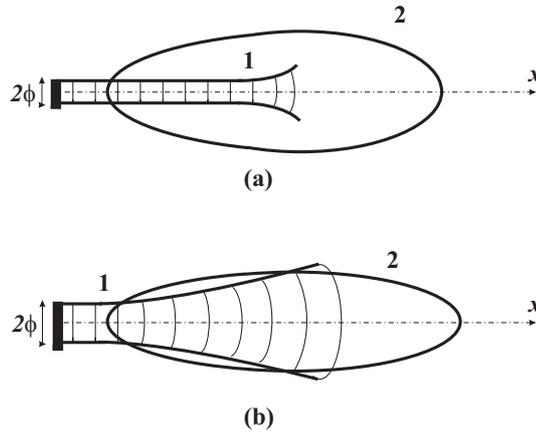


FIG. 3.22: Deux régimes de fonctionnement de l'antenne paramétrique : (a) interaction en champ proche - régime de Westervelt et (b) interaction en champ lointain - régime de Berkay. La courbe 1 délimite le champ de l'onde de pompage et la courbe 2 le diagramme de directivité de l'onde basse fréquence.

(a) $L_a \ll L_d$, les ondes de pompage sont fortement atténuées et faiblement diffractées, leur interaction non linéaire se produit principalement dans leur champ proche, lorsque le faisceau est encore collimaté. Il s'agit du régime de Westervelt (Fig.3.22(a)).

(b) $L_a \gg L_d$, les ondes de pompage sont fortement diffractées et faiblement atténuées. Le signal démodulé basse fréquence est ainsi principalement généré dans le champ lointain (diffractant) des ondes HF. L'antenne paramétrique fonctionne alors dans le régime de Bertkay (Fig.3.22(b)).

Modèle de Westervelt pour l'antenne paramétrique

Dans la suite de cette section, nous nous intéresserons uniquement au régime de Westervelt pour aboutir à l'expression du champ acoustique du signal démodulé trouvé par Bertkay (1965). Le faisceau acoustique primaire apparaît comme un faisceau, de section $S = \pi\phi^2$, amorti non-divergeant dont l'amplitude sur l'axe du faisceau est :

$$A = p_0 E(\tau) e^{-\alpha x}, \quad \tau = t - r/c_0 \quad (3.50)$$

où α est le coefficient d'atténuation de l'onde porteuse, $E(\tau)$ une fonction de modulation de l'amplitude d'excitation p_0 . En substituant Eq.3.50 dans Eq.3.49 et en supposant que l'observateur est suffisamment éloigné de la source ($r > L_d$) pour que $1/r$ puisse être sorti de l'intégrale, il vient :

$$p_{BF} = \frac{\beta}{8\pi\rho_0 c_0^4 r} \iiint_{xyz} p_0^2 \frac{\partial^2 E^2(\tau)}{\partial t^2} e^{-2\alpha x} dx dy dz \quad (3.51)$$

Dans le cas d'un faisceau acoustique axial symétrique avec une distribution d'amplitude homogène sur toute sa section, $\int_S p_0^2 dy dz = \pi p_0^2 \phi^2$. En intervertissant l'intégrale et la dérivée temporelle :

$$p_{BF} = \frac{\beta p_0^2 \phi^2}{8\rho_0 c_0^4 r} \left[\frac{\partial^2}{\partial t^2} \int_x E^2(\tau) e^{-2\alpha x} dx \right] \quad (3.52)$$

Considérant que la vitesse de propagation de la source $E^2(\tau)$ coïncide avec celle du son, la source se déplace le long de l'axe en synchronisation avec l'onde si bien que le champ résulte de la superposition de toutes les contributions sommées en phase :

$$\int_0^\infty E^2(\tau) e^{-2\alpha x} dx = E^2(\tau) \int_0^\infty e^{-2\alpha x} dx = \frac{1}{2\alpha} E^2(\tau) \quad (3.53)$$

et finalement l'équation 3.52 conduit à :

$$p_{BF} = \frac{\beta p_0^2 \phi^2}{16\alpha\rho_0 c_0^4 r} \frac{\partial^2 E^2}{\partial t^2} \quad (3.54)$$

Il apparaît les dépendances « classiques » avec l'amplitude d'excitation ($\propto p_0^2$) et le paramètre nonlinéaire ($\propto \beta$) comme observé pour la seconde harmonique. Notons cependant la dépendance de l'amplitude du signal démodulé avec la dérivée **seconde**⁸ de l'enveloppe du signal d'excitation ($\propto \partial^2 E^2 / \partial t^2$).

⁸Précisons que dans le cas du régime de Bertkay, une dérivée première de l'enveloppe d'excitation est attendue.

Parmi les enveloppes couramment employées pour moduler l'amplitude d'un signal, l'enveloppe gaussienne présente l'avantage de pouvoir facilement identifier l'ordre de dérivation par la forme du signal démodulé. Ainsi, la forme de la dérivée première d'une gaussienne présente un point de symétrie alors que la dérivée seconde présente, elle, un axe de symétrie (Fig.3.23).

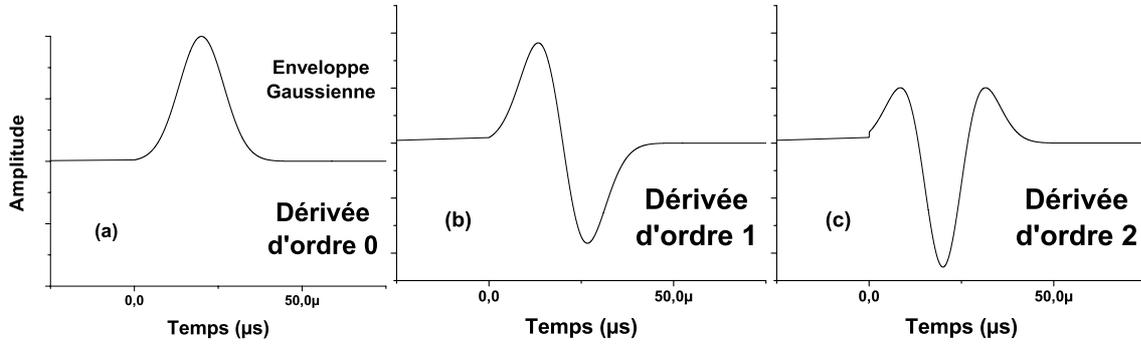


FIG. 3.23: Dérivées successives d'une enveloppe de type gaussienne : (a) ordre 0, (b) ordre 1 et (c) ordre 2.

3.6.2 Antenne paramétrique dans un milieu granulaire

Régime de fonctionnement

Un signal sinusoïdal modulé par une enveloppe gaussienne a ainsi été utilisé pour connaître le régime de fonctionnement de l'antenne paramétrique dans notre milieu granulaire composée de billes de verre de diamètre d compris entre $600\mu m$ et $800\mu m$. Le signal d'excitation $f(t)$ utilisé a les caractéristiques suivantes :

$$f(t) = e^{-(t/t_m)^2} \sin(2\pi f_{HF} t) \quad (3.55)$$

où le temps caractéristique de la gaussienne est $t_m = 10\mu s$ et sa durée est de $40\mu s$. Les résultats expérimentaux présentés ci-dessous ont été obtenus pour des fréquences de pompage supérieures ou égales à $150kHz$. Pour cette fréquence, sachant que les transducteurs ont un rayon de $\phi = 16mm$, la longueur caractéristique de diffraction du faisceau acoustique est $L_d = \frac{1}{2}k\phi^2 \approx 24cm$. En outre, la longueur d'atténuation a été estimée (cf paragraphe précédent) à $L_a = 1/\alpha = 1cm$ pour cette fréquence. Les ondes primaires sont donc atténuées avant d'être diffractées. L'antenne paramétrique devrait donc fonctionner dans le régime de Westervelt pour $f_{HP} > 150kHz$. En effet, si la fréquence augmente, l'atténuation devient plus forte ($L_a \searrow$) et la directivité du faisceau acoustique est meilleure ($L_d \nearrow$); ainsi le rapport L_a/L_d reste très inférieur à l'unité.

Sur la figure 3.24, la forme du signal démodulé, dont la fréquence est voisine de $35kHz$, apparaît comme la dérivée seconde de l'enveloppe gaussienne d'excitation pour les différentes fréquences de pompage confirmant ainsi le régime de fonctionnement de l'antenne paramétrique attendu. Notons que pour $f_{HF} = 150kHz$, le signal démodulé présente une nette asymétrie suggérant un ordre de dérivation légèrement inférieur à 2. Il est probable qu'à cette fréquence, le régime de Westervelt ne

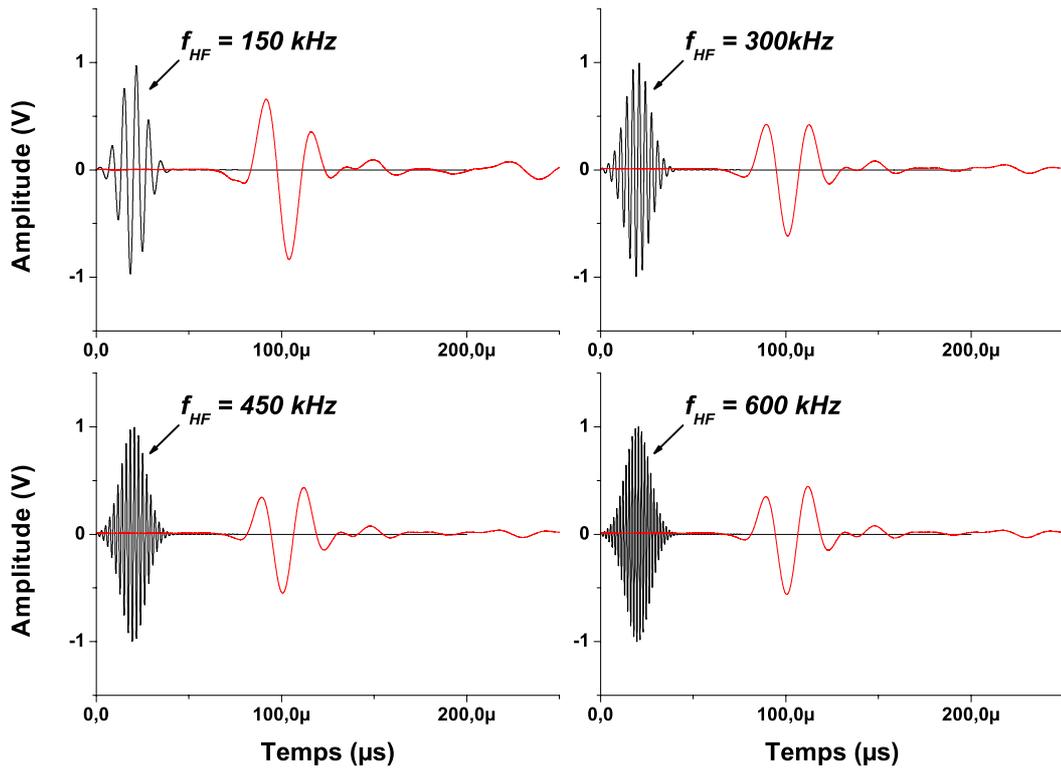


FIG. 3.24: Signaux démodulés pour plusieurs fréquences de pompage : $f_{HF} = 150\text{kHz}$, 300kHz , 450kHz et 600kHz ($V_{input} = 250\text{V}$, $L = 35\text{mm}$ et $P = 35\text{kPa}$).

