



HAL
open science

Étude d'un matériau granulaire sec par ondes ultrasonores : effet non linéaire, atténuation et diffusion

Jérôme Laurent

► **To cite this version:**

Jérôme Laurent. Étude d'un matériau granulaire sec par ondes ultrasonores : effet non linéaire, atténuation et diffusion. Autre [cond-mat.other]. Université Paris-Est, 2011. Français. NNT : 2011PEST1095 . tel-00657286

HAL Id: tel-00657286

<https://theses.hal.science/tel-00657286>

Submitted on 6 Jan 2012

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.



THESE

pour obtenir le titre de

Docteur de l'Université Paris-Est

Spécialité : Physique

présentée et soutenue publiquement le 7 juillet 2011 par :

Jérôme Laurent

ETUDE D'UN MATERIAU GRANULAIRE SEC
PAR ONDES ULTRASONORES :
EFFET NON LINEAIRE, ATTENUATION ET DIFFUSION

Devant le jury composé de :

Bernard Perrin	Directeur de recherche CNRS, Paris 6, INSP	Rapporteur
Arnaud Tourin	Professeur, ESPCI, Institut Langevin	Rapporteur
Patrick Rasolofosaon	Ingénieur de recherche, IFP Energies Nouvelles	Examinateur
Pierre Mills	Professeur, Université Paris-Est, LPMDI	Président de Jury
Xiaoping Jia	Professeur, Université Paris-Est, LPMDI	Directeur de thèse

Préparée au Laboratoire de Physique des Matériaux Divisés et des Interfaces

Remerciements

Cette thèse, effectuée au Laboratoire de Physique des Matériaux Divisés et des Interfaces, a été dirigée par Xiaoping Jia. Je lui exprime ici ma reconnaissance, pour la qualité de la formation scientifique qu'il a su me dispenser.

En effet, il a su me transmettre la culture scientifique nécessaire concernant les domaines de l'acoustique et de la physique des milieux divisés. Sa motivation, ses analyses, son originalité et ses connaissances m'ont été d'une très grande utilité. J'ai profité de son approche et de sa vision sur la caractérisation des milieux granulaires par ondes acoustiques, lucide d'une quinzaine d'années de mûrissement, qu'il a su démarrer au *GPS*, puis continuer à faire progresser au *LPMDI*. D'une grande pédagogie, d'un esprit critique aiguisé et d'une passion scientifique admirable, on ne peut que louer ses qualités scientifiques telles que, l'honnêteté et la rigueur. Je lui sais gré d'avoir su me transmettre cette passion pour la « science en marche », de m'avoir donné le goût pour la recherche expérimentale, et de m'avoir entraîné à bien définir les problèmes physiques étudiés, afin de poser les bonnes questions. Merci d'avoir dirigé, avec autant de sérieux et d'enthousiasme, ce travail de thèse (et mon mémoire d'ingénieur du *CNAM*) et de m'avoir fait confiance sur la mise en œuvre d'expériences plus exploratoires.

Je remercie chaleureusement Arnaud Tourin et Bernard Perrin d'avoir accepté d'être les rapporteurs de cette thèse. Je les remercie également, Patrick N. J. Rasolofosaon et Pierre Mills, de m'avoir fait l'honneur de participer à mon jury de thèse et pour l'examen attentif et pertinent de ce manuscrit. Merci encore de vous être penchés, sur ce travail, avec autant d'entrain et de curiosité. L'exposé et le manuscrit n'ont pu que s'enrichir de vos remarques. J'ai pu bénéficier des conseils éclairés de Pierre Mills, qui exhibe une passion sans faille pour la science tout a fait admirable. Je le remercie d'avoir apporté son regard critique et pertinent sur ce travail, pour les discussions passionnantes que nous avons eues ensemble et pour ses encouragements permanents. Merci d'avoir présidé ce travail de thèse.

L'étude portant sur la méthode de résonance, permettant de mieux comprendre les effets non linéaire, a aussi bénéficié des conseils de Paul Johnson (LANL). Son esprit enthousiaste et son apport en qualité de Géophysicien ont participé grandement au bon déroulement de ce travail. Je remercie Robert Guyer pour avoir analysé, commenté, et apporté des critiques pertinentes à ce travail, lors de son passage au *LPMDI* en 2008. Je remercie également Mario Liu (Université de Tübingen) pour son analyse concernant les résultats sur l'atténuation non linéaire.

Un grand merci à Bernard Prunet-Foch pour sa gentillesse et sa sollicitude. Merci d'avoir été là quand il le fallait, pour tous les coups de pouces apportés, et ceci sans compter votre temps. Merci d'avoir relu mon manuscrit. La réalisation technique des différents dispositifs expérimentaux a tenu une place essentielle dans mon travail. Les résultats n'aurait pas été les mêmes sans la grande qualité de travail de Hubert Sizun, responsable du service mécanique du laboratoire.

Je souhaite également saluer tous les membres du laboratoire, pour leurs encouragements permanents et leur compréhension concernant le partage de mon temps de travail, entre ma mission de responsable du service électronique du laboratoire et le temps consacré à la préparation de cette thèse. Je remercie Michèle Adler et Yamin Leprince, directrice du LPMDI, d'avoir soutenu mon projet professionnel. Je remercie Yougu Yang et Arnaud Raoux, qui ont participé à l'étude sur l'évolution des paramètres de transport diffusif en fonction de la contrainte et de la fréquence, mais aussi Vincent Langlois, pour les différents sujets que nous avons abordé ensemble, telle que l'étude visant à déterminer, à l'aide de méthodes ultrasonores, la concentration des particules dans les coulis de glace et les suspensions. Un grand merci à Julien Léopoldès, pour son soutien et sa bonne humeur de chaque instants. Sa vision et ses commentaires toujours constructifs et positifs m'ont permis de sortir la « tête du guidon » et de garder le sourire. Enfin, je souhaite également remercier Catherine Algani (Pr. CNAM), qui a su me pousser à poursuivre en thèse.

Mes pensées affectueuses, vont à mes parents et mes soeurs, ainsi qu'aux amis, qui m'ont soutenu tout au long de la thèse et de la période de rédaction. J'espère qu'ils savent combien je leur dois. Merci à Myriam et ma tendre mie Nadia à qui je dois tellement.



Table des matières

Introduction générale	1
1 Propagation linéaire d'ondes acoustiques cohérentes dans les matériaux granulaires secs	5
1.1 Introduction	5
1.1.1 Chaînes de forces dans un milieu granulaire	5
1.1.2 Pourquoi sonder le réseau de contacts à l'aide d'ondes acoustiques?	7
1.2 Rappel sur l'élasticité non-linéaire des matériaux granulaires	11
1.2.1 Micro-mécanique de contact entre sphères élastiques	12
- Contact de <i>Hertz</i>	12
- Contact de <i>Mindlin</i>	15
1.2.2 Propagation d'ondes dans une chaîne de billes (<i>1D</i>)	20
1.2.3 Approche des milieux effectifs (<i>3D</i>)	23
1.3 Études expérimentales des ondes cohérentes	27
1.3.1 Dispositif expérimental	27
1.3.2 Mesure des vitesses d'ondes cohérentes	30
- Sous forte pression de confinement	31
- Sous faible pression de confinement : sous gravité	36
- Observation de l'onde de <i>Biot</i> à travers l'air	40
1.3.3 Relation de dispersion	46
- Vitesses de groupe et vitesse de phase : méthode de la phase et analyse spectrale	48
1.3.4 Mesure de l'atténuation en fonction de la fréquence	52
1.4 Conclusion	55
2 Diffusion multiple des ondes élastiques : coefficient de diffusion et absorption inélastique	56
2.1 Introduction	56
2.1.1 Étude bibliographique	56
2.1.2 Position du problème	58
2.2 Analyse du transport d'ondes diffusées	59
2.2.1 Dispositif expérimental	59
2.2.2 Ondes diffusées dans un réseau de contacts désordonnés	63
2.2.3 Modèle de diffusion scalaire	65
- Détermination de la diffusivité \mathcal{D} et de l'absorption Q_a^{-1}	71

TABLE DES MATIÈRES

- Détermination du libre parcours moyen de transport (ℓ^*)	75
2.3 Résultats expérimentaux	77
2.3.1 Évolution de ℓ^* en fonction de la contrainte	77
2.3.2 Évolution de \mathcal{D} , ℓ^* et Q_a^{-1} en fonction de la fréquence	80
2.3.3 Discussion	86
2.4 Suivi par corrélation d'ondes multiples diffusées de la modification du réseau de contacts	92
2.5 Conclusion	94
3 Acoustique non linéaire :	
 résonance, softening et mécanisme d'atténuation	96
3.1 Introduction	96
3.2 Résultats expérimentaux	99
3.2.1 Méthodes d'observations existantes	99
3.2.2 Dispositif expérimental	100
- Mode fondamental de résonance	102
- Influences du protocole expérimental	106
3.2.3 Softening des modules élastiques et dissipation hystérétique	111
- Influence de la pression de confinement	115
3.3 Modélisation	119
3.3.1 Modèle du milieu effectif basé sur le contact frictionnel	123
3.3.2 Comparaison théorie-expériences	125
3.3.3 Discussion	128
3.4 Interaction non linéaire irréversible son-matière granulaire	131
3.4.1 Compactions intermittentes sous cisaillement vibrationnel	131
3.4.2 Phénomène de cicatrisation	136
3.4.3 Atténuation en fonction de l'amplitude et de la fréquence	140
3.5 Conclusion	148
Conclusion générale	151
Bibliographie	153
Résumé	167
Annexes	A1
A Paramètres non linéaires β et δ	A1
B Modèle de Preisach-Mayergoyz	B1
C Publications	C1

Introduction générale

Les matériaux granulaires présentent des propriétés étranges et fascinantes que les physiciens n'ont cessé d'explorer depuis plus de deux siècles (Coulomb 1773, Faraday 1883, Reynolds 1885, P.-G De Gennes, ...). De nombreux domaines de recherche se trouvent impliqués dans l'étude des milieux granulaires et sont nécessaires pour répondre aux nombreuses questions encore ouvertes. Ces matériaux divisés sont omniprésents dans la nature et notre quotidien. Par exemple, lorsque l'on a affaire à des fines poudres ($\sim 10^{-6} m$) compactées composant les médicaments/pilules, le café, les récoltes agro-alimentaires, les dunes des déserts ($\sim 10^{-4} m$) qui recouvrent de grandes parties de notre globe, le ballast des voies ferrées ($\sim 10^{-1} m$), jusqu'aux anneaux de Saturne ($\sim 10^2 m$). Bien que d'intérêt fondamental, ce sujet peut éclairer une large gamme de problèmes concrets, en effet, de nombreuses matières sont traitées sous forme granulaire à cause de la facilité de stockage et de transport, de mélange, d'écoulement, de transformation (broyage), impliquant différents secteurs tels que, l'industrie pharmaceutique et chimique, le bâtiment et le génie civil, l'industrie pétrolière, l'activité minière et céréalière, l'imagerie médicale, le contrôle non destructif, ...

Un autre domaine concerné par ces matériaux est la géophysique, le sol étant principalement un milieu formé de grains. Les situations mettant en jeu des milieux divisés, constituent les principaux intérêts d'étude des géophysiciens, quant au rôle primordial qu'ils jouent dans les processus naturels catastrophiques, tels que les glissements, l'érosion, le déplacement des dunes, les avalanches, la prédiction des séismes, etc. Cet ensemble de matériaux a pourtant une propriété commune, celle d'être composé de nombreux éléments macroscopique qui lui confère un statut à part : ce ne sont ni des liquides, ni des solides, ni des gaz. Ou plutôt tantôt l'un, tantôt l'autre. En effet, on peut très bien : s'allonger sur une plage de sable, sans s'y enfoncer spontanément, voir un sablier mesurer le temps grâce au comportement fluide du sable qu'il contient, ou observer une tempête de sable. Malgré leur présence dans tous ces domaines industriels et géophysique, les matériaux granulaires présentent une variété de comportements les rendant difficilement classables parmi les états habituels de la matière, tels que : l'effet de voûte, la dilatance, l'écoulement, la ségrégation, ... Si ces milieux 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).

Malgré l'importance des phénomènes où ceux-ci interviennent, nos connaissances sur leur comportement, et leur description sont limitées, ainsi ils font l'objet d'intenses

recherches (*Guyon & Troadec 1994, Jaeger & Nagel 1996, Duran 1997, de Gennes 1998, Kishino 2001*). Cet engouement est certes motivé par les applications nombreuses, tant industrielles que géophysiques, mais également par la richesse des comportements observés qui pose des questions fondamentales nouvelles. A l'heure actuelle, nous ne possédons pas de théorie ou d'équations constitutives qui permettraient de décrire l'ensemble des comportements observés avec ces matériaux. De plus, la difficulté de l'étude des milieux granulaires, tient dans son caractère atypique, du fait que leurs propriétés dépendent de façon souvent complexe, d'un grand nombre de paramètres et son incorporation à aucune théorie existante. Ce milieu présente des systèmes hors équilibres, dissipatifs, métastables et athermiques. En effet, la température ordinaire ne joue aucun rôle sur ces milieux, car les grains sont trop gros pour subir un mouvement *Brownien* ($d > 10 \mu\text{m}$). Les forces adhésives de *Van-der-Waals* et les forces capillaires deviennent elles aussi négligeables au-delà d'une centaine de micron ($d > 100 \mu\text{m}$) [1], pour un matériau granulaire constitué de billes de verre rugueuses. Par conséquent, à moins que ce milieu (athermique) ne soit soumis à une perturbation extérieure, chaque configuration métastable restera « gelée », car insensible à l'agitation thermique.

Étant donné le grand nombre de particules qui constituent ces milieux, on s'intéresse généralement à des quantités moyennes, permettant de les décrire comme un milieu effectif continu. A l'échelle microscopique, dans le cas d'un milieu granulaire non cohésif, les interactions entre grains sont gouvernées par des forces de contact et de friction. Ces interactions entre grains sont intrinsèquement dissipatives, à cause de la friction solide et des collisions inélastiques. De plus, il existe un désordre et une indétermination au niveau des contacts entre grains, dûs aux frottements solides : les forces tangentielles ne sont connues que via une inégalité avec les forces normales (lois de *Coulomb*). Ceci nous interdit de connaître la répartition exacte des forces, qui dépendent de l'histoire du matériau. Lorsque ce type de milieu est confiné dans un récipient, un désordre géométrique apparaît dans leur structure, il est dû à la façon dont les grains ont été disposés dans le récipient. Suivant le mode de préparation employé de l'assemblage granulaire, la compacité du matériau est le paramètre macroscopique pertinent. Lorsqu'une contrainte est exercée sur cet assemblage granulaire, il apparaît que la répartition des contraintes résultante, est extrêmement hétérogène. Les propriétés statiques et dynamiques, des matériaux granulaires denses, sont essentiellement déterminées par ce réseau de contacts. En effet, les forces sont transmises via les contacts entre grains, le long de chemins privilégiés, nommés chaînes de forces, qui supportent la plus grande partie de la charge extérieure appliquée. Plus la contrainte appliquée est importante, plus la répartition des forces entre les grains a tendance à s'homogénéiser dans le milieu, la longueur de corrélation de ces forces (longueur moyenne des chaîne de forces) tend alors à diminuer.

La propagation d'ondes acoustiques dans les milieux granulaires représente en soi un sujet d'études fondamentales (modes effectifs, diffusion multiple d'ondes, effets non linéaires, ...), mais elle fournit aussi une méthode d'investigation non intrusive de la structure et des propriétés mécaniques de ces matériaux [2, 3, 4, 5, 6, 7]. Bien que d'interactions microscopique différentes, le comportement phénoménologique des matériaux granulaires, s'apparente à d'autres types de systèmes physiques complexes, tels que les mousses, les gels, les pâtes, les verres colloïdaux, ... Les ondes acoustiques permettent d'étudier les milieux divisés composés de grains de différentes tailles, par

exemple, de $1\ \mu m$ à $100\ \mu m$, les pâtes cimentaires, les suspensions colloïdales, les poudres ; de $100\ \mu m$ à $5\ mm$, les sables ; et de $1\ cm$ à $100\ m$, les ballasts.

Suivant le rapport de la longueur d’onde λ à la taille de grains d , la transmission acoustique, dans un milieu granulaire sec, se fait à travers le réseau de contacts et se décompose en deux parties bien distinctes [6]. Lorsque $\lambda \geq 10d$, la propagation des ondes élastiques se fait essentiellement de manière balistique et cohérente, comme dans un milieu effectif continu. La détermination des vitesses du son de ces ondes, rend accessible expérimentalement, les modules élastiques effectifs de compression et de cisaillement, permettant de caractériser l’élasticité de ce matériau [8, 9], à partir de la théorie du contact de *Hertz-Mindlin*. Cette approche du milieu effectif permet d’assurer le passage micro/macro, via le nombre de coordinence (Z) et la fraction volumique (ϕ), grâce à certaines hypothèses dont le mouvement affine entre grains voisins [7]. Lorsque $\lambda \sim d$, les effets de diffusion causés par les fluctuations spatiales des réseaux de contacts deviennent considérables, on observe alors l’apparition d’ondes multiples diffusées (speckles acoustiques/coda) [6]. Dans ce cas, la théorie des milieux effectifs ne constitue plus une approche valable et ces ondes se propagent selon des trajectoires différentes pour une configuration donnée de l’empilement. Ces ondes diffusées sont très sensibles à l’exacte structure des chaînes de forces et aux sollicitations extérieures, contrairement aux ondes cohérentes qui, elles, sont sensibles aux propriétés globales du milieu. Elles offrent ainsi une sonde beaucoup plus fine, des propriétés visco-élastiques à l’échelle des grains, telles que les mécanismes de dissipation d’onde interne [10], grâce à l’exploration d’un plus grand nombre de contacts.

Objectifs et plan de la thèse — Ce travail de thèse consiste à étudier expérimentalement la propagation d’ondes ultrasonores dans un milieu granulaire dense et sec¹. Elle est composée de trois chapitres.

- Le *chapitre 1* regroupe les notions de base de micro-mécanique de contact et de propagation acoustique dans les milieux granulaires, qui sont utiles pour la compréhension de la suite du document. On décrit en particulier, la nature des forces de contact et de leur hétérogénéité au sein d’un milieu granulaire dense et désordonné. On étudie ensuite les caractéristiques générales de la propagation linéaire d’onde acoustique cohérente dans un matériau granulaire, sous forte pression de confinement ($> 10\ kPa$) et sous gravité ($< 1\ kPa$). Dans les deux cas, on effectue des mesures de la vitesse du son, longitudinale et transversale, en fonction de la contrainte et de la taille des grains. Dans le cas d’un milieu granulaire sous gravité, on met en évidence l’onde de *Biot*, se propageant à travers le fluide interstitiel (l’air). À l’aide de la méthode de la phase spectrale, on mesure précisément la vitesse de groupe et la vitesse de phase d’une impulsion en fonction de la fréquence, afin d’examiner si un milieu granulaire sous contrainte est dispersif ou non. Enfin, on mesure l’atténuation d’ondes cohérentes dans ce milieu en fonction de la fréquence, à l’aide d’un train d’onde quasi-monochromatique.

1. On utilise ici l’adjectif « sec » (terme quelque peu abusif du fait que ces milieux ne sont pas exempts d’une certaine humidité), d’une part, du fait que ces expériences ont été réalisées à humidité ambiante (i.e « room dry »), et d’autre part, du fait qu’elles sont à dissocier de celle réalisées précédemment au laboratoire par Th. Brunet [11], dans le cas d’un matériau granulaire faiblement mouillé.

• Au *chapitre 2*, on décrit les ondes élastiques multiples diffusées, quand la longueur d'onde est comparable à la taille des grains. On s'intéresse à l'étude de leur transport dans ces milieux désordonnés [6, 12]. Dans un premier temps, on décrit le transport de l'énergie de ces ondes, obéissant à un processus de diffusion scalaire. Il est caractérisé par deux paramètres de contrôle : un coefficient de diffusion $\mathcal{D}(= v_s \ell^*/3)$ et un temps inélastique d'absorption $\tau_a(= Q_a/\omega)$. Ces paramètres sont mesurés en fonction de la contrainte et de la fréquence d'excitation. Enfin, on cherche à suivre les réarrangements irréversibles du réseau de contacts, à l'aide d'une technique de corrélation d'ondes multiples diffusées, induit par une vibration de forte amplitude, via des transducteurs longitudinal ou transversal.

• Au *chapitre 3*, on caractérise l'élasticité d'un matériau granulaire sous fortes amplitudes, par la méthode de résonance. En effet, ces milieux exhibent un comportement non linéaire important de type hystérétique, et présentent une dynamique lente après le passage d'ondes de fortes amplitudes [13]. Dans ce travail, les modes fondamentaux d'ondes cohérentes sont étudiés en fonction de l'amplitude d'excitation et de la pression de confinement. On examine le ramollissement des modules élastiques (softening) et la dissipation frictionnelle en fonction de l'amplitude d'excitation, en mode longitudinal et transversal. Les résultats sont comparés avec les prédictions d'un modèle basé sur la théorie de contact de *Mindlin*. Ensuite, on s'intéresse aux effets irréversibles d'interaction du son avec la matière granulaire, tel que la compaction. Enfin, en ajustant l'épaisseur de l'échantillon, nous allons mesurer l'atténuation non linéaire en fonction de l'amplitude d'excitation et de la fréquence.



Propagation linéaire d'ondes acoustiques cohérentes dans les matériaux granulaires secs

1.1 Introduction

1.1.1 Chaînes de forces dans un milieu granulaire

Dans un milieu granulaire, la contrainte n'a pas pour effet de se répartir uniformément à l'échelle des contacts entre grains. Au contraire, il s'avère que la répartition des contraintes dans un milieu granulaire est très hétérogène (figure 1.1). Généralement, la longueur de corrélation de ces forces (que l'on notera par la suite B), correspond à la longueur moyenne des chaînes de forces. En pratique, on observe que plus la contrainte appliquée est importante, plus la répartition des forces entre les grains a tendance à s'homogénéiser dans le milieu et à casser la forme des chaînes, ce qui se traduit par la diminution de la longueur de corrélation B . Il apparaît que dans les milieux granulaires $2D$, elle est grande par rapport à la taille des grains ($B \sim 5 - 10d$), et elle semble comparable à celle des matériaux granulaires $3D$. Une manière de visualiser ces contraintes, est d'utiliser des grains photoélastiques placés entre polariseurs croisés. Sous l'effet de la contrainte, le milieu devient biréfringent et on voit alors apparaître un réseau enchevêtré de lignes lumineuses. L'intensité lumineuse est proportionnelle au carré de la contrainte appliquée. Plus la lumière est intense, plus les forces correspondantes sont grandes. Ces lignes matérialisent la présence de chaîne de forces. Les comportements quasi-statiques et dynamiques d'un milieu granulaire sont intrinsèquement liés à la structure de l'empilement et du réseau de contacts.

En effet, les forces dans ce milieu se transmettent via les contacts entre grains, le long de chemins privilégiés (chaînes de forces), qui supportent la plus grande partie de la charge extérieure appliquée. Ce type de structure a été observé expérimentalement pour la première fois par *Dantu* [14, 15], illustré figure (1.1a), mais aussi par *Travers et al* [16, 17], qui ont été parmi les premiers à donner une description plus quantitative de ces chaînes de forces. On pourra se reporter également à l'étude réalisée par *Drescher et de Josselin de Jong* [18], dans un milieu $2D$ de grains photoélastiques. Elles semblent être à l'origine de larges fluctuations des contraintes, lorsque l'on cisaille [19, 20, 21], comme illustré sur la figure (1.1b), ou que l'on comprime [22, 23] un milieu granulaire. 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. Il apparaît même dans le cas où les grains sont pourtant ordonnés en réseau régulier. Ce sont alors les imperfections géométriques des grains, inévitables dans un empilement réel, qui sont responsables de cette hétérogénéité de la distribution spatiale des contraintes. En outre, la figure (1.1a) illustre 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.

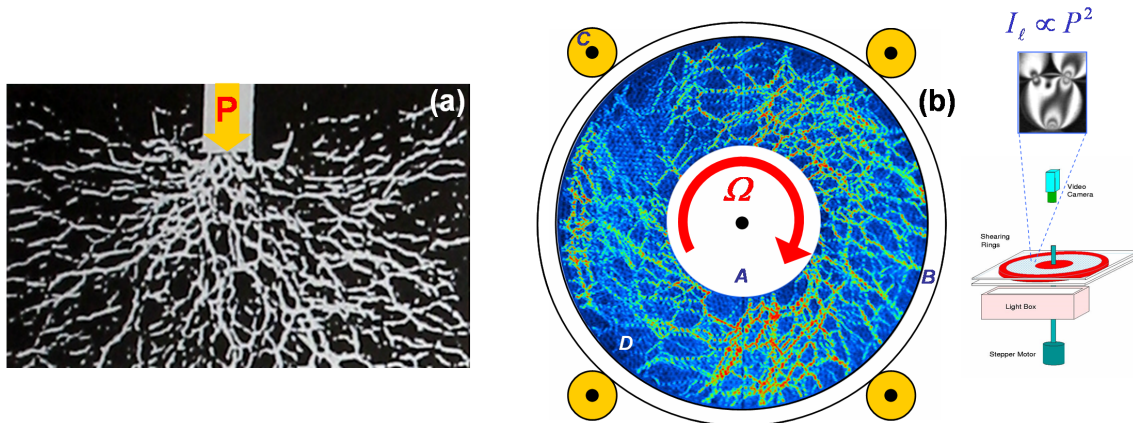


Figure 1.1 : Visualisation des chaînes de force d'un empilement bidimensionnel de grains photoélastiques (a) soumis à une compression (photo d'après *Dantu* [14]) (b) et soumis à un cisaillement dans une géométrie Couette (photo d'après *Howell et al* [21]).

Dans un milieu granulaire 3D, *Liu et al* [24], ainsi que *Mueth et al* [25], ont essayé de comprendre comment se distribuent les forces à l'échelle du grains, à l'aide d'une méthode expérimentale originale. Ils ont alors étudié les forces qu'exerce un milieu granulaire sur les parois d'un récipient en mesurant la trace laissée par les grains sur une feuille de papier carbone, illustré sur la figure (1.2a). Cette expérience montre une distribution très large des forces, de forme exponentielle (fig. 1.2a) : $P(f_n) \propto \exp(-f_n / \langle f_n \rangle)$. Cela signifie que les fluctuations de forces, sont de l'ordre de grandeur de la force moyenne. Enfin, une dernière approche, par simulation numérique, consiste à modéliser un matériau granulaire en décrivant les forces d'interactions entre grains et étudier la distribution hétérogène du réseau de forces. Comme l'illustre la figure (1.2c), le réseau de force obtenu par *Radjai et al* [26, 27] présente une grande similitude avec les expériences. La modélisation employée prend en compte à la fois la polydispersité des grains et l'aspect indéterminé des forces de friction (*Coulomb*). La distribution de probabilité des forces de contact s'avère proche de celle trouvée expérimentalement, soit de type exponentielle [28, 29], excepté pour les forces faibles. Ce type de simulation montre qu'un faible désordre géométrique est suffisant pour engendrer un désordre important des forces de contact. De plus, pour de tel réseau de forces, il est aujourd'hui établi que le tenseur des contraintes associées est très anisotrope, tout comme le tenseur de fabrique (qui caractérise l'orientation moyenne des contacts entre grains). En effet, les simulations de *Radjai et al* mettent en évidence que le réseau de force se décompose en un réseau isotrope, qui porte les forces inférieures à la force moyenne, et un réseau très anisotrope, qui porte les forces supérieures à la force moyenne souvent lié à l'application d'un cisaillement : traduisant le caractère

bimodal de la transmission des efforts. Expérimentalement, c'est principalement ce réseau de forces qui est visualisé sur les photos (1.1).

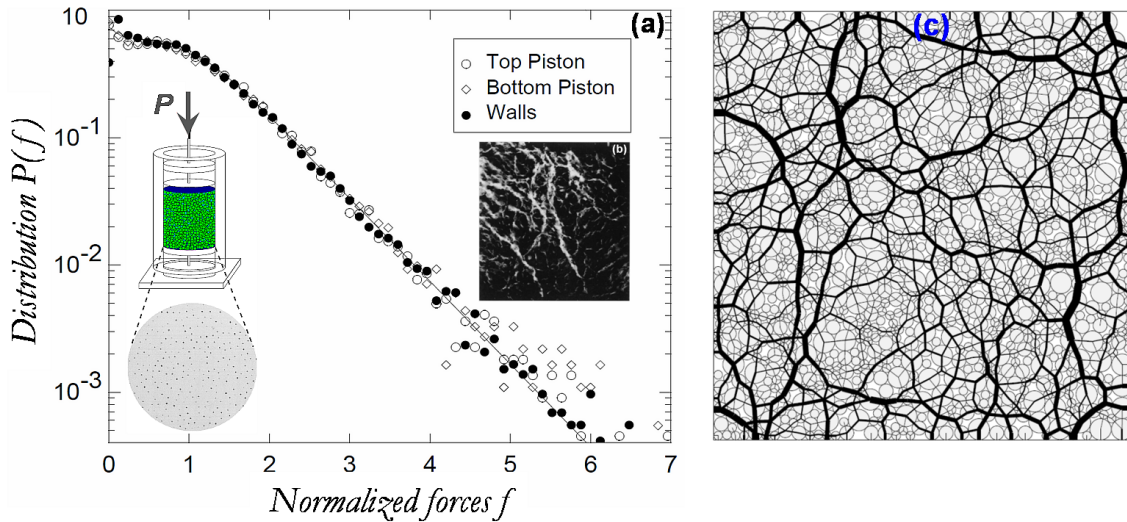


Figure 1.2 : (a) Distribution de probabilité des forces à l'échelle du grain : $P(f_n) \propto e^{-\beta f_n / \langle f_n \rangle}$ avec $\beta = 1.5 \pm 0.1$. Le système étudié est un cylindre contenant un milieu granulaire (billes de verre de diamètre $3.5 \pm 0.2 \text{ mm}$) qui est comprimé entre deux pistons. Le diamètre intérieur de la cellule est identique à l'épaisseur granulaire de 140 mm , la pression de confinement est de $P = 117 \text{ kPa}$. Le graphe permet de comparer la distribution des forces sur les parois latérales et sur les pistons, d'après *Mueth et al* [25]. (b) En encart, chaînes de forces d'un empilement tridimensionnel de billes de verre immergées dans un liquide de même indice optique (photo extraite de *Jaeger et al* [30]). (c) Réseau de forces obtenu avec un modèle de billes frottantes et polydisperses, d'après *Radjai et al* [26].

Les simulations réalisées par *Makse et al* [31], nous apprennent que, dans un milieu granulaire sous compression, les contraintes sont transmises, principalement dans la direction du chargement extérieur (le long des chaînes de forces). Ces chaînes présentent des bifurcations et des branchements au niveau des grains et forment ainsi un réseau complexe dans l'échantillon, qui peut être considéré comme un réseau de percolation. Enfin, cette étude montre que lorsque la charge extérieure augmente, de plus en plus de chaînes de forces apparaissent et subissent des changements erratiques. Ceci a lieu jusqu'à ce que le système atteigne un état de saturation, c'est-à-dire lorsque toutes les particules subissent des charges comparables. Le système se comporte alors comme un matériau continu (en volume). Les comportements quasi-statiques et dynamiques d'un milieu granulaire sont donc intrinsèquement liés à la structure de l'empilement et au réseau des forces de contact. Au regard de la littérature existante sur le sujet et des travaux plus récents [32, 33, 34, 35], il semble y avoir un consensus sur la forme de la distribution des forces. Cependant, il est à noter, que d'autres lois de distribution des forces ont également été observées dans certains empilements granulaires [36, 37].

1.1.2 Pourquoi sonder le réseau de contacts à l'aide d'ondes acoustiques ?

La méthode photoélastique décrite précédemment est difficilement applicable dans un système granulaire 3D. La méthode expérimentale d'élasticimétrie développée par le groupe de Chicago [30], a le mérite de visualiser la présence de chaînes de forces, en

revanche, des mesures quantitatives de la distribution des forces s'avèrent extrêmement difficiles avec cette méthode. En outre, la plupart des systèmes granulaires, constitués de grains opaques, ne peuvent pas être explorés par ces méthodes optiques. En effet, ces méthodes ne permettent pas d'accéder directement au cœur d'un empilement granulaire. Les chaînes de forces, qui supportent les efforts dans le système, s'étendent sur des longueurs caractéristiques (B) supérieures à la taille des grains et n'impliquent qu'une fraction du nombre total des grains.

Cependant, en se propageant à travers ce 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. L'étude de la propagation des ondes acoustiques, constitue une méthode de choix quant à l'analyse des propriétés élastiques des milieux homogènes mais aussi hétérogène. Dans un milieu élastique continu, la vitesse des ondes acoustiques, longitudinales et transversales ($\lambda \gg d$), dépend des modules élastiques des matériaux et de la densité (ρ) : $c_p^2 = (K + 4G/3)/\rho = E/\rho$ et $c_s^2 = G/\rho$, où E , K et G sont les modules élastiques effectifs, de compression et de cisaillement, respectivement. La propagation d'ondes ultrasonores dans les milieux granulaires, fournit une méthode originale (unique) et non invasive, permettant de sonder leurs structures (réseau de chaînes de forces), mais aussi de caractériser leurs propriétés viscoélastiques en fonction de paramètres, tels que, la compacité, la polydispersité, le type de grains, la contrainte, la fréquence, l'amplitude de la vibration, ... En pratique, il apparaît que lorsque l'amplitude de vibration augmente, ces matériaux exhibent des effets non linéaires importants. La réponse élastiques de ces matériaux, se situe généralement vers de très faibles déformations, typiquement de l'ordre de $\varepsilon \sim 10^{-8} - 10^{-5}$. Pour des déformations plus élevées, des réarrangements irréversibles du réseau de contacts ou de la texture granulaire, sont engendrés et observables expérimentalement.

Une première expérience a été réalisée en ce sens par *Liu et Nagel*, il y a un peu moins de 20 ans [5, 38]. Leurs expériences ont mis clairement en évidence le rôle crucial du désordre sur la propagation des ondes dans les milieux granulaires denses lorsque la longueur d'onde est de l'ordre de grandeur des grains (hétérogénéités). De plus, leurs expériences ont permis de mettre en évidence, des effets non linéaires liés au comportement hystérétique du matériau granulaire. Pour cela, ils ont montré que la propagation du son est extrêmement sensible au moindre changement de configuration de l'empilement. De plus, ce réseau de chaîne de forces est probablement responsables de la propagation anormale du son dans un milieu granulaire sous gravité [5, 38, 39].

Ondes cohérentes et ondes multiples diffusées — Une première expérience (fig. 1.4a) consiste à envoyer une impulsion brève, d'une durée de $\Delta t = 2\mu s$, générée par un transducteur ultrasonore, dans un milieu granulaire d'épaisseur (L), inférieure au diamètre de la cellule et soumis à une pression de confinement P . Le signal transmis à travers l'échantillon est alors détecté par un autre transducteur placé au fond de la cellule. Nous utilisons, dans cette expérience, des transducteurs de compressions large bande. La transmission d'une telle impulsion, permet d'exciter, sur un spectre large centré à $f_0 = 1/\Delta t = 500kHz$, les différents modes susceptibles de se propager dans un tel milieu.

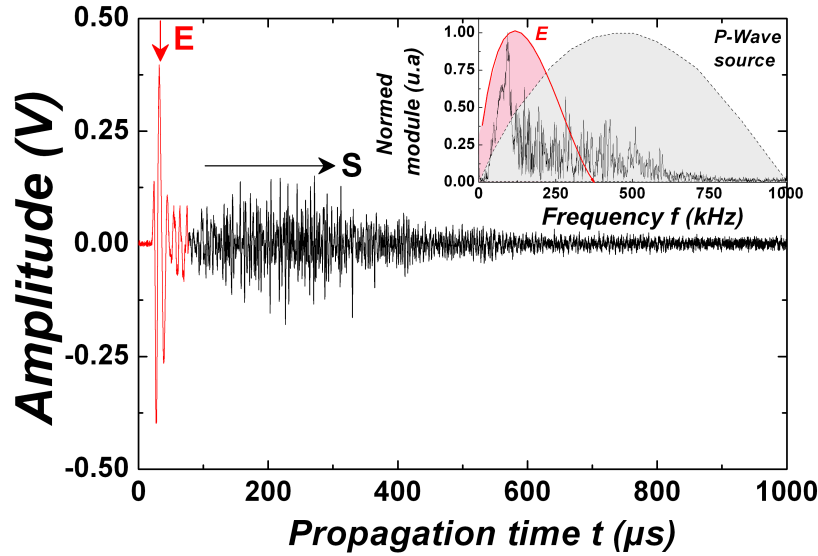


Figure 1.3 : Signal ultrasonore typique, détecté à travers un échantillon de billes de verre confiné, d'une épaisseur de 18mm et soumis à une pression de confinement $P = 0.7\text{MPa}$. Le diamètre de la cellule et des transducteurs ultrasonores sont de 30mm et 15mm respectivement.

Il apparaît, sur la figure (1.3), qu'il est possible d'identifier deux modes (\mathbf{E} et \mathbf{S}) de propagation selon le rapport de la longueur d'onde (λ) sur la taille des grains (d). La mise en évidence expérimentale d'ondes cohérentes et diffusées dans un matériau granulaire sous contrainte a été réalisée, précédemment par *Jia et al* [6]. Lorsque la longueur d'onde est grande devant la taille des billes ($\lambda > 10d$), le signal se propage *balistiquement*, d'où la dénomination d'onde balistique ou d'onde cohérente (fig. 1.4). Cette onde basse fréquence, notée \mathbf{E} , n'est pas sensible au changement de configuration. De plus, nous verrons au *chapitre 2*, qu'elle résiste au moyennage sur plusieurs configurations d'un même échantillon. Si le protocole de préparation de l'échantillon est le même, le signal \mathbf{E} est parfaitement reproductible d'une expérience à une autre. Le milieu est alors perçu comme un milieu effectif homogène continu. Il apparaît alors, que la détermination des vitesses du son nous permettra d'accéder aux modules effectifs de compression et de cisaillement, caractérisant l'élasticité de ce matériau. En revanche, lorsque la longueur d'onde est de l'ordre de la taille des billes ($\lambda \approx d$), 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*. Ce signal associé à ce type d'ondes, noté \mathbf{S} , est lui spécifique à chaque configuration. Dans ce cas, la théorie des milieux effectifs ne constitue plus une approche valable. Dans ce régime, les ondes multiplement diffusées se propagent selon des trajectoires spécifiques à chaque configuration de l'empilement granulaire. 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.