soit pas complètement établi. Par ailleurs, cette fluctuation de l'ordre de dérivation selon la fréquence de pompage a été observée lors de récents travaux [122] sur des empilements non-consolidés de billes de verre de diamètre $150\mu\text{m}$ montrant un ordre de dérivation de 1,85 pour $f_{HF} = 140\text{kHz}$ et 1,95 pour $f_{HF} = 300\text{kHz}$.

Excitation par d'autres types de signaux

L'énergie des ondes de pompage hautes fréquences se transfert progressivement vers le signal démodulé basse fréquence au cours de leur propagation dans la zone d'interaction non linéaire (Fig.3.22a) jusqu'à extinction des ondes primaires par atténuation dans le milieu. En faisant varier la longueur de l'échantillon, il est alors possible d'observer ce transfert progressif. Celui-ci a notamment été mis en évidence par Averkiou et al. [4] dans un fluide visqueux (glycérine), en utilisant un train d'ondes comme signal d'excitation. Précisons que l'enveloppe de ce signal n'est pas rectangulaire comme dans notre étude sur la génération des harmoniques. L'auto-démodulation d'amplitude, résultant de l'interaction de fréquences proches, ne pourra pas être observable au centre du train d'ondes, là où le signal apparaît comme monochromatique en termes d'analyse temps-fréquence. Ce phénomène sera donc localisé au niveau des fronts montant et descendant, où le spectre fréquentiel présente une certaine largeur. Or, nous avons vu que l'utilisation d'une fenêtre rectangulaire entraîne

une pollution par la source du signal généré non linéairement à ce niveau. La modulation de ces fronts par deux demi-gaussiennes permet de limiter cette contamination en réduisant le spectre fréquentiel d'émission. La figure 3.25 montre que l'utilisation d'une telle enveloppe limite fortement l'injection des basses fréquences. Ce signal a été créé à partir de la gaussienne précédente ($t_m = 20\mu s$) et se présente sous la forme de $f(t) = E(t)\sin(2\pi f_{HF} t)$, avec :

$$E(t) = \begin{cases} \exp\left[-\left(\frac{t-t_1}{t_m}\right)^2\right] & \text{pour } t \leq t_1 = 20\mu s \\ 1 & \text{pour } t_1 \leq t \leq t_2 \\ \exp\left[-\left(\frac{t-t_2}{t_m}\right)^2\right] & \text{pour } t \geq t_2 = 180\mu s \end{cases} \quad (3.56)$$

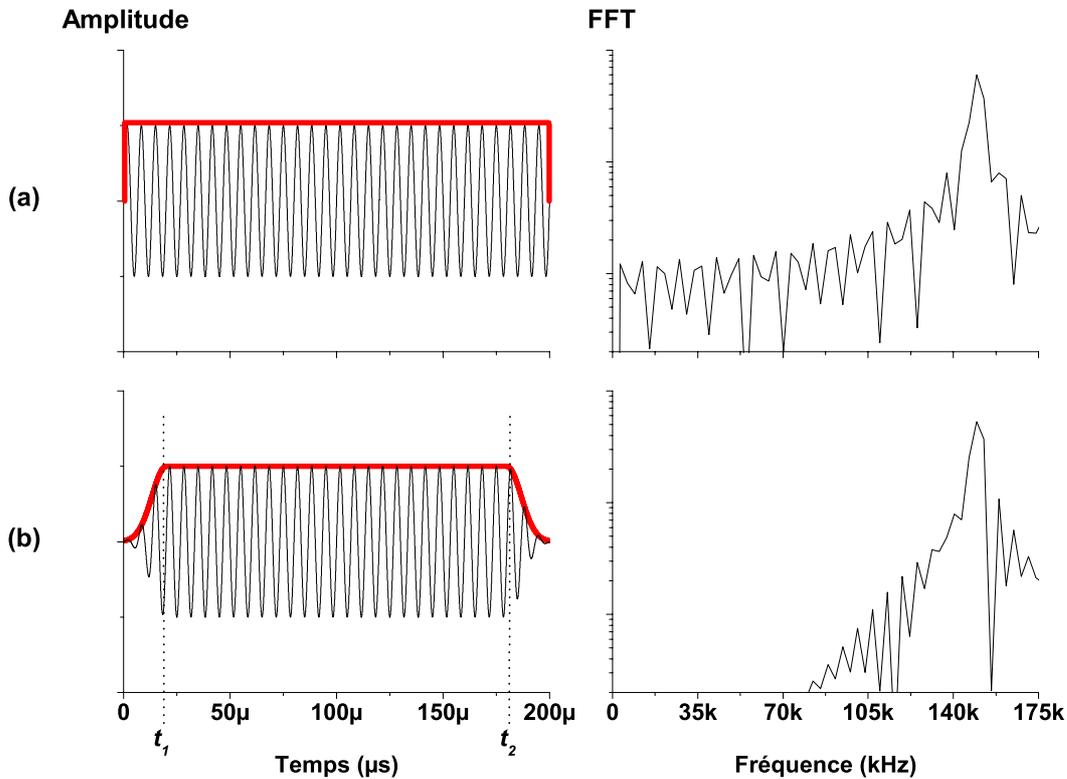


FIG. 3.25: Deux types de signaux d'excitation et leur spectre fréquentiel. (a) enveloppe purement rectangulaire et (b) enveloppe rectangulaire dont les fronts montants et descendants sont modulés par des demi-gaussiennes.

La figure 3.26 montre l'évolution de ce signal et de son spectre fréquentiel au cours de sa propagation dans le milieu granulaire. Les hautes fréquences s'atténuent peu à peu puis disparaissent complètement pour $L = 35mm$; à cette distance, seul le signal démodulé survit. La composition spectrale du signal transmis montre bien le transfert d'énergie s'opérant des hautes fréquences (ondes primaires) vers les basses fréquences (ondes secondaires). Partant d'un signal d'excitation parfaitement symétrique, il peut paraître surprenant de détecter un signal qui ne l'est pas. Cependant,

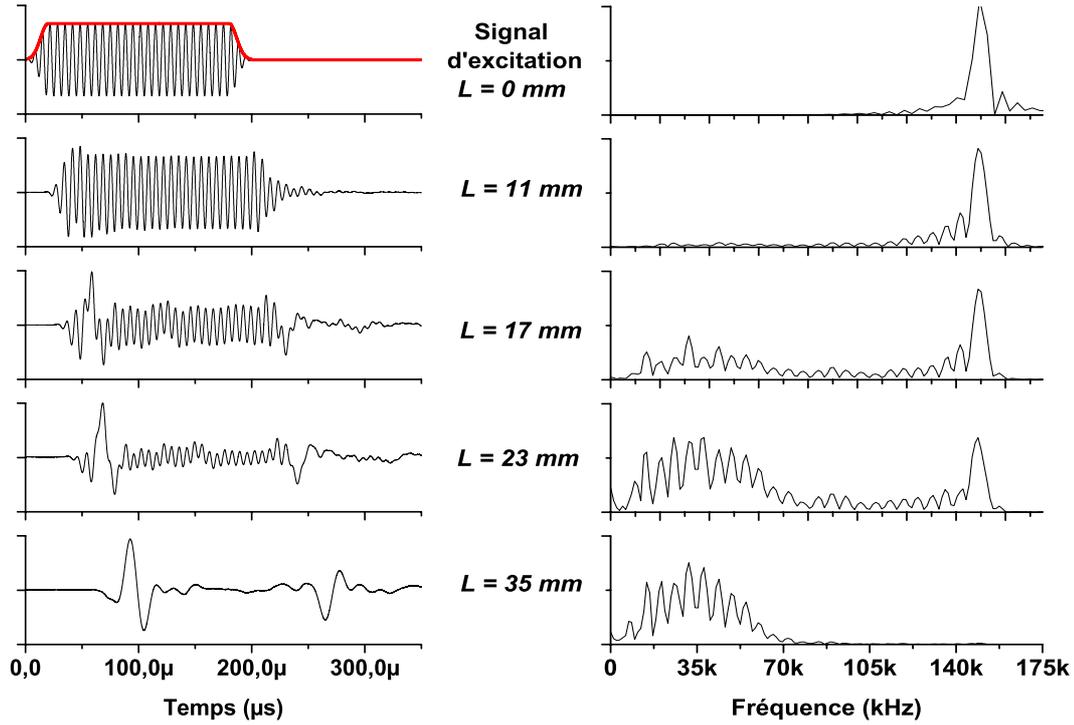


FIG. 3.26: Auto-démodulation progressive d'un train d'ondes centrée à $f_{HF} = 150kHz$. Enregistrements des signaux temporels transmis et transformées de Fourier ($V_{input} = 250V$, $L = 35mm$ et $P = 35kPa$).

pour une fréquence de pompage de $150kHz$ et une modulation caractérisée par le temps $t_m = 10\mu s$, nous avons vu que le régime de Westvelt n'est pas complètement établi. Ainsi, l'ordre de dérivation associé au signal démodulé n'est pas exactement égal à 2, d'où l'asymétrie observée. En d'autres termes, la mise bout à bout des deux signaux démodulés de la figure 3.26 permet de reconstituer le signal démodulé de la figure 3.24. Pour $L = 35mm$, le signal est parfaitement démodulé (plus aucune distorsion du signal liée à la présence de hautes fréquences), ainsi la mesure de son amplitude est sans ambiguïté. Malgré les précautions prises pour limiter l'injection de basses fréquences au niveau de la source par l'utilisation d'une enveloppe à fronts gaussiens, nos mesures ont montré que l'amplitude du signal démodulé ne dépend pas exactement du carré de l'amplitude d'excitation ($\propto V_{input}^{1,6}$) comme attendu (Eq.3.54).

Pour s'affranchir de ces effets parasites de la source, nous avons utilisé un signal d'excitation modulé en amplitude (AM) du type : $f(t) = \sin(2\pi f_{1HF} t) + \sin(2\pi f_{2HF} t)$, avec $f_{1HF} = 132,5kHz$ et $f_{2HF} = 167,5kHz$. L'énergie provenant de ces deux ondes primaires hautes fréquences est alors transférée, par interaction nonlinéaire, vers la basse fréquence « différence » $f_{2HF} - f_{1HF} = 35kHz$ (Fig.3.27). Pour une forte amplitude, le signal est parfaitement démodulé et sa forme correspond à l'enveloppe⁹ de modulation du signal d'excitation. Par contre, pour une plus faible amplitude, le signal transmis est essentiellement constitué des fronts montant et descendant générés par la source.

⁹En toute rigueur, il s'agit de la dérivée seconde de l'enveloppe qui est confondue avec l'enveloppe d'émission à un pré-facteur d'amplitude près pour un signal sinusoïdal.

Les mesures effectuées sur le premier pic (S_{AM1}) montrent d'ailleurs, que son amplitude dépend linéairement de V_{input} . L'amplitude du pic central (S_{AM1}) dépend, elle, du carré de l'amplitude d'excitation car à ce niveau, le signal n'est pas contaminé par la source (même raisonnement que pour l'émergence de la troisième harmonique décrite précédemment, cf Fig.3.9).

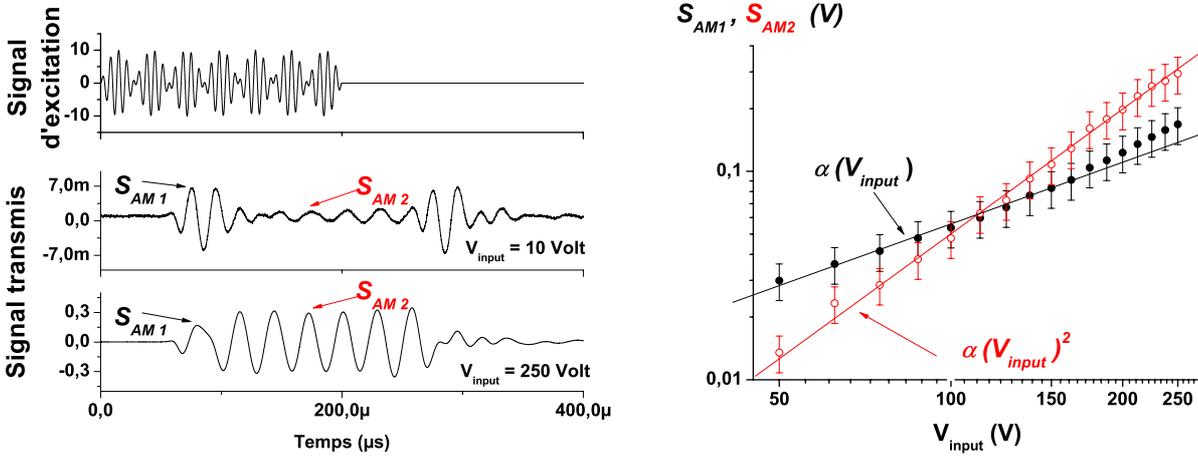


FIG. 3.27: Observation expérimentale de la génération du signal démodulé à partir d'un signal modulé en amplitude avec $f_{1HF} = 132,5kHz$ et $f_{2HF} = 167,5kHz$ et mesures d'amplitudes ($L = 35mm$ et $P = 35kPa$).

3.6.3 Influence des nonlinéarités hystérétiques sur l'antenne paramétrique

Une déviation à la dépendance quadratique de S_{AM2} avec V_{input} est observée aux fortes amplitudes d'excitation pour une plus faible contrainte de confinement (Fig.3.28a). Par ailleurs, la mesure simultanée de la hauteur de l'échantillon au cours de l'expérience révèle une compaction de celui-ci de quelques microns (Fig.3.28b).

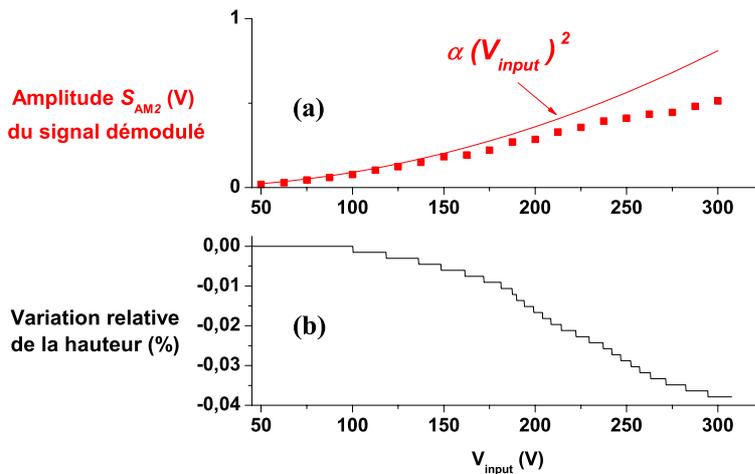


FIG. 3.28: Transition entre un processus réversible à l'origine du phénomène d'auto-démodulation d'amplitude et un processus irréversible conduisant à la compaction de l'échantillon. (a) Variation relative de la vitesse de propagation (b) Variation relative de la hauteur de l'échantillon ($L = 35mm$ et $P = 15kPa$).

Cette modification irréversible de la structure de l'échantillon est sans nul doute la conséquence des micro-glissements au niveau des aspérités des billes évoqués précédemment, ceux-ci étant imputés aux nonlinéarités hystérétiques du milieu granulaire. Le caractère imprévisible de la rupture de ces micro-contacts liée à la perturbation acoustique ne permet pas de dégager une dépendance claire de S_{AM2} avec V_{input} dans ce régime. L'évolution de l'amplitude du signal avec V_{input} au delà du seuil marquée par la déviation de la figure 3.28a semble aléatoire. Elle dépend probablement de plusieurs paramètres de contrôle comme la contrainte de confinement et de manière plus générale de l'*histoire* du matériau.

Cependant, précisons ici qu'un autre mécanisme a été invoqué, dans de récents travaux [122], pour expliquer cet écart à la théorie classique basée sur le contact hertzien. Ce mécanisme est le « clapping », il suppose l'ouverture et la fermeture des contacts entre billes comme cela peut être le cas dans certains milieux fissurés comme les roches. Toutefois, le caractère indiscutablement irréversible des processus conduisant à une compaction du milieu laissent à penser que les mécanismes réversibles tel le « clapping » sont inadéquates pour décrire le comportement des milieux non-consolidés, en particulier les milieux granulaires.

3.7 Conclusion

Le caractère fortement nonlinéaire des milieux granulaires est désormais communément admis. Cependant, bon nombre de nonlinéarités sont susceptibles d'être à l'origine d'effets d'acoustique observés dans ces milieux hétérogènes. D'un point de vue expérimental, il n'est pas évident de discerner le ou les bons mécanismes responsables du comportement très nettement nonlinéaire de ce type de matériau. Le travail présenté dans ce chapitre a permis d'identifier deux types de nonlinéarités : hertzienne et hystérétique. Celles-ci ont été étudiées grâce à des mesures portant sur l'amplitude et la vitesse des ondes de compression se propageant dans le milieu.

L'équation d'état d'un milieu granulaire fait apparaître un terme nonlinéaire du premier ordre β qui ne peut être négligé. Dans ce milieu très dissipatif, ce terme est à l'origine de la génération d'harmoniques supérieures qui ont pu être observées par une méthode de filtrage expérimentale. L'origine de ce phénomène, attribuée à la nonlinéarité hertzienne des contacts inter-billes, a été corroborée par l'analyse de l'équation d'onde, le traitement des deuxième et troisième harmoniques a notamment permis une étude quantitative de l'atténuation des ondes acoustiques. La mesure du coefficient d'atténuation α a notamment révélé une origine diffuse de l'atténuation au-delà d'une certaine fréquence liée à l'hétérogénéité structurale très marquée des milieux granulaires.

Le résultat, probablement le plus surprenant de ce travail, porte sur la diminution de la vitesse de propagation d'ondes lorsque l'amplitude de la vibration acoustique augmente. Ce phénomène, qualifié de "softening" du module élastique, a pu être observé pour des fortes sollicitations acoustiques grâce à l'utilisation d'un amplificateur de puissance. Pour des amplitudes modérées, les processus mis en jeu sont réversibles puisque le milieu retrouve son état initial dès l'arrêt des ondes acoustiques. L'origine hystérétique d'un tel phénomène a été démontré à l'aide de la théorie de stick-slip de Mindlin. Pour des amplitudes plus fortes, sous certaines conditions (contrainte de confinement faible), la structure du matériau granulaire peut être modifiée de manière irréversible comme en témoigne la compaction du milieu observée.