Lorsque l'on utilise un petit détecteur, dont le diamètre est comparable à celui des grains, on sonde le milieu de manière locale et on favorise ainsi l'observation des ondes multiplement diffusées. Le signal typique détecté, lorsque le signal d'excitation correspond à 1 impulsion de période $2\mu\text{s}$, est présenté sur la figure (1.5a). Cela corres-

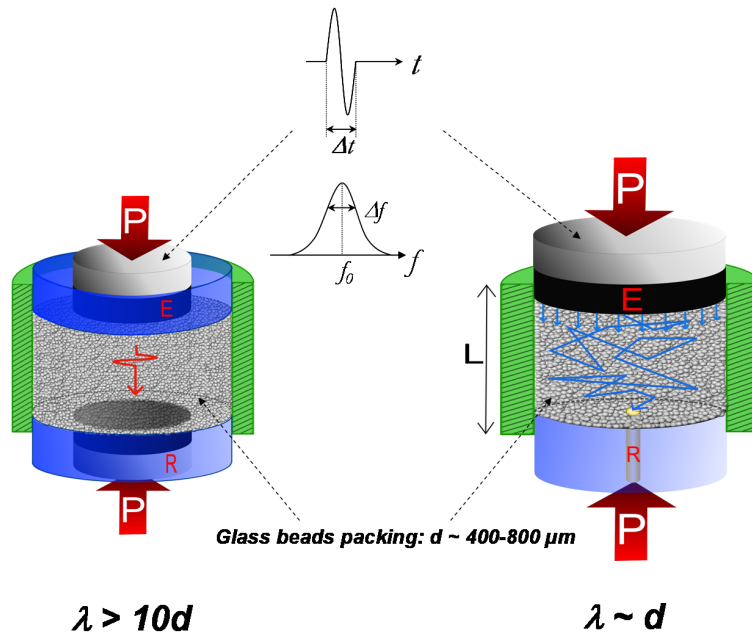


Figure 1.4 : Schéma illustrant la propagation d'ondes élastiques dans un matériau granulaire dense soumis à une pression de confinement P . (a) Lorsque la longueur d'onde est grande devant la taille des grains ($\lambda > 10d$), la propagation de l'onde cohérente se fait de manière balistique. (b) Lorsque la longueur d'onde est comparable à la taille des grains ($\lambda \approx d$), l'onde est diffusée par les hétérogénéités (grains) du milieu, on parle alors d'onde multiples diffusées ou coda.

pond à une longueur d'onde de l'ordre de $\lambda = V/f \approx 2\text{mm} \sim 2.5d$ avec $V = 750\text{m/s}$ la vitesse du son. L'onde diffusée s'étale sur plus d'une milliseconde, quant à l'onde cohérente, elle est détectée seulement après une dizaine de microsecondes. L'onde diffusée a donc eu le temps d'explorer l'échantillon en se propageant à travers le réseau de contacts, elle est donc extrêmement riche en informations et constitue une signature pour une configuration donnée des grains. Lorsque l'amplitude d'excitation est faible (sonde), les deux composantes, basse et haute fréquence, sont stables sur une échelle de temps associée à l'observation (plusieurs dizaines de minutes), outre une légère augmentation de la vitesse du son ($< 1\%$), dû à l'effet de vieillissement (fluage de l'aire de contact inter-grains en fonction de l'âge du contact). En revanche, lorsque le matériau est faiblement contraint, une augmentation de l'amplitude d'excitation (effet non-linéaire) a pour effet de modifier de manière instantanée et irréversible l'onde diffusée, *a contrario* du signal cohérent qui, lui, reste quasi-identique.

L'expérience montre, que plus la contrainte exercée sur le matériau diminue, plus la fréquence du signal ultrasonore détecté diminue vers les basses fréquences. Sous certaines conditions expérimentales ($\lambda \sim d$), il est également possible d'observer les ondes multiples diffusées dans un matériau granulaire sous gravité. Il apparaît que leur contenu spectral est compris dans la bande audio ($1 - 30\text{kHz}$). *Liu et Nagel* [38] ont été les premiers à observer ce type de signaux. Cependant, les résultats que nous obtenons, mettent clairement en évidence l'existence d'ondes multiples diffusées dans un matériau granulaire faiblement contraint, que ce soit pour le mode longitudinal ou transversal.

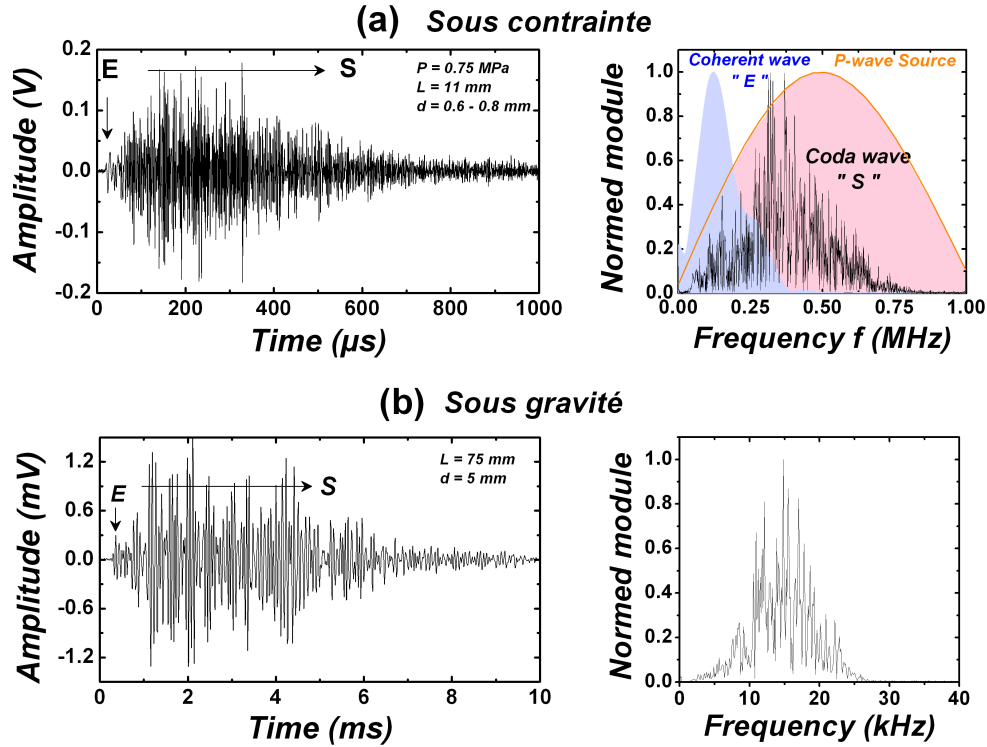


Figure 1.5 : (a) Signal ultrasonore détecté à l'aide d'un *pinducer* à travers un échantillon d'épaisseur 11mm ($L/d \approx 15.7$) et des billes de verre de diamètre $d \sim 0.6 - 0.8\text{mm}$, soumis à une pression de confinement de 0.75MPa . Le spectre a été obtenu en isolant la partie correspondante à l'onde cohérente de celle correspondante à l'onde diffusée. (b) Signal ultrasonore détecté à travers un matériau granulaire sous gravité, soumis à un pulse d'excitation centré à 10kHz . L'épaisseur de l'empilement granulaire est de 75mm et est constitué de billes de verres de diamètre 5mm . La vitesse de l'onde cohérente longitudinale (E) est de l'ordre de $V_E = 240\text{m/s}$, la fréquence moyenne de ces ondes est de l'ordre de 15kHz , on peut estimer la longueur d'onde à $\lambda \sim 3d$. Dans ce cas, la bande spectrale de l'onde diffusée (S) se situe dans la bande audio, comprise entre 5kHz et 30kHz .

Dans ce chapitre, nous limiterons notre étude à la propagation d'onde cohérente (de grande longueur d'onde) dans un empilement granulaire sec en fonction de la contrainte et de la fréquence. L'étude des ondes multiples diffusées sera abordée au *chapitre 2*. Nous verrons que l'analyse de leur transport dans de tels milieux, conduit à un modèle de transport diffusif, proposé par *Jia* [12]. Nous verrons alors que, les ondes diffusées peuvent servir qualitativement de sonde, permettant de caractériser des grandeurs physiques fondamentales, telles que le coefficient de diffusion (\mathcal{D}), le libre parcours moyen de transport (ℓ^*) et le taux d'absorption (τ_a).

1.2 Rappel sur l'élasticité non-linéaire des matériaux granulaires

La mécanique des corps solides, considérés comme des milieux continus, constitue le contenu de la théorie de l'élasticité [40]. 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 : $\sigma_{ij} = C_{ijkl}\varepsilon_{kl}$. 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*. Dans le cas isotrope (où toutes les directions sont équivalentes), il est établi que deux constantes seulement sont nécessaires et la loi de *Hooke* prend la forme :

$$\sigma_{ij} = \lambda \operatorname{tr}(\varepsilon)\delta_{ij} + 2\mu\varepsilon_{ij} \quad \Rightarrow \quad \varepsilon_{ij} = \frac{1+\nu}{E}\sigma_{ij} - \frac{\nu}{E}\operatorname{tr}(\sigma)\delta_{ij} \quad (1.1)$$

où λ et μ sont les coefficients de *Lamé*, μ étant le module de cisaillement. Le terme δ_{ij} correspond au symbole de *Kronecker* et vaut 0 pour $i \neq j$ et 1 pour $i = j$. On retrouve alors les expressions du module d'*Young* et du coefficient de *Poisson* : $E = \lambda/2(\lambda + \mu)$ et $\nu = \mu(3\lambda + 2\mu)/(\lambda + \mu)$, respectivement.

1.2.1 Micro-mécanique de contact entre sphères élastiques

La théorie de *Hertz* permet de modéliser de façon « simple » les contacts entre deux billes, supposées purement élastiques et subissant une compression, illustrées sur la figure (1.6). Cette théorie exprime la pression au niveau du contact (P_0), la distance d'interpénétration (ξ) et l'aire de contact (a) de deux billes homogènes, écrasées l'une contre l'autre par une force normale (F_n). Pour une revue complète on pourra se reporter à l'ouvrage référence de *K. L. Johnson* [41]. On se propose dans un premier temps de rappeler l'expression de la force nécessaire à appliquer pour déformer deux sphères élastiques en contact. Ce problème a été résolu par *Hertz* en 1882 [42]. Dans un second temps, nous présenterons le modèle de *Hertz-Mindlin*, dans lequel la loi de contact prend en compte la friction entre les grains.

- Contact de Hertz

On considère deux billes sphériques de même matériau (E) et de rayon moyen $R = R_i R_j / (R_i + R_j)$.

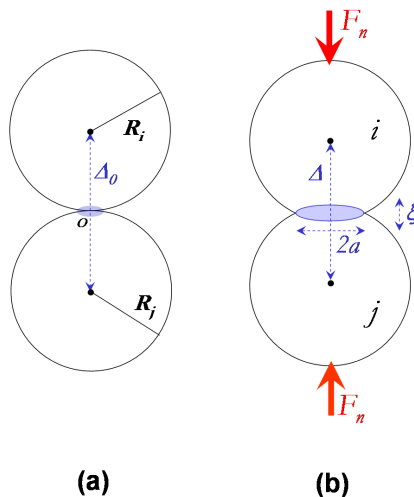


Figure 1.6 : (a) Contact ponctuel entre deux sphères élastiques (i, j). $\Delta_0 = R_i + R_j$ étant la distance inter-centre. (b) Contact de *Hertz* : lorsque les grains sont comprimés l'un contre l'autre par une force normale F_n , ils s'aplatissent au voisinage de la zone de contact. L'aire de contact ainsi formée prend la forme d'un disque de rayon a . La distance entre les centres des grains diminue alors de $\xi = \Delta_0 - \Delta$.

Lorsque ces grains sont simplement en contact, sans contrainte extérieure appliquée, alors le contact est ponctuel (fig. 1.6a). En revanche, lorsque les grains sont comprimés l'un contre l'autre en exerçant une force F_n , ils s'aplatissent, une déformation locale apparaît dans une petite région de forme circulaire autour du point de contact initial et la distance inter-centre diminue $\Delta_0 - \Delta$, (fig. 1.6b). En supposant R très grand devant le rayon a de cette zone de contact ($\xi \ll a \ll R$), 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 ξ caractérise la distance d'interpénétration des centres des sphères au cours de la compression. Dans l'état comprimé, la force F_n est essentiellement répartie dans la zone de contact de surface πa^2 . Au niveau du contact nous connaissons la relation de contrainte-déformation donnée par la loi de *Hooke* : $\sigma = E\varepsilon$, où σ est la contrainte moyenne agissant sur la surface de contact et E représente le module d'*Young* du matériau constituant les billes. L'ordre de grandeur de la déformation relative correspond au rapport de l'écrasement sur le rayon de l'aire de contact : $\varepsilon \approx \xi/a$. En supposant une distribution de la force F_n homogène à toute l'aire de contact (a), la contrainte (σ) supportée par chaque bille est :

$$\sigma = \frac{F_n}{\pi a^2} \propto E \sqrt{\frac{\xi}{R}} \quad (1.2)$$

avec $\varepsilon \approx \sqrt{\xi/R} \propto F_n^{1/3}$ la déformation. Il est alors rendu possible de déduire, respectivement, les lois d'échelles de l'écrasement (ξ) et du rayon de l'aire de contact (a) en fonction de la force de contact (F_n), il vient : $\xi \propto (F_n/E\sqrt{R})^{2/3}$ et $a \propto (RF_n/E)^{1/3}$. A l'aide d'arguments adimensionnels nous avons pu retrouver la *loi de Hertz*, qui permet de mettre en évidence que l'écrasement (ξ) entre les grains est une fonction non linéaire de la force (F_n) qui les comprime.

En faisant l'hypothèse que les sphères sont élastiques, il est possible de calculer exactement l'état des contraintes. Pour obtenir les expressions exactes des coefficients multiplicatifs, il faut faire appel à la théorie de *Hertz* qui établit la théorie du contact statique entre deux solides en résolvant les équations de l'élasticité linéaire. *Hertz* se place dans le cas limite des faibles déformations ($\xi \ll a \ll R$) et pose les hypothèses de calcul suivantes [41] : la rugosité des sphères est négligée, le contact est supposé continu, le frottements au niveau des surfaces des billes est supposé nul pour que seule une force normale puisse se transmettre au cours de la compression et les corps sont considérés comme des milieux semi-infinis pour calculer les déformations locales. Par la suite nous utiliserons le résultat exact établi par *Hertz* [42], dont le résultat principal est que l'écrasement ξ est proportionnel à $F_n^{2/3}$ quelque soit la forme des corps en contact. Pour le cas du contact sphère-sphère, relatif à notre étude, on s'appuiera sur les expressions données dans l'ouvrage de *K. L. Johnson* (p.93 [41]) ou (p.30-37 [40]). Pour un même matériau ($E_i = E_j$ et $\nu_i = \nu_j$) les expressions exactes du rayon de l'aire de contact (a) et de l'écrasement ξ , respectivement, sont :

$$a = \left(\frac{3F_n R}{4E^*} \right)^{1/3} \quad (1.3)$$

$$\xi = \frac{a^2}{R} = \left(\frac{9F_n^2}{16R(E^*)^2} \right)^{1/3} \quad (1.4)$$

avec $E^* = E/2(1 - \nu^2)$ le module réduit. Quant à la contrainte normale moyenne $\mathcal{P}(\Delta) \sim F_n/a^2$ en fonction de la distance (Δ) inter-centre des sphères, elle est définie comme : $\mathcal{P}(\Delta) = \mathcal{P}_0\sqrt{1 - (\Delta/a)^2}$, où $\mathcal{P}_0 = 3F_n/2\pi a^2 = 2E^*/\pi(\xi/R)^{1/2} \propto \varepsilon^{1/2}$ est la pression maximale s'exerçant au centre du contact : $\mathcal{P}_0 = (6F_0E^*/\pi^3R^2)^{1/3}$. Enfin, on peut déterminer la force de contact (F_n) en fonction de l'écrasement à l'aide de la relation :

$$F_n = \frac{2}{3}R^2k_n \left(\frac{\xi}{R} \right)^{3/2} \quad (1.5)$$

où $k_n = 4\mu/(1 - \nu) = 2E^*$ est la raideur normale, avec μ le module de cisaillement et ν le coefficient de *Poisson*. Bien que l'on ait considéré des matériaux élastique, on remarque que la force normale ne dépend pas linéairement de l'écrasement ($F_n \propto \xi^{3/2} \propto \varepsilon^{3/2}$) : plus on appuie, plus le milieu est dur (la raideur augmente). En effet, la surface de contact évolue au cours de l'écrasement ($a \propto F_n^{1/3}$).

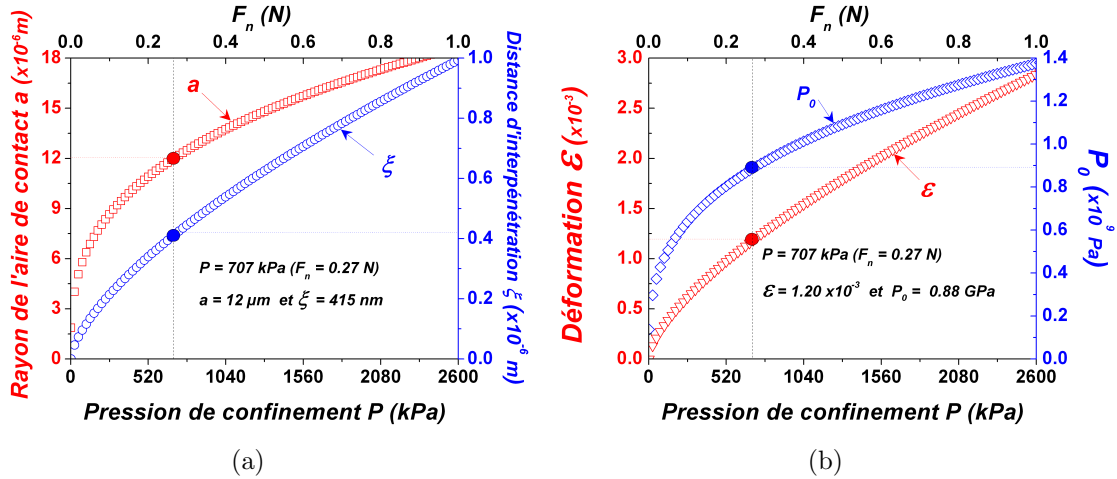
Comme nous le verrons par la suite, nos échantillons granulaires sont confinés dans une cellule cylindrique rigide et soumis à des pressions de confinement P s'étalant de $7kPa$ à $3MPa$. Il est alors possible d'estimer les ordres de grandeurs typiques mis en jeu. La plupart des résultats présentés par la suite ont été obtenus avec des billes de verres dont le diamètre d est compris entre $600\mu m$ et $800\mu m$, d'où un rayon moyen $R = 0.35mm$ (ou un étalement $s = 0.14$). Pour cette gamme de contrainte, on trouve une force normale équivalente, supportée par chaque bille, comprise entre $0.0026N$ et $1.15N$. En effet, soit F_{tot} la force appliquée à l'échantillon granulaire et se transmettant à la première couche de \mathcal{N} grains dont la surface totale est $\pi R_{cellule}^2$. Chaque bille de rayon R_{bille} supporte donc une force F_n :

$$F_n \approx F_{tot}/\mathcal{N} \approx \pi R_{bille}^2 P \quad (1.6)$$

où $F_{tot} \approx \pi R_{bille}^2 \mathcal{N} P$ et P correspond à la pression de confinement. On en déduit alors que : $a \propto P^{1/3}$, $\xi \sim \varepsilon \propto P^{2/3}$ et que $\mathcal{P}_0 \sim \varepsilon^{1/2} \propto P^{1/3}$. Ainsi, à l'aide des équations (1.3) et (1.4), nous pouvons alors estimer le rayon de l'aire de contact et l'écrasement, grâce aux données standards relatives du verre présentées dans le tableau (1.7). Typiquement pour des sphères de $350\mu m$ de rayon moyen, confinées dans une cellule cylindrique rigide de diamètre $32mm$ et soumises à une pression de confinement de $707kPa$ ($\sim 57kg$), on obtient un rayon (a) de l'aire de contact et un écrasement (ξ) de l'ordre de $12\mu m$ et $415nm$, respectivement.

Il apparaît sur la figure (1.7a) que l'écrasement est beaucoup plus faible que le diamètre des grains : $\xi \approx d/1000$. La déformation est donc localisée dans le voisinage immédiat de la zone de contact. Ainsi, la bille est constituée d'un cœur indéformable de masse $m = 4\pi R^3 \rho_{verre}/3$ et d'une partie déformable dont le comportement est régit par la loi de *Hertz*. On peut estimer cette déformation ε (à la surface de contact) être de l'ordre de $\varepsilon \approx \xi/R \approx 1.20 \times 10^{-3}$, ce qui est bien supérieur au seuil de plasticité d'un bloc de verre correspondant à une déformation de l'ordre de $\sim 10^{-4}$. Cependant, pour nos billes de verre, ce seuil ne semble pas atteint puisque les billes ne semblent ni fracturées ni fissurées après une expérience. En effet, la pression maximale au niveau du contact entre les billes est de l'ordre de $0.88GPa$ pour une pression de confinement

(macroscopique) de 707kPa . La résistance du verre en compression simple est de l'ordre de 1GPa , on pourrait alors penser que la pression qui est exercée dans la zone de contact pourrait engendrer des fissures dans les billes. Hors, il faut toutefois noter que l'état de pression s'exerçant au niveau du contact, n'est pas un état de compression simple, mais un état de compression *triaxiale*. Aucun grain fracturé n'est observé à la fin des expériences.



$d = 2R$	s	E	$E^* = \frac{E}{2(1-\nu^2)}$	$G = \mu = \frac{E}{2(1+\nu)}$	ρ_{verre}	ν	μ_s
0.60 – 0.80 mm	0.142	70GPa	37GPa	28GPa	2.45 g/cm ³	0.21	0.3

Figure 1.7 : (a) Rayon de l'aire de contact (a) et distance d'interpénétration (ξ) en fonction de la pression de confinement P et de la force supportée par chaque bille (F_n). (b) Déformation (ε) à la surface de contact et pression maximale exercée au centre de l'aire de contact (P_0) en fonction de la pression de confinement (P). Le tableau donne les valeurs caractéristiques typiques des billes de verre que nous avons utilisé dans nos expériences. L'étalement, qui s'exprime à travers la relation $s = (R_{\text{max}} - R_{\text{min}})/(R_{\text{max}} + R_{\text{min}})$, à une valeur comprise entre 0 et 1, et traduit le niveau de polydispersité. En combinant l'expression du module de cisaillement G et celle du module réduit, E^* répond également à l'expression : $E^* = 2\mu/(1 - \nu)$.

- Contact de Mindlin

Si une force tangentielle F_t est appliquée en plus de la force normale F_n , comme illustré sur la figure (1.8a), elle cause une déformation élastique à l'interface. La relation entre la force et le déplacement tangentiels, pour deux grains soumis à une force oblique de confinement a été étudié par *Mindlin* dans les années 1950 [43, 44, 45]. Son modèle prend en compte le glissement associé à la force de frottement de *Coulomb* : $F_t = \mu F_n$. Ces travaux mettent alors en évidence l'existence d'une zone où le contact glisse et une relaxation de la contrainte dans une région périphérique annulaire, principalement dû à la divergence possible de la contrainte tangentielle à proximité des bords du contact, comme illustré sur la figure (1.8b).

Ceci rend la force de cisaillement intrinsèquement dissipative et dépendante de l'histoire de la contrainte appliquée. Si l'on suppose le contact élastique et qu'il n'y a aucun glissement au niveau du contact jusqu'à atteindre le seuil de *Coulomb* ($F_t <$

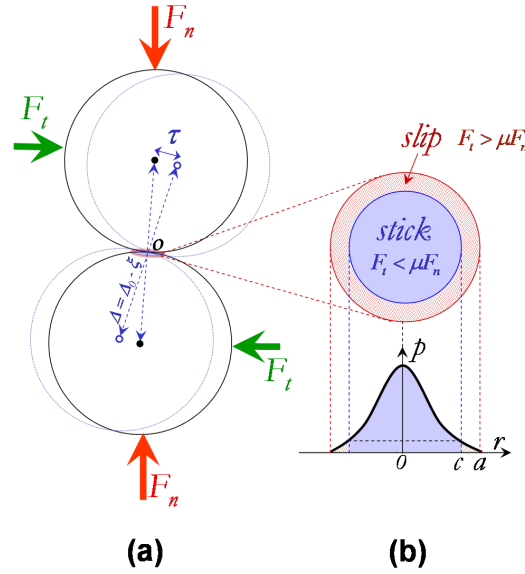


Figure 1.8 : (a) Contact de *Mindlin* : lorsque l'on tient compte des forces tangentielles F_t , par frottement solide le centre des grains se déplace d'une distance τ . (b) La contrainte tangentielle diverge à proximité des bords du contact, entraînant des micro-glissements et une relaxation de la contrainte dans une région périphérique annulaire de rayon intérieur $c = a(1 - F_t/\mu F_n)^{1/3}$ et de rayon extérieur a .

$\mu_s F_n$, où μ_s est le coefficient de friction statique), alors les deux grains subissent un petit déplacement tangentiel τ (fig. 1.8a), et τ est identique en tous points de la zone de contact. Si les hypothèses précédentes sont satisfaites, contrairement à la théorie de *Hertz*, le déplacement tangentiel τ est proportionnel à la force tangentielle (p.219 [41]), comme : $\tau = (2 - \nu)F_t/8Ga = F_t/k_t a$ où G est le module de cisaillement du matériau constituant les sphères et $k_t = 8G/(2 - \nu)$ la raideur tangentielle. La contrainte moyenne de cisaillement associée est de l'ordre de F_t/a^2 et la déformation de l'ordre de τ/a . On peut donc dire que la force tangentielle (F_t) suit la loi d'échelle $F_t \propto Ga\tau$. En combinant l'équation (1.3) avec (1.5) et la relation précédente de τ , après réarrangement on trouve que la force tangentielle (F_t) dépend conjointement de l'écrasement (ξ) et du déplacement tangentiel (τ) défini à travers l'expression suivante :

$$F_t = k_t \sqrt{R\xi} \tau \quad (1.7)$$

Quand la limite de *Coulomb* est atteinte, le contact glisse dans son ensemble et la force de friction vaut $F_t = \mu_d F_n$, où μ_d est le coefficient de friction dynamique. Dans ce cas de glissement partiel, la raideur tangentielle est modifiée. En effet, si nous considérons un contact entre deux sphères élastiques identiques, soumises à une force normale constante F_n et une force tangentielle F_t qui oscille, mais dont l'amplitude n'entraîne aucun mouvement de glissement des sphères l'une par rapport à l'autre, alors entrent en jeu des forces frictionnelles au niveau de l'aire de contact entre les deux sphères, qui se traduisent par de légers déplacements relatifs (*micro-slip*). Ce mécanisme de non linéarité est directement lié à la dynamique de frottement. Pour deux sphères identiques, contraintes par une force normale constante et soumises à une force tangentielle additionnelle, *Mindlin et al* [43, 44, 45] ont mis en évidence, théoriquement et expérimentalement, que l'aire de contact de rayon a , se décompose en une partie

centrale collée (loi de Coulomb $F_t = \mu F_n$) et une partie où le contact peut glisser formant ainsi un anneau de frottement [41], illustré sur la figure (1.8b). Le rapport entre l'amplitude du déplacement tangentiel relatif $\pm U_t$ et la force tangentielle $\pm F_t$ définit une boucle d'hystérésis, que l'on peut décomposer en trois phases : représentées par le chemin OA (chargement), ABC (déchargement) et DCA (rechargement), illustrées (fig. 1.9). Si l'amplitude de la force tangentielle notée F_t^* n'est pas suffisante ($F_t < \mu F_n$), il n'y a pas de glissement des contacts. Dans le cas où $F_t > \mu F_n$, les deux sphères glissent l'une par rapport à l'autre par frottement solide et le déplacement relatif deviendra indéterminé. Lorsque la force tangentielle augmente, le rayon interne de l'anneau de glissement diminue suivant la loi : $(c/a)^3 = 1 - F_t/\mu F_n$. Le déplacement tangentiel (U_t) d'un corps par rapport à l'autre, lors d'un chargement (loading), est donné par l'équation suivante :

$$U_{loading} = \frac{3(2-v)\mu F_n}{8Ga} \left[1 - \left(1 - \frac{F_t}{\mu F_n} \right)^{2/3} \right] \quad (1.8)$$

Cette expression correspond au chemin OA de la figure (1.9). La raideur tangentielle locale associée à ce contact est donnée par la relation : $dF_t/dU_t = 4Ga/(2-v) [1 - F_t/\mu F_n]^{1/3}$. Elle est alors plus faible que la raideur initiale $D_t = 4Ga/(2-v)$ obtenue par *Hertz-Mindlin* dans le cas de non-glissement (*no-slip*).

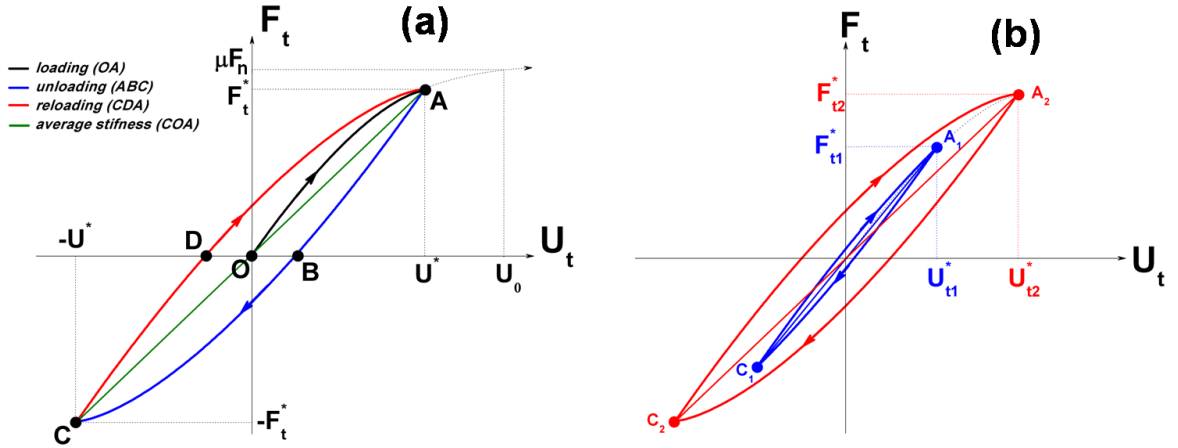


Figure 1.9 : (a) Illustration du caractère inélastique de la relation force-déplacement tangentielle. Une boucle hystérétique, associée à la dissipation frictionnelle, est formée lors d'un cycle de chargement-déchargement acoustique d'amplitude $\pm F_t^*$ ($|F_t^*| < \mu F_n$). (b) Obtenue pour deux amplitudes de la force tangentielle différentes $F_{t2} > F_{t1}$.

Cependant, lorsque F_t tend vers la valeur-seuil de μF_n , le rayon intérieur (c) de l'anneau de glissement tend vers 0 ainsi que la raideur dF_t/dU_t . On se place dans le cas où $F_t^* < \mu F_n$ (avant glissement total des grains l'un par rapport à l'autre). A partir du point A ($F_t = F_t^*$), la force tangentielle diminue 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 la relation :

$$U_{\downarrow} = \frac{3(2-\nu)\mu F_n}{8Ga} \left[2 \left(1 - \frac{F_t^* - F_t}{2\mu F_n} \right)^{2/3} - \left(1 - \frac{F_t^*}{\mu F_n} \right)^{2/3} - 1 \right] \quad (1.9)$$

et correspond au chemin ABC de la figure (1.9). Les conditions au point C sont exactement opposées à celles du point A . Le rechargement (reloading), à partir du point C , correspondant au chemin CDA , se définit en substituant F_t par $-F_t^*$ dans la relation (1.9) : $U_{\downarrow}(F_t) = -U_{\uparrow}(-F_t)$.

Énergie dissipée [41] — La surface couverte par la boucle hystérétique, figure (1.9), représente l'énergie frictionnelle dissipée au cours d'un cycle $ABCD$ de chargement-déchargement, où l'amplitude de la force tangentielle oscille entre $\pm F_t^*$ ($|F_t^*| < \mu F_n$). Dans le cas de faibles amplitudes tangentielles $F_t^*/\mu F_n \ll 1$, il est possible d'effectuer un développement en série de puissance de *Taylor*. Après approximation, nous trouvons :

$$\Delta W = \frac{9(2-\nu)\mu^2 F_n^2}{5Ga} \left\{ 1 - \left(1 - \frac{F_t^*}{\mu F_n} \right)^{5/3} - \frac{5F_t^*}{6\mu F_n} \left[1 + \left(1 - \frac{F_t^*}{\mu F_n} \right)^{2/3} \right] \right\} \quad (1.10)$$

$$\approx \frac{(2-\nu)}{9Ga} \left(\frac{(F_t^*)^3}{2\mu F_n} + \frac{(F_t^*)^4}{3(\mu F_n)^2} + \dots \right) \quad (F_t^* \ll \mu F_n)$$

En général, ce développement est arrêté à l'ordre 3 (*cf p.230 [41]*), dans ce cas, on trouve alors que ΔW dépend du cube de l'amplitude de la force tangentielle F_t^* .

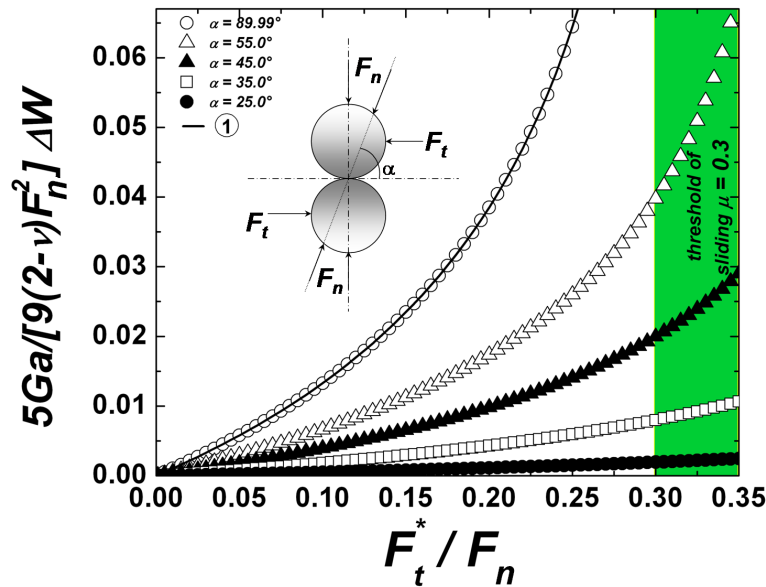


Figure 1.10 : Représentation de l'énergie dissipée ΔW durant un cycle ($\pm F_t^*$) en fonction de l'amplitude de la force tangentielle (F_t^*/F_n). Lorsque la force tangentielle oscillante ($\pm F_t^*$) appliquée aux deux sphères en contact sous une force normale F_n , s'incline suivant un angle α par rapport à F_n , alors la dissipation diminue et peut tendre vers la valeur limite 0 lorsque $\alpha = 0$. ΔW a été obtenue pour un coefficient de friction du verre $\mu \approx 0.3$. Dans le cas où $\alpha = \pi/2$ l'équation (1.11) se réduit au résultat de l'équation (1.10) symbolisée sur le graphique par (①).

Lorsque la force normale (F_n) qui est appliquée aux sphères en contact, soumises à une force tangentielle oscillante ($\pm F_t$), n'est plus orthogonale, mais s'incline suivant un angle constant α (encart figure (1.10)), ce qui en pratique est certainement le cas le plus réaliste, le ratio c/a s'en trouve modifié et est décrit par la relation suivante : $(c/a)^3 = (F_n - F_t \sin \alpha)/\mu / (F_n + F_t \cos \alpha)$. L'énergie dissipée (ΔW) au cours d'un cycle d'oscillation ($\pm F_t^*$) est donc modifiée et devient :

$$\Delta W = \frac{9(2-v)(\mu F_n)^2}{10Ga} \left\{ \frac{1}{4\theta} \left[\frac{1+\theta}{1-\theta} (1-\theta L^*)^{5/3} - \frac{1-\theta}{1+\theta} (1+\theta L^*)^{5/3} \right] - \frac{1}{1-\theta^2} \left(1 - \frac{1+5\theta^2}{6} L^* \right) (1-L^*)^{2/3} \right\} \quad (1.11)$$

avec $L^* = F_t^* \sin(\alpha)/\mu F_n$ et $\theta = \mu/\tan(\alpha)$. De manière analogue, lorsque $F_t^* \ll \mu F_n$, il est possible d'effectuer un développement de *Taylor* à l'ordre 3. Après approximation l'équation (1.11) se réduit et nous trouvons :

$$\Delta W \approx (1-\theta)(1+\theta) \frac{(2-v)}{18Ga} \frac{(F_t^*)^3}{\mu F_n} + \mathcal{O}(L^*)^4 \quad (1.12)$$

Si la force F_n tend à être normale et s'incline suivant un angle proche de $\alpha \rightarrow \pi/2$ alors $\theta \rightarrow 0$ et l'équation (1.11) se réduit à l'équation (1.10). Lorsque l'angle diminue ($\alpha \rightarrow 0$) et que l'on tend vers $tg^{-1}(\mu)$, alors $\theta = 1$, par conséquent l'énergie dissipée tend à disparaître ($\Delta W \rightarrow 0$), ce processus est illustré sur la figure (1.10). L'expérience réalisée par *K. L. Johnson* (p224-231 [41]), pour une bille d'acier frottant sur un plan métallique, donne un angle de friction de 29° pour $\mu = 0.56$. Bien souvent, peut être de manière abusive, la force (contrainte) appliquée, aux deux sphères élastiques en contact, est considérée comme étant orthogonale à la force tangentielle (F_t), soit un angle de $\alpha = \pi/2$.