Si dans une certaine gamme d'amplitude, ces deux phénomènes acoustiques peuvent être observés indépendamment l'un de l'autre ; à plus forte amplitude, la nonlinéarité hystérétique prédomine modifiant, entre autre, le comportement "classique" de la seconde harmonique (dépendance quadratique de son amplitude avec l'amplitude d'excitation). Il en va de même pour le phénomène d'auto-démodulation d'amplitude, d'origine hertzienne, qui se trouve perturbé par les processus irréversibles d'origine hystérétique. L'écart observé aux lois classiques prédite par l'acoustique nonlinéaire "traditionnelle" ne semble donc pas être imputable à un mécanisme réversible tel le "clapping".

Conclusion générale

Dans ce travail de thèse, nous avons examiné différents aspects expérimentaux de la propagation des ondes ultrasonores dans les milieux granulaires denses confinés et sous contrainte, secs et faiblement mouillés. Que l'empilement soit, d'ailleurs, régulier ou non, le désordre inhérent à ce type de milieu provient de la grande hétérogénéité des forces de contact inter-grains. Il s'agit là d'un point capital pour appréhender les comportements atypiques des milieux granulaires. Bien que plus de deux siècles se soient écoulés depuis que Coulomb ait énoncé ses lois sur la friction statique, la distribution des forces de contact reste un problème entier à juger par le nombre d'études réalisées encore de nos jours. Les ondes ultrasonores élastiques, elles, permettent d'explorer la structure de ces matériaux hétérogènes à différentes échelles : macro/méso/microscopique via des modèles physiques pertinents. Mais avant d'utiliser les ondes acoustiques comme une sonde fiable pour caractériser ces matériaux hétérogènes, l'identification et la compréhension des différents modes de propagation de ces ondes s'avère indispensable [71]. Nous avons vu, dans un premier temps, que le rapport de la longueur d'onde sur la taille des grains permet de distinguer deux types de propagation :

- lorsque ce rapport est très grand devant l'unité, les ondes dites cohérentes se propagent de manière balistique comme dans un milieu élastique effectif continu. Dans une approche type milieux effectifs, les modules élastiques effectifs de compression et de cisaillement, caractérisant le matériau granulaire, peuvent être déterminés à partir de la mesure de leurs vitesses de propagation, respectivement longitudinale et transversale. Nos observations expérimentales concernant la dépendance de ces vitesses avec la contrainte appliquée corroborent plutôt bien les prédictions théoriques de Hertz à l'échelle microscopique, même si le passage micro/macro via le nombre de coordination reste cependant difficile à expliciter et dont la pertinence est, par ailleurs, contestée [127].

- pour des longueurs d'ondes proches de la taille des grains, les ondes subissent de multiples diffusions causées par les fluctuations structurales du matériau granulaire. Ces ondes hautes fréquences offrent une analyse des propriétés viscoélastiques d'un milieu granulaire à une échelle plus "fine" que les ondes cohérentes. En effet, leur "marche au hasard" permet l'exploration d'un plus grand nombre de configurations et donc de collecter plus d'informations d'un point de vue statistique. Par ailleurs, ces ondes présentent, aussi, l'avantage de pouvoir dissocier les deux sources principales

d'atténuation d'ondes acoustiques dans les milieux fortement diffusants : diffraction d'ondes et absorption ou dissipation interne. Cette dernière a pu être étudiée de manière très quantitative grâce à l'utilisation d'un modèle de diffusion scalaire décrivant le transport diffusif de ces ondes dont le libre parcours moyen a été estimé à l'ordre de grandeur de la taille des grains [70].

Une grande partie de ce travail de thèse a porté sur l'influence de la présence d'infimes fractions volumiques de liquide interstitiel sur le comportement de milieux granulaires faiblement mouillés. Deux études ont été menées séparément, utilisant l'une et l'autre les deux méthodes ultrasonores (ondes cohérentes et ondes multiples diffusées) mises au point sur des échantillons secs :

- Dans un premier temps, nous nous sommes intéressés à des milieux granulaires faiblement mouillés (0,5%). Pour une telle fraction volumique, des ponts capillaires apparaissent au niveau des contacts entre grains mais la quantité de liquide n'est pas suffisante pour qu'il forme une phase liquide connexe. Nos mesures sur la densité et les vitesses de propagation des ondes cohérentes ont montré que les effets de la cohésion capillaire se traduisent par une structure plus lâche et des modules élastiques effectifs plus faibles que dans le cas d'un échantillon sec (grains non cohésifs). Ce phénomène, dont l'ampleur dépend de la tension de surface du liquide interstitiel, a alors été interprété en termes d'une diminution du nombre moyen de contacts.

L'utilisation d'un liquide lubrifiant a révélé un effet remarquable antagoniste à la cohésion capillaire : la lubrification. Celle-ci se manifeste à travers l'augmentation des vitesses d'onde (ou modules élastiques) mesurées. Nous pensons alors que la clé du problème se situe à une échelle encore plus petite que celle du contact inter-grain : l'échelle de la rugosité. Le nombre moyen de contacts est toujours plus faible dans le cas mouillé à cause des effets capillaires. Cependant, la lubrification des interfaces facilite les micro-glissements des aspérités les unes par rapport aux autres, augmentant ainsi la surface de contact réelle et donc la raideur locale du contact, ce qui se traduit ensuite par une augmentation des modules élastiques à l'échelle macroscopique. Cette interprétation est consistante, de certaine manière, avec l'approche du champ moyen qui corrèle l'élasticité ou la vitesse d'onde effective $V(P)$ à la distribution du champ de contrainte résultante [127].

- Dans un deuxième temps, nous nous sommes attachés à porter un soin particulier à la préparation de nos échantillons en utilisant différents traitements physico-chimiques visant à maîtriser au mieux l'état de surface des billes ainsi que leur mouillabilité. L'étude de la dissipation des ondes multiples diffusées dans un milieu granulaire sec et très faiblement mouillé a permis d'identifier deux mécanismes d'origines différentes : frictionnelle et visqueuse. Nous avons alors interprété nos résultats expérimentaux en modélisant la dissipation en partant de la théorie du contact de Hertz-Mindlin. Le modèle heuristique reste relativement puissant comme en témoigne le bon accord avec les expériences. Toutefois, plusieurs paramètres n'ont pas été pris en compte dans notre

modélisation de la dissipation se traduisant par de légères déviations aux lois d'échelles prédites par le modèle. Dans le cas de la dissipation frictionnelle, nous avons observé les mêmes effets de la rugosité que K.L. Johnson suspectait il y a près d'un demi siècle [74]. Nous avons aussi proposé différentes interprétations pour la dissipation visqueuse en évoquant notamment des problèmes de micro/nano-rhéologie interfaciales liés à la présence d'une couche mince, solide ou liquide, adsorbée à la surface des billes [64].

Par ailleurs, nous pensons que ces méthodes ultrasonores originales, que nous avons développées, devraient être applicables à d'autres matériaux divisés tels que les sables chantant dont les propriétés de surface des grains pourraient jouer un rôle important dans leurs comportements macroscopiques [32, 104].

Dans la dernière partie de ce manuscrit, nous nous sommes penchés sur la propagation nonlinéaire des ondes acoustiques de forte amplitude dans un matériau granulaire. Nous avons identifié deux comportements nonlinéaires distincts du matériau en réponse à la sollicitation acoustique. Lorsque l'amplitude est modérée, l'interaction onde-matière est réversible : la densité et le module élastique reste inchangés après le passage des ondes. Dans ce régime, nous avons observé la signature de la coexistence de nonlinéarités résultant du contact de Hertz et du contact de Mindlin. Pour de plus fortes amplitudes, le mécanisme de nonlinéarité hystérétique devient prédominant et conduit même à un régime où l'interaction onde-matière devient irréversible, s'accompagnant d'une très légère mais signifiante compaction du matériau. Le seuil entre ces deux régimes dépend de la contrainte appliquée et de l'histoire de l'échantillon granulaire [85]. De tels comportements nonlinéaires sont cohérents avec une interprétation en termes d'effets de rugosité de la surface des billes à l'échelle des aspérités ; hypothèse qui semble corroborée par l'observation d'un phénomène de vieillissement sur la vitesse d'onde analogue à ceux observés sur le coefficient de friction entre deux solides [6]. En revanche, nos expériences suggèrent plutôt que des interprétations basées sur des mécanismes réversibles, comme le « clapping » [123], sont complètement inadéquates pour décrire la dynamique nonlinéaire d'un milieu granulaire.

Enfin, ce travail permettra peut-être de relier deux approches, apparemment déconnectées l'une de l'autre, pour décrire d'une part l'interaction du son avec la matière granulaire en termes d'acoustique nonlinéaire accompagné d'un précurseur des réarrangements collectifs des grains (fluidisation [91]) et d'autre part le récent concept de température granulaire effective proposé dans une transition de "déblocage" [26]. Cependant, avant que cela ne puisse être fait, une étude détaillée du comportement nonlinéaire des milieux granulaires, soumis à de très fortes sollicitations et de faibles contraintes de confinement, sera indispensable.

Annexe A

Mouillage d'un substrat solide par un liquide

L'objet de cette annexe est de rappeler quelques notions élémentaires sur le mouillage d'un substrat solide par un liquide. Celui-ci peut être partiel (le liquide reste rassemblé en goutte) ou total (le liquide s'étale complètement). La grandeur qui distingue ces deux régimes est le paramètre d'étalement S , qui mesure la différence entre l'énergie de surface du substrat sec et mouillé (par unité de surface) :

$$S = E_{\text{sec}}^{\text{substrat}} - E_{\text{mouillé}}^{\text{substrat}} \quad (\text{A.1})$$

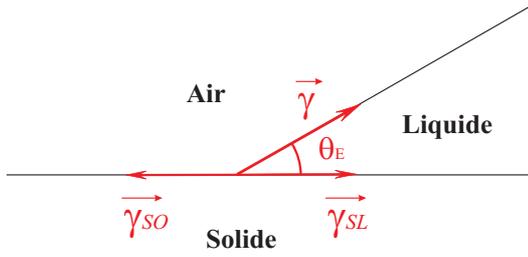
$$S = \gamma_{SO} - (\gamma_{SL} - \gamma) \quad (\text{A.2})$$

où les trois tensions sont successivement la tension superficielle solide/air, solide/liquide et liquide/air. Le signe de S va alors définir les conditions de mouillage :

- $S > 0$ (**mouillage total**) : Si S est positif, le liquide s'étale complètement pour abaisser l'énergie superficielle (l'angle de contact θ_E est nul). L'état final est un film d'épaisseur nanoscopique qui résulte de la compétition entre les forces moléculaires et capillaires.