Dissipation d'origine frictionnelle

Nous cherchons à déterminer le facteur de qualité (Q) résultant de la dynamique du contact de *Hertz-Mindlin*. La définition générale du facteur de qualité est la suivante : $Q = 2\pi W/\Delta W$, où W et ΔW sont, l'énergie stockée et l'énergie dissipée par cycle respectivement. En négligeant la rugosité, les contacts inter-billes peuvent être modélisés par des ressorts comprimés de raideur D_t soumis aux perturbations acoustiques liés au passage des ondes ultrasonores. L'énergie emmagasinée (W) par ces ressorts est : $W = (1/2)D_t U_t^2$, avec U_t l'amplitude du déplacement tangentiel lié à la perturbation acoustique et $D_t = 4Ga/2-v$ la raideur initiale précédemment définie. L'aire de contact a été définie précédemment ($a \propto P^{1/3}$) à l'aide de la théorie de *Hertz* (p.93 [41]). Finalement, on trouve que l'énergie emmagasinée par ce ressort vaut :

$$W = \frac{1}{2} \left(\frac{4G}{2-v} \right) \left(\frac{3R}{4E^*} \right)^{1/3} F_n^{1/3} U_t^2 \quad (1.13)$$

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 de l'anneau : $c \leq r \leq a$ (fig. 1.8b). Ce problème a été étudié pour la première

fois par *Mindlin et al* [45] en décrivant une expression de l'énergie dissipée par cycle. Si on utilise l'expression simplifiée de l'énergie dissipée (ΔW) obtenue pour de faibles amplitudes de la force tangentielle ($F_t/\mu F_n \ll 1$) via l'équation (1.12). Dans notre cas, μ correspond au coefficient de friction dynamique verre/verre. La relation de l'énergie dissipée qui vient est :

$$\Delta W = \frac{2\ell(\theta)}{9\mu} \left(\frac{4G}{2-\nu} \right)^2 \left(\frac{3R}{4E^*} \right)^{2/3} \frac{U_t^3}{F_n^{1/3}} \quad (1.14)$$

avec $\ell(\theta) = (1-\theta)(1+\theta)$ et $\theta = \mu/\tan(\alpha)$. Par conséquent nous pouvons déterminer l'expression de la dissipation frictionnelle (Q_{fric}^{-1}), qui n'est autre que le rapport de l'énergie emmagasinée (ΔW) sur l'énergie stockée (W) par cycle (2π) :

$$Q_{fric}^{-1} = \frac{\Delta W}{2\pi W} = \frac{8G\ell(\theta)}{9\mu\pi^2 R(2-\nu)} \left(\frac{3\pi}{4E^*} \right)^{1/3} \frac{U_t}{P^{2/3}} \quad (1.15)$$

avec $F_0 \approx \pi R^2 P$. La dissipation dépend alors de deux paramètres de contrôle l'amplitude de la perturbation¹ et la contrainte de confinement : $Q_{fric}^{-1} \propto U_t P^{-2/3}$. On pourra se reporter aux travaux expérimentaux réalisés par *Brunet et al* [10] où ils ont étudié de manière approfondie les mécanismes de dissipation mis en jeu dans un matériau granulaire sec et faiblement mouillé. Ils mettent en évidence que la dissipation est l'addition d'une dissipation d'origine physique frictionnelle et visqueuse ($Q_{vis}^{-1} \sim \omega P^{1/3} \sim 3-5 \times 10^{-3}$ pour $P = 0.62 MPa$). De plus, ils montrent que le modèle de *Mindlin* fournit une description qualitative de l'expérience. Cependant, ce modèle ne permet pas d'expliquer, de manière quantitative, leurs résultats expérimentaux en raison de la rugosité des grains. Dans les milieux granulaires faiblement mouillés, ils constatent que la dissipation est dominée par une perte (linéaire) visqueuse principalement due au film mince (liquide) piégé dans les aspérités de la surface des grains. Enfin, ils concluent, que l'ajout de liquide permet de former des ménisques capillaires, mais n'augmente pas la dissipation ($Q^{-1} = Q_{fric}^{-1} + Q_{vis}^{-1}$).

1.2.2 Propagation d'ondes dans une chaîne de billes (1D)

La mécanique du contact entre deux sphères élastiques, introduite précédemment par la théorie de *Hertz*, nous apprend que la relation entre la force exercée entre deux billes et le déplacement relatif de celles-ci, est fondamentalement non linéaire. Ce modèle de contact est à la base de la description de la propagation d'onde dans les milieux granulaires et des effets non linéaires observés. Pour comprendre le mécanisme de base de propagation d'une onde élastique (longitudinale) au sein de ces milieux, nous considérerons le cas idéal d'une chaîne linéaire de billes sphériques identiques, comprimée à ses extrémités par une force F_0 . *Hill et Knopoff* [47] ont étudiés numériquement le comportement non linéaire d'une chaîne de billes, pour différentes

1. En pratique, pour de faibles amplitudes d'excitation ($A_{in} \propto U_t$), les aspérités de micro-contacts peuvent frustrer le frottement des deux surfaces rugueuses en contact ; dans ce cas, la dissipation se trouve indépendante de l'amplitude d'excitation. En effet, les résultats expérimentaux de *K. L. Johnson* [46] montrent que l'énergie dissipée ΔW est proportionnelle au carré de U_t et non au cube, comme prédit par la théorie. Lorsque A_{in} 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 A_{in} , dans ce cas $Q_{fric}^{-1} \propto U_t$.

lois d'interaction non linéaires, dont l'objectif était d'étudier la propagation d'ondes de choc à l'intérieur de la chaîne. *Nesterenko* [48] a ensuite été le premier à fournir une solution analytique, pour la loi d'interaction de *Hertz*, à ce problème. De plus, sous certaines conditions, il a mis en évidence que les ondes peuvent se propager à travers la chaîne de billes à la manière d'ondes solitaires localisées. Deux ans plus tard, la preuve expérimentale de ces ondes a été apportée par *Lazaridi et Nesterenko* [49]. Plus récemment, *Coste, Falcon et Fauve* [50, 51, 52] ont mis en évidence la propagation de solitons. On pourra se reporter également aux travaux de *Job* [53].

On s'intéresse ici, à la propagation des ondes élastiques de faibles amplitudes. La loi de Hertz, reste valide en régime dynamique si la force normale F_n et l'écrasement ξ sont des fonctions lentement variables du temps, et que les pressions exercées ne dépassent pas le seuil de plasticité du matériau [54]. Comme les déformations des billes ($\sim \xi/R$) sont confinées dans une très petite région autour du point de contact, il est légitime de modéliser la chaîne de billes par un ensemble de masses ponctuelles m ($m = 4\pi R^3 \rho_{\text{verre}}/3$ où ρ_{verre} est la masse volumique du verre constituant les billes et R le rayon) reliées entre elles par des ressorts non linéaires (loi de *Hertz*) de raideur k_0 .

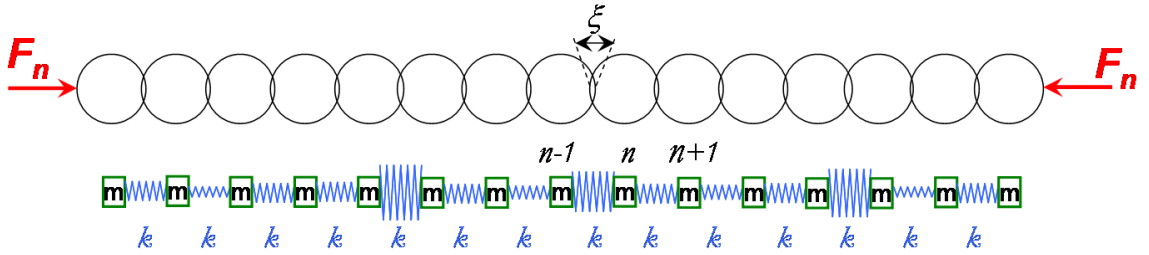


Figure 1.11 : Chaîne de billes (1D) identiques soumise à une force F_0 , et son schéma équivalent de masses-ressorts.

La sphère se trouvant en position n subit les forces dues à ces deux voisines $n+1$ et $n-1$. Lors du passage de l'onde, les sphères subissent un léger déplacement relatif U_n . La force due au ressort entre deux grains a pour expression : $F_{n+1} = C(\xi + U_{n+1} - U_n)^{3/2}$ où $C = 2\sqrt{2RE^*}/3$ d'après la loi de *Hertz*. Seule, la force d'interaction du contact de *Hertz* est prise en compte, les effets dissipatifs sont négligés, l'équation fondamentale de la dynamique, appliquée à la bille n (soit $F_{n+1} - F_n$), pour des longueurs d'ondes grandes devant le pas du réseau [50], s'écrit :

$$m \frac{\partial^2 U_n}{\partial t^2} = C \left[(\xi - (U_n - U_{n-1}))^{3/2} - (\xi - (U_{n+1} - U_n))^{3/2} \right] \quad \forall n \in [2, N-1] \quad (1.16)$$

Sous l'hypothèse des très faibles déformations acoustiques, le déplacement relatif dynamique peut être supposé très inférieur au déplacement statique : $|U_i - U_{i-1}| \ll \xi$. Un développement limité peut être effectué, dont les termes du premier ordre sont les seuls importants. L'équation du mouvement obtenue est alors :

$$\frac{\partial^2 U_n}{\partial t^2} \approx \frac{k_0}{m} (U_{n+1} - 2U_n + U_{n-1}) \quad \forall n \in [2, N-1] \quad (1.17)$$

Les contacts entre billes sont assimilables à des ressorts dont la raideur k_0 est donnée par l'expression : $k_0 \equiv \partial F_n / \partial \xi = (3R(E^*)^2 F_n)^{1/3}$. La raideur microscopique augmente

de manière non linéaire avec la contrainte macroscopique puisque : $k_0 \propto P^{1/3}$. Par le fait que les billes sont identiques, on peut supposer que l'énergie cinétique moyenne de chaque bille est la même. On peut donc définir la relation de dispersion, illustrée sur la figure (1.12a), entre le nombre d'onde $k = 2\pi/\lambda$ et la pulsation ω , en substituant un déplacement de la forme $U_n = A \exp(\omega t - 2nkR)$ dans l'équation d'onde précédente. On trouve :

$$\omega = 2\sqrt{\frac{k_0}{m}} |\sin(kR)| \quad (1.18)$$

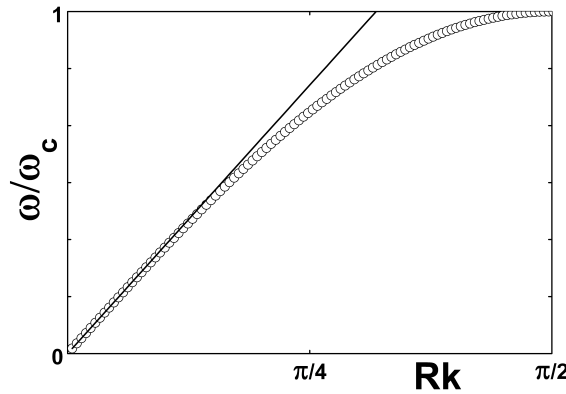


Figure 1.12 : (○) relation de dispersion issue de l'équation (1.18).

Au-delà de la pulsation de coupure de la chaîne (pulsation maximale) les modes acoustiques longitudinaux peuvent être considérés comme évanescents : $\omega_c = 2\sqrt{k_0/m} \propto P^{1/6}$. En fonction des paramètres (ρ_{verre} , E^*) mentionnés dans le tableau (1.7), pour une chaîne de billes de verre de diamètre moyen 0.35mm soumises à une pression de 0.5MPa , on peut estimer l'ordre de grandeur de la fréquence de coupure à 12.2kHz . Le rapport ω/k donne la vitesse de phase de l'onde acoustique dans la chaîne et la tangente de la courbe (1.12a) $\partial\omega/\partial k$ donne la vitesse de groupe. Ces vitesses sont représentées en fonction de la pulsation sur la figure (1.12b). Dans la limite basse fréquence, la vitesse de phase est bien plus faible que la vitesse de propagation d'onde dans le matériau constituant les billes. Pour des grandes longueurs d'ondes (c'est-à-dire un milieu non-dispersif), les vitesses de phase (V_ϕ) et de groupe (V_g) sont confondues et correspondent à la limite du rapport ω/k quand k tend vers zéro :

$$V_\phi(0) \approx V_g(0) \approx \lim_{k \rightarrow 0} \left(\frac{\omega}{k} \right) = 2R\sqrt{\frac{k_0}{m}} = R\omega_c = \frac{1}{\sqrt{\pi\rho}} \left(\frac{9E^*}{R} \right)^{1/3} F_n^{1/6} \quad (1.19)$$

La vitesse de propagation du son dans les systèmes unidimensionnels, évolue suivant une puissance $1/6$ de la contrainte appliquée P . De plus, la vitesse de propagation de l'onde est une caractéristique du milieu qui ne dépend pas de la taille des particules (indépendant de R), mais du matériau les constituants à travers ρ et $E^*(\nu)$. Ce résultat classique a été observé expérimentalement depuis plus de 70 ans par *K. Iida* [55]. Enfin, *Coste et Gilles* [51] ont validé la théorie de *Hertz* pour différentes

chaînes de billes identiques. D'autres expériences ont été menées dans le domaine de la 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, voire inférieure, à la tailles des sphères. Dans ce cas de figure, des modes acoustiques dans la sphère peuvent être excités, tels que l'onde de *Rayleigh* [56, 57]. Enfin, dans les chaînes de billes élastiques, *Nesterenko* dans les années 1980 [48], a prédit l'existence de solitons (onde dont le profil demeure identique lors de sa propagation) du fait qu'un milieu granulaire (forces de contacts) est non linéaire et dispersif. Leur observation expérimentale a été réalisée par *Coste et al* [50]. Ces ondes non linéaires sont générées par un impact mécanique sur la première bille de la chaîne et du fait que les contacts sont non linéaires. La particularité des solitons est qu'ils peuvent se propager, même lorsque la force appliquée est nulle ($F_n \approx 0$). Ce qui est impossible dans le cas des modes longitudinaux (linéaires), en effet, l'équation (1.19) montre que lorsque $F_n \rightarrow 0$ alors $V_g \sim V_\varphi \rightarrow 0$.

En résumé, les résultats présentés sur la mécanique des contacts et la propagation dans une chaîne de bille nous fournissent des éléments de compréhension sur des phénomènes plus complexes qui peuvent apparaître dans les milieux granulaires 3D. Le modèle de *Hertz-Mindlin* permet de mettre en évidence, le caractère non linéaire à l'échelle microscopique (contact entre deux sphères élastiques), ainsi que la possibilité de glissement des contacts si le seuil de *Coulomb* est franchi ($F_t > \mu F_n$). L'étude, du cas idéal de la propagation d'une onde longitudinale dans une chaîne unidimensionnelle de bille, montre l'existence d'une fréquence de coupure. Nous verrons plus en avant, qu'un empilement granulaire (3D) désordonné se comporte comme un filtre passe-bas, mais qu'en revanche la fréquence de coupure semble plutôt conditionnée par la longueur d'onde : $f_c (= c/\lambda) \sim c/d$. On entrevoit alors, qu'un matériau granulaire réel (3D) présente des phénomènes non linéaires (étudiés au chapitre 3) par extension, à l'échelle macroscopique, du modèle de *Hertz-Mindlin*.

1.2.3 Approche des milieux effectifs (3D)

Nous venons de voir que le modèle de *Hertz-Mindlin* permet d'établir les relations constitutives microscopiques pour deux sphères élastiques soumises à une force normale F_n et une force tangentielle F_t . On se demande alors quelles sont les relations macroscopiques lorsqu'il s'agit d'un matériau granulaire réel (3D) confiné et soumis à une pression de confinement P . Dans un premier temps, *Duffy et Mindlin* [58] ont calculé la relation contrainte-déformation dans le cas d'un empilement ordonné de grains (cubique faces centrées). Ils confrontent ensuite les résultats théoriques à des mesures expérimentales de vitesse du son ($V_{son} \propto \sqrt{E}$) d'ondes élastiques se propageant dans une barre constituée de billes d'acier. Par la suite, *Digby* [3] a réalisé le calcul du module élastique effectif dans le cas d'un matériau poreux (constitué de sphères cohésives aléatoirement réparties). Il prédit alors que la vitesse de propagation d'ondes élastiques dépend à la fois de la pression de confinement et du rayon d'adhésion des particules en contacts. Pour déterminer les modules élastiques effectifs, il faut faire appel à un modèle de type champ moyen. En effet, la théorie des milieux effectifs permet de passer de l'échelle microscopique (contact entre deux grains) à l'échelle macroscopique (réseau de contacts). Cette théorie repose essentiellement sur une approche statistique de champ moyen et nécessite l'introduction de deux nouvelles variables : la coordinence (Z) et

la compacité (ϕ). Z est définie comme le nombre moyen de contacts par grain et ϕ correspond au rapport du volume occupé par les grains sur le volume total de la cellule.

Cherchons alors à comprendre de manière heuristique, ce que l'on peut attendre comme lois d'échelles pour K et μ en fonction du nombre de coordinence (Z), de la fraction volumique (ϕ) et de la force appliquée (F) pour un empilement granulaire réel (3D). Si on considère une couche de grains d'épaisseur d correspondant au diamètre moyen des grains et un nombre de contacts $n_c \sim \phi Z S / d^2$ dans cette couche de volume Sd . On suppose que la force (F) imposée est répartie sur l'ensemble de ces contacts : chaque contact qui subit alors une force $f \sim F / \phi Z$ est déformé sur une épaisseur ξ et chaque contact est équivalent à un ressort de raideur k_n . On trouve alors que $\xi \sim f^{2/3} \sim (F / \phi Z)^{2/3}$ et $k_n = (\partial \xi / \partial f)^{-1} \sim f^{1/3} \sim (F / \phi Z)^{1/3}$. Pour une couche de grains, on considère une raideur K_n résultant de n_c ressorts de raideur k_n en parallèle : $K_n \sim \mu \sim K \sim Z k_n \sim (\phi Z)^{2/3} F^{1/3}$. On s'attend à ce que la loi d'échelle de la vitesse du son soit de la forme : $V_{son} \sim \sqrt{K_n} \sim (\phi Z)^{1/3} F^{1/6}$.

- Détermination des modules élastiques effectifs [8, 3]

On se propose de déterminer le module élastique effectif de compression et de cisaillement à partir du modèle de *Hertz-Mindlin*. On peut définir la raideur normale comme la dérivée de la force normale (F_n) en fonction de l'écrasement (ξ), et la raideur tangentielle comme la dérivée de la force tangentielle (F_t) en fonction du déplacement tangentiel (τ), soit : $S_n = \partial F_n / \partial \xi$ et $S_\tau = \partial F_t / \partial \tau$, respectivement. Pour un empilement de sphères aléatoirement réparties, *Winkler* [8] montre que les modules élastiques effectifs peuvent être exprimés en fonction du rayon d'une sphère R , la fraction volumique ϕ , le nombre de coordinence Z et une combinaison de S_n et S_τ , comme :

$$K_{eff} = \frac{Z\phi}{12\pi R} S_n \quad \text{et} \quad \mu_{eff} = \frac{Z\phi}{20\pi R} \left(S_n + \frac{3}{2} S_\tau \right) \quad (1.20)$$

On en déduit que les vitesses d'ondes longitudinales (V_P) et transversales (V_S) effectives sont :

$$V_P^2 = \frac{3Z}{12\pi R\rho} \left(S_n + \frac{2}{3} S_\tau \right) \quad \text{et} \quad V_S^2 = \frac{Z}{20\pi R\rho} \left(S_n + \frac{3}{2} S_\tau \right) \quad (1.21)$$

On trouve que le rapport des vitesses vaut : $V_P^2 / 2V_S^2 = (3S_n / S_\tau + 2) / (2S_n / S_\tau + 3)$. Lorsqu'une pression de confinement hydrostatique est appliquée à un empilement de sphères élastiques identiques, alors *Digby* (*equ. (37)* [3]) montre que la force s'exerçant entre deux particules de rayon R est définie par la formule suivante : $F_n = 4\pi R^2 P / \phi Z$. Le rayon de l'aire de contact trouvé, équation (1.3), prend la forme : $a/R = (3\pi P(1 - \nu) / 2Z\phi\mu)^{1/3}$. Avec $S_n = 4\mu\alpha / (1 - \nu)$ et $S_\tau = 8\mu\alpha / (2 - \nu)$, on en déduit que les modules élastiques² effectifs de compression et de cisaillement, dans le cas d'un empilement de sphères identiques aléatoirement réparties sous compression isotrope, sont :

2. On rappelle que, le rapport des modules élastiques et du coefficient de *Poisson* effectifs d'un matériau granulaire, sont respectivement définis par les relations suivantes : $K/\mu = (5/3)(2 - \nu)/(2 + 3\alpha - (1 + 3\alpha)\nu)$ et $\nu_{eff} = (2 - 2\alpha + (2\alpha - 1)\nu)/2(4 + \alpha - (2 + \alpha)\nu)$. Lorsque l'on considère le cas sans frottement des sphères ($\alpha = 0$ ou $F_t/\mu F_n \rightarrow 1$), alors le rapport des modules élastiques vaut $5/3$ et le coefficient de *Poisson* exactement 0.25. Dans le cas d'adhésion parfaite (contact collé) alors $K/\mu = 5(2 - \nu)/3(5 - 4\nu) \approx 0.71$ et $\nu_{eff} = \nu/2(5 - 3\nu) \approx 0.02$, avec $\nu_{verre} = 0.21$.

$$K_{eff}(P) = \frac{k_n}{12\pi} (\phi Z)^{2/3} \left(\frac{6\pi P}{k_n} \right)^{1/3} \quad (1.22)$$

$$\mu_{eff}(P) = \frac{k_n + \frac{3}{2}\alpha k_t}{20\pi} (\phi Z)^{2/3} \left(\frac{6\pi P}{k_n} \right)^{1/3} \quad (1.23)$$

où $k_n = 4\mu/(1 - \nu)$ et $k_t = 8\mu/(2 - \nu)$ sont, respectivement, les raideurs normales et tangentielles (définies plus haut) et le paramètre α ($0 \leq \alpha \leq 1$, nommé couplage tangentiel par *Makse et al* [7]), permet de prendre en compte et de distinguer le cas où la friction entre les grains est considérée comme nulle ($\alpha = 0$), du cas où l'adhésion est parfaite ($\alpha = 1$). Lorsque l'on intègre l'équation de *Hooke* (1.1) dans l'équation d'équilibre ($\sigma_{ii,j} = \rho \ddot{u}_i$), alors la résolution de l'équation de mouvement (que l'on retrouve p.59-60 [59]) ainsi obtenue, conduit aux expressions des vitesses effectives longitudinales (V_P) et transversales (V_S) :

$$\boxed{V_S = \sqrt{\frac{\mu_{eff}}{\rho_{eff}}}} \quad \text{et} \quad \boxed{V_P = \sqrt{\frac{K_{eff} + \frac{4}{3}\mu_{eff}}{\rho_{eff}}} \equiv \sqrt{\frac{E_{eff}}{\rho_{eff}}}} \quad (1.24)$$

où le symbole ($_{eff}$) signifie que l'on a affaire à des quantités effectives³, $\rho_{eff} = \phi \rho_{verre}$ la densité effective du matériau granulaire et E_{eff} le module d'*Young*. Dans notre cas, le rapport de la vitesse de compression sur la vitesse de cisaillement $V_P^2/V_S^2 = 2(1 - \nu)/(1 - 2\nu)$ est de l'ordre de 1.65. On trouve que les lois d'échelle associées aux vitesses d'ondes longitudinales et transversales, dépendent de la fraction volumique (ϕ), du nombre de coordinence (Z) et de la pression de confinement (P) comme : $2V_S \sim V_P \sim (\phi Z)^{1/3} (P/\rho_{eff})^{1/6}$.

Walton [9] a déterminé les modules d'élasticité effectifs d'un empilement aléatoire de sphères identiques (non-cohésives) caractérisé par une fraction d'empilement ϕ et une coordinence Z . Il a étudié deux cas limites. Dans un premier temps, il considère des grains parfaitement lisses (contacts non frottants) et dans un second temps des grains infiniment rugueux (sans glissement). Dans les deux cas, il montre que les modules de compression et de cisaillement suivent une loi d'échelle qui varie comme : $K \propto \mu \propto (\phi Z)^{2/3} P^{1/3}$. Enfin, *Norris et Johnson* [60] ont dérivé les formules d'élasticité (telle que l'équation 1.1) dans le cas d'un empilement aléatoire de sphères élastiques identiques conduisant à la formulation du potentiel de déformation. Dans cette étude [60], les auteurs considèrent différents modèles (microscopiques) pour décrire les forces de contacts entre deux sphères, mais ils sont tous basés sur la théorie de *Hertz*, de plus, ils considèrent le cas particulier de frottement parfait (pas de glissement tangentiel) ou sans friction tangentielle. Ils montrent alors que le potentiel d'énergie de déformation (U) dépend essentiellement du type de contact, lorsque la raideur tangentielle est indépendante de la force normale (F_n). Dans ce cas, l'énergie est bien définie pour toutes les valeurs de la déformation macroscopique. En revanche, dans le cas contraire (avec glissement), U dépend généralement du chemin de chargement. Pour tous les modèles considérés dans cette étude, les auteurs comparent les résultats théoriques à des résultats numériques (calculés à partir du modèle de *Digby* [3]) et

3. A partir de là, nous omettrons volontairement par la suite le symbole ($_{eff}$) pour alléger les équations. De plus on rappelle que $\mu_{eff} \equiv G_{eff}$.

expérimentaux correspondant à la mesure des vitesses longitudinales et transversales (obtenues auparavant par *Domenico* [2]) dans un empilement de billes de verre soumis à une pression de confinement (P).

Ces différents modèles, ont comme particularité commune, de mettre en évidence la possibilité de définir, à partir d’un volume représentatif de grains, un tenseur des contraintes définies à partir des forces inter-grains (par exemple celles définies plus haut par le modèle de *Hertz-Mindlin* où $F_n \propto \xi^{3/2}$ et $F_t \propto \xi^{1/2}\tau$), rendant possible le passage de l’échelle microscopique à l’échelle macroscopique (les grains sont considérés comme identiques d’un point de vue statistique). Ce principe d’homogénéisation a été schématisé par *Cambou et al* [61,62]. Généralement, on retrouve dans la littérature une expression donnant le tenseur des contraintes en fonction des forces entre grains (se reporter à l’expression (19) ou (27) de [60] ou [7], respectivement). Dans l’hypothèse de champ moyen de déformation (ou hypothèse affine $U_i = \varepsilon_{ij}X_j$) et pour une distribution des contacts isotropes ($P(n) = 1/4\pi$), *Norris et Johnson* montrent que le calcul de champ moyen, conduit aux lois d’échelles des modules élastiques effectifs de compression (K) et de cisaillement ($\mu \equiv G$) suivantes : $K \sim G \sim \partial P/\partial \varepsilon \sim \varepsilon^{1/2} \sim (\phi Z)^{2/3} P^{1/3}$.

Limite du modèle champs moyen — On note cependant que l’hypothèse de mouvements affines des grains est valide dans le cas du module de compression (K). En revanche, lorsqu’il s’agit du module de cisaillement (G), cette hypothèse demeure controversée. *Makse et al* ont testé la validité du modèle de champ moyen [7] à l’aide de méthodes numériques (simulations de dynamique granulaire) et expérimentales (mesure de $V_{P,S} \sim P^{1/6}$). Ils mettent en évidence que cette théorie estime correctement le module de compression, en revanche, le module de cisaillement est fortement surestimé. Pour tenter d’améliorer la théorie des champs moyens, ils suggèrent que la coordinence (Z) ainsi que la fraction volumique (ϕ), dépendent d’une loi en puissance de la contrainte (P). Malgré cette hypothèse, il s’avère que le module de cisaillement est encore surestimé, notamment dans les limites où la friction est faible et la pression de confinement s’annule. La théorie du milieu effectif suppose une répartition homogène des forces de contacts et un mouvement affine des grains en fonction de la déformation macroscopique. Cette étude met en évidence que ces deux hypothèses ne sont pas vérifiées, que ce soit numériquement ou expérimentalement : G est surestimé et une relaxation non affine est observée, l’estimation de K/G échoue complètement. De plus, ce type d’approche néglige les fluctuations des forces, de la fraction volumique et du nombre de contacts. Plus récemment, *Velický et Caroli* [63] ont récemment proposé un autre mécanisme pour expliquer la déviation de la loi de puissance de *Hertz* en $P^{1/3}$. A partir d’une description (auto-consistante) de type champ-moyen d’une assemblée de sphères légèrement polydisperses, 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 ϕ et Z avec P . Pour un cheminement complet du modèle champ moyen, on pourra se reporter à [9, 3, 64, 65, 60, 7]. Enfin, les lois d’échelle des vitesses de compression et de cisaillement définies à partir du modèle phénoménologique d’élasticité granulaire, récemment proposées par le groupe de *Mario Liu* [66, 67, 68], sont comparables aux expressions trouvées, équation (1.22 et 1.23). De plus, *Mayer et Liu* [69] montrent que le modèle *GSH* (pour *Granular Solid Hydrodynamics*) permet de rendre compte de la dépendance de la vitesse du son avec l’anisotropie (fabrique) pour un empilement de billes de verre. Cet effet a été observé expérimentalement par *Khidas et Jia* [70].

1.3 Études expérimentales des ondes cohérentes

1.3.1 Dispositif expérimental

La figure (1.13) illustre le dispositif expérimental développé au laboratoire. Comme nous le montrerons, il nous permet d'observer les ondes cohérentes (E), de grande longueur d'onde devant la taille des grains, et les ondes multiples diffusées (S), lorsque la longueur d'onde est comparable à la taille des grains. Le matériau granulaire est constitué de billes de verre polydisperses (*Verre industrie* et *SiliBeads*). Leur diamètre (d) est compris entre 0.4mm et 0.8mm et leur densité est de l'ordre de $\rho = 2.45\text{g/cm}^3$. Ces billes sont confinées à l'intérieur d'une cellule cylindrique rigide (duralumin), de diamètre 32mm , dites *œdométrique*, de hauteur (ou épaisseur granulaire) variable $L = 18 - 30\text{mm}$. Suivant une expérience *ad hoc*, le diamètre et la hauteur du récipient peuvent être modifiés grâce à un jeu de différentes cellules. La cellule est dimensionnée de sorte que sa hauteur ne dépasse jamais son diamètre, afin de s'affranchir au mieux de l'effet *Janssen*⁴ (pp.85-90 [1]). L'empilement granulaire ainsi confiné est soumis à une pression de confinement P maintenue constante (asservie) tout au long de l'expérience, à l'aide d'une presse automatisée *MTS*, et peut être ajustée, d'un test à l'autre, sur presque deux décades ($P \sim 5\text{kPa} - 3\text{MPa}$). Dans cette gamme de contrainte, la force supportée par chaque bille est de l'ordre de quelques dixièmes de *Newton*, par conséquent la force de gravité sera supposée négligeable (puisque'elle est d'au moins un ordre de grandeur inférieur).

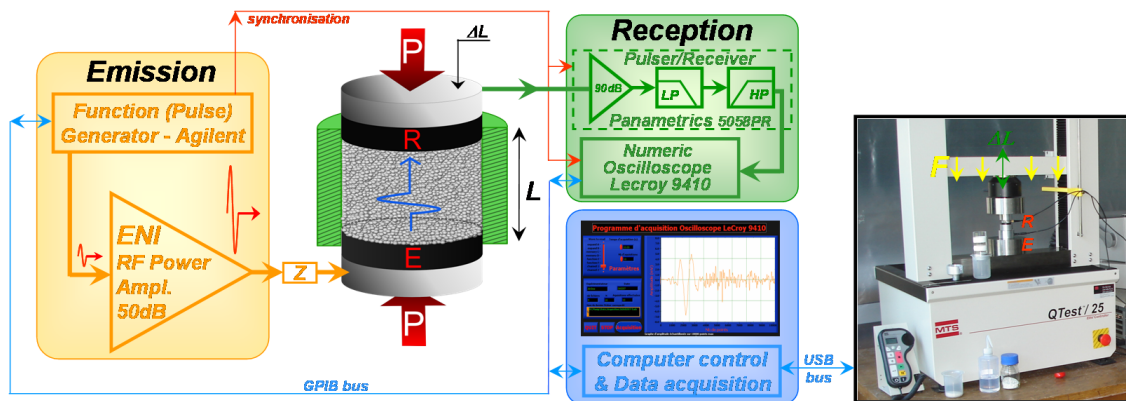


Figure 1.13 : Schéma du dispositif expérimental, photo de la presse manuelle et de la presse automatisée *MTS*.

La cellule est fermée de part et d'autre, par deux pistons adaptés, transducteurs ultrasonores (*Olympus NDT*) large bande, de compression ($f_0 = 0.5\text{MHz}$) ou de cisaillement ($f_0 = 0.25\text{MHz}$), mis en contact direct avec les billes de verre, dont les diamètres sont identiques à celui de la cellule. L'un est utilisé en émission E , générant des impulsions brèves (ou un train de 5 – 10 impulsions), par l'emploi d'un générateur

4. En effet, si cette limite est franchie, alors la contrainte appliquée verticale à l'échantillon sera redirigée vers les parois latérales. La pression sur le fond de la cellule cesse de s'exercer, lorsque l'épaisseur granulaire égale à plus du double du diamètre de la cellule.

de fonction (*HP 33220A*) couplé à un amplificateur⁵ de puissance (*ENI 2100L*), dont la bande passante s'étale de 10KHz à 12MHz , l'autre en réception **E**. Le signal détecté et ensuite pré-amplifié et si nécessaire filtré (*Pulser/Receiver Panametrics 5058PR*), avant d'être visualisé sur un oscilloscope (*Lecroy Wavejet 324*). L'acquisition du signal, ainsi digitalisé, s'effectue grâce à un programme d'interfaçage, que nous avons développé sous *LabView*. Avant d'être enregistré, le signal peut être moyenné sur plusieurs signaux, afin d'améliorer le rapport signal sur bruit. L'emploi de la presse automatisée (pilotée via le logiciel *TestWorks*) autorise le développement de protocole de test mécanique spécifique, suivant l'expérience à réaliser. Les précisions obtenues, en terme de déplacement et de force appliquée, sont de l'ordre de $0.3\mu\text{m}$ et 0.1N , respectivement. En général, avant d'effectuer les mesures acoustiques, on prend le soin d'appliquer une précontrainte au matériau granulaire, correspondant à dix cycles de chargements/déchargements, afin de consolider au mieux l'échantillon. Les expériences ont été réalisées aux conditions de laboratoire, c'est-à-dire à degré hygrométrique, pression et température atmosphérique ambiants, mais pas véritablement contrôlés. En revanche, nous avons pris le soin de relever, à chaque expérience, la température (T) ainsi que l'humidité relative de l'air (H). La température et l'humidité relative ambiante sont de l'ordre de $26 \pm 5^\circ\text{C}$ et $35 \pm 5\%$ ($\sim 7.5\text{g}/\text{m}^3$ à 20°C), respectivement. Lorsque les diamètres des grains sont supérieurs au micron, l'influence de l'humidité ambiante est négligeable. Par la suite, nous ferons donc cette hypothèse.

Protocole de préparation d'un empilement granulaire dense — Une manière simple pour obtenir un empilement granulaire (désordonné) consiste à verser des grains dans un récipient (confiné). Sans précaution particulière l'empilement ainsi formé sera aléatoire et aura une fraction volumique que l'on note ϕ . Une caractéristique essentielle d'un empilement granulaire est sa compacité, ou densité ou encore fraction volumique solide⁶. Elle est définie, comme le rapport du volume réellement occupé par les billes sur le volume total de l'échantillon :

$$\phi = \frac{V_{billes}}{V_{cellule}} = \frac{\mathcal{M}_{billes}}{\rho_{verre}\pi R_{cellule}^2 L} \quad (1.25)$$

où $V_{billes} = 4\mathcal{N}\pi R_{bille}^3/3$ avec \mathcal{N} nombre de grains et L étant l'épaisseur de l'empilement granulaire.

Lorsque la disposition des grains est contrôlable, il est possible de créer des assemblages granulaires réguliers. Considérons deux cas extrêmes d'empilements réguliers de sphères. L'empilement hexagonal compact (ou cubique-face centré) est l'empilement régulier le plus dense, avec⁷ $\phi = \pi/3\sqrt{2} \approx 0.72$. Les grains sont imbriqués les uns dans les autres, et tout déplacement induit une dilatance. Cette compacité, soupçonnée d'être la plus élevée pour un empilement de sphères, n'est en fait jamais atteinte en pratique. Des grains ne s'organisent jamais spontanément en réseau régulier, à moins d'avoir des billes parfaitement monodisperses et de remplir de manière très

5. Lorsque l'on souhaite optimiser au mieux le rapport signa/bruit, on dispose, entre la sortie de l'amplificateur de puissance et le transducteur d'émission, un adaptateur d'impédance large bande (Z peut être ajustée pour 5 valeurs différentes entre 200Ω et $1.8k\Omega$).

6. Ici, la densité relative, c'est-à-dire le rapport entre la densité de l'échantillon et la densité des grains, est de l'ordre de $\rho_{air}/\rho_{bille} \approx 5 \times 10^{-4}$, et est négligeable devant ϕ .

7. On rappelle que, la fraction volumique $\phi = 1 - \Phi$, ou Φ est la porosité, elle est aussi définie par l'expression : $\phi = V_{cellule}^{-1} \sum_{n=1}^{\mathcal{N}} d_n^3 \pi/6$ avec d le diamètre des grains.

particulière [71]. Une étude expérimentale tenant compte des effets de bords [72, 73], obtient une limite supérieure de compacité d'un empilement aléatoire de l'ordre de 0.64 (*Random Close Packing, RCP*). L'empilement cubique a $\phi = \pi/6 \approx 0.52$ (*Random Loose Packing, RLP*) par opposition diminue son volume lorsqu'il est déformé. Sans friction entre grains, il est instable, et ne résiste pas à la moindre contrainte de cisaillement. On peut concevoir des empilements encore moins denses, contenant des vides plus grands, mais l'empilement cubique est déjà en-dessous des 0.57, que l'on peut obtenir expérimentalement. Avec un milieu constitué de grains de plusieurs tailles (polydisperses), on trouve une fourchette aussi étroite mais décalée vers les densités plus élevées [74]. 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, par ordre croissant de compacité, point source, damage, pluviation, vibration, etc, il est possible de réaliser des empilements dont la densité varie de 0.55 à 0.64. 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.

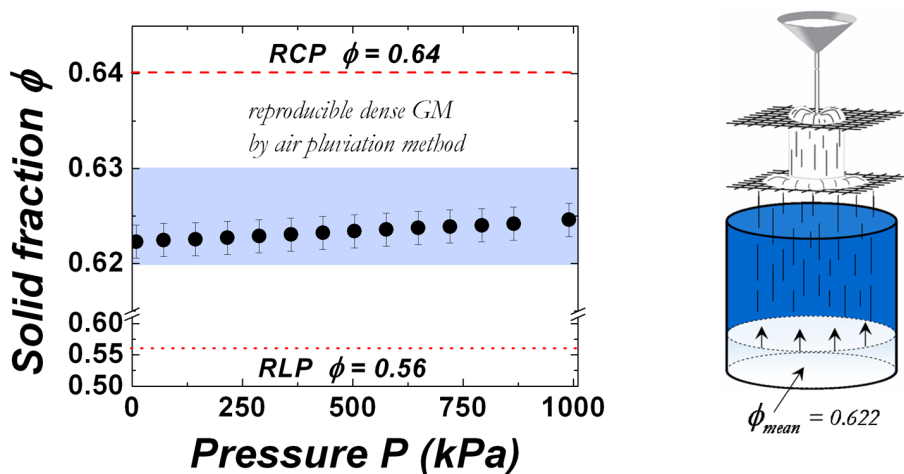


Figure 1.14 : Compacité (ϕ) obtenu par méthode de *pluviation* en fonction de la pression de confinement (P). Typiquement, pour un échantillon de billes de verre de masse 22.5 g (qui pèse 0.221 N) confiné dans une cellule d'épaisseur 18.3 mm et de diamètre 32 mm, on obtient une compacité de l'ordre de 0.623 (cf. [11]).

Parmi les différents protocoles de préparation d'empilement granulaire, nous avons opté pour la méthode de pluviation. Cette technique, fréquemment utilisée en mécanique des sols et dans le milieu industriel, nous permet de produire des échantillons reproductibles d'une expérience à une autre, et de densité contrôlables par les diverses distances entre entonnoir et tamis. Cette méthode consiste à saupoudrer les billes à travers plusieurs tamis rigides (toiles métalliques dont la maille a été choisie légèrement supérieur au diamètre des billes), en un point source à l'aide d'un entonnoir. Plus le débit est fort, plus la densité est basse. Inversement, à faible débit, répartis sur toute la surface de l'échantillon, les grains tombent presque indépendamment (sous forme de pluie fine) et ont le temps d'explorer toute la surface de la cellule, comme illustré sur la figure (1.14). Une rondelle ajustée, a été placée dans le tube de l'entonnoir, afin d'obtenir un débit contrôlé et suffisamment faible. L'empilement créé est

alors optimisé à la construction (dense). En travaillant à bas débit et une hauteur de chute raisonnable, nous avons ainsi pu obtenir un empilement granulaire suffisamment dense, c'est-à-dire proche du *RCP*. La mesure de hauteur de nos échantillons (secs) en fonction de la pression de confinement (P), indique une compacité de l'ordre de 0.623 avec une reproductibilité de l'ordre de 0.1%, illustrée sur la figure (1.14). Les résultats présentés aux chapitre 2 et 3 ont été obtenus suivant le protocole que nous venons de décrire.

1.3.2 Mesure des vitesses d'ondes cohérentes

Suivant le rapport du diamètre du transducteur de réception (ou détecteur) à la taille des grains, il est possible de favoriser l'observation des ondes cohérentes ou multiplement diffusées, comme cela a été illustré précédemment figure (1.4). En effet, pour avoir une bonne estimation de l'onde cohérente, il faut intégrer (auto-moyennage) l'amplitude transmise sur un détecteur grand devant la taille des grains. En utilisant des transducteurs de compression ou de cisaillement, il est alors possible de privilégier le mode longitudinal (fig. 1.15a) ou le mode transversal (fig. 1.15b). Dans cette expérience, le diamètre du détecteur est 50 fois plus grand que celui d'un grain. Lorsque l'on réduit le diamètre du détecteur par deux, alors le signal détecté correspond à celui de la figure présentée plus haut (1.3) où l'on voit la coexistence d'onde cohérente et d'onde multiplement diffusée. On peut estimer la vitesse de propagation d'une onde de compression ou de cisaillement par le rapport de l'épaisseur granulaire sur le temps de vol (temps d'arriver du signal se propageant dans le milieu) : $V_{son} = L/t_{vol}$. Par exemple, l'onde de compression se propage à la vitesse de $V_L = 980 \pm 50 m/s$, ce qui est comparable aux mesures effectuées par *Jia et al* [6] sur un échantillon de plus petite épaisseur ($L \approx 10mm$), mais constitué de billes de diamètres identiques : $V_L = 1070 \pm 30 m/s$ (dans cette expérience le rapport de l'épaisseur granulaire sur la taille des grains, ou épaisseur réduite vaut, $L/d \approx 18$).

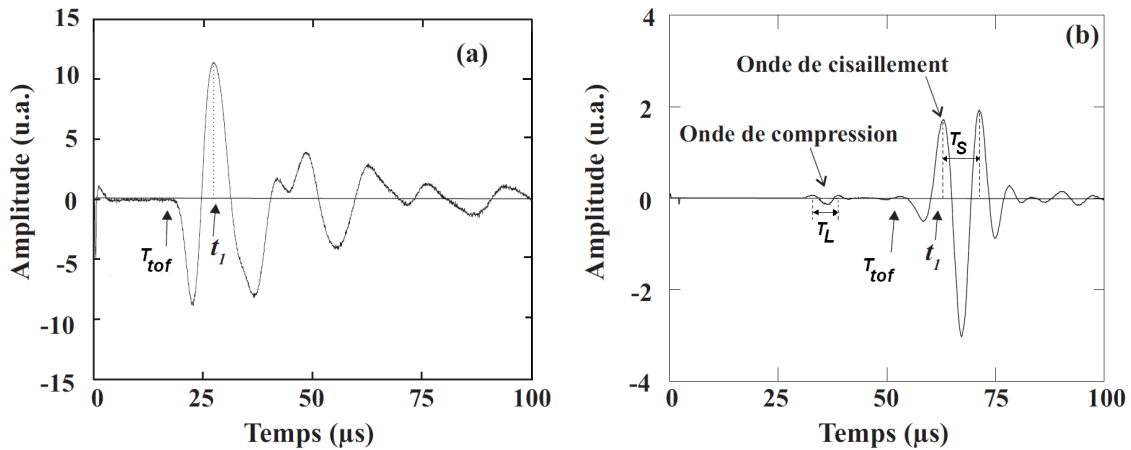


Figure 1.15 : Enregistrements caractéristiques typiques de signaux ultrasonores obtenus par l'utilisation de transducteurs (a) de compression ($d \sim 0.4 - 0.8mm$, $P = 0.75MPa$) (b) de cisaillement ($d \sim 0.2 - 0.3mm$, $P = 0.35MPa$) pour un matériau granulaire d'épaisseur $18mm$.

En pratique, le rapport de la vitesse longitudinale sur la vitesse transversale est de l'ordre de ~ 2 . On note, par ailleurs, sur la figure (1.15b), suivant l'épaisseur de l'échantillon, la taille des grains et la contrainte appliquée, qu'il est possible de visualiser de

façon simultanée, l'onde de compression et l'onde de cisaillement, ceci est principalement dû au fait qu'il est impossible de créer un cisaillement pur. On remarque également, que la période de l'onde de cisaillement est plus élevée que celle de compression ($T_S \approx 2T_L$). On peut, de manière intuitive, comprendre cette observation. On sait que la longueur d'onde est liée à la vitesse du son et la fréquence ($\lambda = V_{son}^{L,S}/f_{L,S} = Cte$), et que le rapport de la vitesse de compression sur la vitesse de cisaillement mesurée est de l'ordre de 2. On en déduit donc que : $V_L/V_S \sim f_S/f_L \Rightarrow T_L \approx 2T_S$.

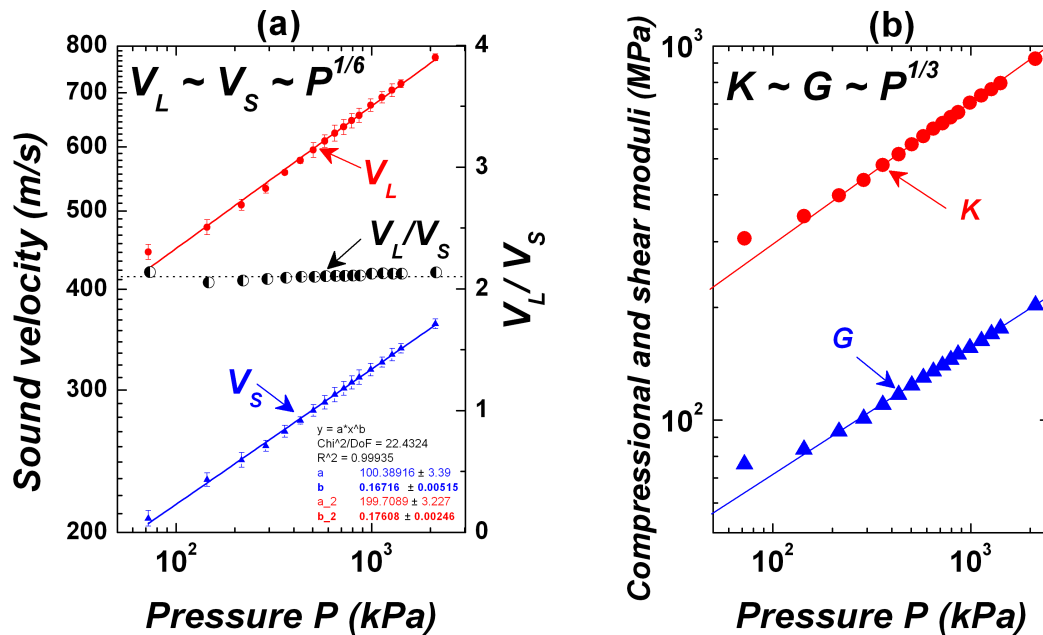
- Sous forte pression de confinement

Pour réaliser la mesure de la vitesse du son, nous avons fait le choix d'employer la méthode dite du *temps de vol*, car elle est plus simple à mettre en œuvre, en comparaison de la *méthode de la phase* que nous verrons plus bas. Le temps de vol (t_{tof}) correspond à l'arrivée première du signal au niveau du récepteur ultrason, comme présenté sur la figure (1.15). En pratique, t_{tof} est difficile à déterminer, car l'instant où le signal devient non nul est difficile à mesurer avec précision, de plus, il dépend de la qualité des signaux enregistrés. Lorsque l'on cherche à déterminer la vitesse du son réelle, on définit un seuil d'amplitude (supérieur au niveau de bruit) à partir duquel on considère que l'amplitude du signal transmis n'est plus nulle. Ce seuil est gardé constant pour tous les signaux enregistrés au cours d'une même expérience. Pour un échantillon d'épaisseur $20mm$, on estime que l'écart de mesure avec le vrai temps de vol reste raisonnable et est de l'ordre de $\pm 0.1\mu s$ (soit à $\pm 3m/s$ près). Lorsque l'on ne cherche pas à mesurer des vitesses de propagation absolues, mais que l'on s'intéresse plutôt à caractériser la loi d'échelle de la vitesse du son en fonction de la pression de confinement (P), on focalisera notre attention sur la variation de la vitesse de propagation. Le temps de vol pourra correspondre à l'intersection du signal avec le zéro de référence ou être associé au premier maximum de l'amplitude du signal ultrasonore, permettant d'obtenir une meilleure précision sur le temps de vol. En effet, la loi d'échelle de la variation relative de la vitesse de propagation mesurée en fonction de P , permet de remonter à celle du module élastique, puisque : $\Delta V/V_0 \propto \Delta E/2E_0$.

Cette méthode (temps de vol pris au premier maximum) permet d'obtenir une précision de l'ordre de 2% au lieu de 5% lorsque l'on cherche le vrai temps de vol. Inversement, lorsque l'on cherche à déterminer la vitesse du son absolue, plus le temps de vol prélevé se situe vers les temps long, plus l'erreur de mesure par rapport au temps de vol réel est élevée. En pratique, on observe que l'erreur de mesure obtenue entre le vrai temps de vol et celui relevé vers les temps plus long est de l'ordre de 4 – 5%, et pour des contraintes faibles ($< 50kPa$) elle peut atteindre 12%. En pratique, lorsque la contrainte augmente, on observe que le décalage du temps de vol prélevé vers les temps longs est différent de celui obtenu au temps cours. L'expérimentateur doit donc veiller, à ne pas prélever le temps de vol pour des temps trop long, sous peine d'intégrer d'autres effets que celui recherché. Ainsi la mesure de la vitesse du son est faussée, par l'atténuation et/ou la dispersion d'ondes, dépendant notamment de la fréquence et de la contrainte. Précisons enfin, qu'une précontrainte est appliquée, de manière systématique, sur chaque échantillon avant d'effectuer les mesures, ceci permet d'améliorer la reproductibilité de nos expériences en minimisant les effets hystérétiques. Connaissant la distance entre émetteur et récepteur ultrason (L), la vitesse de propagation d'une onde de compression ou de cisaillement s'obtient facilement par l'expression :

$$V_{P,S}(P) = \frac{L}{t_{tof}^{P,S}} \quad (1.26)$$

$V_P(P)$ et $V_S(P)$ ont été définie précédemment (cf. equ 1.24). Malheureusement, nous ne disposons pas à l'heure actuelle de cellule triaxiale, qui nous permettrait d'appliquer une contrainte isotrope au milieu. Par conséquent, les vitesses du son que nous présentons, concernent uniquement un matériau granulaire soumis à une contrainte uniaxiale, appliquée (sur le piston du haut) à l'aide d'une presse automatisée (*MTS*), comme cela est schématisé sur le dispositif expérimental, figure (1.13). La vitesse de propagation des ondes est calculée à partir de l'estimation du temps de vol prélevé au premier pic, puis tracé en fonction de la contrainte appliquée sur le milieu. Dans le cas de nos expériences, un échantillon typique est de hauteur 18mm et de diamètre 32mm , constitué de billes de verre de $400 - 800\mu\text{m}$ de diamètre. Pour une contrainte de 720kPa , la vitesse de propagation des ondes de compression est de l'ordre de $V_P = 635 \pm 10\text{m/s}$, et celle des ondes de cisaillement de l'ordre de $V_S = 302 \pm 6\text{m/s}$ ($V_P/V_S \approx 2.10$), traduisant des modules élastiques de compression et de cisaillement de l'ordre de 622MPa et 140MPa , respectivement.



P (kPa)	V_P (m/s)	V_S (m/s)	V_P/V_S	K (MPa)	G (MPa)	E (GPa)	K/G	ν
70	445	208	2.13	306	76	0.40	4.02	0.38
2100	774	362	2.13	925	203	1.19	4.55	0.39

Figure 1.16 : (a) Vitesse de propagation du premier pic d'ondes cohérentes longitudinales (V_P) et transversales (V_S) et (b) des modules élastiques de compression ($K = \phi\rho V_P^2 - 4G/3$) et de cisaillement ($G = \phi\rho V_S^2$) associés en fonction de la contrainte appliquée $P \sim 72\text{kPa} - 2.12\text{MPa}$ ($\phi = 0.62 \pm 0.01$ et $d = 0.6 \pm 0.2\text{mm}$). Les modules effectifs K et G sont de l'ordre de plusieurs centaines de mégapascals. Le rapport des vitesses (V_P/V_S) est proche de celui attendu (~ 1.7). Par ailleurs, on note que le coefficient de Poisson $\nu \approx 0.3$ varie très faiblement avec la pression de confinement et que sa valeur reste proche du coefficient de Poisson pour un matériau comme le verre $\nu_{\text{verre}} \approx 0.21$. L'équation (1.24) permet de définir le rapport des vitesses par l'expression $V_P^2/V_S^2 = K/G + 4/3$ et le coefficient de Poisson à travers la relation $\nu = (K/G - 2/3)/2(K/G + 1/3)$ où ν est compris entre -1 pour $K = 0$ et 0.5 pour $G = 0$ et $K \rightarrow \infty$.

On constate que les vitesses des ondes cohérentes de compression (V_P) et de cisaillement (V_S), suivent une loi en puissance de la contrainte (P), la prévision de *Hertz* est vérifiée : $V_P \sim 2V_S \sim V_{micro}(P/E^*)^{1/6}$, où V_{micro} est la vitesse du son⁸ du matériau constituant les grains (ici le verre). Cependant, plusieurs études expérimentales [75, 6, 52, 7], théoriques [4, 63] et numériques [37], rapportent une déviation par rapport à la loi de puissance de *Hertz* en fonction de la pression de confinement : $V \propto (\phi Z)^{1/3} P^{1/6}$. La loi d'échelle prédite au moyen de la loi de contact de *Hertz* n'est pas vérifiée de manière satisfaisante. Si aux fortes contraintes, la loi de puissance en $1/6$ attendue est observée, en revanche, aux faibles contraintes, les résultats obtenus au laboratoire par *Jia et Mills* [76] montre que la vitesse de propagation dépend plutôt de $P^{1/4}$. Ce comportement a été observé, il y a plus de cinquante ans, par *Duffy et Mindlin* [58], dans le cas de structures ordonnées de sphères identiques (réseau cubique à faces centrées). Le même constat a été dressé par *Domenico* [2] pour des systèmes constitués de grains irréguliers.

Pour expliquer cette déviation par rapport au modèle de *Hertz-Mindlin*, plusieurs approches microscopiques ont été proposées :

- Dans le modèle de « croute molle » établi par *De Gennes* [77, 78], le fait qu'une couche molle d'oxyde de silice recouvre les grains pourrait expliquer que le module de cisaillement dépend de la pression de confinement comme $G \propto P^{1/2}$.

- *Goddard* [4] propose deux alternatives pour corriger cette déviation. La première est d'utiliser une description micro-mécanique différente (considération géométrique), en considérant des contacts de forme conique. La relation force-déplacement est alors modifiée et devient $F_n \propto \xi^2$. La seconde, fait l'hypothèse que sous forte contrainte, il y a flambage des chaînes de forces, ce qui se traduit par une variation de la densité de contacts. Ces deux propositions donnent une dépendance de la vitesse de propagation avec le quart de la force appliquée.

- Plus récemment, *Velický et Caroli* [63] proposent un autre mécanisme. A partir d'une description de type champ-moyen d'une assemblée de sphères légèrement polydisperse, ils montrent que l'origine de la déviation est principalement dû à la fluctuation du champ de contraintes et non à la dépendance de ϕ et Z avec P , comme l'ont proposé *Makse et al* [7].

- Enfin, comme nous le verrons un peu plus bas, *Pilbeam et Vaisnys* [75] montrent que lorsque l'on tient compte des aspérités de surface à travers le module élastique effectif (E), à l'aide du modèle de *Greenwood et Williamson* [79], la vitesse du son dépend d'une puissance 3.3 de la contrainte.

De manière générale, il apparaît difficile d'effectuer une mesure absolue de la vitesse de propagation avec précision, ayant pour conséquence de rendre ardu la vérification quantitative des différentes hypothèses responsables de la loi de puissance de V_{son} dans un milieu granulaire.

Vitesse du son en fonction de la taille des grains — Si l'on croit à la théorie des champs moyens, on constate que la vitesse du son longitudinale (*cf. equ. 1.22*) ou transversale (*cf. equ. 1.23*) est indépendante de la taille des grains. En effet, que ce soit dans une chaîne de billes, dans un empilement régulier ou réel (désordonné) de grains, il apparaît que la vitesse du son est indépendante de la taille des grains. Cependant, dans

8. A partir de la relation $V_P \approx V_{micro}(P/E^*)^{1/6}$, il est en effet possible d'estimer la vitesse du son effective du milieu, par exemple pour une contrainte de 1MPa et des billes de verre, la vitesse du son longitudinale est de l'ordre de $V_P = 5300 (37 \times 10^{-3})^{1/6} \approx 918\text{m/s}$.

le cas d'un milieu granulaire réel (empilement désordonné), pour une même épaisseur de grains et une force normale appliquée identique, l'expérience montre que d'une taille de grain à une autre, la vitesse de propagation est légèrement différente : la vitesse du son semble augmenter avec la taille des grains. On se demande alors comment dépend V_{son} en fonction de R et dans ce cas quel modèle appliquer. Nous avons mesuré la vitesse d'une onde longitudinale se propageant dans un matériau granulaire, soumis à une pression de confinement de $0.9MPa$, en fonction du diamètre moyen des grains constituant ce matériau. Pour des diamètres moyens de grains compris entre $15\mu m$ et $635\mu m$ l'épaisseur de l'échantillon est de $18mm$, et pour d compris entre $0.9mm$ et $5mm$ l'épaisseur est de $50mm$, afin d'avoir un nombre de couches de grains suffisant ($L/d > 10$). Le résultat expérimental, illustré sur la figure (1.17), montre que la vitesse du son suit une loi en puissance avec un exposant 0.16 du diamètre moyen des grains constituant le matériau.

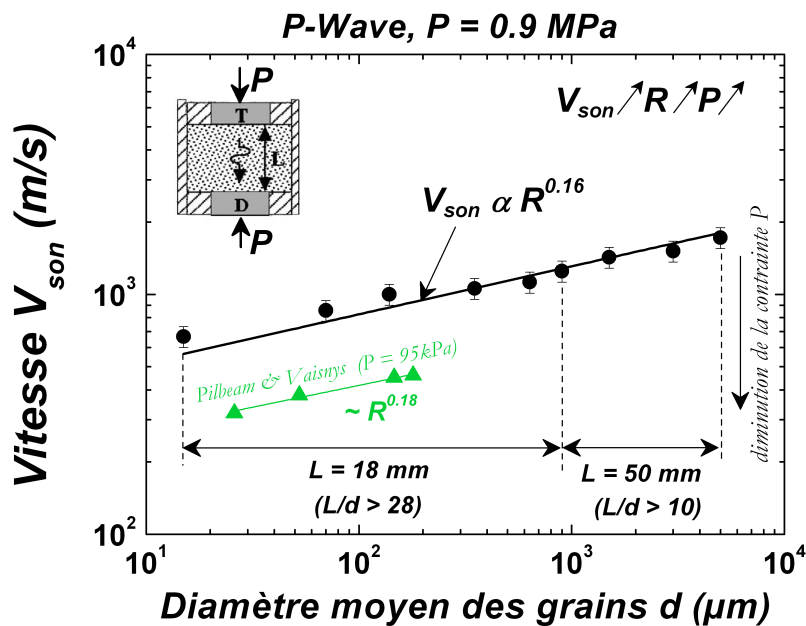


Figure 1.17 : Vitesse du son longitudinale en fonction du diamètre moyen des grains pour un matériau granulaire soumis à une pression de confinement de $0.9MPa$. Le diamètre de la cellule est de $60mm$. Ce test a été conduit pour 5 expériences. Nous avons ajouté les données expérimentales obtenues par *Pilbeam et Vaisnys* [75] dans un empilement de billes de verre soumis à une contrainte dix fois plus faible $0.095MPa$ et une porosité de 36%.

Proposition d'une interprétation basée sur l'étude réalisée par *Pilbeam et Vaisnys* [75] — Cette étude a été réalisée sur des agrégats granulaires (constitués de billes de verres ou d'aluminium ou de grain de sel) par méthode acoustique (impulsionnelle et résonance). Les auteurs montrent que la vitesse du son suit une loi en puissance en fonction du diamètre des grains suivant un exposant 0.18 . Il semble, que ce mécanisme reste inévitablement lié à la rugosité des grains, conduisant à la formation d'interfaces multi-contacts (constituées de multiples micro-contacts entre les aspérités des surfaces). En se basant sur une approche macroscopique du modèle de *Greenwood-Williamson (GW)* [79] (fig. 1.18), sous certaines conditions, les auteurs montrent que la vitesse du son dépend d'une puissance $\sim 1/5$ de la taille des grains (R). Le modèle *GW* suppose un contact entre surfaces rugueuses : entre un plan indéformable et une

surface dont les aspérités ont toutes le même rayon de courbure r au sommet. Le plan de référence de la surface rugueuse est situé en $z = 0$, et la surface du milieu indéformable en $z = h$. Lorsque les plans de références des deux surfaces sont distants de h , le contact effectif a lieu au niveau de chaque sommet dont la hauteur $z > h$, avec une probabilité définie par l'intégrale : $\mathcal{D}(z > h) = \int_h^\infty \phi(z) dz$.

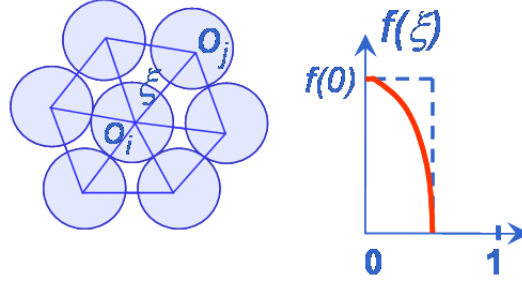


Figure 1.18 : Schéma d'une assemblée de grains et de la densité $f(\xi)$ de particules voisines séparées d'une distance $\xi = r/R$ [76].

Dans cette étude, *Pilbeam et Vaisnys* supposent une distribution uniforme des aspérités $\phi(z)$ et égale à $1/R$, et un nombre de contact par sphère (coordinance) constant. Tous les contacts sont supposés de type *Hertzien* (soit élastiques) et soumis à une charge normale F , l'écrasement induit d'une sphère sur l'autre est ξ . En notant $\mathcal{N}_c = \eta a_0$ le nombre total de sommets, où η est le nombre de sommets par unité d'aire et a_0 l'aire nominale, le nombre d'entre eux en contact est : $\mathcal{N} = \mathcal{N}_c \int_h^\infty \phi(z) dz$. L'enfoncement de chaque aspérité en contact est $\xi = z - h$, et l'aire individuelle est donnée, d'après la théorie de *Hertz*, par $\pi a^2 = \pi R(z - h)$. Enfin, la charge portée par une aspérité est $F_n = 4E^* a^3/3R$, avec $E^* = E/2(1 - \nu^2)$, l'expression de la charge normale totale F supportée par les sphères est :

$$F = \frac{4}{3} \sqrt{RE^*} \mathcal{N}_c \int_h^R (z - h)^{3/2} \phi(z) dz \quad (1.27)$$

où $F = \sqrt{2RE^*} \mathcal{N}_c \ell^{5/2} / 15R$ avec $\ell = 2R - d$. La pression moyenne est de la forme $P = F/4\mathcal{N}_s R^2$ où \mathcal{N}_s est le nombre de contacts par couche. L'incrément de contrainte et de déformation peuvent être définis comme : $\Delta P = \Delta F/4\mathcal{N}_s R^2$ et $\Delta \varepsilon = \Delta \ell/2R$, respectivement. On en déduit que le module élastique est définie par la relation :

$$E = \frac{\Delta P}{\Delta \varepsilon} = \frac{3}{2} (2E^* h R)^{2/5} P^{3/5} \quad (1.28)$$

où $h = \mathcal{N}_c / \mathcal{N}_s R$ est le nombre moyen de contact par sphère et par unité de déplacement. Les auteurs supposent que h est indépendant de R , dans ces conditions la vitesse du son est proportionnelle au rayon des grains et à la contrainte, suivant les lois d'échelle :

$$\boxed{V \propto \sqrt{E} \propto R^{1/5} P^{1/3.3}} \quad (1.29)$$

Cette approche a aussi été étudié par *Bernal et Mason* [80], ainsi que par *Beresford* [81]. D'autres études expérimentales rapportent une dépendance de la vitesse du son en fonction de la taille des grains [82, 83, 84]. Cependant, il est à noter que dans cette étude [75], l'hypothèse que h est indépendant de R ne nous apparaît pas très claire.

Peut-être serait-il intéressant d'examiner ce modèle (de recrutement des aspérités de surfaces des grains), avec d'autres distributions des aspérités $\phi(z)$ du type exponentielle ou bien gaussienne (cf. *Baumberger et Caroli* [85]). Au regard de la littérature sur le sujet, on constate qu'il apparaît très peu de résultats expérimentaux (voir assez anciens en géophysique datant des années 1970) et la modélisation des ces observations est quasi-inexistante.

- Sous faible pression de confinement : sous gravité

On s'intéresse ensuite, à identifier les modes de propagation acoustique susceptible de se propager dans un matériau granulaire sec, sous gravité (soumis à son propre poids ρgh). On se demande alors, si il est possible d'identifier les différents modes de propagation prédit par la théorie de *Biot* [86, 87], tel que le mode lent, et dans quelle mesure leurs interactions avec le fluide saturant (ici l'air) est négligeable. La propagation d'ondes acoustiques de grandes longueurs d'ondes dans les milieux poreux saturés est bien décrite par la théorie de *Biot* [86] et sa confirmation expérimentale a été établie par *Plona et al* [88]. Pour y parvenir, nous avons développé plusieurs dispositifs expérimentaux, présentés sur la figure (1.19), nous permettant d'identifier (problème direct) les différents modes de propagation d'ondes ultrasonores détectés à travers un matériau granulaire sous gravité, saturé d'air ou sous vide. L'instrumentation reste identique au dispositif expérimental présenté plus haut (1.13), seule la cellule contenant les billes de verre change. Dans cette expérience, nous avons réalisés plusieurs récipients en plexiglas de forme parallélépipédique. L'un d'eux (1.19a), nous permet d'effectuer des mesures ultrasonores dans le sens axial ou radial en fonction de la hauteur de l'empilement granulaire. Ses dimensions sont : une largeur 150mm et une hauteur maximale 250mm. Les mesures acoustiques peuvent être effectuées à trois hauteurs différentes. L'autre récipient (1.19b), de dimensions (75 × 150 × 150)mm, permet de réaliser des mesures acoustiques sous étuve à vide. La pompe à vide utilisée permet d'ajuster la pression atmosphérique de 1atm à 0.2atm. Le protocole de préparation de l'échantillon est identique à celui présenté plus haut. En jouant, sur la hauteur de chute des grains⁹, un débit faible et un nombre suffisant de tamis, nous obtenons des échantillons reproductibles d'un test à l'autre, de surface plate et une compacité mesurée de l'ordre de 0.62.

Pour ce type de récipient, nous avons estimé la contrainte latérale s'exerçant au centre des transducteurs noté \mathbf{E} et \mathbf{R} , à l'aide du modèle de *Janssen*. On s'intéresse, ici, simplement à l'expression (généralisée de l'équation de *Janssen*) nous permettant d'estimer la contrainte latérale (P_{rr}) en fonction de la hauteur (h) de l'empilement granulaire, que l'on trouve dans l'ouvrage de *Durand p85* [89] :

$$P_{rr}(z) = KP_{zz}(z) = \phi \rho g \frac{\mathcal{A}}{\mathcal{P} \mu_s K} \left(1 - e^{-\left(K \mu_s \frac{\mathcal{P}}{\mathcal{A}}\right)z} \right) \quad (1.30)$$

où \mathcal{A} et \mathcal{P} sont la surface et le périmètre du récipient, $\phi \approx 0.63$ la compacité, ρ la densité du verre, $\mu_s = 0.4$ le coefficient de frottement aux parois et $K = (1 - \sin \varphi)/(1 + \sin \varphi)$ avec $\varphi \approx 35^\circ$ l'angle de frottement interne. Dans le cas du récipient (fig. 1.19a), la contrainte s'exerçant au centre des transducteurs pour

9. Si la hauteur de chute est trop faible et le nombre de tamis (rigide) insuffisant, alors le profil de l'empilement granulaire obtenu n'est pas plat mais plutôt de type *Gaussien*.

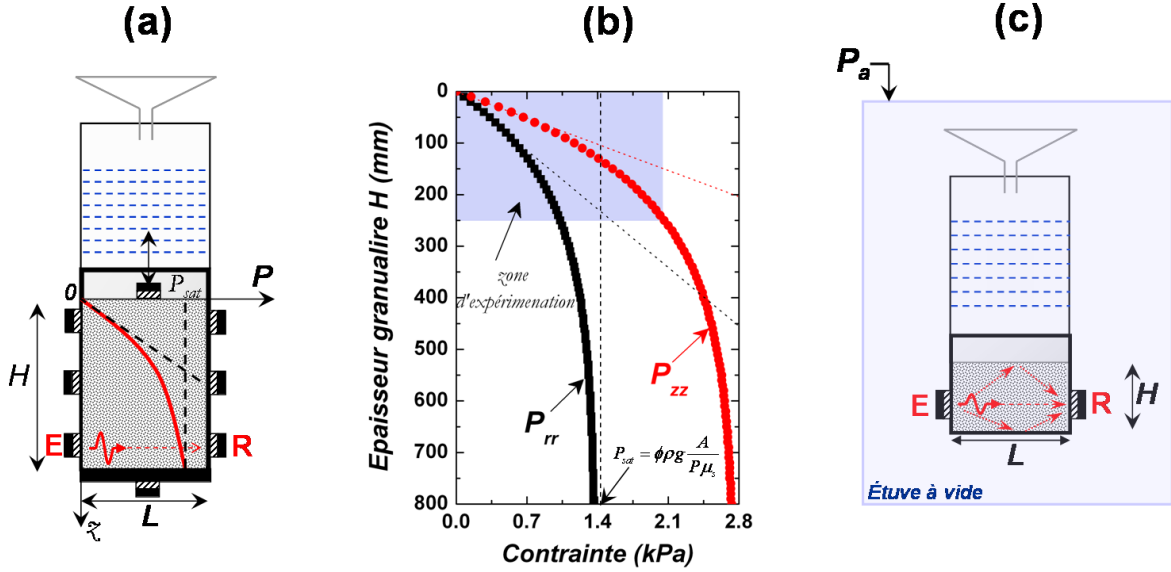


Figure 1.19 : (a) Dispositif expérimental développé pour mesurer les ondes se propageant sous gravité, en fonction de l'épaisseur granulaire ou du diamètre des grains, (c) Sous étude à vide. (b) Estimation de la contrainte axiale (P_{zz}) et radiale (P_{rr}) s'exerçant sur les transducteurs (E , R) en fonction de l'épaisseur granulaire (H), estimée à l'aide du modèle de *Janssen* (pp.85-90 [1]).

une hauteur de 10cm et 20cm est de l'ordre de 600Pa et 920Pa, respectivement. On peut d'ores et déjà avoir une estimation de l'ordre de grandeur de la vitesse de propagation de l'onde cohérente ($V_{son} \approx V_{verre}(P/E^*)^{1/6}$ avec $V_{verre} = 5.3km/s$ et $E^* = 37GPa$), pour une contrainte limite (proche de la surface) de l'ordre de 20Pa ($h = 1mm$) et une contrainte intermédiaire de 2kPa atteinte pour $h = 85mm$, la vitesse du son s'avère relativement faible ($V_{son} < V_{air}$) et de l'ordre de 150m/s et 320m/s, respectivement. Lorsque la contrainte tend vers 0, on peut estimer que les ondes de surface se propagent à une vitesse de l'ordre de 40 – 60m/s (cf. fig 1.22). Il apparaît que la vitesse du son évolue très rapidement aux épaisseurs les plus faibles, comme l'illustre la figure (1.20).

Vitesse du son en fonction de la profondeur (contrainte) et de la taille des grains — On se propose maintenant, de vérifier la loi d'échelle de la vitesse du son en fonction de l'épaisseur (contrainte) d'un matériau granulaire sous gravité. En effet, intuitivement, on s'attend à ce que la vitesse du son suive une loi en puissance en fonction de la hauteur de l'échantillon, comme le prédit la théorie de *Hertz* :

$$\partial t \sim \partial h/V(h) \sim \partial h/P_{zz}^m(h) \quad (V_{son} \propto P^m) \quad (1.31)$$

où $m = 1/6$. À partir de l'équation de *Janssen* (1.30) on peut définir le temps de vol de l'onde se propageant du bas vers le haut du récipient, comme :

$$t_{tof} \sim \int_0^H dt \sim P_s^{-m} \int_0^H dh \left(1 - e^{-h/h_0}\right)^{-m} \quad (1.32)$$

avec $h_0 = A/PK\mu_s$ et $P_s = \phi\rho gh_0$ la pression maximale (saturation). Cette intégrale ne peut être résolue de manière analytique, en revanche, une résolution numérique est possible. On peut donc estimer la vitesse du son en fonction de la hauteur de grains : $V_{son} = L/t_{tof}$. On observe sur le graphe, présenté figure (1.20), que lorsque la contrainte

s'exerçant au centre des transducteurs ultrasonores n'atteint pas le seuil de saturation (P_s), le modèle de *Janssen* nous permet d'établir que la vitesse du son dépend d'une puissance 1/6 de la hauteur de grains. Dans ces conditions, la prédiction de *Hertz* reste valide :

$$V_{son} = L/t_{tof} \propto h^{1/6} \quad (1.33)$$

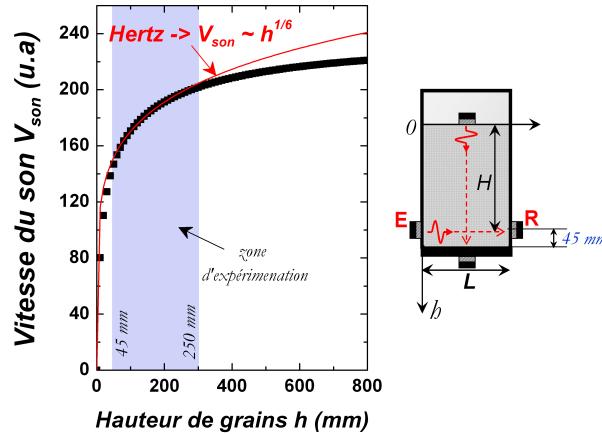


Figure 1.20 : Vitesse du son en fonction de la hauteur de l'empilement granulaire, calculée à partir de l'équation (1.32). Par la suite, la mesure expérimentale de la vitesse du son sera effectuée de manière systématique, dans le sens radial ($E \rightarrow R$), afin de s'affranchir du gradient de contrainte ayant lieu dans le sens axial (du haut vers le bas). La contrainte exercée dans la zone (couches de grains) où l'onde cohérente se propage, peut être considérée comme assez homogène. V_{son} sera donc sensible essentiellement à P_{rr} .