- $S < 0$ (**mouillage partiel**) : La goutte ne s'étale pas et forme à l'équilibre une calotte sphérique qui s'appuie sur le substrat en formant un angle de contact θ_E . On dira que le liquide est "plutôt mouillant" si $0 < \theta_E \leq \pi/2$, et "plutôt non-mouillant" si $\theta_E > \pi/2$.

L'angle de contact θ_E est généralement obtenu en équilibrant les forces capillaires agissant sur la ligne de contact, encore appelée "ligne triple" (Fig.A.1). Par unité de longueur, ces forces sont les tensions interfaciales entre les trois phases $S/L/G$. En projetant l'équilibre des forces sur le plan solide, on obtient l'équation A.3 établie par Young en 1805 [138] :



$$\gamma \cos(\theta_E) = \gamma_{SO} - \gamma_{SL} \quad (\text{A.3})$$

$$\Rightarrow S = \gamma(\cos\theta_E - 1)$$

FIG. A.1: Angle de contact θ_E défini par la loi de Young-Dupré sur la ligne triple.

Pour mesurer θ_E , la méthode la plus simple consiste à prendre une photo du profil et en déduire l'angle. Pour plus de précision, d'autres techniques basées sur la réflexion d'un faisceau sont utilisées; celles-ci sont explicitées dans l'ouvrage "Gouttes, bulles, perles et ondes" [46]. Comment peut-on alors prévoir qu'une surface solide est mouillable ou non mouillable? Ces surfaces peuvent être classées en deux catégories :

- Les surfaces de "haute énergie" (HE), pour lesquelles les énergies de liaison chimique sont de l'ordre de l'eV et sur lesquelles pratiquement tous les liquides s'étalent. Les matériaux de ces surfaces HE sont, par exemple les métaux ou encore la silice. Les liaisons HE sont ioniques, covalentes ou métalliques : $\gamma_{SO} \sim \frac{E^{liaison}}{a^2} \sim 500 \text{ à } 5000 mN.m^{-1}$.

- Les surfaces de "basse énergie" (BE), pour lesquelles les énergies de liaison chimique sont de l'ordre de kT , et qui sont peu mouillables. Les matériaux de ces surfaces BE sont, entre autres, les cristaux moléculaires, les plastiques... $\gamma_{SO} \sim \frac{kT}{a^2} \sim 10 \text{ à } 50 mN.m^{-1}$.

Cependant, l'énergie de surface à l'air γ_{SO} ne suffit pas à expliquer la mouillabilité d'un solide, il faut examiner le signe de S : $S = \gamma_{SO} - (\gamma_{SL} + \gamma)$. Pour cela, une approche simplifiée, qui ne sera pas ici explicitée, permet de relier S aux interactions de Van der Waals. Le critère empirique de Zisman va permettre de classer ces solides : tout substrat solide a une tension critique de surface γ_C telle que :

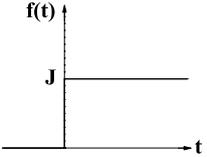
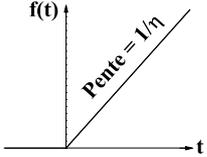
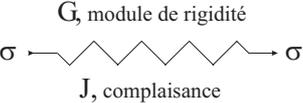
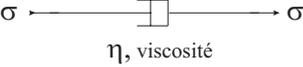
$$\gamma > \gamma_C : \text{mouillage partiel} \quad ; \quad \gamma < \gamma_C : \text{mouillage total}$$

Les surfaces de Si sont des surfaces HE. Leur tension critique de mouillage γ_C est supérieure à $150 mN.m^{-1}$. Cette valeur peut être ajustée en déposant une couche BE sur le solide. La surface peut être ainsi rendue non-mouillante. Comme γ_C dépend essentiellement des groupements de surface, on peut choisir la nature chimique de la couche déposée en fonction de la valeur γ_C : une couche compacte de groupements méthyles a, par exemple, un γ_C égal à $22 mN.m^{-1}$. La réaction mise en jeu est une silanisation . Le groupement trichlorasilane va réagir chimiquement avec les silanols de la surface, greffant la chaîne hydrophobe sur le substrat.

Annexe B

Modélisation d'un matériau viscoélastique linéaire

Le comportement d'un matériau viscoélastique **linéaire** est intermédiaire entre le comportement d'un solide élastique parfait et d'un liquide visqueux newtonien. Les propriétés de ces deux matériaux idéaux et limites sont rappelées très brièvement dans le tableau ci-dessous :

	<i>Solide parfait élastique</i>	<i>Liquide visqueux newtonien</i>
Équation rhéologique	$\epsilon(t) = J\sigma(t)$ avec $J = \frac{1}{G}$	$\frac{d\epsilon(t)}{dt} = \frac{\sigma(t)}{\eta}$
Déformation récupérable	Oui	Non
Déformation instantanée	Oui	Non
À contrainte constante,	→ État d'équilibre	→ Écoulement permanent
Fonction de fluage		
Symbole rhéologique		

TAB. B.1: Propriétés d'un solide élastique parfait et d'un liquide visqueux newtonien.

Nous venons de présenter les deux comportements viscoélastiques linéaires les plus élémentaires. L'association classique de ces deux éléments est appelée, en série, liquide de Maxwell et, en parallèle, solide de Kelvin-Voigt. Le comportement viscoélastique linéaire le plus général est défini en construisant un modèle constitué d'un assemblage de ressorts et d'amortisseurs. Il s'agit là d'un assemblage

analogue et symbolique : tout matériau sera représenté par une association éventuelle fort complexe de ressorts et d'amortisseurs en série et en parallèle (modèles de Maxwell et de Kelvin-Voigt généralisés). Cependant, il faut bien comprendre que les modèles ainsi construits ne constituent qu'un moyen commode et très utilisé de représenter les différents comportements viscoélastiques linéaires (par l'équation rhéologique à laquelle ils conduisent) : il ne faudrait surtout pas commettre l'erreur d'établir un lien quelconque entre la structure réelle du matériau et la structure de son modèle représentatif.

Dans le cas de sollicitations périodiques, la linéarité des équations entraîne que la déformation (contrainte) est également sinusoïdale et de même fréquence. Pour faciliter les calculs, on emploie le formalisme des nombres complexes, utilisables dès lors qu'on a affaire à des phénomènes sinusoïdaux linéaires ; on fait correspondre aux grandeurs réelles $\sigma(t)$ et $\epsilon(t)$ les grandeurs complexes :

$$\bar{\sigma}(t) = \sigma_0 e^{i(\omega t + \delta)} \quad (\text{B.1a})$$

$$\bar{\epsilon}(t) = \epsilon_0 e^{i\omega t} \quad (\text{B.1b})$$

Les équations différentielles linéaires de la viscoélasticité se transforment en équations algébriques complexes qui peuvent s'écrire sous la forme :

$$\bar{\sigma}(t) = \bar{G}(\omega) \bar{\epsilon}(t) \quad (\text{B.2a})$$

$$\bar{\epsilon}(t) = \bar{J}(\omega) \bar{\sigma}(t) \quad (\text{B.2b})$$

$\bar{G}(\omega)$ et $\bar{J}(\omega)$ sont des grandeurs complexes, fonctions algébriques de la pulsation ω , mais indépendantes du temps, appelées respectivement module de rigidité complexe et complaisance complexe. Leurs expressions dépendent évidemment des propriétés du matériau, c'est-à-dire des valeurs des paramètres du modèle représentatif choisi (Maxwell ou Kelvin-Voigt).

La connaissance d'une seule de ces fonctions est suffisante pour caractériser complètement le matériau ; suivant en cela un usage bien établi, la fonction que nous retenons est le module de rigidité complexe $\bar{G}(\omega)$. Comme toute grandeur complexe, il peut se décomposer en parties réelle et imaginaire :

$$\bar{G}(\omega) = G'(\omega) + iG''(\omega) \quad (\text{B.3})$$

$G'(\omega)$ est appelé module de conservation (*storage modulus*) et $G''(\omega)$ module de perte (*loss modulus*) ; l'origine de ces dénominations sera expliquée par la suite. En réinjectant Eq.B.3 dans Eq.B.2a identifiée avec Eqs.B.1, il vient : $G' = \frac{\sigma_0}{\epsilon_0} \cos(\delta)$ et $G'' = \frac{\sigma_0}{\epsilon_0} \sin(\delta)$.

<i>Solide parfait élastique</i>	<i>Liquide visqueux newtonien</i>
$\overline{G}(\omega) = \frac{\overline{\sigma}(t)}{\overline{\epsilon}(t)} = G$	$\overline{G}(\omega) = \frac{\overline{\sigma}(t)}{\overline{\epsilon}(t)} = \eta \frac{\dot{\overline{\epsilon}}}{\overline{\epsilon}} = i\eta\omega$
$\Rightarrow G'(\omega) = G$ et $G''(\omega) = 0$	$\Rightarrow G'(\omega) = 0$ et $G''(\omega) = \eta\omega$

TAB. B.2: Application du formalisme complexe pour un solide parfait élastique et un fluide visqueux newtonien.

Pendant la déformation, la contrainte extérieure appliquée met en jeu une certaine puissance mécanique, dont l'expression, pour l'unité de volume du matériau, est donnée par :

$$P = \sigma \cdot \dot{\epsilon} \quad (\text{B.4})$$

L'énergie ainsi fournie par le milieu extérieur, peut se décomposer en deux parties :

- une énergie emmagasinée dans le matériau sous forme d'énergie potentielle élastique et qui peut être récupérée lors du retour à l'état initial ;
- une énergie dissipée par les frottements visqueux.