Par la suite, la mesure de la vitesse du son en fonction de la hauteur de grains sera effectuée dans le sens radial, afin de s'affranchir au mieux, du gradient de contrainte ayant lieu dans le sens axial. Dans cette configuration, on pourra faire l'hypothèse que la contrainte est assez homogène. Par conséquent, l'onde qui se propage dans cette direction sur une distance L , sera principalement influencée par P_{rr} , définie par l'équation (1.20), à condition que le rapport du diamètre du transducteur à la taille des grains (couche de grains) reste raisonnable. La mesure de la vitesse du son, correspondant à l'onde transmise à travers le squelette solide, illustrée figure (1.21b), a été réalisée à l'aide du dispositif présenté sur la figure (1.19b).

Dans un premier temps, la mesure de la vitesse du son a été réalisé à l'air libre, puis sous étuve à vide ($P_a = 85kPa$ ou $\sim 0.2atm$), après une heure de vieillissement pour s'affranchir au mieux de l'interaction (par couplage élastique) avec l'onde de *Biot*, afin de ne mesurer que V_{son}^{frame} . On observe que V_{son}^{frame} dépend d'une puissance 1/3 de la taille de grains. Cette pente s'avère plus élevée que celle obtenue pour un matériau granulaire sous contrainte (fig. 1.17). Dans le cas, à l'air libre, V_{son}^{frame} est comprise entre $68m/s$ et $357m/s$ pour un diamètre moyen des grains de $0.07mm$ et $4mm$, respectivement. Lorsque l'on examine la vitesse du son transmis à travers le squelette granulaire V_{son}^{frame} en fonction de la hauteur de grains ($P_{rr} \sim \rho gh$ dans la limite linéaire), figure (1.19b), pour $d \sim 400 - 800\mu m$, on constate que V_{son}^{frame} dépend d'une puissance $\sim 1/6$ de la hauteur de grains (h) et s'étale de $146m/s$ à $173m/s$ pour une hauteur de grains de $8cm$ et $22cm$, respectivement. La prédiction du modèle de

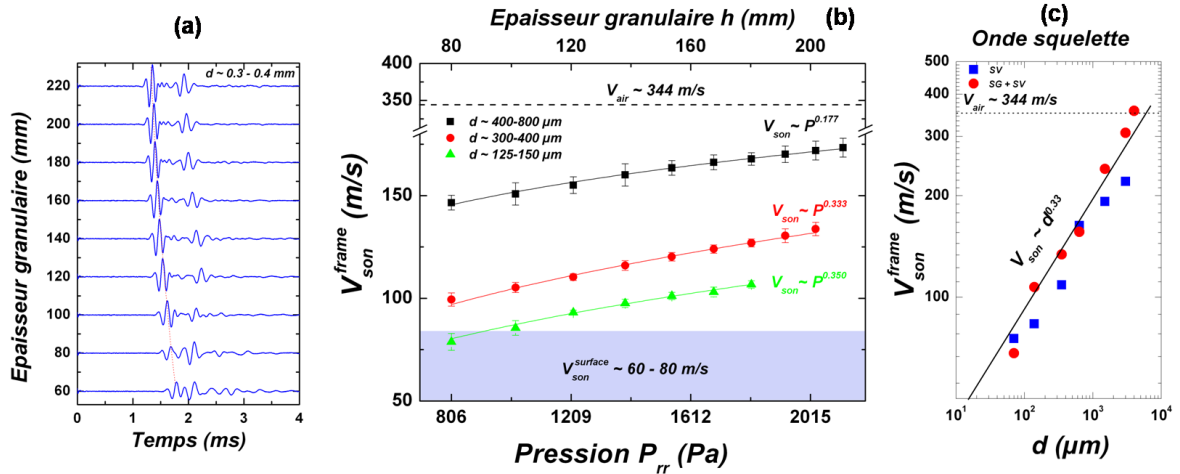


Figure 1.21 : (a) Signaux ultrasonores détectés en fonction de la profondeur ou de l'épaisseur granulaire. (b) Vitesse du son en fonction de la pression radiale (P_{rr}) exercée au centre des transducteurs ultrasons ou pour une épaisseur (h) croissante de grains. (c) Vitesse du son (V_{son}^{frame}) correspondant à l'onde transmise à travers le squelette solide pour un diamètre moyen d de grain croissant, (■) à l'air libre et (●) sous étude à vide.

Hertz semble être valide pour un matériau granulaire sous gravité. On note cependant, que lorsque la taille de grains diminue, la vitesse du son diminue et l'exposant augmente. Ce résultat n'est pas encore totalement compris et par conséquent demeure une question ouverte.

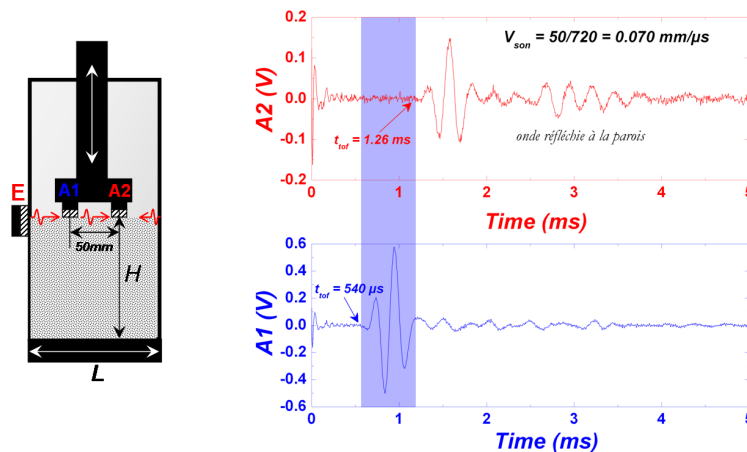


Figure 1.22 : Montage expérimental de mesure de la vitesse des ondes à la surface d'un matériau granulaire, pour des grains de diamètre $350 \mu m$. Signaux ultrasonores détectés pour deux positions différentes (A1, A2), espacées d'une distance de 50 mm. La vitesse du son ainsi mesurée s'avère être de l'ordre de $V_{son} = L/(t_{of2} - t_{of1}) = 70$ m/s. Sur le signal A2 on note également la présence de l'onde réfléchie (sens inversé) par la paroi en plexiglas du caisson granulaire.

Les ondes que nous venons d'observer (fig. 1.21a), sont des ondes volumiques, et sont à dissocier des ondes de surfaces. Une étude récente, réalisée par *Bonneau et al* [90], met clairement en évidence, expérimentalement et théoriquement, la présence d'une onde de surface se propageant dans un canal granulaire à des vitesses extrêmement faibles, relativement aux ondes solides classiques, de l'ordre de 50 m/s.

Le modèle, développé par *Bonneau, Andreotti et Clément* [91], est basé sur un guide d'onde à gradient d'indice, et semble en bon accord avec les résultats expérimentaux.

Dans notre cas, à l'aide du dispositif expérimental présenté sur la figure (1.22), on observe qu'une onde se propage à la surface d'un matériau granulaire à la vitesse de $70m/s$, puis est réfléchi par la paroi. Pour confirmer cet ordre de grandeur de la vitesse du son, nous avons mesuré la vitesse des ondes se propageant à la surface d'un empilement granulaire à l'aide de détecteur dont le diamètre est comparable à la taille des grains, c'est-à-dire avec des pinducers (*VP1093*) ou des d'accéléromètres (*Brüel & Kjær*), placés aux deux positons différentes ($A1, A2$). La vitesse du son obtenue, pour une taille de grains identiques, est comparable dans les deux cas à celle obtenue précédemment, et s'avère être de l'ordre de $65 \pm 5 m/s$. Obtenir une bonne reproductibilité pour cette mesure, s'avère être une tâche assez délicate, en effet, les différents détecteurs employés, pour réaliser cette mesure, effleurent les grains en surface de l'empilement. Cependant, on obtient une précision raisonnable. On rappelle, que l'objectif de cette section, porte principalement sur l'identification des différents modes de propagations acoustiques susceptibles d'apparaître dans un matériau granulaire sec, dense, fortement et faiblement contraint. La suite de ce document, traite essentiellement des matériaux granulaires soumis à une pression de confinement appliquée extérieurement (P).

- Observation de l'onde de Biot à travers l'air

Les transducteurs ultrasonores de compression que nous utilisons, sont des transducteurs de contact (de type *V101* distribués par la société *Olympus NDT*). Cependant, malgré le fait qu'ils ne soient pas du tout optimisés (adaptation d'impédance entre la quartz et le milieu de propagation via la lame quart d'onde) à la détection d'onde se propageant dans l'air (tels que les transducteurs sans contact distribués par la société *Ultran*), lorsqu'ils sont alignés face à face d'une distance $L < 30cm$, il s'avère possible de détecter l'onde qui se propage dans l'air. Le signal d'excitation correspond à une impulsion brève $< 1\mu s$, permettant d'exciter une large bande spectrale, la vitesse du son dans l'air mesurée est de l'ordre de $347 \pm 2m/s$. Fort de cette observation, nous avons réalisé une expérience simple, illustrée sur la figure (1.23), qui consiste à détecter l'onde qui se propage à travers l'espace poral d'un empilement granulaire. On remarque alors, qu'il est possible de détecter une onde lente ou *onde de Biot*, transmise à travers la phase fluide d'un matériau granulaire sec et dense ($\phi \approx 0.61 \pm 0.02$). On déplace ensuite le détecteur ultrason, de manière continue en direction de la surface du matériau. Lorsqu'il arrive (juste) au contact (sans modifier, visuellement, la structure de l'empilement) des grains, on observe l'apparition instantanée d'une onde qui se propage à travers le squelette solide (réseau de contacts). De plus, il est observé, dans le sens axial et radial, illustré figure (1.24), une onde lente qui voit le milieu granulaire comme un milieu poreux, ou sensible à la phase liquide (l'air), d'une onde plus basse fréquence se propageant à travers le squelette granulaire, sensible à la phase solide. Les vitesses du son ainsi mesurées sont inférieures à la vitesse du son dans l'air $V_{air} \approx 347.2m/s$.

Cette expérience, permet de rendre compte de l'existence d'une onde lente de dilatation, avec une vitesse du son qui dépend essentiellement de la tortuosité (α) [92, 93] comme $V_{Biot} = V_{air}/\sqrt{\alpha}$ avec $2\alpha = 1 + \Phi^{-1}$ (on utilise, ici, la formule de *Berryman* [94]). La tortuosité ainsi déterminée est de l'ordre de $\alpha \approx 1.78$, pour des grains

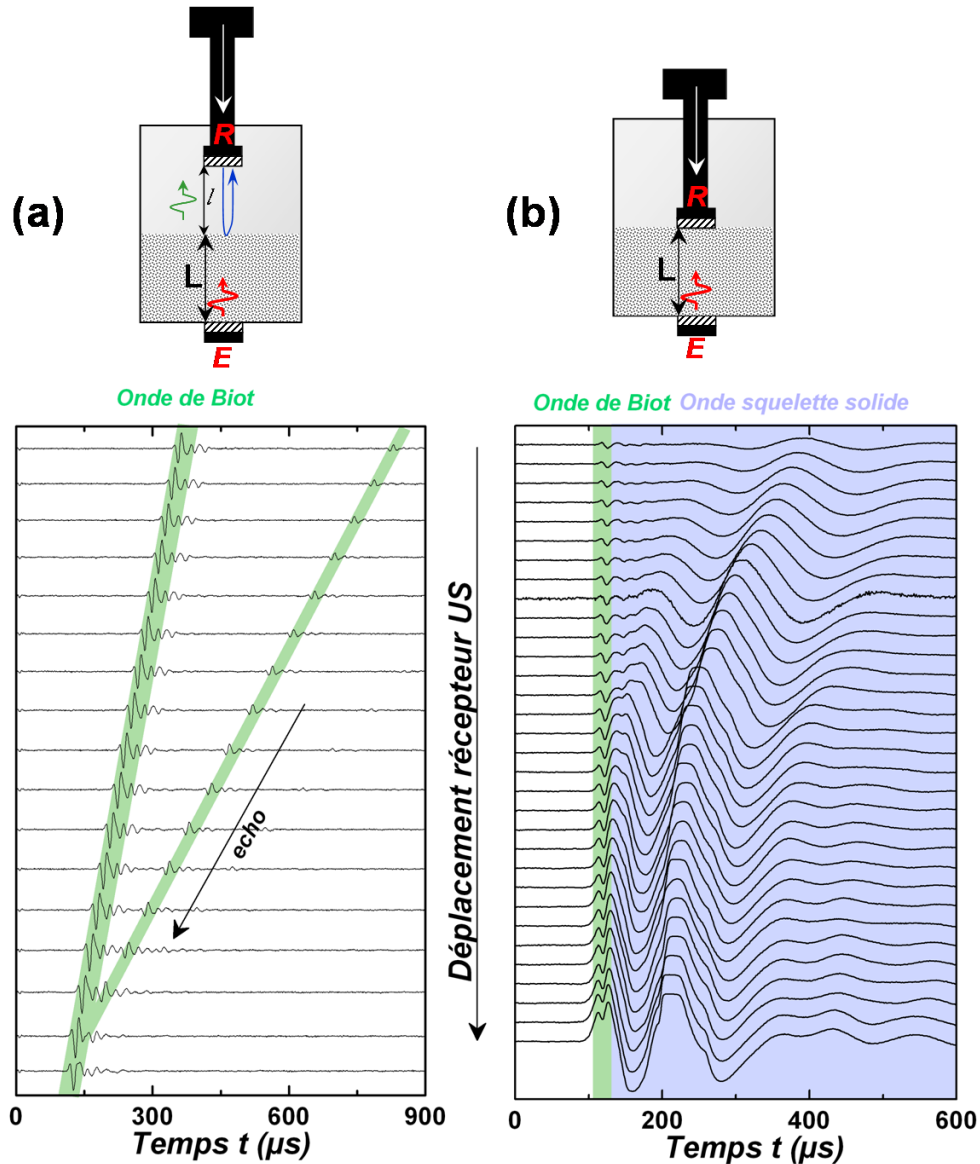


Figure 1.23 : Mise en évidence de l'onde se propageant à travers le fluide interstitiel (l'air) et de l'onde se propageant à travers le squelette solide, visible lorsque le transducteur (récepteur) entre au contact des billes de verre de diamètre $d \sim 300-400\mu\text{m}$. Lorsque l'on appuie un peu plus sur les grains en surface, le signal, de plus basse fréquence (onde squelette), se décale progressivement vers les temps courts et son amplitude augmente rapidement. Le signal, de plus haute fréquence (*onde de Biot*), se superpose (interfère) progressivement avec l'onde se propageant à travers le squelette solide. On observe que l'*onde de Biot* est indépendante de la contrainte exercée. Au delà, d'une certaine contrainte appliquée (ou hauteur de grains), l'amplitude de l'*onde de Biot* devient très faible devant l'onde de plus basse fréquence, et devient indétectable (visuellement), mais demeure cachée dans l'onde transmise à travers le squelette solide (réseau de contacts). Dans cette expérience, le transducteur récepteur s'est enfoncé de quelques millimètres dans le milieu granulaire.

de diamètre $d \sim 200\mu\text{m}$. Cette valeur s'avère en bon accord avec celles trouvées dans la littérature [95, 59]. Au cours de la propagation ultrasonore, le squelette se déforme et se déplace, par couplage élastique, il déforme le fluide interstitiel (l'air) : il y a donc couplage entre l'onde lente de dilatation, sensible à la phase poreuse (tortuosité), et l'onde cohérente (volumique) qui se propage à travers le squelette granulaire (sensible

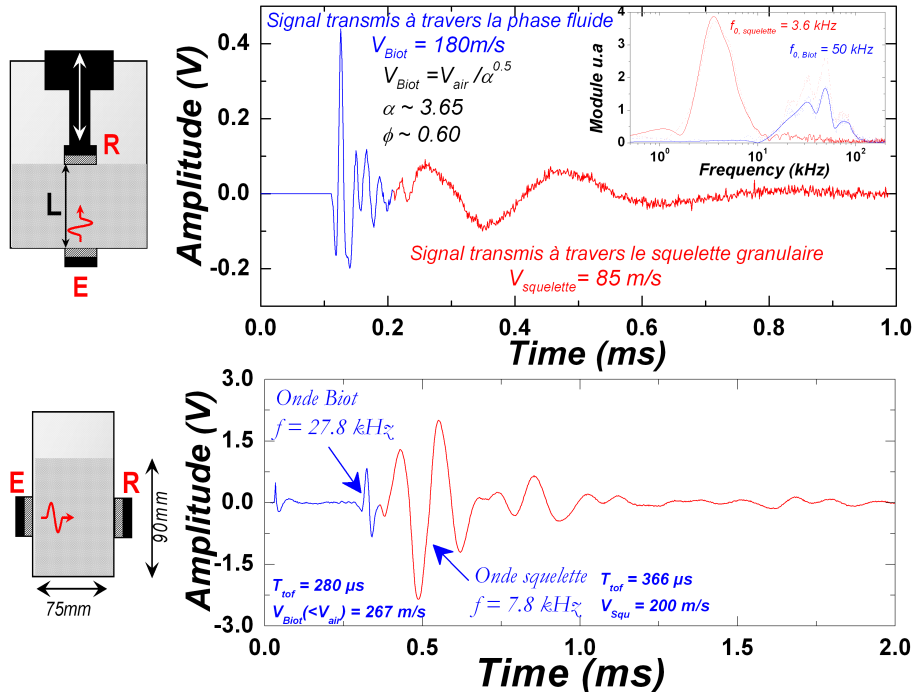


Figure 1.24 : Identification de deux types de modes de propagation dans un matériau granulaire saturé d'air, sous gravité ($V_{son} < V_{air}$). La première partie du signal permet d'observer une onde qui voit le matériau granulaire comme un milieu poreux (Biot) dit *mode lent*, dont la fréquence est de l'ordre de 50kHz , suivi par une seconde onde qui se propage à travers le squelette granulaire de plus basse fréquence 3kHz , identifiées dans le sens (a) axial ($V_{Biot} \approx 180\text{m/s} > V_{Squ} \approx 85\text{m/s}$) pour des billes de diamètre $d \sim 125 - 150\mu\text{m}$, et (b) dans le sens radial ($V_{Biot} \approx 280\text{m/s} > V_{Squ} \approx 200\text{m/s}$) pour des billes de diamètre $d = 5\text{mm}$.

à la phase solide et par conséquent aux modifications du réseau de contacts). Pour se convaincre que l'on a bien affaire à une onde se propageant dans l'espace poral, nous avons réalisé une expérience (intuitive) qui consiste à effectuer les mesures sous étuve à vide. En effet, il est bien connu que la vitesse du son dans l'air diminue lorsque la pression atmosphérique augmente. En réalisant, un vide (primaire) l'amplitude de l'onde de Biot devrait progressivement diminuer au fur et à mesure que la pression d'air résiduelle diminue (les molécules d'air se raréfient), jusqu'à disparaître. Le dispositif expérimental utilisé a été précédemment illustré figure (1.19b), les résultats expérimentaux obtenus sont présentés sur la figure (1.25). On observe que, plus on pompe l'air de l'étuve, plus l'amplitude du signal correspondant à l'onde de Biot diminue (zone verte), jusqu'à disparaître complètement pour un vide de l'ordre de 0.2atm . On observe conjointement, que l'onde transmise à travers le squelette granulaire (zone bleu) se décale progressivement vers les temps courts lorsque P_a augmente. La vitesse du son relative (mesurée à l'amplitude maximale) augmente, le milieu se durcit, traduisant une augmentation du module élastique initial de l'ordre de $2\Delta V/V_0 \propto \Delta E/E_0 \approx 10\%$. Comme l'on montrés Nagy et Johnson [96], on observe également que l'atténuation de l'onde de Biot (transmise à travers l'air) suit une loi en puissance en fonction de la pression d'air¹⁰, comme : $\alpha(P) = \alpha_p P^{-0.5} + \alpha_s$ où α_p est l'absorption et α_s une constante de perte par diffusion. Cette loi de comportement dépend donc du fluide/gaz

10. On rappelle que la viscosité, la conductivité thermique et la vitesse du son du fluide sont indépendants de la pression, mais dépendent seulement de la température.

interstitiel. Sous certaines conditions, cette expérience nous a donc permis d'identifier clairement les modes de *Biot*.

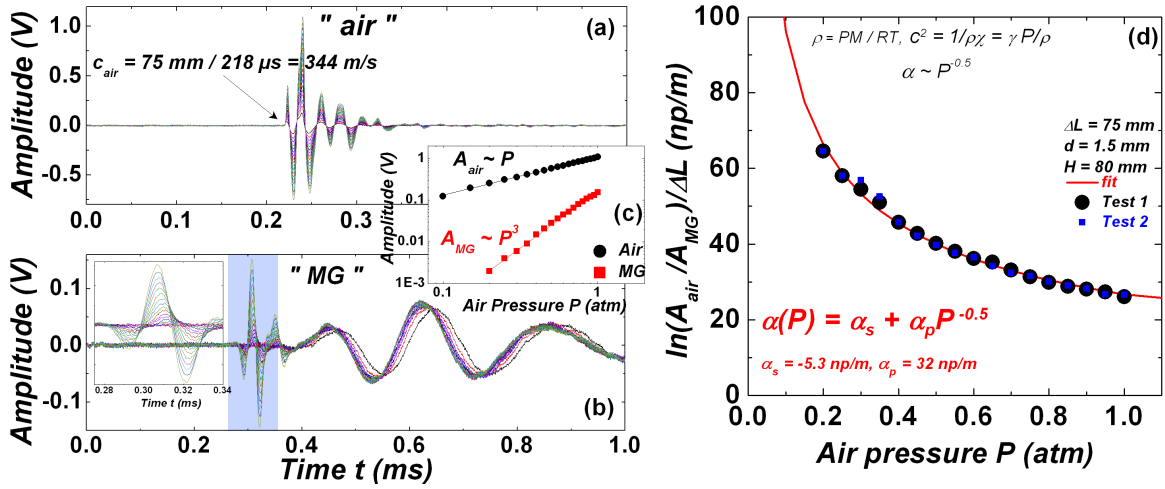


Figure 1.25 : (a) Onde détectée dans l'air et (b) à travers un empilement de billes de verre de diamètre ($d = 1.5\text{mm}$), après une distance de propagation de $\Delta L = 75\text{mm}$. (c) Nous pouvons observer que l'onde lente (*Biot*), transmise à travers l'espace poreux, et l'onde transmise à travers l'air tendent à disparaître progressivement lorsque la pression d'air (P_a) diminue. Le module élastique relatif du matériau granulaire ($2\Delta V/V_0 \sim \Delta E/E_0$), mesuré pour l'amplitude maximale de l'onde transmise à travers le squelette, augmente de l'ordre de 10% lorsque P_a atteint 0.2atm . Ce résultat suggère que la couche granulaire supérieure, proche de la surface, se durcit, i.e la vitesse du son augmente. (d) On observe que l'atténuation de l'onde de Biot suit une loi en puissance en fonction de la pression d'air P , suivant un exposant -0.5 . La loi de comportement correspondante a été mis en évidence par [96], elle est de la forme : $\alpha(P) = \alpha_p P^{-0.5} + \alpha_s$ avec $\alpha_p = 49\text{dB/m}$ l'absorption et $\alpha_s = -19.5\text{dB/m}$ la constante de perte par diffusion.

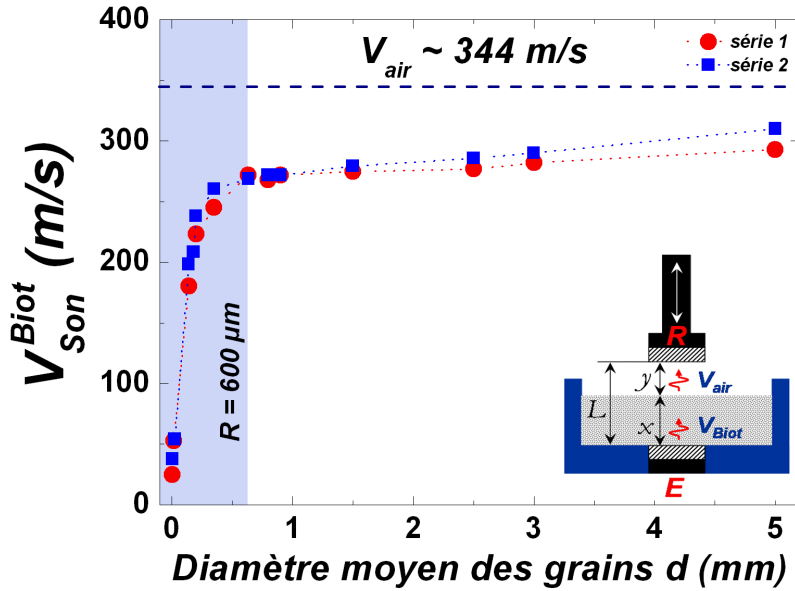
Par ailleurs, les tests réalisés montrent que lorsque la hauteur (contrainte) augmente, le signal correspondant à l'onde transmise à travers le squelette granulaire, se décale progressivement vers les temps courts et son amplitude augmente très rapidement (amélioration du contact transducteur/grains). En revanche, le signal correspondant au mode lent (*Biot*), transmis à travers la phase fluide, est indépendant de la hauteur de l'échantillon. Au-delà d'une certaine hauteur de grains, il n'est plus possible d'identifier l'onde de *Biot*. Par la suite, nous ferons donc l'hypothèse (maintenant justifiée), que l'interaction des modes de propagation (cohérents et diffusés) obtenus, pour un matériau granulaire soumis à une pression de confinement avec le fluide saturant est négligeable.

Détermination de la vitesse de Biot en fonction de la taille des grains

d — Pour déterminer la vitesse de l'onde de *Biot*, nous avons réalisé, à l'aide du dispositif expérimental schématisé sur la figure (1.26), une mesure du signal transmis pour deux épaisseurs granulaires différentes ($L = x + y$). Le temps de vol correspond à la position initiale vaut $t_1 = x/V_{Biot} + y/V_{air}$ et celui obtenu à la position $y + \delta x$ vaut $t_2 = (x - x_0)/V_{Biot} + (y + x_0)/V_{air}$. On en déduit que la vitesse de *Biot* est définie par l'expression :

$$V_{Biot} = \frac{x_0 V_{air}}{x_0 + \Delta t V_{air}} \quad (1.34)$$

où $\Delta t = t_1 - t_2$ et $V_{air} \approx 347.2m/s$. On observe, que la vitesse du son de l'onde correspondant à l'onde transmise à travers la phase fluide (*onde de Biot*), figure (1.26), est inférieure à la vitesse du son dans l'air et est comprise entre $238m/s$ et $310m/s$ pour un diamètre moyen des grains de $0.2mm$ et $5mm$ (zone bleue), respectivement.



$\phi = 0.62 (\Phi = 0.38), P = 0, \alpha = (1 + \Phi^{-1})/2 = 1.81, V_{air} = 347.2m/s$			
	$V_{Biot} (m/s)$	$V_{frame} (m/s)$	α
$x = 80 - 50mm, d \sim 3mm$	281	307	1.53
$x = 40 - 8mm, d \sim 0.1 - 0.15mm$	223	107	2.42
$x = 20 - 9mm, d \sim 0.015mm$	52	49	44.5(??)
$H = 80mm, d \sim 0.4 - 0.8$	268	145	1.68
$H = 220mm, d \sim 0.4 - 0.8$	(?)	173	(?)

Figure 1.26 : Vitesse du son (V_{son}^{Biot}) correspondant à l'onde transmise à travers la phase fluide (*onde de Biot*) en fonction du diamètre moyen d des grains. En encart, dispositif expérimental utilisé pour déterminer V_{son}^{Biot} , sans altérer l'empilement granulaire. Le tableau présente les différentes vitesses, correspondant à l'onde de *Biot* et l'onde se propageant à travers le réseau de contacts, pour différentes profondeurs et tailles de grains.

Lorsque le diamètre des grains est inférieur à $500\mu m$, la vitesse de l'onde de *Biot* diminue brutalement, jusqu'à $37m/s$ pour $d \sim 5\mu m$. On parle souvent de poudre pour des grains de taille comprise entre $1\mu m$ et $100\mu m$, et de granulaire seulement pour des tailles plus grandes. La raison est que pour les petites particules, les interactions dominantes entre grains ne sont pas les mêmes que pour les grandes particules, on parle par exemple de la force de *van der Waals*, ou de tribo-électrostatiques, ... On ne distingue clairement que la limite des grands grains, qui n'interagissent plus que par des forces répulsives de contact. Cependant, dans le cas des poudres, l'humidité peut grandement influencer le comportement du matériau. En effet, un milieu granulaire à l'air libre peut attirer suffisamment d'eau contenue dans l'air pour que ses propriétés soient modifiées de manière mesurable [97]. La vapeur d'eau présente dans l'air condense dans les parties concaves des grains (et en particulier

autour des contacts entre grains), pouvant former des ponts liquides entre les grains ¹¹ Pour s'en convaincre, il suffit d'incliner le récipient contenant les grains et de les voir tomber sous forme de conglomérat bien au-delà de l'angle critique d'avalanche (la quantité de liquide condensé est tellement faible, que le moindre réarrangement des grains détruit tous les ponts liquides). Ceci pourrait expliquer, le changement brutal de pente de vitesse du son de l'onde de *Biot* lorsque $d < 500\mu m$. *A fortiori*, aux tailles de grains supérieures à $500\mu m$, on considère que l'humidité de l'air ambiant n'affecte pas le comportement du matériau. V_{son}^{Biot} semble dépendre faiblement de la taille des grains $\sim d^{0.07}$. Ce résultat est surprenant, en effet $V_{Biot} = V_{air}/\alpha^{0.5}$, où α est la tortuosité qui, *a priori* ne dépend pas de la taille des grains d . Cependant, *Biot* [87] a mis en évidence que l'onde transmise à travers le fluide interstitiel est dispersive, par conséquent on pourrait penser que l'origine physique de ce mécanisme viendrait plutôt du fait que la vitesse de l'onde transmise à travers l'air dépend du rapport du rayon d'accès moyen des pores r_p sur l'épaisseur de peau d_s , soit $V_{Biot} \sim r_p/d_s \sim \omega^{1/2}d$.

En résumé, un matériau granulaire est une géométrie poreuse particulière, en effet, le squelette solide (voir plutôt mou par rapport aux matériaux poreux classiques ayant généralement une matrice strictement rigide) est formé des grains et est associé à une phase gazeuse ou liquide (ici l'air) occupant les vides entre les grains (espace poral). Il est connu que, dans un solide isotrope peuvent se propager deux types d'ondes (une onde de compression et une onde de cisaillement), alors que dans un liquide ne peut se propager qu'un seul type d'onde, à savoir, une onde de compression. Un milieu granulaire saturé d'air (ou d'eau dans le cas d'une suspension), est donc constitué de deux phases, l'une solide l'autre liquide, il apparaît alors logique que l'on puisse observer trois ondes, deux ondes compressives et une onde de cisaillement (dans ce cas on considère que les phases solide et liquide sont continues) : dans ce cas les ondes se propagent à l'intérieur d'une phase donnée. L'observation de l'onde lente est liée à la force du couplage visqueux qui intervient à l'interface liquide-solide. L'intensité de cette force de couplage, dépend de la fréquence de l'onde incidente. Généralement, on caractérise cet effet par une *profondeur de peau*, que l'on note ici d_s , définie par la relation : $d_s = \sqrt{2\eta/\rho_a\omega}$ où $\rho_a = 1.20g/cm^3$ est la densité du fluide et $\eta = 19.4 \times 10^{-6}Pa s$ la viscosité dynamique (ou cinématique $\nu = \eta/\rho_a$ du fluide à $T = 25^\circ C$). La profondeur de peau est proportionnelle à la racine carré de la viscosité et inversement proportionnelle à la racine carré de la fréquence et de la densité du fluide (p.44 [98]). Au regard de cette expression, il apparaît que la propagation de l'onde lente est d'autant plus observable que la viscosité du fluide est faible et que la fréquence de l'onde est élevée. En pratique, pour observer l'onde lente, cette profondeur d_s doit être plus petite que le rayon d'accès moyen des pores (r_p). Une expérience ultrasonique avec de l'air ($\nu \approx 1.62 \times 10^{-5} m^2/s$) comme fluide saturant un milieu granulaire, donnerait une profondeur de peau d_s de l'ordre de $22.6\mu m$ et $3.2\mu m$, pour une fréquence de $10kHz$ et $0.5MHz$ respectivement. Pour un empilement aléatoire de billes de verre de diamètre moyen $d = 0.7mm$, on peut estimer que le rayon d'accès moyen des pores est de l'ordre de $250\mu m$. Pour la fréquence la plus basse, les rapports du diamètre moyen des grains et du rayon d'accès moyen des pores sur la

11. Les forces cohésives résultantes (forces capillaires) sont très fortes, comme on peut le constater en construisant un château de sable. De plus, il est établi que cette force augmente linéairement avec le rayon des grains.

profondeur de peau sont respectivement de l'ordre de $d/d_s \approx 30$ et $r_p/d_s \approx 10$, ainsi il apparaît que la condition d'observation de l'onde lente semble être remplie : $d_s < r_p < d$.

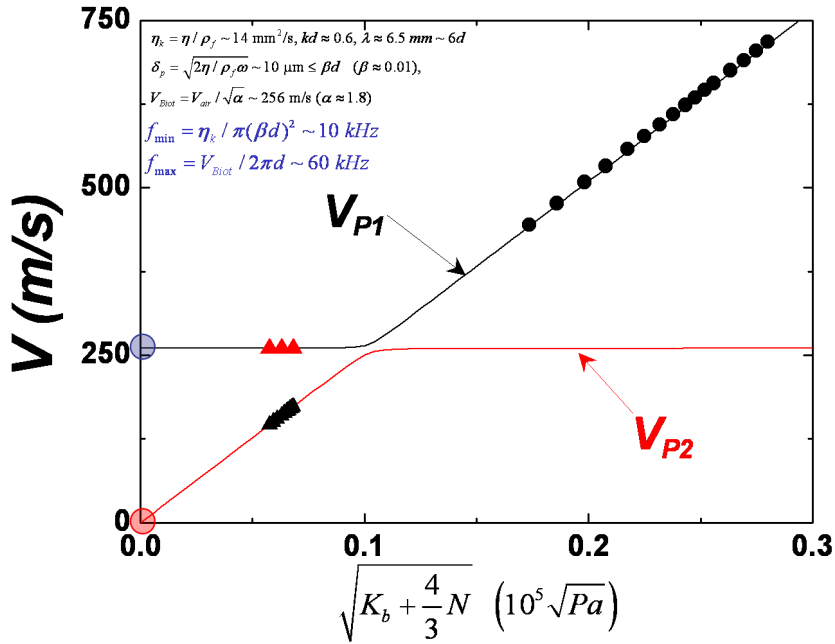


Figure 1.27 : Évolution de la vitesse du son de l'onde de première espèce V_{P1} (rapide) et de l'onde de seconde espèce V_{P2} (lente) en fonction du module élastique effectif ($\sqrt{K_t} = \sqrt{K + (4/3)G}$). $V_{P1, P2}$ ont été calculées à partir du modèle de Biot [86, 87, 99, 92, 100], avec comme paramètres de contrôles $K_b/N = 1.8$, pour l'air $\rho_f = 1.205 \text{ kg/m}^3$ et $K_f = 140 \text{ kPa}$, pour les billes de verre $\rho_s = 2.48 \text{ g/cm}^3$ et $K_s = 37 \text{ GPa}$ et $\Phi = 0.38$, puis comparées aux données expérimentales.

Enfin, on remarque que paradoxalement, que sous certaines conditions expérimentales : la vitesse de l'onde lente (Biot) [101, 102, 94], transmise à travers le fluide interstitiel (l'air), est plus rapide que la vitesse de l'onde se propageant à travers le squelette solide (réseau de contacts). De prime abord ce constat peut sembler problématique lorsqu'il s'agit d'estimer les vitesses du son mesurées, à partir du modèle de Biot¹². Cependant, dans un milieu granulaire, lorsque le module élastique tend vers $K_b = N = 0$ les vitesses de l'onde de compression ou de cisaillement ne sont pas nulles¹³. En s'appuyant sur les travaux de [92, 93], on montre sur la figure (1.27), que les données expérimentales obtenues sont bien ajustées avec le modèle de Biot.

1.3.3 Relation de dispersion

On s'attache ensuite, à déterminer la relation de dispersion ($\omega_0 = k_0 V_0$ où k_0 et V_0 sont respectivement le nombre d'onde et la vitesse de phase à la pulsation ω_0) d'un matériau granulaire soumis à une pression de confinement P . Il s'agit de déterminer la fonction de transfert $\mathcal{H}(f_0)$ du matériau granulaire, à partir de laquelle on pourra déterminer la vitesse de phase $V_\phi(\omega)$ et la vitesse de groupe $V_g(\omega)$ en fonction de la

12. Dans notre cas, nous pouvons utiliser ce modèle phénoménologique, puisque l'on travaille en régime de grande longueur d'onde ($kd \ll 1$).

13. Cette observation est consistante lorsque l'on observe l'évolution du rapport de dilatation liquide/solide [86, 87] en fonction du module élastique $\sqrt{K_t}$.

pulsation d'excitation ω_0 . Un milieu hétérogène tend à se comporter comme un *filtre passe-bas*, caractérisé par une fonction de transfert $\mathcal{H}(f_0)$. En effet, en pratique on s'aperçoit que les hautes fréquences sont fortement atténuées par les effets de diffraction dus à la présence de diffuseurs dans le milieu, de plus, comme nous le verrons au chapitre suivant, les milieux granulaires sont fortement diffusants, de par le réseau très hétérogène de chaînes de forces. C'est pourquoi, il s'avère difficile de déterminer précisément la fonction de transfert $\mathcal{H}(f_0)$ associée au milieu seul, tout en s'affranchissant au mieux des effets de filtrage des appareils électroniques. En effet, la bande passante qu'impose l'instrumentation employée est limitée à celle de l'amplificateur (côté génération), du pré-amplificateur (côté réception) et des transducteurs ultrasonores. 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 (de large bande spectrale) se propageant dans le milieu. Lorsque l'on analyse la transformée de *Fourier* du pulse détecté (et tronqué), on accède alors au contenu spectral du milieu. Nous verrons que l'ensemble (*milieu granulaire-système électronique*) se comporte comme un filtre passe-bande centré aux alentours de $50kHz$. On pourra dire que la fonction de transfert de cet ensemble, résulte de l'association d'un filtre passe-bande (lié à l'instrumentation) avec celle d'un filtre passe-bas (milieu granulaire).

Pour déterminer les vitesses de phase et de groupe nous employons la *méthode de la phase*. On considère une onde plane d'amplitude A , de pulsation $\omega (= 2\pi f)$ et de longueur d'onde $\lambda (= 2\pi/k)$, se propageant dans un système unidimensionnel linéaire sur une distance L de la forme $u(x, t) = A \exp[i\omega(t \pm x/V_\phi - \zeta)] = A \exp(i\omega t \pm kx - \epsilon)$ où $\zeta = \omega\epsilon$ est une constante et $V_\phi (= \omega/k)$ la vitesse de phase. Plus généralement la vitesse de phase dépend de la fréquence. Pour un système réel, l'amplitude de l'onde s'atténue graduellement au cours de la propagation (dissipation de l'énergie $\lambda\alpha \sim Q^{-1}$). Tant que l'énergie totale est conservée, ω est réel, alors l'atténuation (α) peut être prise en compte à travers le nombre d'onde complexe : $k^* = k + i\alpha$. Dans ce cas, l'onde qui se propage au-delà de $x \geq 0$ s'écrit :

$$u(x, t) = A e^{-\alpha x} e^{i(\omega t \pm kx - \omega\zeta)} \quad (1.35)$$

En général, α dépend de ω . A partir de l'équation (1.35) on peut déterminer les expressions des vitesses de phase (V_ϕ) et de groupe (V_g), comme :

$$V_\phi = \omega/\mathcal{R}(k^*) = \omega/k, \quad V_g = \partial\omega/\partial k \quad (1.36)$$

Soulignons cependant, que ce sont des phénomènes d'interférences qui ont conduit à la notion de vitesse de groupe. $V_g(k_0)$ est différente de $V_\phi(k_0)$ quand la vitesse de phase dépend de la fréquence. On dit alors que le milieu est dispersif. Dans un milieu élastique, les interférences conduisant à un caractère dispersif sont d'origine géométrique, elles sont généralement produites par les réflexions multiples (guides d'ondes, ondes de *Rayleigh*, ...). En milieu élastique homogène infini on a toujours $\omega_0 = k_0 V_\phi(0)$: la vitesse de phase se confond avec la vitesse de groupe, le signal qui se propage ne se déforme pas. En revanche, ce n'est plus le cas pour un milieu viscoélastique homogène infini, où le caractère dispersif est intrinsèquement dû à la dissipation : la vitesse de groupe n'est alors plus confondue avec la vitesse de phase. Si l'onde n'est plus monochromatique mais centrée autour d'une pulsation ω_0 , l'amplitude maximale du signal se propage à la vitesse de groupe :

$$V_g = V_\phi + k \frac{\partial V_\phi}{\partial k} \quad \text{ou} \quad V_g = V_\phi - \lambda \frac{\partial V_\phi}{\partial \lambda} \quad \text{ou encore} \quad V_g = \frac{V_\phi}{1 - \frac{\omega}{V_\phi} \frac{\partial V_\phi}{\partial \omega}} \quad (1.37)$$

Généralement, la vitesse de groupe diminue avec la fréquence et passe par un minimum (phase de *Airy*). Les propriétés dispersives d'un système physique sont caractérisées par une atténuation α et un nombre d'onde k spécifique en fonction de ω . On rappelle que pour un système causal et linéaire, il est bien connu que $\alpha(\omega)$ et $k(\omega)$ sont liés par les relations de *Kramers-Kronig*. Mathématiquement, $\alpha(\omega)$ est lié à $k(\omega)$ via une transformée de *Hilbert* et réciproquement. $k = \hat{k}(\omega)$ ou $\omega = \hat{\omega}(k)$, où $\hat{k}(\omega)$ est une fonction réelle de la variable réelle ω , et $\hat{\omega}(k)$ est la fonction inverse de $\hat{k}(\omega)$. Il s'agit ensuite de réaliser la mesure de $V_\phi(\omega)$ et $V_g(\omega)$, afin de déterminer la relation de dispersion.

Lien entre l'atténuation α et la dissipation Q^{-1} — La vitesse de phase des ondes est donnée par la relation $V_\phi^2 = M(\omega)/\rho$ où $M(\omega)$ est le module complexe. k et α se décomposent en une partie réelle et une partie imaginaire : $k = \omega_0 \sqrt{\rho(|M| + M_{\mathcal{R}})/2|M|^2}$ et $\alpha = \omega_0 \sqrt{\rho(|M| - M_{\mathcal{R}})/2|M|^2}$, où $|M|^2 = M_{\mathcal{R}}^2 + M_{\mathcal{I}}^2$. Si l'on suppose les effets viscoélastique faibles, c'est-à-dire $M_{\mathcal{I}} \ll M_{\mathcal{R}}$, on obtient $V_\phi^2 = M_{\mathcal{R}}(\omega_0)/\rho$ et $2\alpha/k = M_{\mathcal{I}}/M_{\mathcal{R}}$. Lorsque l'on considère une onde se propageant dans un solide viscoélastique suivant la direction x , le déplacement est de la forme $u(x, t) = u_0 \exp(-\alpha(\omega)x) \exp(i(\omega t - kx))$. En tous points du solide, la contrainte ($\sigma = \sigma_0 \exp[i(\omega t - kx)]$) et la déformation ($\varepsilon = \varepsilon_0 \exp[i(\omega t - kx - \varphi)]$) sont déphasées. Le rapport de la contrainte sur la déformation correspond au module complexe $M(\omega)$. La dissipation correspond alors au rapport de la partie imaginaire sur la partie réelle du module complexe comme : $Q^{-1} = M_{\mathcal{I}}/M_{\mathcal{R}}$ (cette expression en terme d'énergie vaut $Q^{-1} = \Delta W/2\pi W$, où ΔW est l'énergie dissipée par cycle d'oscillation et W est l'énergie stockée). Il est donc possible de lier le facteur de qualité à l'atténuation (cf. p107-p113. [59]) par la relation :

$$\alpha = \frac{\omega_0}{V_\phi \sqrt{2}} \frac{\sqrt{\sqrt{1 + 1/Q^2} - 1}}{\sqrt{1 + 1/Q^2}} \Rightarrow Q = \frac{\omega_0}{2\alpha V_\phi} \left(1 - \left(\frac{\alpha V_\phi}{\omega_0} \right)^2 \right) \quad (1.38)$$

$$\boxed{Q^{-1} \approx \frac{\alpha V_\phi}{\pi f_0} \sim \lambda \alpha} \quad \text{pour} \quad Q \gg 1$$

où V_ϕ est la vitesse de phase, f_0 la fréquence, α l'atténuation et $\lambda = c/f_0$ la longueur d'onde.

- Vitesses de groupe et vitesse de phase : méthode de la phase et analyse spectrale

Pour un échantillon constitué de billes de verre de diamètre d compris entre $600\mu\text{m}$ et $800\mu\text{m}$, d'épaisseur $L_1 = 10\text{mm}$ et $L_2 = 20\text{mm}$ soumis à une contrainte $P = 0.53\text{MPa}$, par la méthode des temps de vols, on trouve que l'onde de compression se propage à une vitesse de $V_P = 730\text{m/s}$ et l'onde de cisaillement à une vitesse de $V_S = 327\text{m/s}$.

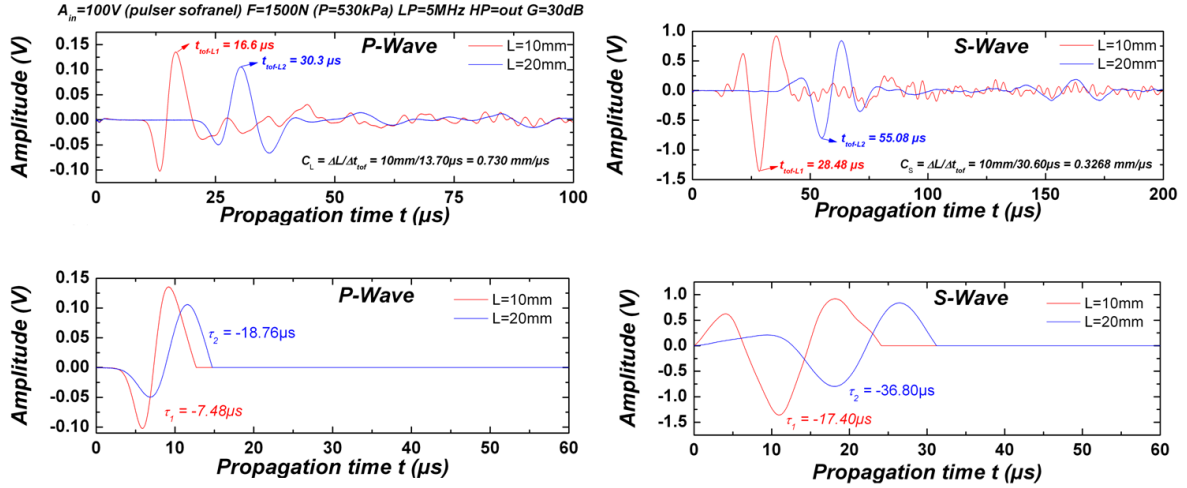


Figure 1.28 : Signaux ultrasonores détectés à travers un matériau granulaire soumis à une pression de confinement (P) de 0.53MPa , pour 2 épaisseurs d'échantillon différentes (10mm et 20mm), obtenues à l'aide de transducteurs de (a) compression et de (b) cisaillement. Pour calculer la phase spectrale, les signaux sont tronqués et ramenés vers le zéro de référence. Pour le mode longitudinal $\tau_{L1}^P = -7.48\mu\text{s}$ et $\tau_{L2}^P = -18.76$ et pour le mode transversal $\tau_{L1}^S = -17.4\mu\text{s}$ et $\tau_{L2}^S = -36.80$.

Il s'agit de déterminer la vitesse de groupe ($V_g(f)$) et la vitesse de phase ($V_\phi(f)$) à partir de la mesure, pour deux hauteurs différentes d'échantillon ($L_2 > L_1$), de la différence de phase spectrale $\delta\phi = \phi_{L_2}(f) - \phi_{L_1}(f)$ du signal détecté dans la gamme de fréquence f désirée. $V_g(f)$ et $V_\phi(f)$ s'exprime facilement par les relations :

$$\boxed{V_g(f) = 2\pi(\delta L) \frac{\partial f}{\partial(\delta\phi)}, \quad V_\phi(f) = \frac{\omega}{f \frac{\omega}{V_g}} = \omega \frac{\delta L}{\delta\phi}} \quad (1.39)$$

où $\delta L = L_2 - L_1$ et $\delta\phi = (\phi_{L_2}(\omega) - \omega\tau_{L_2}) - (\phi_{L_1}(\omega) - \omega\tau_{L_1})$. Le calcul de la *FFT* (*Fast Fourier Transform*, en anglais) permet de déterminer le module et la phase spectrale associés au signaux de compression (fig. 1.29a et b) ou de cisaillement fig. 1.29d et e).

On remarque au passage, qu'un matériau granulaire se comporte comme un filtre passe-bande, ce point sera discuté par la suite. Sans précaution particulière, il s'avère que les fluctuations de la phase spectrale rendent délicate l'estimation de la vitesse de phase ou de groupe. En effet, en pratique on se rend compte que les valeurs des vitesses sont fortement sous-estimées, par rapport à celles obtenues par la méthode du temps de vol. Pour s'affranchir de ces fluctuations, il convient de ne considérer que le signal direct, correspondant à l'onde balistique. Le signal suivant le signal direct est difficilement identifiable (diffraction d'onde, réflexions multiples sur les parois, échos, ...) et pollue fortement le calcul de la phase. Nous avons donc calculé la différence de phase en appliquant une fenêtre temporelle (tronquant) à tous les signaux. En-dessous de 0.2MHz et 0.1MHz , pour respectivement les ondes de compression et de cisaillement, la phase spectrale apparaît comme une droite. De plus, pour améliorer la résolution du calcul de la *FFT*, nous avons décalé les signaux au zéro de référence et étendu le nombre d'échantillons (méthode du *zero-padding*) en complétant le signal de zéro, les résultats sont présentés sur la figure (1.29). Par ailleurs, cette méthode nous permet d'estimer l'atténuation (α) des ondes par la relation :

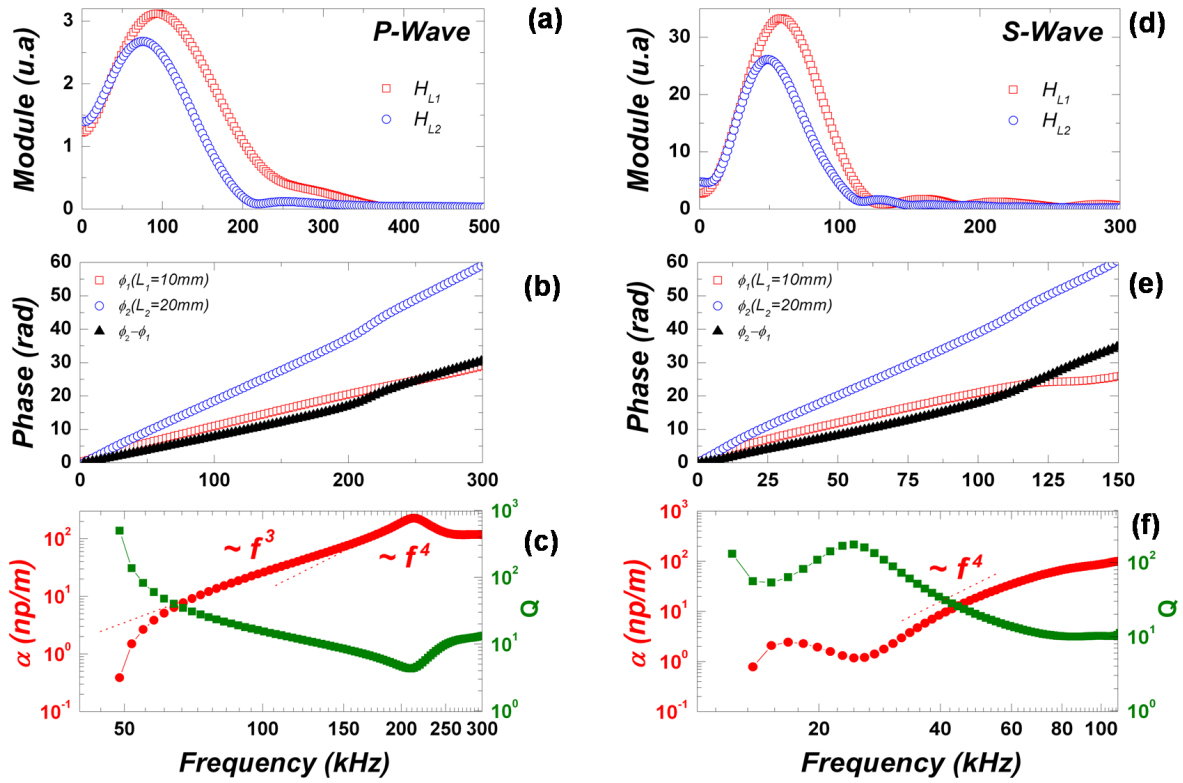
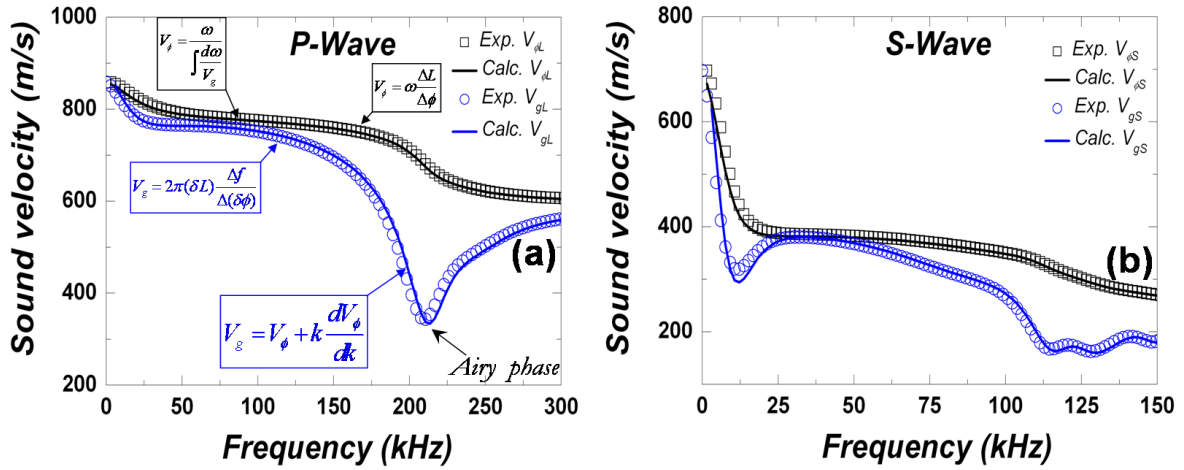


Figure 1.29 : La transformée de *Fourier* (fonction de transfert) des signaux (tronquées et décalés vers le zéro référence) permet d'obtenir la phase spectrale et par ailleurs d'estimer l'atténuation en fonction de la fréquence, à l'aide de la relation (1.40).

$$\alpha(f) = \frac{1}{L_2 - L_1} \ln \frac{\mathcal{H}_{L_1}(f)}{\mathcal{H}_{L_2}(f)} \quad (L_1 < L_2) \quad (1.40)$$

On calcule les vitesses de groupe et de phase à l'aide de l'équation (1.39), le résultat obtenu est présenté figure (1.30). Le module spectral est maximum pour une fréquence de l'ordre de 100kHz et 50kHz pour l'onde de compression et de cisaillement, respectivement. Pour ces fréquences, en compression, la vitesse de phase est de l'ordre de $V_{phi} \approx 775\text{m/s}$ et la vitesse de groupe de l'ordre de $V_g \approx 751\text{m/s}$, et en cisaillement $V_{phi} \approx 382\text{m/s}$ et $V_g \approx 367\text{m/s}$. Ce qui est conforme aux vitesses obtenues par la méthode du temps de vol. Nous obtenons les mêmes ordres de grandeurs par ces deux méthodes, contrairement à *Liu et Nagel* [5] dont les mesures de la vitesse de groupe diffère d'un facteur 5 par rapport à celles déterminées par la méthode du temps de vol. Les auteurs ont déterminé la vitesse de groupe pour une seule distance de propagation L , dans ce cas l'équation (1.39) se réduit à $V_g = L/t_g = 2\pi L \partial f / \partial \phi$ où t_g est le temps de groupe. Cependant la totalité du signal a été prise en compte pour calculer la phase spectrale, ce qui explique l'écart obtenu. Enfin, le calcul de la relation de dispersion, établi à partir de l'équation (1.37), s'avère parfaitement vérifié.

Cette méthode de mesure a été répétée plusieurs fois, afin de quantifier l'influence de l'amplitude d'excitation, le résultat obtenu est présenté sur la figure (1.31). Par méthode impulsionnelle, on observe que les vitesses de groupe et de phase, compris dans la bande de fréquence de 20kHz à 200kHz , sont indépendantes de l'amplitude de vibration.



$$\phi = 0.62, P = 530 \text{ kPa}, d \sim 0.6 - 0.8 \mu\text{m}$$

	V_{son}^{tof}	V_g	V_ϕ
<i>P - Wave</i>	730 m/s	775 m/s ($f = 100 \text{ kHz}$)	751 m/s ($f = 100 \text{ kHz}$)
<i>S - Wave</i>	327 m/s	382 m/s ($f = 50 \text{ kHz}$)	367 m/s ($f = 50 \text{ kHz}$)

Figure 1.30 : A partir de la différence de phase ($\phi_{L_2} - \phi_{L_1}$), on peut déterminer les vitesses de groupe $V_g(f)$ (■) et de phase $V_\phi(f)$ (○).

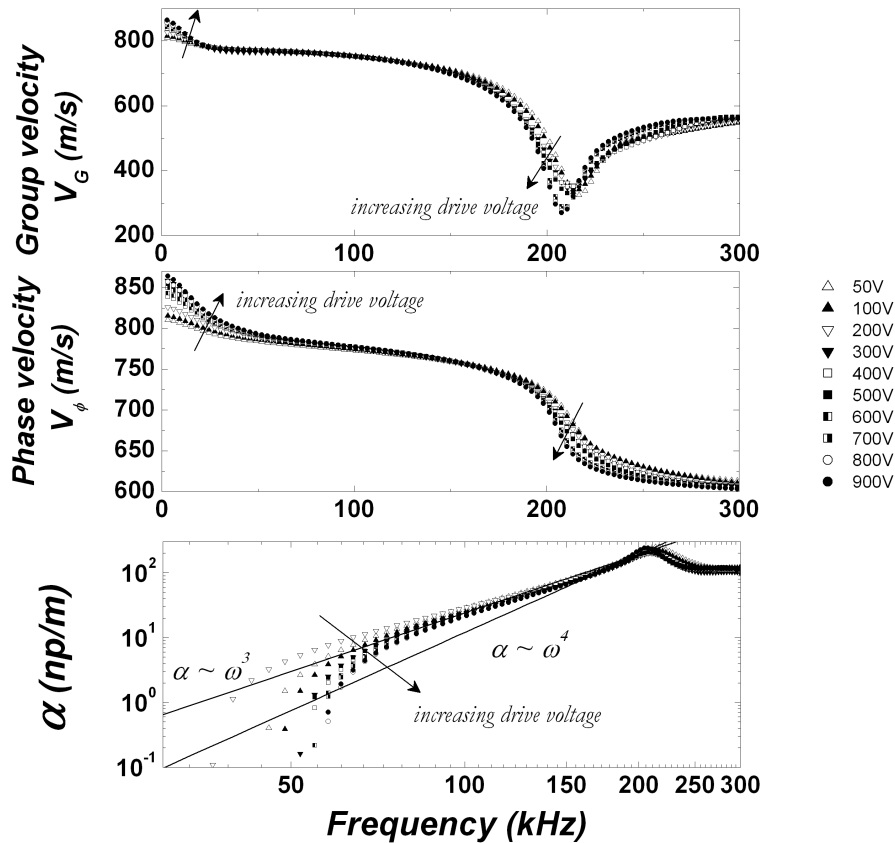


Figure 1.31 : Vitesse de groupe et de phase et atténuation obtenues pour le mode longitudinal en fonction de l'amplitude d'excitation.

De plus, on remarque que, pour les fréquences comprises entre $50kHz$ et $150kHz$ l'atténuation linéaire est quasi-indépendante de l'amplitude d'excitation, et qu'elle suit une loi en puissance 3 de la fréquence. Pour les fréquences les plus hautes, α suit une loi en puissance 4 de la fréquence. Cette loi de puissance rappelle le processus diffusif, tel que la diffusion de *Rayleigh* en $\alpha \propto \omega^4$. Nous avons reporté ces résultats, dans un diagramme représentant la fréquence (f) en fonction du nombre d'onde $k(= 2\pi/\lambda)$, illustré sur la figure (1.32). En dessous d'un nombre d'onde de 250 m^{-1} , la fréquence est linéaire avec k : la relation $\omega = kV_\phi$ est vérifiée. Nous pouvons alors considérer que, pour le mode longitudinal ou transversal, le milieu n'est pas dispersif pour cette gamme de fréquences (zone bleue sur la figure 1.32).

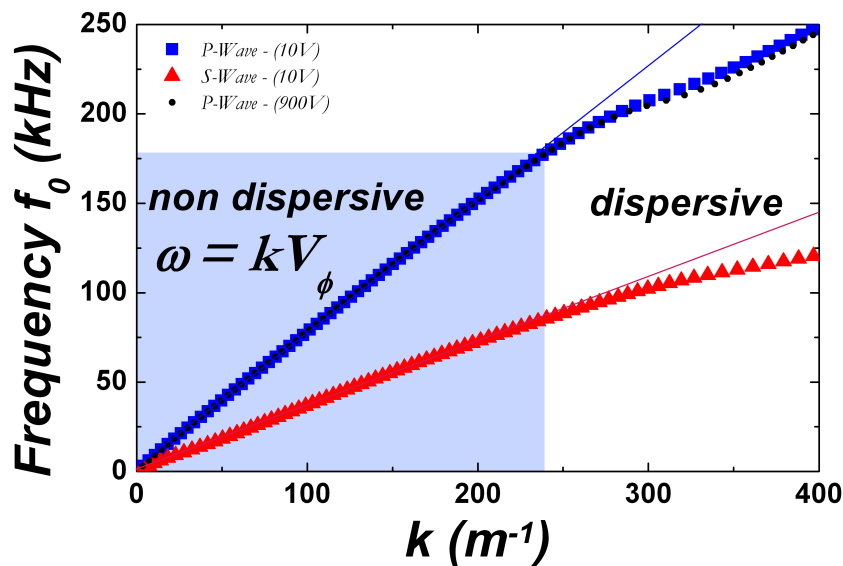


Figure 1.32 : Relation de dispersion pour le mode longitudinal (■) et transversal (●).

1.3.4 Mesure de l'atténuation en fonction de la fréquence

Nous avons mesuré l'atténuation (α), à l'aide d'une autre méthode, utilisée précédemment au laboratoire [11], afin de confirmer les résultats précédents : $\alpha \sim \omega^{3-4}$. Dans cette partie, nous avons étudié un milieu granulaire composé de billes de verre semblables à celles utilisées pour les expériences précédentes. L'échantillon est confiné dans des cylindres en duralumin de diamètre 60mm de hauteur variable comprise entre 20mm et 60mm . Les cellules sont fermées de part et d'autre par deux bagues ceinturant deux transducteurs longitudinaux à large bande, de fréquence centrale 0.50MHz et de diamètre 36mm , en contact direct avec le milieu granulaire. L'émission des ondes acoustiques se fait par le haut et la réception par le bas, comme l'illustre la figure (1.33).

La contrainte est maintenue constante pendant toute la durée de l'expérience via la presse automatisée *MTS*. Des trains d'ondes centrés à des fréquences s'étalant de 35kHz à 205kHz , dont la durée a été fixée à $200\mu\text{s}$, ont été générés par un générateur de fonction couplés à un amplificateur de puissance de 50dB . Pour une meilleure efficacité à l'émission, un adaptateur d'impédance large bande (tore bobiné) à $1.8\text{k}\Omega$ (équivalente à l'impédance des transducteurs à 50kHz) a été placé entre l'amplificateur

et l'émetteur ultrason (symbolisé par Z sur la figure 1.13). Le signal transmis est pré-amplifié puis visualisé sur un oscilloscope et enregistré sur ordinateur. Le signal détecté est ensuite filtré autour de la fréquence d'excitation f_0 à $\pm 2kHz$. Cette méthode permet d'obtenir un diagramme où nous avons reporté l'amplitude maximale A_{max} (que l'on prélève avec une bonne précision) en fonction de la distance de propagation L , pour plusieurs fréquences f_0 du signal d'émission. Nous avons vu précédemment (cf. equ 1.35) que l'amplitude d'une onde plane progressive s'amortit comme $u(x, t) \propto \exp(-\alpha L)$. En ajustant les points expérimentaux par une loi de type exponentielle décroissante, il vient directement le coefficient d'atténuation α par la mesure de la pente des droites en coordonnées semi-logarithmiques, illustrée sur la figure (1.34).

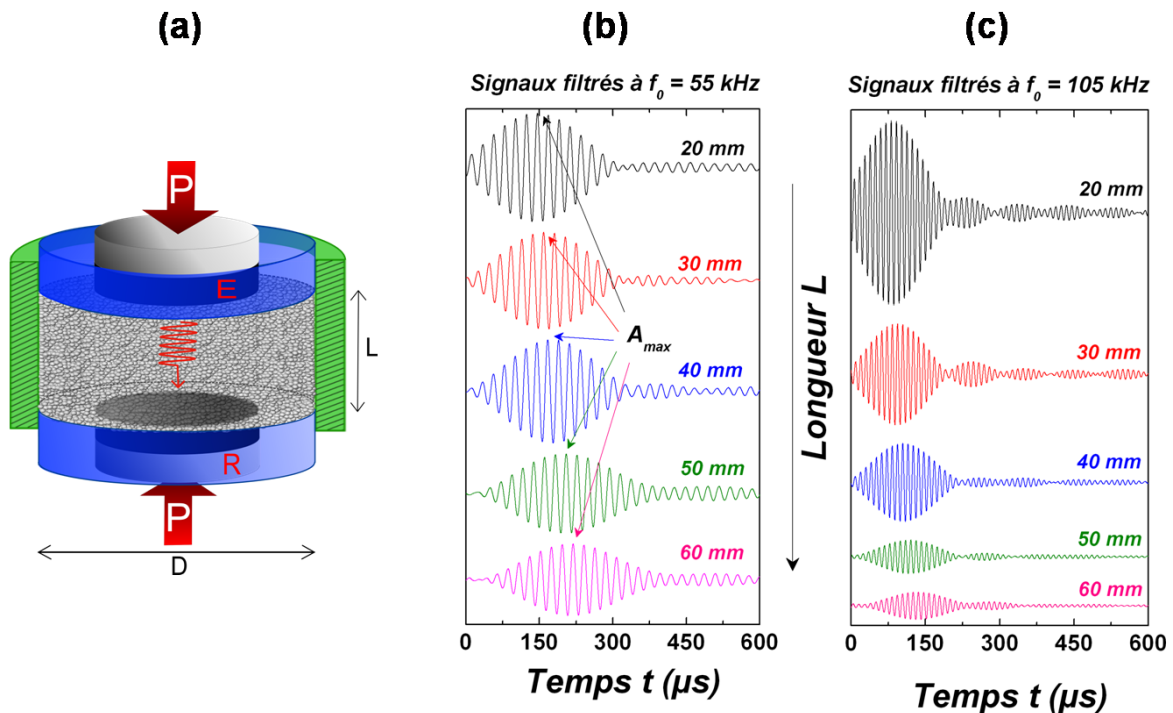


Figure 1.33 : (a) Schéma de l'expérience : un train d'onde centré à f_0 est émis par le transducteur d'émission (E). Le signal est ensuite filtré autour de la fréquence d'excitation ($f_0 \pm 2kHz$), (b) pour $f_0 = 55kHz$ et (c) pour $f_0 = 105kHz$. Cette opération a été répétée pour différentes fréquences s'étalant de $35kHz$ à $205kHz$, et différentes longueurs de propagation ($L \sim 20 - 60mm$). Ces résultats ont été obtenus pour une contrainte de $P = 0.5MPa$.

Des mesures préliminaires, ont été réalisées dans le cadre de la thèse de *Th. Brunet* [11], ces résultats sont reportés en points rouges sur la figure (1.35). Il semble que le coefficient d'atténuation, pour une gamme de fréquence comprise entre $55kHz$ et $120kHz$, dépend d'une puissance 4 de f_0 . Pour les fréquences les plus basses, α semble dépendre plus faiblement de f_0 , malgré une barre d'erreur importante. Pour ce domaine de fréquence, la longueur d'onde $\lambda (= 2\pi V_{P,S}/\omega)$ est de l'ordre de quelques millimètres, c'est-à-dire légèrement supérieure à la longueur caractéristique (B) des chaînes de forces (hétérogénéités du milieu) qui est inférieure au millimètre. Il est donc légitime de penser que, dans ces conditions, les ondes acoustiques subissent une, voire plusieurs, diffusions au cours de leur propagation. Ces résultats corroborent ceux obtenus précédemment et montrent que l'atténuation linéaire α ne dépend pas de l'amplitude d'excitation et

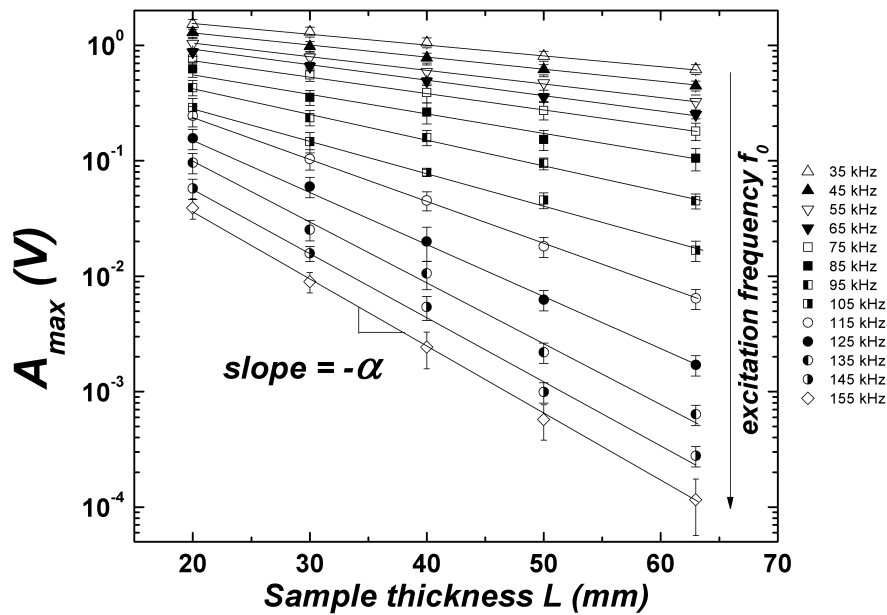


Figure 1.34 : Illustration de la méthode nous permettant de déterminer le coefficient d'atténuation α pour quelques fréquences d'émission f_0 par la mesure de l'amplitude du fondamental en fonction de la distance de propagation L ($V_{in} = 10V$ et $P = 0.5MPa$).

suit une puissance 4 de la fréquence. On rappelle que ces résultats ont été obtenus par méthode impulsionnelle, nous verrons au *chapitre 3*, qu'il est également possible de déterminer $\alpha \sim (\lambda Q)^{-1}$ par la méthode de résonance. Dans ce cas, l'énergie injectée au milieu est plus importante, nous verrons alors que l'atténuation est non linéaire, et qu'elle dépend de l'amplitude et de la fréquence.

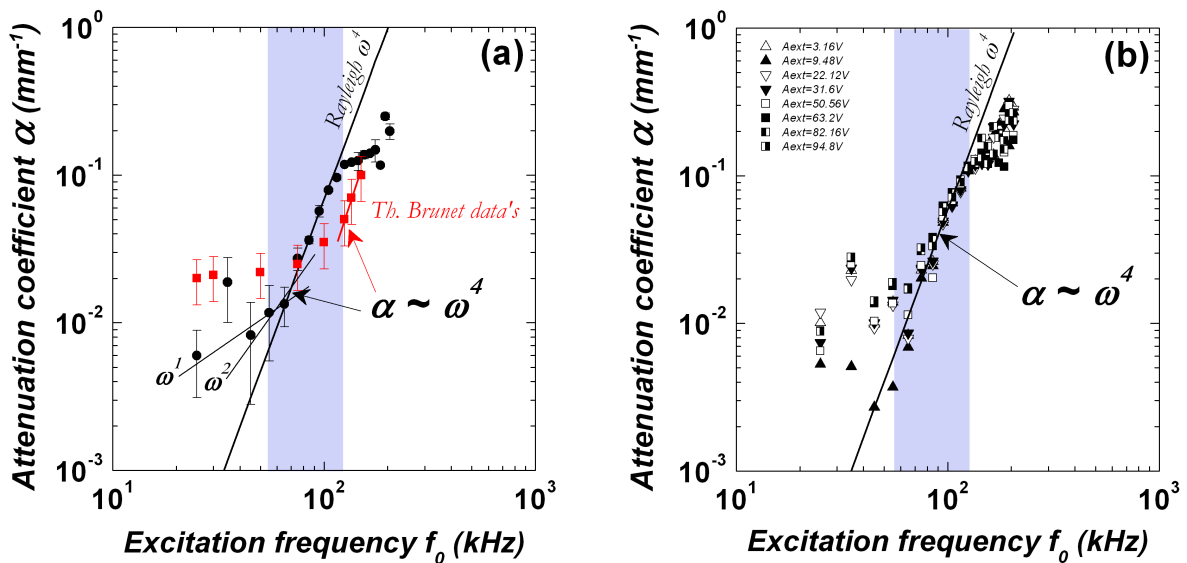


Figure 1.35 : (a) Coefficient d'atténuation α en fonction de la fréquence d'émission f_0 , et (b) en fonction de l'amplitude d'excitation V_{in} .

1.4 Conclusion

Les ondes ultrasonores de faible amplitude constituent une sonde non-invasive pour caractériser la structure et les propriétés viscoélastiques du réseau de contacts d'un matériau granulaire sec sous contrainte. Elles permettent d'explorer la structure de ces matériaux hétérogènes à différentes échelles : macro/méso/microscopique, à l'aide des ondes cohérentes ($d \ll \lambda$) et des ondes multiples diffusées ($d \sim \lambda$).