L'analyse, ici présentée, se limite au cas des déformations sinusoïdales ; elle peut cependant être étendue sans difficulté aux expériences de fluage et de relaxation. En prenant la partie réelle des relations Eqs.B.1, il vient pour expression de la puissance extérieure fournie à l'unité de volume du matériau :

$$\begin{aligned} P(t) &= -\sigma_0 \epsilon_0 \cos(\omega t + \delta) \sin(\omega t) \\ &= -\sigma_0 \epsilon_0 \cos(\omega t) \sin(\omega t) \cos(\delta) + \sigma_0 \epsilon_0 \omega \sin^2(\omega t) \sin(\delta) \\ &= -\frac{\omega \epsilon_0^2}{2} G'(\omega) \sin(2\omega t) + \omega \epsilon_0^2 G''(\omega) \sin^2(\omega t) \end{aligned}$$

Si l'on s'intéresse à la puissance moyenne \overline{P} fournie au cours d'un quart de période $\frac{T}{4} = \frac{\pi}{2\omega}$, il vient :

$$\begin{aligned} P(t) &= \frac{4}{T} \int_0^{T/4} P(t) dt \\ &= \overline{P}_e + \overline{P}_d \end{aligned} \quad \text{avec} \quad \left\{ \begin{array}{l} \overline{P}_e = -\frac{\omega \epsilon_0^2}{\pi} G'(\omega) \\ \overline{P}_d = \frac{\omega \epsilon_0^2}{\pi} G''(\omega) \end{array} \right. \quad (\text{B.5})$$

\overline{P}_e représente la puissance élastique moyenne stockée dans les ressorts du modèle pendant un quart de cycle puis restituée pendant le quart de période suivant et ainsi de suite (phases successives

d'extension et de compression des ressorts) : on vérifie en effet que $\overline{P_e}$ change de signe tous les quarts de période, si bien que la puissance élastique moyenne emmagasinée pendant un cycle est nulle.

$\overline{P_d}$ est la puissance moyenne dissipée dans les amortisseurs du modèle, par suite des frottements visqueux, et qui se transforme intégralement en énergie calorifique : elle est toujours positive, quel que soit le quart de cycle envisagé. Si l'on raisonne sur un cycle entier, la puissance moyenne fournie par l'extérieur est précisément égale à $\overline{P_d}$: c'est l'énergie nécessaire à l'entretien d'un mouvement qui a tendance à s'amortir.

En se reportant à l'équation B.5, il apparaît que $G'(\omega)$ et $G''(\omega)$ représentent en quelque sorte une "mesure" des énergies emmagasinée (module de conservation) et dissipée (module de perte).

$$\tan(\delta) = \frac{G''(\omega)}{G'(\omega)} \equiv \frac{\overline{P_d}}{\overline{P_e}} \quad (\text{B.6})$$

La tangente du déphasage δ entre contrainte et déformation est proportionnelle au rapport entre les puissances dissipée et stockée ; $\tan(\delta)$ est, pour cette raison, appelée tangente de perte.

Bibliographie

- [1] R. Aki. Scattering conversions P to S versus S to P . *Bull. Seis. Soc. Am.*, 82 :1969–1972, 1992.
- [2] R. Aki and B. Chouet. Origin of coda waves : Source, attenuation and scattering effect. *J. Geophys. Res.*, 80 :3322–3342, 1975.
- [3] N.N. Andreev. Concerning certain second-order quantities in acoustics. *Sov. Phys. - Acoust.*, 1 :3–11, 1955.
- [4] M.A. Averkiou, Y.-S. Lee, and M.F. Hamilton. Self-demodulation of amplitude and frequency-modulated pulses in a thermoviscous fluid. *J. Acoust. Am. Soc.*, 94(5) :2876–2883, 1993.
- [5] J.-C. Bacri and D. Salin. Sound velocity of a sand stone saturated with oil and brine at different concentrations. *Geophys. Res. Lett.*, 13 :326–328, 1986.
- [6] T. Baumberger and C. Caroli. Solid friction from stick-slip to pinning and aging. *Cond-Mat*, 0506657, 2005.
- [7] H.O. Bertkay. Possible exploitation of non-linear acoustics in under-water transmitting applications. *J. Sound Vib.*, 2 :435–461, 1965.
- [8] W.C. Bigelow, D.L. Pickett, and W.A. Zisman. Oleophobic monolayers. *J. Colloid Sci.*, 1 :513–538, 1946.
- [9] M. De Billy. Experimental study of sound propagation in a chain of spherical beads. *J. Acoust. Soc. Am.*, 108 :1486–1495, 2000.
- [10] L. Bocquet, E. Charlaix, S. Ciliberto, and J. Crassous. Moisture-induced ageing in granular media and the kinetics of capillary condensation. *Nature*, 396(6713) :735–737, 1998.
- [11] R. Botet and B. Cabane. Scaling behaviors of colloidal aggregates under uniform pressure. *Phys. Rev. E*, 70 :031403, 2004.
- [12] F.P. Bowden and D. Tabor. *The Friction and Lubrification of Solids*. Clarendon Press, Oxford, 1950.
- [13] R.L. Brown and J.C. Richards. *Principle of Powder Mechanics*. Pergamon Press, Oxford, 1970.

-
- [14] J.B. Brzoska, I. Ben Azouz, and F. Rondelez. Silanization of solid substrates : A step toward reproducibility. *Langmuir*, 60 :4367–4373, 1994.
- [15] J.B. Brzoska, N. Shahidzadeh, and F. Rondelez. Evidence of a transition temperature for the optimum deposition of grafted monolayer coatings. *Nature*, 360 :719–721, 1992.
- [16] L. Bureau, T. Baumberger, and C. Caroli. Rheological aging and rejuvenation in solid friction contacts. *Eur. Phys. J. E*, 8 :331–337, 2002.
- [17] A. Cand, J.-P. Monchalain, and X. Jia. Detection of in-plane and out-of-plane ultrasonic displacements by a two-channel confocal fabry-perot interferometer. *Appl. Phys. Lett.*, 64 :414–416, 1994.
- [18] J.M. Carlson, J.S. Langer, and B.E. Shaw. Dynamics of earthquake faults. *Rev. Mod. Phys.*, 66 :657–670, 1994.
- [19] A. Castellanos. The relationship between attractive interparticle forces and bulk behaviour in dry and uncharged fine powders. *Advances in Physics*, 54 :263–376, 2005.
- [20] M.E. Cates, J.P. Wittmer, J.P. Bouchaud, and P. Claudin. Jamming, force chains, and fragile matter. *Phys. Rev. Lett.*, 81 :1841–1844, 1998.
- [21] A.B. Coppens, R.T. Beyer, M.B. Seiden, J. Donohue, F. Guepin, R.H. Hodson, and C. Townsend. Parameter of nonlinearity in fluids ii. *J. Acoust. Soc. Am.*, 38 :797–804, 1965.
- [22] C. Coste, E. Falcon, and S. Fauve. Solitary waves in a chain of beads under hertz contact. *Phys. Rev. E*, 56 :6104–6117, 1997.
- [23] C. Coste and B. Gilles. On the validity of hertz contact law for granular material acoustics. *Eur. Phys. J. B*, 7 :155–168, 1999.
- [24] M. Da-Silva and J. Rajchenbach. Stress transmission through a model system of cohesionless elastic grains. *Nature*, 406 :708–710, 2000.
- [25] A.M. Dainty and M.N. Toksöz. Seismic codas on the earth and the moon : a comparison. *Phys. Earth Planet. Inter.*, 26 :250–260, 1981.
- [26] G. D’Anna and G. Gremaud. *Nature*, 413 :407–, 2001.
- [27] G. D’Anna, P. Mayor, A. Barrat, V. Loreto, and F. Nori. Observing brownian motion in vibration-fluidized granular matter. *Nature*, 424 :909–912, 2003.
- [28] P. Dantu. *Proc. 4th Int. Conf. Soil. Lech. Found. Eng.*, 1 :133, 1957.
- [29] P.J. Digby. The effective elastic moduli of porous granular rocks. *J. Appl. Mech.*, 48 :803–808, 1981.
- [30] S.N. Domenico. Elastic properties of unconsolidated porous sand reservoirs. *Geophysics*, 42 :1339–1368, 1977.

- [31] S. Douady, S. Fauve, and C. Laroche. Subharmonic instabilities and defects in a granular layer under vertical vibrations. *Europhys. Lett.*, 8 :621–627, 1989.
- [32] S. Douady, A. Manning, P. Hersen, H. Elbelrhiti, S. Protière, A. Daerr, and B. Kabachi. The song of the dunes as a self-synchronized instrument. *Preprint*, 2005.
- [33] X. Duffy and R.D. Mindlin. Stress-strain relation and vibrations of granular medium. *J. Appl. Mech.*, 24 :585–593, 1957.
- [34] J. Duran. *Sables, poudres et grains. Introduction à la physique des milieux granulaires*. Eyrolles Sciences, Paris, 1997.
- [35] J. Duran, J. Rajchenbach, and E. Clément. Arching effect model for particle size segregation. *Phys. Rev. Lett.*, 70 :2431–2434, 1993.
- [36] C. Eckart. Vortices and streams caused by sound waves. *Phys. Rev.*, 73 :68–76, 1948.
- [37] E. Falcon. *Comportements dynamiques associés au contact de Hertz : processus collectifs de collision et propagation d’ondes solitaires dans les milieux granulaires*. Thèse de l’université, École Normale Supérieure de Lyon, 1997.
- [38] R.D. Fay. Plane sound waves of finite amplitude. *J. Acoust. Soc. Am.*, 3 :222–241, 1931.
- [39] S. Feng and D. Sornette. Can sound be localized in granular media? *Phys. Lett. A*, 184 :127–130, 1993.
- [40] F.E. Fox and W.A. Wallace. Absorption of finite amplitude sound waves. *J. Acoust. Soc. Am.*, 26 :994–1006, 1954.
- [41] N. Fraysse, H. Thomé, and L. Petit. Humidity effects on the stability of a sandpile. *Eur. Phys. J. B*, 11(4) :615–619, 1999.
- [42] E. Fubini-Ghiron. Anomalies in acoustic wave propagation of large amplitude. *Alta Frequenza*, 4 :530–581, 1935.
- [43] P.-G. De Gennes. *Superconductivity of Metals and Alloys*. Benjamin, New York, 1966.
- [44] P.-G. De Gennes. Static compression of a granular medium : The “soft shell” model. *Europhys. Lett.*, 35 :145–149, 1996.
- [45] P.-G. De Gennes. Granular matter : A tentative view. *Rev. Mod. Phys.*, 71(2) :S374–82, 1999.
- [46] P.-G. De Gennes, F. Brochard-Wyart, and D. Quéré. *Gouttes, bulles, perles et ondes*. Belin, Paris, 2002.
- [47] J.D. Goddard. Nonlinear elasticity and pressure-dependent wave speeds in granular media. *Proc. Roy. Soc. Lond.*, 430 :105–131, 1990.
- [48] Z.A. Gol’dberg. Certain second-order quantities in acoustics. *Sov. Phys. - Acoust.*, 2 :157–162, 1957.