- Dans le régime de grande longueur d'onde, le milieu est perçu comme un milieu effectif continu. La détermination des vitesses de ces ondes, rend accessible l'étude des modules effectifs de compression et de cisaillement. Par ailleurs, le modèle du milieu effectif, basé sur la théorie du contact de *Hertz-Mindlin*, est adapté pour décrire le comportement macroscopique du réseau de contacts, via le nombre de coordinence Z et l'hypothèse du mouvement affine entre grains voisins. Nos observations expérimentales concernant la dépendance de ces vitesses avec la pression de confinement corroborent raisonnablement les prédictions basées sur la théorie de *Hertz*. Par ailleurs, nous avons observé que la vitesse de ces ondes dépend également de la taille des grains comme : $V_{son} \propto R^b$ ($b \approx 0.15 - 0.3$). Ce résultat intéressant, pourrait être expliqué par un modèle de milieu effectif, incluant le mécanisme de recrutement de contact par compression [75]. Un comportement similaire, versus P et R , est observé dans le cas d'une faible pression de confinement (sous gravité).

- Dans un milieu granulaire sous gravité, nous avons mis en évidence la propagation, à travers le fluide interstitiel (l'air), l'onde de *Biot* ($\sim 20 - 50kHz$). Plus la contrainte diminue, plus la fréquence centrale, des ondes se propageant le long du squelette solide, diminue. Nous avons observé à la fois les ondes cohérentes mais aussi les ondes diffusées. Ces ondes cohérentes ($\sim 5kHz$), se propagent à des vitesses relativement faibles ($70 m/s < V_{squ} < 280 m/s$), et dont les valeurs suivent une loi en puissance 1/6 de la profondeur de grains (contrainte), comme le prédit la théorie de *Hertz*. Lorsque la profondeur augmente, ou lorsque la pression gravitaire dépasse quelques kiloPascals, l'amplitude de l'onde transmise à travers le squelette solide augmente rapidement (et se décale vers les temps courts), tandis que l'onde de *Biot* demeure constante. Dans le cas d'un matériau granulaire sous contrainte, on s'attend à ce que l'onde de *Biot* devienne négligeable devant celles se propageant à travers le réseau de contacts.

- Enfin, nous avons examiné la vitesse du son en fonction de la fréquence, par méthode de la phase spectrale. Il apparaît qu'un matériau granulaire sous contrainte est non-dispersif, pour une fréquence inférieure à $200kHz$, pour le mode longitudinal, et une fréquence inférieure à $100kHz$, pour le mode transversal. De plus, cette méthode nous a permis d'examiner l'atténuation en fonction de la fréquence : il augmente avec la fréquence $\alpha_s \sim f^4$. Ce résultat est consistant avec la mesure d'atténuation via un train d'onde quasi-monochromatique en fonction de la distance de propagation. Ces mesures indiquent une atténuation d'origine diffusive de type *Rayleigh*. Ce mécanisme d'atténuation domine au-delà d'une certaine fréquence dans les milieux granulaires, il est du à l'hétérogénéité structurale du réseau de contacts. Dans ces mesures, on observe que l'atténuation semble indépendante de l'amplitude d'excitation (*cf. Chapitre 3*).

Diffusion multiple des ondes élastiques : coefficient de diffusion et absorption inélastique

2.1 Introduction

2.1.1 Étude bibliographique

La description de la propagation d'ondes dites classiques à travers un milieu fortement diffusant est un problème d'une importance considérable, ceci dans plusieurs domaines de la physique [103, 104]. Ces dernières années, la compréhension de la propagation des ondes dans ces milieux a progressé, à la fois sur le plan expérimental et théorique. La propagation d'une onde à travers un milieu désordonné est un phénomène bien connu, que l'on retrouve dans de nombreux domaines. En astrophysique¹, par exemple, dans le cadre de la propagation d'ondes électromagnétiques² à travers des gaz interstellaires ou les atmosphères solaires et planétaires, en sismologie avec la propagation d'ondes sismiques dans la terre, lors de la conduction des électrons dans les métaux, mais aussi en imagerie médicale lors de la propagation d'ondes acoustiques ou électromagnétiques à travers les tissus humains, etc. De prime abord, toutes ces disciplines semblent très éloignées les unes des autres, ceci est principalement dû au fait de leurs échelles respectives : du nanomètre pour l'optique, du millimètre en acoustique des milieux granulaires, jusqu'aux kilomètres pour la sismologie, et de part leurs problématiques respectives. Cependant, pour ces différents cas, on est confronté au même problème, à savoir, comprendre comment se propage une onde à travers un nombre plus ou moins grand d'obstacles (hétérogénéités) répartis (le plus souvent) de façon aléatoire. Le degré d'hétérogénéité du milieu est une donnée fondamentale, en effet, elle détermine la nature des phénomènes physiques observés. Par exemple, lorsque l'on pointe un laser dans un nuage de poussière, la lumière n'est pas multiples fois diffusée, car il est possible de suivre la direction de la lumière qui trace des chemins rectilignes. Dans ce cas, on dit que l'on est dans un régime de *diffusion simple*. En revanche, par un jour de brouillard épais, le ciel apparaît

1. En astrophysique, la problématique rencontrée consiste à étudier la lumière émise par les étoiles qui est altérée par les nuages inter-galactiques, les atmosphères solaire et planétaire. Le but est alors de remonter aux propriétés de la lumière incidente à partir des observations.

2. Telle que l'étude de la propagation des ondes électromagnétiques (lumineuses) dans un milieu turbide, (on parle alors de *speckles optiques* [105]) et celle d'électrons dans un potentiel aléatoire.

uniformément lumineux, ce phénomène se vérifie également lorsque l'on regarde dans la direction du soleil, ou de nuit dans les phares d'une voiture où des halos lumineux sont créés et ne donnent pas naissance à des faisceaux rectilignes. Dans ces cas, on parle de *diffusion multiple*, du fait que la lumière a été diffusée de nombreuses fois et a complètement perdu la mémoire de sa direction initiale avant de nous parvenir.

L'étude de la propagation d'une onde se propageant à travers un milieu désordonné, a pour but de répondre à des questions différentes en fonction des disciplines/domaines. Cependant, de façon générale, il s'agit dans un premier temps de résoudre le problème direct, c'est-à-dire de déterminer les propriétés de transport d'une onde à travers un milieu hétérogène. C'est la question qui se pose lors de la propagation d'électrons à travers les métaux, ou de la lumière à travers des milieux hétérogènes par exemple. Il s'agit alors de déterminer les propriétés statistiques de propagation, telle que la conductance, ou les fluctuations de conductance. De plus, il existe de nombreuses analogies entre la propagation d'ondes électromagnétiques et acoustiques (élastiques). Dans un second temps, il s'agit de savoir résoudre le problème inverse, c'est-à-dire de déterminer les caractéristiques d'un milieu hétérogène à partir de la détection des ondes diffusées. La propagation de l'onde dans ce milieu peut alors avoir un but d'imagerie [106]. C'est la problématique de l'imagerie médicale, mais aussi celle de la sismologie. En acoustique, l'étude de la diffusion multiple d'ondes élastiques³, nommées coda, par analogie aux ondes sismiques [107, 108], a suscité ces dernières années des intérêts considérables [109, 6, 110, 111, 112, 113]. 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 [114], les suspensions [115, 116], les milieux granulaires [12, 117, 118, 119, 120] pour la même gamme de fréquences. Généralement, leur temps de décroissance était traité via le facteur de qualité, noté Q_c , dans une approximation de diffusion simple [121]. Récemment, *Shapiro, Margerin et al* [122, 121, 123] ont démontré que la diffusion multiple d'ondes sismiques, est responsable de la durée très longue des enregistrements sismiques, dans la gamme de fréquence s'étalant de $1Hz$ à $20Hz$.

A l'instar de l'optique, les ondes acoustiques offrent la possibilité d'enregistrer directement les fluctuations temporelles de l'amplitude et de la phase d'un signal large-bande, plutôt que l'intensité. En effet, contrairement aux photo-détecteurs, les signaux enregistrés via un transducteur piézoélectrique (dans le domaine ultrasonore), ou un sismomètre (dans le domaine de la géophysique), sont plus riches que les signaux optiques. 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, à l'aide du coefficient de diffusion (\mathcal{D}), du taux d'absorption inélastique (τ_a) et du libre parcours moyen de transport (ℓ^*). Dans cette approche, le transport des ondes est traité comme la marche au hasard d'une particule (photons, phonons et électrons [124]), et l'amplitude moyenne de l'onde cohérente, obéit à l'équation de *Dyson*. Cette équation est résolue en utilisant une approximation de milieu dilué, qui conduit à la notion de milieu effectif

3. On parle d'onde *diffractée* (au sens de *scattered* en anglais), c'est-à-dire lorsque l'onde subit quelques diffusions, par opposition aux ondes *diffusées* (au sens de *diffused*, en anglais), où l'onde subit tellement de diffusions qu'elle ne se rappelle plus sa phase initiale. Ce terme rappelle à juste titre la notion de *diffusion de la chaleur*.

et le libre parcours moyen élastique (ℓ_e). Au-delà d'un ou quelques libres parcours moyen, l'onde cohérente s'éteint de façon exponentielle en fonction de la distance de propagation, et l'intensité de l'onde diffusée obéit à l'équation de *Beth-Salpeter*. La résolution de cette équation, via une approximation de *Boltzmann*, conduit à une *équation de transfert radiatif (RTE)*, à laquelle obéit l'intensité spécifique détectée dans ce type de milieu. La résolution de cette équation, permet l'introduction de deux nouveaux paramètres physiques fondamentaux : la constante de diffusion (\mathcal{D}) et le libre parcours moyen de transport (ℓ^*). *Sornette* [125, 126, 127] est l'un des premiers, à avoir présenté les différents régimes de transport de l'énergie de l'onde acoustique dans un milieu désordonné. Pour un cheminement plus complet concernant l'historique et les récentes avancées, aussi bien sur le plan expérimental [128, 116] que théorique, en matière de diffusion multiple d'ondes acoustiques (scalaire), on pourra se reporter au cour donné par *Velický* [129], à l'article de synthèse⁴ de *Tourin et al* [130, 106] et à celui plus récent de *Trujillo et al* [113]. On s'est également appuyé sur deux ouvrages, souvent présentés comme les références dans le domaine, à savoir celui de *Sheng* [103] et de *Ishamaru* [104].

2.1.2 Position du problème

La propagation du son dans un milieu granulaire dense est essentiellement caractérisée par le rapport de la longueur d'onde sur la taille des grains : une onde cohérente $\lambda \gg d$, et une onde incohérente diffusée par les inhomogénéités du réseau de contacts $\lambda \sim d$. Ces ondes élastiques multiples diffusées, exhibent un caractère diffusif de transport sur de longues distances de propagation. La détermination du libre parcours moyen de transport (ℓ^*) et l'absorption d'inélasticité (τ_a) permet de déduire les propriétés structurales de ce matériau, telles que l'hétérogénéité et la dissipation interne (Q_a^{-1}), dans un milieu granulaire sec [12] ou faiblement mouillé [10].

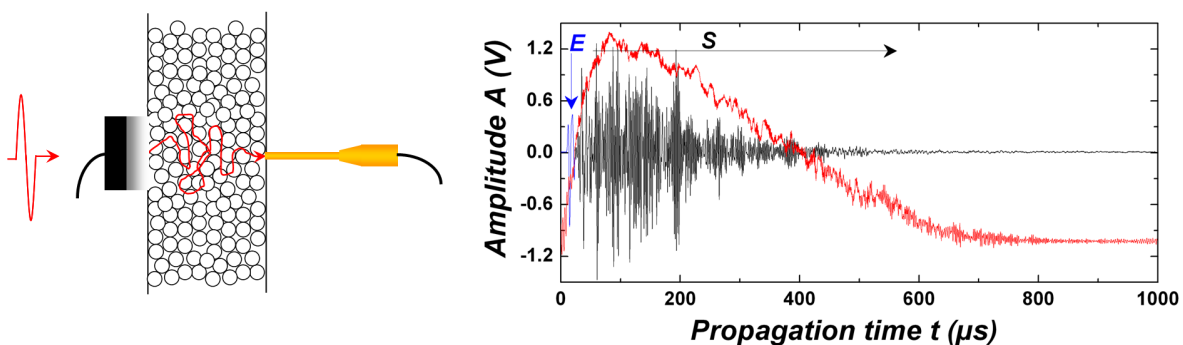


Figure 2.1 : Signal ultrasonore typique détecté à travers un matériau granulaire. Le signal détecté en premier correspond à l'onde cohérente E (en bleu), suivi d'un signal irrégulier correspondant à l'onde diffusée S (en rouge) par les hétérogénéités (contacts). En rouge, on présente l'intensité ultrasonore moyennée sur plusieurs configuration.

4. La description de la propagation d'ondes acoustiques dans un milieu aléatoire y est présentée : 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.

Par rapport aux ondes cohérentes, la mesure de la dissipation par ondes diffusées (speckles acoustique, figure 2.1), présente l'avantage, comme nous le verrons par la suite, de séparer la dissipation visqueuse liée à l'absorption du son ($Q_a^{-1} = 1/\omega\tau_a$), de la dissipation (frictionnelle) liée à la diffusion ($Q_s^{-1} = c/\omega\ell^*$) dans le milieu. Par ailleurs, dans le régime de petites longueurs d'ondes, les ondes multiples diffusées sont spécifiques à chaque configuration, et constituent la signature exacte de la structure du réseau de chaîne de force. Un faible mouvement de grain et le réseau de contacts est modifié : l'onde va se propager à travers des chemins ou des canaux différents. La transmission détectée résulte de la superposition d'ondes partielles qui proviennent de toutes les directions et qui peuvent avoir parcouru une distance très grande devant la distance source-récepteur. Plus l'onde arrive tard, plus elle a subi de diffusions, traduisant par là qu'elle a eu le temps d'explorer le milieu (elle s'avère extrêmement riche en informations). Dans notre cas, l'onde diffusée peut durer jusqu'à plusieurs centaines de microsecondes soit environ 500 fois la période de l'impulsion d'excitation. Les ondes multiples diffusées constituent une sonde très sensible permettant d'étudier les moindres variations de configuration du réseau de contacts, que ces perturbations soient engendrées par des sollicitations mécanique, thermique [131], ou acoustique, via des réarrangements irréversibles des grains [5, 24, 117].

Dans ce chapitre, on s'intéresse à l'analyse du transport diffusif d'ondes élastiques se propageant à travers un réseau de grains en contact. La conversion de mode, entre l'ondes de compression et celle de cisaillement, ainsi que l'approximation de la diffusion seront discutées. On montre que, la constante de diffusion \mathcal{D} et l'inverse du facteur de qualité Q_a^{-1} (absorption), pour des conditions aux limites appropriées, permet de remonter aux propriétés statiques du milieu, telles que l'hétérogénéité et la dissipation interne. Après avoir rappelé quelques notions sur la diffusion d'ondes élastiques dans les milieux hétérogènes, on montre des résultats originaux sur la variation de la diffusivité $\mathcal{D}(= v_s\ell^*/3)$ en fonction de la pression de confinement P . On focalisera ensuite notre attention, sur les paramètres physiques fondamentaux tels que le libre parcours moyen de transport ℓ^* et le taux d'absorption inélastique τ_a , en fonction de la pression de confinement P , mais aussi de la fréquence f .

2.2 Analyse du transport d'ondes diffusées

2.2.1 Dispositif expérimental

Pour cette étude, nous travaillons avec un matériau granulaire (modèle) dense constitué de billes de verre, tamisées de diamètres d compris entre $630\mu\text{m}$ et $800\mu\text{m}$. Elles sont versées (par pluviation) dans une cellule cylindrique en duralumin de diamètre $W = 32\text{mm}$, la compacité est de l'ordre de 0.63, surmontée d'un transducteur ultrasonore large bande de compression ou de cisaillement de même rayon, jouant le rôle de piston, et la hauteur de la cellule peut être ajustée entre 5mm et 30mm . Le dispositif expérimental, présenté sur la figure (2.2a) est similaire à celui utilisé par *Jia et al* [6, 12, 10, 117]. L'instrumentation est identique à celle qui a été détaillée au chapitre 1. On récupère les ondes émises du haut du cylindre vers le bas, à l'aide d'un petit détecteur ultrasonore, de diamètre $2\text{mm} \sim 3d$ (appelé *pinducer*). Le signal d'excitation correspond généralement à une impulsion ou un train de 10 impulsions de fréquence

$f_0 = 500kHz$, d'amplitude $50mV$, puis amplifiée à $50dB$. On utilise préférentiellement la fréquence $0.5MHz$ pour deux raisons, d'une part, elle correspond à la fréquence centrale de la bande passante des transducteurs de compression (lorsque l'on travaille avec des transducteurs de cisaillement on se placera à $0.25MHz$), car elle correspond à la fréquence qui donne une efficacité à l'émission la plus optimale, d'autre part, elle permet de se placer dans un régime où la longueur d'onde $\lambda(= V_{son}^{P,S}/f_0) \sim d$ est de l'ordre de la taille des grains, ce qui permet de favoriser l'observation des ondes diffusées.

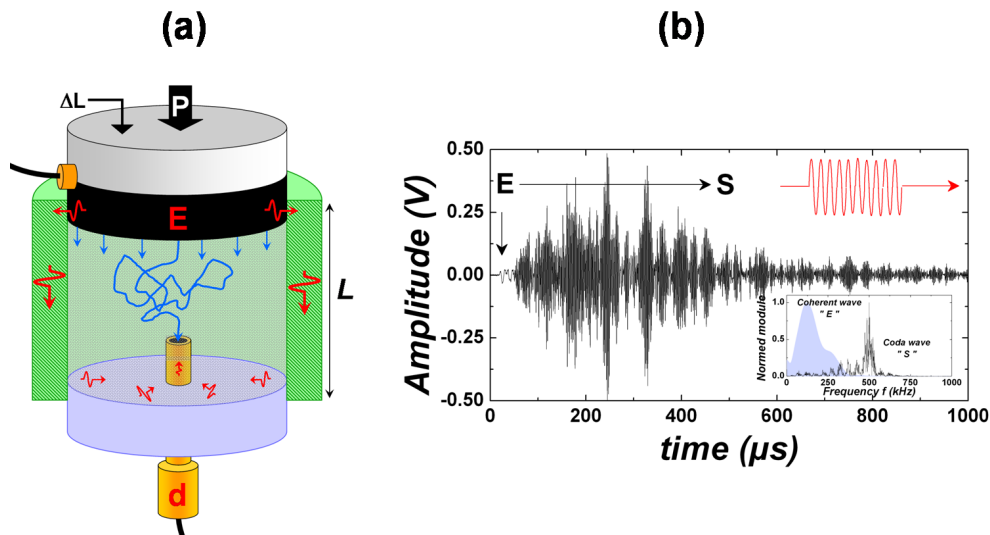


Figure 2.2 : (a) Schéma du dispositif expérimental permettant de mesurer les ondes multiples diffusées. L'entrée du pinducer dans le matériau granulaire permet de réduire de manière significative, les réverbérations multiples du signal se propageant dans les parois de la cellule. (b) Signal typique détecté lorsque le signal d'excitation correspond à un train de 10 impulsions centré à $0.5MHz$.

La presse automatisée *MTS* permet de contraindre l'échantillon suivant la direction verticale. Par asservissement (*PID*), elle permet de maintenir la force appliquée sur le matériau de façon constante à $0.1N$ près, sur toute la durée de l'expérience. La gamme de contrainte appliquée est comprise entre $6kPa$ et $3MPa$ (une contrainte de $1kPa$ correspond à une force de $0.808N$). De plus, dans cette expérience, nous avons placé un bloc de plexiglas et un morceau de papier, respectivement, sous et sur la cellule afin d'atténuer au mieux, le couplage électromagnétique entre la cellule, les appareils électroniques et la presse *MTS*, pouvant engendrer un parasitage, par couplage électromagnétique, important du signal détecté. En effet, la presse contient une électronique à découpage qui peut engendrer un bruit basse fréquence perturbateur et délicat à éliminer. Le signal transmis à travers le matériau puis détecté par le *pinducer* est ensuite amplifié à l'aide d'un pré-amplificateur bas bruit à $60dB$, et filtré analogiquement par un filtre passe-bas à $3MHz$. On utilise aussi des filtres passe-haut à 30 ou $100kHz$. Le signal digitalisé sur un oscilloscope peut être moyenné sur 128 à 256 émissions, afin d'améliorer au mieux le rapport signal/bruit, il est ensuite enregistré sur ordinateur. Lorsque le système est en fonctionnement, on présente sur la figure (2.3) la réponse typique d'un pulse détecté à travers ce type de matériau hétérogène. Dans ce cas, le système a été excité par un train de 10 impulsions d'une durée de $20\mu s$ centré à $500kHz$, cela correspond à une longueur d'onde de l'ordre de $\lambda \sim 1.5mm$. Cette excitation de bande spectrale étroite, correspond au produit du vecteur d'onde acoustique du squelette granulaire et du diamètre des grains, de l'ordre de $kd = \omega d/v_L \approx 2.9$ avec

$v_p \approx 750m/s$ la vitesse du son longitudinale dans la phase solide.

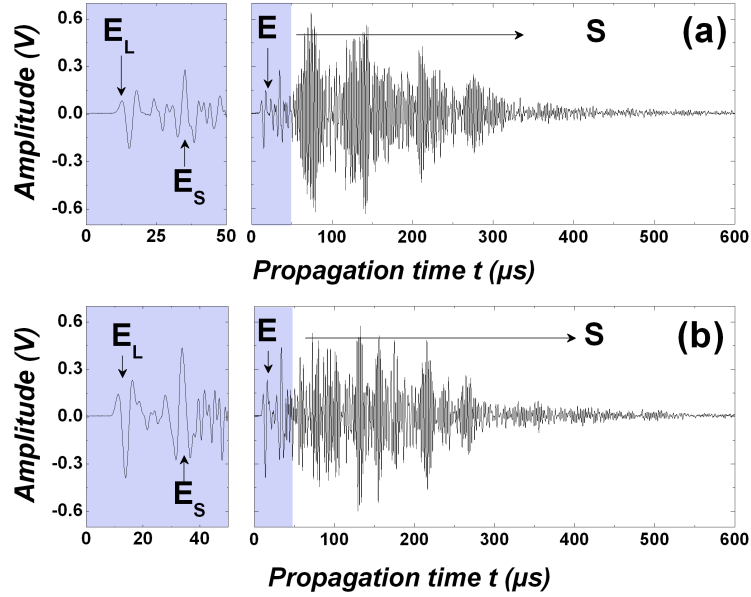


Figure 2.3 : Pulse ultrasonore détecté par un petit détecteur d'un diamètre de $2mm$, à travers un matériau granulaire d'épaisseur $11mm$, composé de billes de verre ($d \sim 0.6 - 0.8mm$) et soumis à une pression de confinement $0.707MPa$, obtenu après (a) un premier chargement (b) puis un deuxième. Nous avons utilisé le dispositif présenté sur la figure (2.2a). L'onde cohérente E est centrée à $\sim 0.1MHz$, tandis que l'onde diffusée S se situe aux alentours de $\sim 0.5MHz$. Cela correspond à un rapport de la longueur d'onde sur la taille des grains de l'ordre de $\lambda_{coh}/d \approx 11 > \lambda_{scatt}/d \approx 2.1$.

Ce signal temporel est composé d'un signal cohérent (E) et d'un signal incohérent (S), spécifique à chaque configuration de l'empilement. La composante basse fréquence ($\sim 100kHz$), arrivant en premier est bien définie et se décompose en une onde de compression E_L , suivie de l'onde de cisaillement E_S . Toutes deux se propagent de façon balistique. La vitesse du son transversale est deux fois plus faible que celle longitudinale, elle est de l'ordre de $350m/s$. Le signal irrégulier qui suit celui décrit précédemment, est de plus haute fréquence (S). Centré aux alentours de $\sim 0.5MHz$, il correspond aux ondes multiples diffusées par la distribution inhomogène du réseau de contacts. Le rapport de la longueur d'onde à la taille des grains est proche de $\lambda/d \sim 2.2$ et celui de la hauteur de grains sur le diamètre moyen des grains est de l'ordre $L/d \sim 15.7$. Les longueurs caractéristiques mises en jeu sont :

$$d_{mean} \approx 0.7mm \lesssim B \left\{ \begin{array}{l} \ll \lambda_{coh} \approx 7.5mm \\ \sim \lambda_{scatt} \approx 1.5mm \end{array} \right\} < L \approx 11mm \leq W/2 \quad (2.1)$$

Il apparaît clairement sur la figure (2.3a et b), que les ondes diffusées sont déterminées par l'exacte structure des chaînes de forces, car extrêmement sensible aux changements de configuration, contrairement aux ondes cohérentes qui, elles, s'avèrent reproductibles (i.e sensibles aux propriétés globales du milieu). De plus, comme nous l'avons vu au *chapitre 1*, ces deux composantes, basse et haute fréquence, sont stables sur une échelle de temps associée à l'expérience. Ce résultat est consistant avec celui obtenu par *Jia et al* [6]. La sensibilité des ondes cohérentes et incohérentes, aux changements de configuration de l'échantillon, peut être illustrée lorsque l'on réalise

un moyennage du signal transmis sur plusieurs ($\mathcal{N} = 50$) échantillons granulaires, préparés suivant un même protocole. A cause de leur phase aléatoire selon les différentes configurations, les ondes diffusées tendent à s'annuler par le moyennage. Seul le signal cohérent subsiste, du fait que son caractère auto-moyenné le rend insensible aux variations de configuration. De plus, on remarque qu'il est possible d'observer le signal cohérent correspondant à l'onde de compression (E_L) et l'onde de cisaillement (E_S), comme présenté sur la figure (2.4).

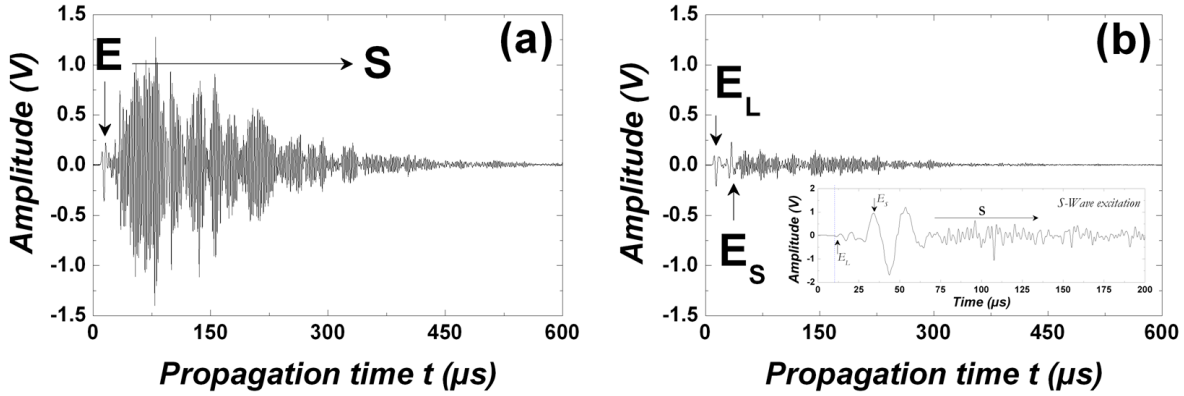


Figure 2.4 : Illustration de la sensibilité des ondes cohérentes et incohérentes aux changements de configuration. Signal ultrasonore détecté à travers un échantillon granulaire ($L : P \sim 11mm : 707kPa$) obtenu (a) pour une configuration (b) après un moyennage sur 50 configurations. Les ondes diffusées tendent à être annihilées par le moyennage, notamment à cause de leur phase aléatoire, seul le signal cohérent subsiste, du fait que son caractère auto-moyenné le rend insensible aux variations de configuration. Les vitesses de compression et de cisaillement sont de l'ordre de $1236m/s$ et $505m/s$, respectivement. En encart, illustration du signal transmis pour une configuration donnée, obtenue avec des transducteurs de cisaillement.

Avant que ces ondes diffusées, ne puissent servir quantitativement de sonde, *Jia* [12, 117] a étudié leur transport dans un milieu granulaire sec, en se basant sur les travaux de *Page et al* [116]. En pratique, il s'agit d'étudier quantitativement les caractéristiques statistiques des ondes diffusées, en suivant l'évolution temporelle et spatiale de l'intensité d'un train d'ondes, injecté dans le milieu granulaire. Ainsi, on peut suivre le comportement du transport de ces ondes, après qu'elles aient perdu leur cohérence en phase, à cause des effets diffusifs via les hétérogénéités du système. Pour chaque configuration, on retranche la composante cohérente basse fréquence (E_P et E_S) du signal transmis, figure (2.4a), à l'aide d'un filtre passe-haut numérique ($f \geq 0.3MHz$). Le bruit est limité, par l'utilisation d'un filtre passe-bas analogique ($f \leq 3MHz$). 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 représentés, le logarithme des intensités transmises des ondes diffusées moyennées sur 50 configurations indépendantes. Cette expérience a été répétée pour trois échantillons d'épaisseurs différentes. L'intensité augmente graduellement à partir des temps courts, jusqu'à atteindre un maximum, puis décroît exponentiellement aux temps longs suivant un temps caractéristique d'amortissement (τ_a). Lorsque l'épaisseur augmente, l'intensité est plus faible, puisque l'onde est amortie sur une plus grande distance de propagation, mais le profil temporel est lui aussi modifié. Le maximum en intensité se décale progressivement vers les temps longs. Cette observation, rappelle le transport d'ondes observé dans les milieux forte-

ment diffusants [132], et plus particulièrement les ondes diffusées observées dans les suspensions concentrées de billes de verre immergées dans l'eau [116, 128]. Cependant, les modes de transmission ultrasonore sont radicalement différents, en effet, dans le cas d'un matériau granulaire (sec), les ondes élastiques se propagent via le réseau de contacts (friction), en revanche, dans le cas d'une suspension, les ondes se propagent à travers la phase fluide et solide et sont diffusées par les billes.

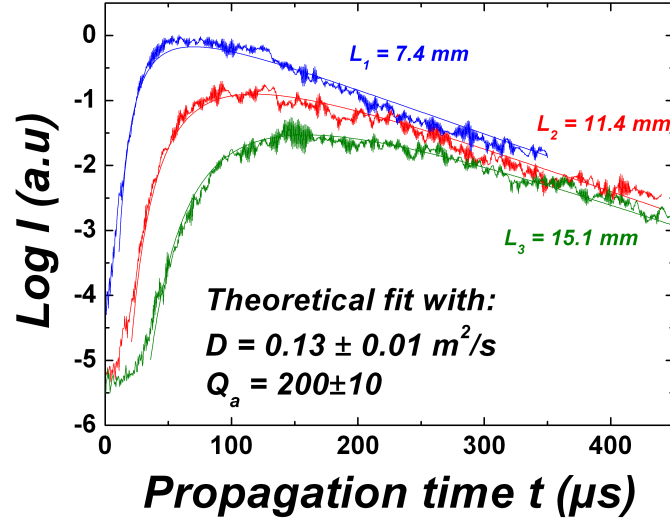


Figure 2.5 : Profils d'intensités moyennées sur $\mathcal{N} = 50$ échantillons, préparés suivant le même protocole (via la méthode de pluviation présentée au *chapitre 1*), obtenus pour trois épaisseurs de grains différentes $L = 7.4, 11.4, 15.1$ mm, toujours pour une même contrainte $P = 0.7 MPa$. Ces résultats sont extraits des travaux de *Jia* [12]. Le modèle de diffusion, équation (2.3), peut être ajusté aux données expérimentales, avec un seul jeu de paramètres de contrôle, c'est-à-dire, pour un même coefficient de diffusion $\mathcal{D} = 0.13 \pm 0.01 m^2 \cdot s^{-1}$ et un même facteur de qualité $Q_a = 200 \pm 10$. Le libre parcours moyen de transport obtenu s'avère être de l'ordre de $\ell^* \approx 870 \mu m \sim d$.

2.2.2 Ondes diffusées dans un réseau de contacts désordonnés

Dans la gamme de fréquences de nos expériences, bien en-dessous de la fréquence de résonance d'une bille de verre ($f_r \sim (v_s)_{verre}/d \sim 4 MHz$), le réseau de contacts peut être modélisé comme un réseau aléatoire effectif de masses-ressorts, les raideurs étant déterminées via le modèle de 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. La diffusion d'ondes sonores observée dans de tels milieux élastiques, peut être naturellement interprétée dans le cadre d'une théorie de transport radiatif développée pour les milieux aléatoires inhomogènes. Cependant, il convient de souligner le caractère particulier des milieux granulaires par rapport aux milieux aléatoires multi-diffusants en général. Le désordre inhérent dans la topologie des empilements granulaires joue un double rôle. Il intervient dans la construction de ce milieu, dans lequel les ondes élastiques se propagent et, étant aléatoire, il est également responsable des effets du désordre. Il n'existe pas de séparation possible entre un milieu de référence et celui diffusant. 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.

Même 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. 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* [114] et *Ryzhik et al* [132] ont développé les équations du transport radiatif (que l'on notera *RTE* par la suite), prenant en compte les deux polarisations transversales, ainsi que la conversion de mode entre le mode longitudinal et transversal. Les équations résultantes du transport radiatif 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 statistiquement homogènes, lorsque les longueurs d'ondes sont comparables aux longueurs de corrélation (B) des hétérogénéités du matériau (densité et module élastique), autorisant d'importants effets de diffusion acoustique. On fera l'hypothèse que, les fluctuations ne sont pas suffisamment fortes pour engendrer des effets de localisations d'ondes [112].

Prenons le cas d'une onde plane correspondant à un pulse ultrasonore de compression se propageant en direction du détecteur. Lorsque l'onde plane incidente rencontre un diffuseur (contact), c'est-à-dire une zone dans laquelle les paramètres élastiques sont différents de ceux du reste du milieu (densité, raideur), son trajet est modifié, une certaine quantité d'énergie est diffusée. Autrement dit, le diffuseur redistribue l'onde incidente en différentes directions, amplitudes et phases. Par ailleurs, la force d'un diffuseur à modifier la propagation de l'onde se quantifie par sa section efficace de diffusion σ . A $2D$, cette section est une distance, à $3D$, c'est une surface. Plus cette quantité est grande, plus le diffuseur est fort. Plus la distance de propagation (L) augmente, plus le nombre de diffuseurs augmente, la composante basse fréquence correspondante à l'onde cohérente s'atténue exponentiellement en fonction de L , et l'énergie de l'onde est transférée progressivement aux ondes incohérentes diffusées. Le pulse transmis E a été montré sur la figure (2.4), il correspond précisément à la propagation de la partie basse fréquence du pulse incident n'ayant subi aucune diffusion. Il apparaît que cette onde cohérente est de faible amplitude et que la nature causale de l'onde devient manifeste, son importance réside dans le fait qu'elle permet de mesurer la vitesse de propagation. Un comportement similaire du transport d'onde est obtenue avec une onde incidente de cisaillement. Cependant, la différence entre la vitesse de compression et de cisaillement ($v_S < v_L$), provient certainement d'un libre parcours moyen de diffusion plus court pour l'onde de cisaillement à une fréquence donnée, ce qui expliquerait probablement la composante basse fréquence de cette onde, qui reste cohérente E_S après avoir parcouru l'échantillon.

Lorsque l'on analyse la réponse spectrale du signal détectée, figure (2.3), on s'aperçoit que la composante (fréquentielle) énergétique dominante se situe à haute fréquence, dans ce cas l'onde élastique est multiplement diffusée, on se rapproche du régime diffusif. Aux fréquences intermédiaires, l'onde subit plutôt une diffusion simple (vers l'avant),

certainement responsable de l'arrivée tardive de l'onde diffusée S par rapport à l'onde cohérente E . Cependant, 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 et al* [133, 134] et *Knopoff* [135], la conversion du mode de compression au mode de cisaillement est plus favorisée que le processus de conversion de mode 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 dé-polarisation 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 [114, 132] : $\mathcal{K} = \mathcal{U}_S(t, r)/\mathcal{U}_P(t, r) = 2(v_P/v_S)^3$, où \mathcal{U}_P et \mathcal{U}_S sont les densités spatiales d'énergie de compression et de cisaillement, respectivement. Le facteur 2 est dû à la polarisation des ondes de cisaillement. Pour des valeurs typiques des vitesses de $v_P/v_S \geq \sqrt{3}$, la loi d'équipartition prédit un rapport d'énergie $\mathcal{K} \geq 10$. Cela montre que dans le régime diffusif, les ondes de cisaillement dominent le champ acoustique diffusé, comme cela est observé dans les données sismologiques [136]. De plus, l'équation de transfert radiatif est réduite à une équation de diffusion, comme l'équation (2.3). Le coefficient de diffusion \mathcal{D} , correspond à la moyenne des coefficients de diffusion des ondes de compression \mathcal{D}_P et de cisaillement \mathcal{D}_S , pondérés par leur énergie respective :

$$\mathcal{D} = \frac{\mathcal{D}_P \mathcal{U}_P + \mathcal{D}_S \mathcal{U}_S}{\mathcal{U}_P + \mathcal{U}_S} = \frac{\mathcal{D}_P + \mathcal{K} \mathcal{D}_S}{1 + \mathcal{K}} \quad (2.2)$$

avec le rapport $\mathcal{K} \geq 10$ évalué précédemment à l'aide du théorème d'équipartition, l'équation précédente se réduit alors à $\mathcal{D} \approx \mathcal{D}_S = v_S \ell_s^*/3$, où v_S est la vitesse de l'onde de cisaillement et ℓ_s^* est la distance moyenne avant que la direction de propagation de l'onde ne soit rendue aléatoire. Cette démonstration confirme l'applicabilité de l'équation de diffusion pour décrire les ondes élastiques multiples diffusées, dominées par des ondes de cisaillement en régime stationnaire diffusif, pour un milieu élastique hétérogène. Par ailleurs, on note que la diffusion simple prévaut aux temps courts. À la place d'un modèle de diffusion, une *RTE* nous fournirait certainement une description beaucoup plus précise du transport des ondes aux temps courts et aux distances de propagation intermédiaires.