- [49] Z.A Gol'dberg. On the propagation of plane waves of finite amplitude. *Sov. Phys. - Acoust.*, 3 :340–347, 1957.
- [50] Z.A Gol'dberg. Interaction of plane longitudinal and transverse elastic waves. *Sov. Phys. - Acoust.*, 6 :306–310, 1961.
- [51] S. Granick. Motions and relaxations of confined liquids. *Science*, 253 :1374–1379, 1991.
- [52] R.A. Guyer and P.A. Johnson. Nonlinear mesoscopic elasticity : evidence for a new class of material. *Physics today*, 4 :30–36, 1999.
- [53] E. Guyon, J.-P. Hulin, and L. Petit. *Hydrodynamique Physique*. EDP Sciences, Paris, 2001.
- [54] T. C. Halsey and A. J. Levine. How sandcastles fall. *Phys. Rev. Lett.*, 80 :3141–3144, 1998.
- [55] M.F. Hamilton and D.T. Blackstock. *Nonlinear Acoustics*. Academic Press, San Diego, 1998.
- [56] R. Hennino, N. Trégourès, N.M. Shapiro, L. Margerin, M. Campillo, B.A. van Tiggelen, and R.L. Weaver. Observation of equipartition of seismic waves. *Phys. Rev. Lett.*, 86 :3447–3450, 2001.
- [57] H. Hertz. Über die berührung fester elastische körper. *J. reiner und angewandte Mathematik*, 92 :156–171, 1882.
- [58] T.G. Hill and L. Knopoff. Propagation of shock waves in one-dimensional crystal lattices. *J. Geophys. Res.*, 85 :7025–7030, 1980.
- [59] D.J. Hornbaker, R. Albert, I. Albert, A.-L. Barabasi, and P. Shiffer. What keep sandcastle. *Nature*, 387 :765–766, 1997.
- [60] D. Howell, R.P. Behringer, and C. Veje. Stress fluctuations in a 2d granular couette experiment : A continous transition. *Phys. Rev. Lett.*, 82 :5241–5244, 1999.
- [61] H.-W. Hu, G. A. Carson, and S. Granick. Relaxation time of confined liquid under stress. *Phys. Rev. Lett.*, 66 :2758–2761, 1991.
- [62] D.S. Hughes and J.L. Kelly. Second-order elastic deformation of solids. *Phys. Rev.*, 92 :1145–, 1953.
- [63] K. Iida. Velocity of elastic waves in a granular substance. *Bull. Earth. Res. Int.*, 17 :783–808, 1939.
- [64] J. Israelachvili. *Intermolecular & Surface Forces*. Academic Press, London, second edition, 1992.
- [65] J.N. Israelachvili. Measurements of the viscosity of thin films between two surfaces with and without absorbed polymers. *Colloid. Polym. Sci.*, 264 :1060–1065, 1986.
- [66] J.N Israelachvili. Surface forces and microrheology of molecular thin liquid films. *Handbook of Micro/Nano Tribology*, pages 267–319, 1995.

- [67] X. Jacob, C. Barrière, and D. Royer. Acoustic nonlinearity measurements in solids using the colinear mixing of elastic waves. *Appl. Phys. Lett.*, 82 :886–888, 2003.
- [68] H. M. Jaeger, Chu-Heng Liu, and S.R. Nagel. Relaxation at the angle of repose. *Phys. Rev. Lett.*, 62 :40–43, 1989.
- [69] H. M. Jaeger, S.R. Nagel, and R.P. Behringer. Granular solids, liquids and gases. *Rev. Mod. Phys.*, 68 :1259–1273, 1996.
- [70] X. Jia. Coda-like multiple scattering of elastic waves in dense granular media. *Phys. Rev. Lett.*, 93 :154303, 2004.
- [71] X. Jia, C. Caroli, and B. Velicky. Ultrasound propagation in externally stressed granular media. *Phys. Rev. Lett.*, 82 :1863–1866, 1999.
- [72] X. Jia and P. Mills. Sound propagation in dense granular materials. In Kishino, editor, *Powders and Grains*, pages 105–112, Rotterdam, 2001. Balkema.
- [73] X. Jia, D. Royer, and G. Quentin. Pulsed laser excitation and optical detection of rayleigh wave on metallic sphere. *J. Phys.*, 2 :789–792, 1992.
- [74] K. L. Johnson. Energy dissipation at spherical surfaces in contact transmitting oscillating forces. *J. Mech. Eng. Sci.*, 3 :332, 1961.
- [75] K.L. Johnson. *Contact mechanics*. Cambridge University Press, Cambridge, 1985.
- [76] P.A. Johnson and X. Jia. Nonlinear dynamics, granular media and dynamic earthquake triggering. *Nature*, 437 :871–874, 2005.
- [77] A. Kabla and G. Debrégeas. Contact dynamics in a gently vibrated granular pile. *Phys. Rev. Lett.*, 92 :035501, 2004.
- [78] W. Keck and R.T.Beyer. Frequency spectrum of finite amplitude ultrasonic waves in liquids. *Phys. Fluids*, 3 :346–352, 1960.
- [79] L. Knopoff and J.A. Hudson. Scattering of elastic waves by small inhomogeneities. *J. Acoust. Soc. Am.*, 36 :338–343, 1964.
- [80] V.A. Krasil’nikov, V.V. Shklovskaya-Kordy, and L.K. Zarembo. On the propagation of ultrasonic waves of finite amplitude in liquids. *J. Acoust. Soc. Am.*, 29 :642–647, 1957.
- [81] L. Landau and E. Lifchitz. *Élasticité*. Mir, Moscou, 1982.
- [82] G.V. Latham, M. Ewing, F. Press, G. Sutton, J. Dorman, Y. Nakamura, N. Tokso, R. Wiggings, J. Derr, and F. Duennebier. Passive seismic experiment. *Science*, 167 :455–457, 1970.
- [83] A.N. Lazaridi and V.F. Nesterenko. Observation of a new type of solitary waves in a one-dimensional granular medium. *J. Appl. Mech. & Tech. Phys.*, 26 :405–408, 1985.
- [84] C.-H. Liu. Spatial patterns of sound propagation in sand. *Phys. Rev. B*, 50(2) :782–794, 1994.

- [85] C.-H. Liu and S.R. Nagel. Sound in a granular material : Disorder and nonlinearity. *Phys. Rev. B*, 48(21) :15646–15650, 1993.
- [86] C.-H. Liu and S.R. Nagel. Sound in a granular material : Disorder and nonlinearity. *Phys. Rev. B*, 48 :15646–15650, 1993.
- [87] H.A. Makse, D.L. Johnson, and L.M. Schwartz. Packing of compressible granular materials. *Phys. Rev. Lett.*, 84 :4160–4163, 2000.
- [88] R. Maoz and J. Sagiv. On the formation and structure of self-assembling monolayers. a comparative atr-wettability study of langmuir-blodgett and adsorbed films on flat substrates and glass microbeads. *J. Colloid. Interface Sci.*, 100 :465–496, 1984.
- [89] L. Margerin, M. Campillo, and B. van Tiggelen. Radiative tranfer and diffusion of waves in a layered medium : new insight into coda q. *Geophys. J. Int.*, 134 :596–612, 1998.
- [90] T.G. Mason, A.J. Levine, D. Ertas, and T.C. Halsey. Critical angle of wet sandpiles. *Phys. Rev. E*, 60 :R5044–R5047, 1999.
- [91] H.J. Melosh. *Nature*, 379 :601–, 1996.
- [92] B. Miller, C. O’Hern, and R.P. Behringer. Stress fluctuations for continuously sheared granular materials. *Phys. Rev. Lett.*, 77 :3110–3113, 1996.
- [93] R.D. Mindlin and H. Deresiewicz. Elastic spheres in contact under varying oblique forces. *J. Appl. Mech.*, 20 :327–344, 1953.
- [94] R.D. Mindlin, W.P. Mason, J.F. Osmer, and H. Deresiewicz. Effects of an oscillating tangential force on the contact surfaces of elastic spheres. *Proc. 1st US National Congress of Appl. Mech.*, 227 :203–208, 1952.
- [95] D.M. Mueth, H.M. Jaeger, and S.R. Nagel. Force distribution in a granular medium. *Phys. Rev. E*, 57 :3164–316, 1998.
- [96] S. Nasuno, A. Kudrolli, A. Bak, and J.P. Gollub. Time-resolved studies of stick-slip friction in sheared granular layers. *Phys. Rev. E*, 58 :2161–71.
- [97] K.A. Naugolnykh. On the absorption of sound waves of finite amplitude. *Sov. Phys. Acoust.*, 4 :115–124, 1958.
- [98] K.A. Naugolnykh and L. Ostrovsky. *Nonlinear Wave Processes in Acoustics*. Cambridge University Press, Cambridge, 1998.
- [99] E.R. Nowak, J.B. Knight, E. Ben Naïm, H.M. Jaeger, and S.R. Nagel. Density fluctuations in vibrated granular materials. *Phys. Rev. E*, 57 :1971–1982, 1998.
- [100] G.Y. Onoda and E.G. Liniger. Random loose packings of uniform spheres and the dilatancy onset. *Phys. Rev. Lett.*, 64 :2727–2730, 1990.
- [101] L.A. Ostrovsky and P.A. Johnson. Dynamic nonlinear elasticity in geomaterials. *Rivista del Nuovo Cimento*, 24 :1–48, 2001.

- [102] G. Ovarlez. *Statique et rhéologie d'un milieu granulaire confiné*. PhD thesis, Université Paris-Sud, Paris XI, 2002.
- [103] J.H. Page, H.P. Schriemer, A.E. Bailey, and D.A. Weitz. Experimental test of the diffusion approximation for multiply scattered sound. *Phys. Rev. E*, 52 :3106–3114, 1995.
- [104] A.J. Patitsas. Booming and singing acoustic emissions from fluidized granular beds. *J. Fluids and Struct.*, 17 :287–315, 2003.
- [105] C.C. Pilbeam and J.R. Vaišnys. Acoustic velocities and energy losses in granular aggregates. *J. Geophys. Res.*, 78 :810–824, 1973.
- [106] D.J. Pine, D.A. Weitz, P.M. Chaikin, and E. Herbolzheimer. Diffusing wave spectroscopy. *Phys. Rev. Lett.*, 60 :1134–1137, 1988.
- [107] A.L. Polyakova. Nonlinear effects in a solid. *Sov. Phys. - Solid State*, 6 :50–53, 1964.
- [108] F. Radjai, P. Evesque, D. Bideau, and S. Roux. Stick-slip dynamics of a one-dimensional array of particles. *Phys. Rev. E*, 52 :5555–5564, 1995.
- [109] F. Radjai, M. Jean, J.-J. Moreau, and S. Roux. Force distribution in dense two-dimensional granular systems. *Phys. Rev. Lett.*, 77 :274–277, 1996.
- [110] G. Reydellet and E. Clément. Green's function probe of a static granular piling. *Phys. Rev. Lett.*, 86 :3308–3311, 2001.
- [111] J.-N. Roux. In Behringer & Jenkins, editor, *Powders and Grains*, pages 215–218, Rotterdam, 1997. Balkema.
- [112] D. Royer and E. Dieulesaint. *Ondes élastiques dans les solides, tome 1*. Masson, Paris, 1996.
- [113] L. Ryzhik, G. Papanicolaou, and J.B. Keller. Transport equations for elastic and other waves in random media. *Wave Motion*, 24 :327–370, 1996.
- [114] H. Schütt, J. Köhler, O. Boyd, and H. Spetzler. Seismic attenuation in partially saturated dime-shaped cracks. *Pure Appl. Geophys.*, 157 :415–448, 2000.
- [115] P. Sheng. *Introduction to Wave Scattering. Localisation and Mesoscopic Phenomena*. Academic, New York, 1995.
- [116] R.T. Smith, R. Stern, and R.W.B. Stephens. Third-order elastic moduli of polycrystalline metals from ultrasonic measurements. *J. Acoust. Soc. Am.*, 40 :1002–1008, 1966.
- [117] P. Tegzes, R. Albert, M. Paskvan, A. L. Barabasi, T. Vicsek, and P. Schiffer. Liquid-induced transitions in granular media. *Phys. Rev. E*, 60 :5823–5826, 1999.
- [118] R.N. Thurston and M.J. Shapiro. Interpretation of ultrasonic experiments on finite-amplitude waves. *J. Acoust. Soc. Am.*, 41 :1112–1125, 1965.
- [119] B.R. Tittmann, V.A. Clark, J.M. Richardson, and T.W. Spencer. Possible mechanism for seismic attenuation in rocks containing small amounts of volatiles. *J. Geophys. Res.*, 85 :5199–5208, 1980.

- [120] A. Tourin, M. Fink, and A. Derode. Multiple scattering of sound. *Wave Random Media*, 2000.
- [121] V. Tournat, V.E. Gusev, and B. Castagnède. Influence of ballistic to diffusion transition in the primary wave propagation on parametric antenna operation in granular media. *Phys. Rev. E*, 66 :041303, 2002.
- [122] V. Tournat. Effet non linéaire d’auto-démodulation d’amplitude dans les milieux granulaires : théories et expériences. *PhD Université du Maine*, 2003.
- [123] V. Tournat, V. Zaitsev, V. Gusev, V. Nazarov, P. Béquin, and B. Castagnède. Probing granular media by acoustic parametric emitting antenna : Weak contacts, nonlinear dilatancy and polarization anisotropy. *Phys. Rev. Lett.*, 92 :085502, 2004.
- [124] T. Travers, M. Ammi, D. Bideau, A. Gervais, J.C. Messenger, and J.P. Troadec. Uniaxial compression of 2d packings of cylinders. effects of weak disorder. *Europhys. Lett.*, 4 :329–335, 1987.
- [125] J. VanAlsten and S. Granick. Molecular tribometry of ultrathin liquid films. *Phys. Rev. Lett.*, 61 :2570–2573, 1988.
- [126] L. Vanel. *Étude expérimentale de l’équilibre mécanique d’un milieu granulaire : exemple du silo et du tas de sable*. PhD thesis, Université Paris VI, 1999.
- [127] B. Velický and C. Caroli. Pressure dependence of the sound velocity in a two-dimensional lattice of hertz-mindlin balls : Mean-field description. *Phys. Rev. E*, 65 :0213071–14, 2002.
- [128] W. Waite, R. Moering, and H. Spetzler. Seismic attenuation in a partially saturated, artificial crack due to restricted contact line motion. *Geophys. Res. Lett.*, 24 :3309–3312, 1997.
- [129] R. C. Weast. *Handbook of Chemistry and Physics*. The Chemical Rubber Co, Cleveland, 1964.
- [130] R.L. Weaver. Diffusivity of ultrasound in polycrystals. *J. Mech. Phys. Solids*, 38 :55–86, 1990.
- [131] R.L. Weaver and W. Sachse. Diffusion of ultrasound in a glass bead slurry. *J. Acoust. Soc. Am.*, 97 :2094–2102, 1995.
- [132] P.J. Westervelt. Parametric acoustic array. *J. Acoust. Soc. Am.*, 35 :535–537, 1963.
- [133] J.E. White. *Seismic Waves*. McGraw-Hill, New-York, 1965.
- [134] J.E. White. Static friction as a source of seismic attenuation. *Geophys.*, 31 :333–339, 1966.
- [135] K.W. Winkler. Frequency dependent ultrasonic properties of high-porosity sandstones. *J. Geophys. Res.*, 88 :9493–9499, 1983.
- [136] K.W. Winkler and X. Liu. Measurements of third-order elastic constants in rocks. *J. Acoust. Soc. Am.*, 100 :1392–1398, 1996.
- [137] K.W. Winkler and A. Nur. Seismic attenuation : effects of pore fluids and frictional sliding. *Geophys.*, 47 :1–15, 1982.
- [138] L. Young. An essay on the cohesion of fluids. *Philos. Trans. Soc. London*, 95 :65–87, 1805.

-
- [139] L.K. Zarembo and V.A. Krasil'nikov. Nonlinear phenomena in the propagation of elastic waves in solids. *Sov. Phys. Usp.*, 13 :778–797, 1971.
- [140] Y.C. Zhou, B.H. Xu, and A.B. Yu. Numerical investigation of the angle of repose of monosized spheres. *Phys. Rev. E*, 64 :021301, 2001.
- [141] O. Zik, D. Levine, S.G. Lipson, S. Shtrikman, and J. Stavans. Rotationally induced segregation of granular materials. *Phys. Rev. Lett.*, 73 :644–647, 1994.
- [142] V.A. Zverev and A.I. Kalachev. Modulation of sound by sound under acoustic wave intersection. *Akust. Zh.*, 16 :245, 1970.

Résumé : Ce travail de thèse traite de la propagation des ondes élastiques dans les milieux granulaires denses sous contrainte. Elles permettent de sonder de manière non invasive la structure, les propriétés viscoélastiques et les comportements non linéaires des réseaux de forces de contact dans un tel milieu. Dans une première partie, nous rappelons quelques résultats concernant la propagation linéaire d'ondes ultrasonores dans les matériaux granulaires (modes effectifs cohérents, diffusion multiple des ondes élastiques). Nous montrons alors comment extraire les modules élastiques à l'aide des ondes cohérentes et la dissipation interne à l'aide des ondes multiples diffusées. En particulier, l'étude de l'influence de la présence d'un fluide interstitiel en très faible quantité ($< 0,1\%$) et l'influence de l'état de surface des billes, sur les propriétés viscoélastiques de milieux granulaires secs et mouillés, nous permet d'identifier deux mécanismes de dissipation : frictionnelle et visqueuse. Enfin, nous nous intéressons au régime de propagation non linéaire des ondes élastiques dans les milieux granulaires. Après avoir caractérisé expérimentalement l'élasticité non linéaire hertzienne réversible du matériau granulaire par la génération d'harmoniques supérieures, nous discutons un résultat original sur les processus d'interaction irréversibles onde-matière granulaire liés aux non linéarités hystérétiques de type Mindlin entraînant une nette diminution du module élastique du matériau granulaire et des micro-réarrangement à l'échelle des aspérités de grains.

Mots-clés : Acoustique des Milieux Granulaires, Diffusion Multiple des Ondes Élastiques, Acoustique Non Linéaire.

Abstract This work deals with the sound propagation in a stressed dense granular medium. Elastic waves offer a non invasive method for probing the structure, the viscoelastic properties and non linear behaviours of force networks in the material. First of all, we briefly describe some results about small-amplitude ultrasound propagation in granular materials (effective coherent modes, multiply scattered waves). After then, we show how to infer elastic moduli and characterize the internal dissipation by using coherent waves and multiply scattered waves, respectively. By studying the influence of small amount of added liquid in the medium ($< 0,1\%$) or the surface state of beads, on the viscoelastic properties of dry and wet granular media, we are able to identify two different origins of dissipation : frictionnal and viscous mechanisms. Finally, we study the non linear behaviour of large-amplitude sound propagation in a granular medium. More precisely, we characterize experimentally the reversible hertzian non linear elasticity of the granular medium *via* harmonic generation. And then we discuss an original experimental finding which concerns irreversible interaction process between elastic waves and granular medium. The underlying physics is related to the Mindlin hysteretic non linearity which causes a softening of the elastic modulus of granular medium accompanied by micro-rearrangements at the grain asperity scale.

Key- Words : Acoustics of Granular Materials, Multiple Scattering of Elastic Waves, Non Linear Acoustics.