2.2.3 Modèle de diffusion scalaire

À l'heure actuelle, 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 [137, 138] ou acoustique sur de longues distances dans les milieux fortement diffusants [139, 140, 106]. 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* [116]. On cherche à comparer l'intensité moyenne diffusée au flux transmis calculé à partir de la solution d'une équation de diffusion (*1D*) scalaire,

pour une densité d'énergie acoustique $I(r, z, t)$, dans une cellule cylindrique d'épaisseur L et de rayon $W/2$:

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

où $f(r, \theta, z, t)$ correspond à la puissance injectée par la source, τ_a^{-1} est le taux de dissipation d'énergie, et $\mathcal{D} = (1/3)v_e\ell^*$ est le coefficient de diffusion de l'énergie ultrasonore à travers un milieu aléatoire, avec v_e la vitesse de transport de l'énergie et ℓ^* le libre parcours moyen de transport. ℓ^* est défini en fonction du libre parcours moyen élastique ℓ_e par moyennage sur tous les angles solides : $\ell^* = \ell_e / (1 - \int d\Omega \cos(s, s') d\sigma / d\Omega) = \ell_e / (1 - \langle \cos \theta \rangle)$. Si la diffraction des homogénéités est isotrope, alors $\ell^* \approx \ell_e$. Cette équation de diffusion est analogue à celle utilisée par *Weaver et Sachse* [128] ou par *Page et al* [116]. 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.

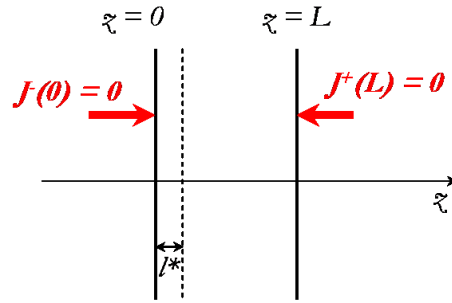


Figure 2.6 : Condition aux limites pour un échantillon semi-infini. Le flux entrant dans l'échantillon est nul.

Ainsi, les conditions initiales sont $f(r, \theta, z, t) = f(r, \theta)\delta(t)\delta(z - z_0)$. Nous pouvons faire l'hypothèse que la face avant de l'échantillon est excitée uniformément par l'émetteur ultrasonore (comme par un piston). Pour une densité d'énergie acoustique transmise sur l'axe $r = 0$ du cylindre à une distance $z = L \leq W/2$, beaucoup plus petite que son diamètre, il est raisonnable d'approximer la solution à $I(z, t)$, correspondant au cas d'une onde plane incidente sur une plaque d'épaisseur L , cf. figure (2.6), soumise aux conditions initiales appropriées [103] :

$$\begin{aligned} I - \mathcal{C} \partial_z I &= 0 \quad \text{pour } z = 0 \\ I + \mathcal{C} \partial_z I &= 0 \quad \text{pour } z = L \end{aligned} \quad (2.4)$$

où $\mathcal{C} = (2\ell^*/dL)(1 + \mathcal{R}/1 - \mathcal{R})$ ($d = 3$ dans le cas $3D$), avec \mathcal{R} la réflectivité des parois de la cellule moyennée sur toutes les incidences θ . Pour plus de détails sur le choix des conditions aux limites, on pourra se rapporter à l'étude de *Zhu et al* [138]. Pour résoudre cette équation de diffusion, nous avons utilisé la méthode des images, exposée dans l'ouvrage de *Carlslaw et al* (cf p.361 [141]), où l'on trouve la forme de la solution de l'équation de la chaleur sans absorption. Si l'on suppose que les parois de la cellule sont parfaitement réfléchissantes, pour ces conditions limites, alors le flux en incidence normale transmis au détecteur, $J(t) = v I(L, t)/2(1 + \mathcal{R})$, est donné par la relation suivante [12, 117] :

$$J(t) = \frac{v}{4} I(L, t) = \frac{v I_0}{2L} e^{-t/\tau_a} \sum_{n \geq 1} \frac{(-1)^n}{\delta_n} \cos\left(\frac{n\pi z_0}{L}\right) e^{-\frac{\mathcal{D}(n\pi)^2}{L^2} t} \quad (2.5)$$

où I_0 est l'énergie injectée par la source, avec $\delta_n = 2$ pour $n = 0$ et $\delta_n = 1$ pour $n \neq 0$. Pour plus de détails sur la résolution de l'équation de diffusion, on pourra se reporter à l'article de synthèse récent de *Trujillo et al* [113]. Dans notre dispositif expérimental, on utilise un transducteur qui envoie des pulses de façon uniforme sur toute sa surface. On réduit donc le nombre de variables, et I ne dépend plus que de z et t . On choisit la solution nulle à $t = 0$ si $z \neq 0$, subissant une excitation par un train d'ondes et vérifiant les conditions aux limites relatives à la continuité du flux sur les surfaces limites, supposant les parois parfaitement réfléchissantes⁵ $\mathcal{R} = 1$, elle se traduit par $I(z = 0, L) = 0$, après convolution avec l'enveloppe rectangulaire d'un train d'onde de durée T_0 , nous obtenons :

$$I(z = L, z_0 = \ell^*, t) = \frac{I_0}{L} e^{-\frac{2\pi f}{Q_a} t} \times \left(1 + 2 \sum_{n \geq 1} (-1)^n \frac{L^2}{T_0 \mathcal{D} n^2 \pi^2} e^{-\frac{\mathcal{D} n^2 \pi^2}{L^2} t} \cos\left(\frac{3n\pi \mathcal{D}}{v_e L}\right) \left(e^{\frac{\mathcal{D} n^2 \pi^2 T_0}{L^2}} - 1 \right) \right) \quad (2.6)$$

où $z_0 = 3\mathcal{D}/v_e$. L'équation (2.6) prédit alors que le profil temporel de la densité moyenne d'énergie, dépend sensiblement du coefficient de diffusion \mathcal{D} et du facteur de qualité $Q_a = \omega\tau_a$. L'allure de l'intensité transmise est présentée sur la figure (2.7).

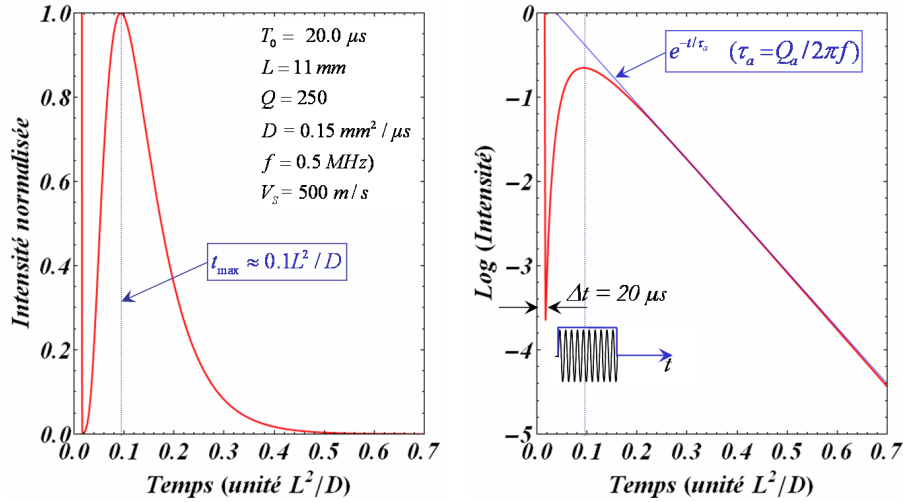


Figure 2.7 : A gauche, courbe d'intensité en fonction du temps de propagation t normalisé par L^2/\mathcal{D} . A droite, le logarithme de l'intensité. Après avoir atteint un maximum, l'intensité présente une décroissance exponentielle, suivant un temps caractéristique d'amortissement proportionnel à $\tau_a = Q_a/2\pi f$.

Pour les paramètres initiaux utilisés figure (2.7), on trouve que le maximum d'intensité est atteint pour un temps de l'ordre de $t_{max} \approx 0.1L^2/\mathcal{D}$. Après avoir atteint ce maximum, l'intensité présente une décroissance exponentielle avec un temps

5. Nous pouvons faire une estimation de la réflexion $\langle \mathcal{R} \rangle$ d'une onde longitudinale d'un milieu granulaire sur la paroi de la cellule en duralumin. En prenant pour cet alliage $\rho = 2.7 \times 10^3 \text{ kg.m}^{-3}$, $v_p = 6,4 \text{ mm}/\mu\text{s}$ et pour le milieu granulaire $\rho = 2.5 \times 0.63 \times 10^3 \text{ kg.m}^{-3}$, $v_p = 1 \text{ mm}/\mu\text{s}$, il vient une réflectivité sur la paroi de la cellule proche de l'unité : $\langle \mathcal{R} \rangle \approx 0.96$. Pour une réflexion du flux en incidence normale (milieu granulaire/duralumin) la réflectivité est de l'ordre de $\mathcal{R} \approx 0.69$.

caractéristique d'amortissement $\tau_a = Q_a/2\pi f$. Il apparaît clairement que la mesure expérimentale de l'intensité fournit, *a priori*, une méthode permettant de déterminer la constante de diffusion \mathcal{D} , ainsi que le facteur de qualité Q_a . Le calcul de la solution du modèle de diffusion montre que la montée aux temps courts du signal diffusé, est essentiellement déterminée par \mathcal{D} , alors que la décroissance obtenue aux temps longs, est fortement conditionnée par Q_a (et faiblement par le temps de *Thouless* $\sim L^2/\mathcal{D}$, cf. fig (2.8c)). 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. Le signal ultrasonore reste plus longtemps et sur des distances plus grandes que le signal purement diffusif. Par la suite, les résultats expérimentaux seront ajustés plutôt par le logarithme de l'intensité du flux détecté. On présente, sur la figure (2.8), l'effet de chaque paramètre de contrôle sur le fit théorique.

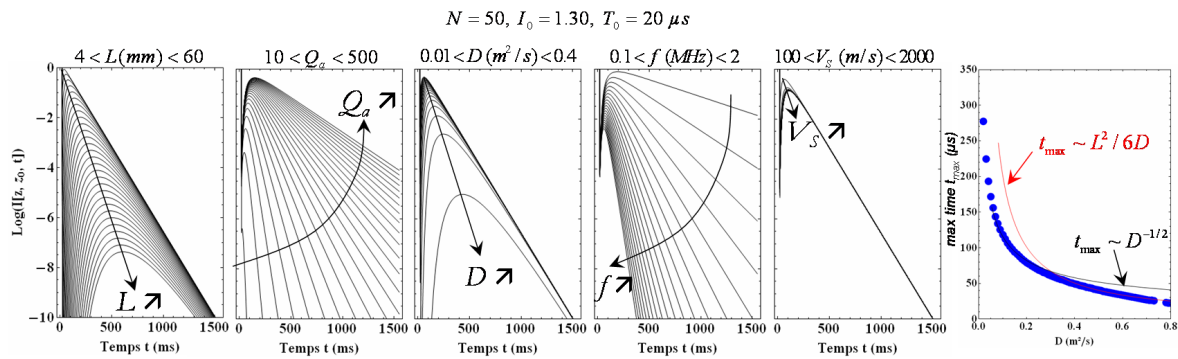


Figure 2.8 : Logarithme du flux d'intensité transmise correspondant à l'équation (2.6) (a) en faisant varier L entre 1mm et 20mm , (b) puis le facteur de qualité de $10 < Q_a < 500$, (c) et pour $0,1\text{mm}^2/\mu\text{s} < \mathcal{D} < 0.4\text{mm}^2/\mu\text{s}$. Le calcul a été réalisé sur $\mathcal{N} = 50$ configurations pour les paramètres initiaux suivants : $T_0 = 20\mu\text{s}$, $f_0 = 0.5\text{MHz}$, $v_s = 500\text{m/s}$.

On observe que, lorsque l'épaisseur de l'échantillon augmente (L), le maximum de l'intensité se décale progressivement vers les temps longs. Ce temps semble être caractérisé par $t_{\text{max}} \sim \mathcal{D}^{-1/2}$, pour les valeurs de \mathcal{D} les plus faibles, et par $t_{\text{max}} \sim L^2/6\mathcal{D}$, aux valeurs de \mathcal{D} les plus élevées. On observe que, lorsque le facteur de qualité ($Q_a = \omega\tau_a$) augmente, la pente correspondant à la partie décroissante de l'intensité obtenue aux temps longs diminue. Lorsque \mathcal{D} augmente, la pente correspondant à la partie croissant de l'intensité obtenue aux temps courts, augmente. L'augmentation de la fréquence d'excitation (f) a pour effet d'augmenter la pente associée aux temps longs de l'intensité. On remarque alors que, l'effet produit lorsque que le facteur de qualité (absorption) augmente semble opposé à celui obtenu lorsque la fréquence augmente. Enfin, on observe que l'augmentation de la vitesse de cisaillement (v_s) a peu d'influence sur le profil de l'intensité.

Validation expérimentale du modèle de diffusion [12] — Nous avons présenté, figure (2.5), le résultat de l'ajustement du modèle de diffusion aux données expérimentales, où les courbes en trait plein sont le résultat du fit théorique, obtenu à partir de l'équation (2.6). Dans l'approximation de diffusion pour les équations de transport scalaire, nous avons vu que le coefficient de diffusion est donné par $\mathcal{D} = v_e\ell^*/3$. Si on suppose que $z_0 = \ell^*$ et que v_e peut être identifiée à la vitesse de l'onde cohérente de

cisaillement, il est rendu possible d'estimer \mathcal{D} et Q_a . L'expérience montre que pour ces trois épaisseurs (L) différentes, il est possible d'ajuster le modèle aux données expérimentales avec un seul jeu de paramètres de contrôle. Pour un même coefficient de diffusion \mathcal{D} , de l'ordre de $0.13 \pm 0.01 m^2.s^{-1}$, et un même facteur de qualité $Q_a (= \omega\tau_a)$, de l'ordre de 200 ± 10 ($\tau_a = 63.6 \mu s$), ces deux paramètres sont obtenus avec une précision raisonnable. A partir de \mathcal{D} et v_s , il est possible d'estimer le libre parcours moyen de transport $\ell^* \sim \ell_s^* (= 3\mathcal{D}/v_s)$, il s'avère être de l'ordre de la taille des grains $870 \mu m$. Il apparaît que ce modèle de diffusion est en bon accord avec les données expérimentales, excepté pour des temps très courts où l'intensité acoustique est légèrement plus grande que l'extrapolation résultant du fit théorique, et pour les temps les plus longs (figure 2.5), dans ce cas l'approximation de diffusion devient inadéquate. Ce point sera discuté plus bas et une amélioration proposée.

ℓ_s^* caractérise 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 $\ell_s^* \sim d$ soit de l'ordre de la taille des grains (d), suggère que la longueur de corrélation des chaînes de forces (B), dans un milieu granulaire dense ($3D$), est de courte portée. Ce résultat contraste avec la conjecture selon laquelle, cette longueur de corrélation serait plutôt de longue portée [30, 142] (cf figure 1.1). La contradiction entre ces résultats, provient probablement 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 contraintes. Néanmoins, il apparaît que ces résultats sont en accord avec une simulation numérique réalisée par *Makse et al* [31] dans un empilement $3D$ de sphères élastiques, dans lequel les auteurs ont observé une transition continue entre une distribution de forme exponentielle, puis gaussienne, pour des contraintes appliquées assez élevées ($P > 10 MPa$). Ce constat semble être également observé dans l'expérience avec le papier carbone, mais pour des contraintes plus faibles ($P \geq 0.75 MPa$). Ce changement est associé à une perte de localisation et une homogénéisation spatiale des chaînes de forces.

Application en sismologie — Enfin, il est intéressant de faire le parallèle entre la diffusion multiple d'ondes ultrasonores ($0.5 MHz$) étudiée au laboratoire, et la diffusion multiple des ondes sismiques ($\geq 1 Hz$), obtenue sur des longueurs de propagation beaucoup plus grandes, que ce soit dans les croûtes lunaires ou terrestres [143, 144]. Dans cette gamme de fréquence, la longueur d'onde est de l'ordre (voire plus petite) que la taille des hétérogénéités de la partie supérieure du manteau, et les effets de diffusion multiple sont là aussi considérables. Contrairement au cas Terrestre, les ondes multiples diffusées sont très peu atténuées sur la Lune. En effet, les ondes sismiques enregistrées sur la Terre sont fortement atténuées, c'est pourquoi, généralement, il est possible de distinguer nettement les ondes cohérentes de compression (*P-Wave*) et de cisaillement (*S-Wave*). Lorsque l'on observe l'enregistrement de coda Lunaire, il apparaît une forte ressemblance avec les ondes élastiques multiples diffusées (speckles acoustiques) enregistrées dans un milieu granulaire sec (2.3). 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 « cicatriser », contrairement au cas de la Terre (pour des solutions aqueuses minérales). En outre,

le faible gradient de pression Lunaire, avec la profondeur, associé à des températures internes plus froides, accroît cette différence. Par conséquent, 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 compressions est très faible près de la surface, typiquement de l'ordre de $v_p \sim 100m/s$, et augmente rapidement en fonction de la profondeur, pouvant atteindre $5km/s$ à $20km$ sous la surface. L'absence d'eau et d'autres fluides sur la Lune, explique par ailleurs, la très faible atténuation de la coda sismique (2.9b), caractérisée par un facteur de qualité de l'ordre de $Q_{moon} \sim 3000$, beaucoup plus élevé que celui mesuré sur la Terre (plus faible d'un à deux ordres de grandeur).

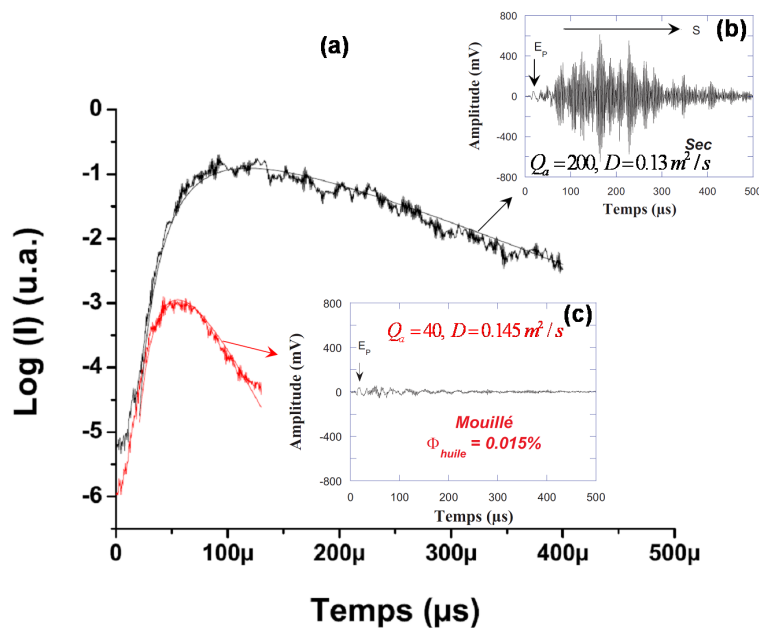


Figure 2.9 : (a) Comparaison entre l'intensité des ondes diffusées détectées à travers un matériau granulaire sec (en noir) et faiblement mouillé (en rouge) par de l'huile de pompe. Les traits pleins correspondent aux courbes théoriques (2.6). En encart, signal ultrasonore typique détecté dans les deux cas. Extrait de *Jia* [12].

Cette différence résulte probablement du fait que, le coefficient de friction entre particules Lunaires est beaucoup plus grand que celui entre grains terrestres, notamment à cause du vide Lunaire plus important. De part une plus faible vitesse de propagation et une plus faible dissipation d'énergie, les propriétés de coda Lunaire s'avèrent assez comparables à celles qui sont observées dans les milieux granulaires, où l'onde se propage à travers un réseau de contacts très hétérogène. Ainsi, certains phénomènes observés dans les milieux granulaires, comme l'augmentation de la dissipation due à la lubrification des contacts [12, 10], 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. En effet, 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, *Jia* [12] a aussi examiné 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, ces travaux ont été

poursuivis par *Brunet et al* [10]. Une très faible quantité (0.015%) d'huile de pompe ($\eta \approx 20 \times 10^{-3} Pa \cdot s$ et $\gamma \approx 20 mN/m$) a été ajoutée à un échantillon de billes sèches, puis le tout a été vigoureusement mélangé pour répartir le plus homogènement que possible le liquide à la surface des billes. Il s'avère que pour de telles quantités de liquide, celui-ci reste coincée dans des micro-ménisques qui se forment dans les aspérités de surface des grains. La présence d'un tel liquide mouillant, est à l'origine de forces adhésives importantes mais aussi d'effets de lubrification entre les grains. Une fois mouillés l'amplitude de l'onde diffusées chute considérablement, traduisant un mécanisme de dissipation très important ($Q_a \approx 40$). Dans ce cas, la lubrification induite par l'huile tend à réduire le seuil de friction statique entre les grains et a pour effet d'augmenter le nombre de contacts qui peuvent glisser l'un par rapport à l'autre lors de la transmission ultrasonore.

- Détermination de la diffusivité \mathcal{D} et de l'absorption Q_a^{-1}

Examinons la méthode de détermination des deux paramètres clés du modèle de diffusion, \mathcal{D} et Q_a , déterminés par l'ajustement aux données expérimentales du fit théorique établie à partir de l'équation (2.6).

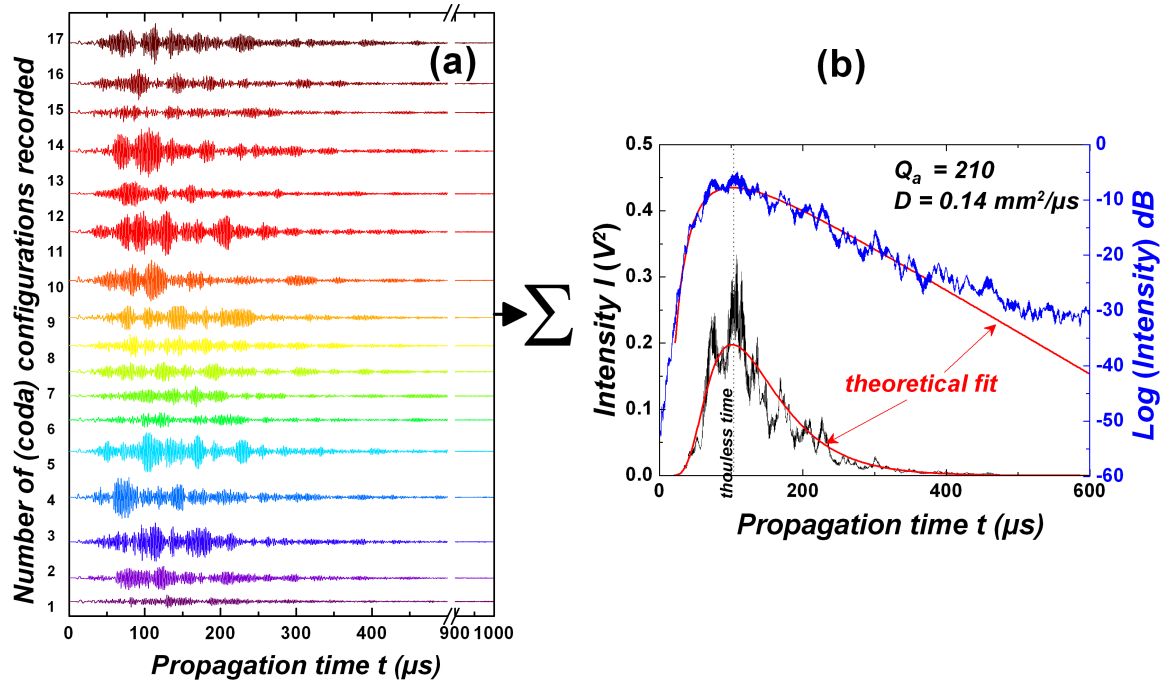


Figure 2.10 : (a) Signaux ultrasonores détectés à travers un échantillon d'épaisseur 11 mm et soumis à une contrainte 618 kPa . (b) Intensité moyennée sur 17 configurations des ondes diffusées. La courbe théorique, correspondant à l'équation (2.6), est représentée en trait plein (rouge).

Afin d'obtenir des résultats sur une moyenne d'ensemble, on réalise plusieurs fois le même protocole ($\mathcal{N} = 20$), puis on moyenne les signaux obtenus. Plus la moyenne d'ensemble est élevée, plus l'erreur de mesure est faible. En effet, l'ampleur des fluctuations temporelles qui restent après une moyenne d'ensemble de l'intensité transmise s'avère être de l'ordre $\pm 1/\sqrt{\mathcal{N}}$, soit de $\sim 25\%$ et 10% pour un nombre de configuration (\mathcal{N}) de 20 et 100, respectivement. A chaque configuration, l'échantillon est préparé de nouveau et la mesure ultrasonore est effectuée seulement lorsque la

force appliquée est raisonnablement asservie par la presse *MTS* (soit à $\pm 0.1N$). Pour tous les échantillons, nous avons réalisé l'acquisition du signal après un temps de vieillissement de $15mn$. On montre, sur la figure (2.10), les signaux ultrasonores typiques détectés (et pré-filtrés analogiquement entre $30kHz$ et $3MHz$ afin de limiter au mieux le bruit) à travers un matériau granulaire d'épaisseur $11mm$ et soumis à une force appliquée de $500N$. Une fois les signaux enregistrés sur ordinateur, pour chaque configurations on retranche la composantes basse fréquence (E_P et E_S) du signal transmis, en appliquant un filtre passe-haut numérique ($f \geq 0.3MHz$), illustré sur la figure (2.10a). L'intensité des ondes diffusées est obtenue en élevant au carré l'amplitude des signaux ainsi filtrés. Enfin, l'intensité est moyennée sur les \mathcal{N} configurations, comme cela est illustré sur la figure (2.10b). En pratique, il est plus commode de tracer le logarithme de l'intensité, cela permet d'apprécier davantage la décroissance exponentielle de l'intensité due à l'absorption du son (τ_a) dans le matériau. On observe que l'intensité augmente rapidement au temps courts, essentiellement déterminé par \mathcal{D} , jusqu'à atteindre un maximum, puis décroît exponentiellement aux temps longs, dont la pente est principalement contrôlée par Q_a .

Amélioration de la mesure de l'intensité ultrasonore — On observe sur la figure (2.11), principalement trois déviations du profil de l'intensité, rendant problématique l'ajustement de la courbe expérimentale par la courbe théorique.

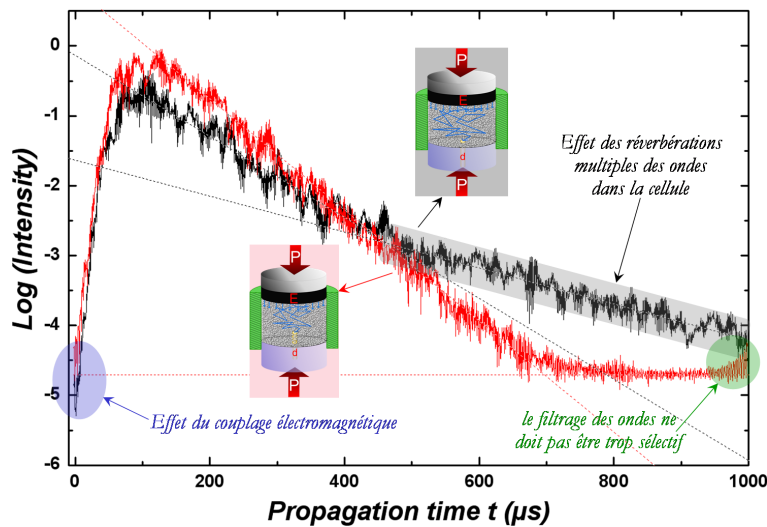


Figure 2.11 : Comparaison de l'intensité obtenue sur 20 configurations, pour le montage avec le pinducer au bord de la cellule (en noir) et rentré de 13 mm (en rouge). L'épaisseur effective de l'échantillon granulaire demeure constante, soit $L = 11mm$.

Le début de la courbe d'intensité ne doit pas être pris en compte. En effet, il apparaît une divergence pour $t < 0$ de la fonction de $J(t)$ (2.5) non causale (la fonction $J(t)$ réelle vaut 0 si $t < 0$), qui se traduit après convolution par une divergence pour $t < T_0$. On peut observer aux premiers temps de la courbe d'intensité, des oscillations plus ou moins visibles (surtout à faibles contraintes). Ces oscillations ne doivent pas être prises en compte, puisqu'elles ne correspondent pas à un phénomène physique, mais à la propagation des impulsions à travers les parois de la cellule (dans lesquelles la vitesse de propagation est 10 fois plus rapide) par couplage électromagnétique et à la qualité du filtrage numérique des signaux. Enfin, un réel problème apparaît pour

le *fit* à temps long, pouvant biaiser la détermination du facteur de qualité (Q_a). En effet, on observe un changement de la pente du profil de l'intensité (représentée en noir sur la figure (2.11)) vers $400\mu s$. Ce changement n'est pas prédit par le modèle de diffusion, alors que celui-ci devrait davantage se vérifier aux temps longs, c'est-à-dire lorsque l'onde a subi un grand nombre de diffractions.

Afin d'éliminer et de comprendre cet effet, nous avons réalisé différentes cellules de confinement et par la suite nous avons focalisé notre attention plus particulièrement sur l'isolement du *pinducer* par rapport au dural. En effet, nous nous sommes aperçus que les réflexions multiples du signal incident se propageant à travers les parois de la cellule, pouvaient être détectées par le *pinducer* (le quartz ou zone active étant situé sur le haut du détecteur) ceci est dû à la solidarité de celui-ci avec le dural. Par exemple, nous avons créé plusieurs jeux mécaniques, constitués de trois bagues encerclant le *pinducer*. Le problème a été résolu la cellule étant vide, malheureusement, une fois celle-ci remplie de billes et le milieu contraint, nous avons constaté une faible amélioration du signal détecté mais il restait toujours pollué par les réflexions multiples. Les différents essais ne donnent malheureusement pas de résultat concluant et n'améliorent pas les signaux. Cependant, dans l'optique de réaliser cette expérience sous gravité, comme présenté au *chapitre 1* figure (1.5b), l'idée est venue de faire des mesures en rentrant le *pinducer* à l'intérieur du milieu granulaire, comme illustré sur la figure (2.2). Ces mesures s'avèrent extrêmement intéressantes, car l'entrée du *pinducer* dans le milieu a pour effet de supprimer significativement l'effet des réverbérations multiples du signal se propageant à travers les parois de la cellule. La figure (2.11), permet de comparer le résultat obtenu, pour une même contrainte et fréquence d'excitation, avec et sans modifications du dispositif expérimental.

Nous avons mis clairement en évidence l'effet engendré par les réverbérations multiples du signal, polluant considérablement le profil de l'intensité et ayant pour effet direct de biaiser la détermination du facteur de qualité. Avant que cette modification du dispositif expérimental ne soit apportée, autant que faire se peut, l'évolution temporelle de l'intensité était tronquée après un temps de propagation supérieur à $400 - 500\mu s$. De plus, la zone active du détecteur ultrasonore est recouverte d'une fine pellicule d'or (faisant office d'électrode dite de masse avec le reste du boîtier) et s'avère extrêmement fragile, elle se détériore rapidement au fur et à mesure des expériences (contact direct avec les billes de verre). Or plus cette couche est détériorée, plus la sensibilité du capteur diminue. Plus aucun signal n'est détecté si la jonction électrode-boîtier n'est plus assurée. Afin de s'affranchir de ce problème, pouvant détériorer la bonne reproductibilité des mesures, et afin de conserver une sensibilité à la détection la plus optimale possible, nous avons collé (avec un gel couplant acoustique) une fine feuille d'aluminium sur la tête du détecteur. En pratique, on observe ainsi une nette augmentation de l'amplitude du signal ultrasonore détecté et une bonne reproductibilité.

Estimation de l'erreur de mesure — Généralement, afin d'améliorer le profil de l'intensité, on lisse celui-ci à 5 points, ceci s'avère amplement suffisant du fait de la qualité des signaux ultrasonores détectés. Lorsque le rapport signal sur bruit diminue (pour les contraintes les plus faibles), l'intensité est lissée à 10 points (chaque signal est échantillonné sur 10000 points). L'évolution temporelle de l'intensité est

ajustée à partir de l'équation (2.6), afin d'extraire les deux paramètres clefs du modèle de diffusion, à savoir la diffusivité \mathcal{D} et le facteur de qualité $Q_a (= \omega\tau_a)$ traduisant le mécanisme de dissipation interne (absorption intrinsèque). De plus, la courbe théorique peut être ajustée via un troisième paramètre de contrôle, qui joue le rôle d'offset vertical I_0 , mais qui n'engendre aucune modification des valeurs de \mathcal{D} ou Q_a . La procédure n'est pour l'instant pas informatisée, et l'optimisation, afin de coller au mieux à la courbe expérimentale, est réalisée manuellement via un programme développé sous *Mathematica*. Bien que moins précise, par rapport à un algorithme de fit plus élaboré, cette méthode permet néanmoins d'estimer les paramètres $\mathcal{D} \pm 0.02$ et $Q_a \pm 10$ avec une bonne précision et une barre d'erreur raisonnable, comme on le présente sur la figure (2.12).

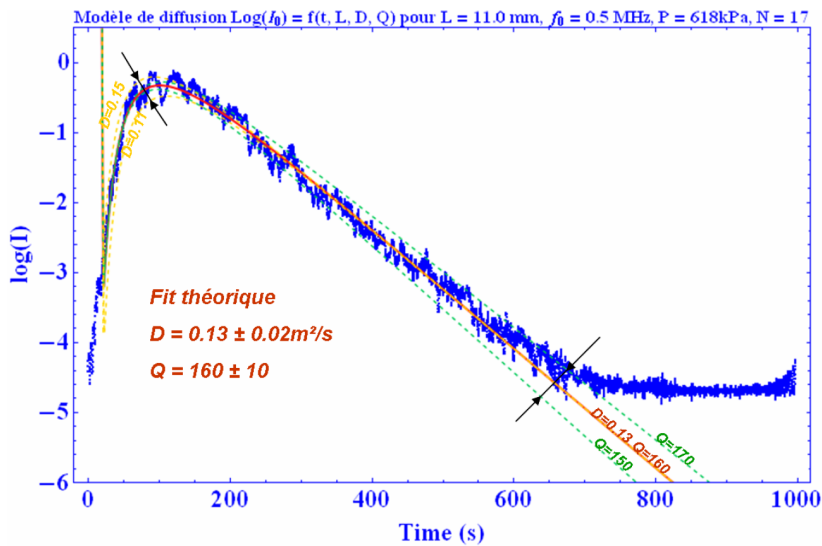


Figure 2.12 : Tracé du logarithme de l'intensité moyenne (lissé à 5 points) pour $P = 0.6 \text{ MPa}$, $f_0 = 0.5 \text{ kHz}$. Paramètres : $L = 11 \text{ mm}$, $v_s = 500 \text{ m/s}$, $Q_a = 160$, $\mathcal{D} = 0.13 \text{ mm}^2/\mu\text{s}$. On estime l'erreur de mesure obtenue, en prenant un encadrement large par ajustement manuel de l'équation (2.6), on trouve une précision sur \mathcal{D} à ± 0.02 et sur Q_a à ± 10 .

L'équation (2.6) prédit en effet, que le profil temporel de la densité moyenne d'énergie dépend sensiblement du coefficient de diffusion \mathcal{D} et du temps d'absorption τ_a . La montée aux temps courts de l'intensité est déterminée par \mathcal{D} , alors que la décroissance exponentielle observée aux temps longs est fortement conditionnée par τ_a , comme cela est mis en évidence sur la figure (2.12). Dans l'approximation de diffusion, pour les équations de transport scalaire, le coefficient de diffusion est donné par $\mathcal{D} = (1/3)v_e\ell^*$ où ℓ^* est le libre parcours moyen et v_e est la vitesse à laquelle l'énergie est transportée. Si on suppose que $z_0 \approx \ell^*$ et que v_e peut être identifiée à la vitesse de l'onde cohérente de cisaillement $v_e \sim v_s$, alors, en ajustant le profil temporel de l'intensité moyenne transmise, on trouve un coefficient de diffusion de l'ordre de $0.13 \pm 0.02 \text{ mm}^2/\mu\text{s}$ et du facteur de qualité de l'ordre de 160 ± 10 . Les courbes en traits pleins sur la figure (2.12) sont le résultat de l'ajustement de l'équation (2.6).

- Détermination du libre parcours moyen de transport (ℓ^*)

(i) *Page et al* [116] ont pu déterminer le libre parcours moyen de transport (ℓ^*) puis la vitesse de transport des ondes (v_e) à l'aide de la mesure absolue du coefficient de transmission (\mathcal{T}). En effet, à l'aide de la relation fournie

par *Sheng p.189 equ 5.151* [103], et dont l'applicabilité expérimentale a été établit par *Durian* [145], il apparaît que le coefficient de transmission ⁶ \mathcal{T} dépend de ℓ^* et est déterminé par l'expression suivante :

$$\mathcal{T} = \frac{[1 + \mathcal{CA}] - [1 + \mathcal{A} + \mathcal{CA}] e^{-L/\ell_s}}{[\mathcal{A} + 2\mathcal{CA}]} \times \frac{\left[\frac{L+2CL}{z_0+CL} \right] \{ \sinh [z_0\mathcal{B}] + CL\mathcal{B} \cosh [z_0\mathcal{B}] \}}{\left[1 + (CL\mathcal{B})^2 \right] \sinh [L\mathcal{B}] + 2CL\mathcal{B} \cosh [L\mathcal{B}]} \quad (2.7)$$

où $\mathcal{A} = L/\ell^*$, $\ell_s \approx \ell^*$ et $\mathcal{B}^2 = 1/\mathcal{D}\tau_a = \omega/\mathcal{D}Q_a$. Ainsi, en injectant les valeurs de \mathcal{D} et τ_a , mesurées précédemment, dans l'équation (2.7), à *priori*, il est possible d'extraire ℓ^* par ajustement de l'équation (2.7) aux données expérimentales. Enfin, connaissant ℓ^* , il est alors possible de déterminer $v_e (= 3\mathcal{D}/\ell^*)$. Dans le cas des matériaux granulaires, la détermination du libre parcours moyen de transport à l'aide de cette méthode expérimentale s'avère délicate, voire inextricable, contrairement au cas d'une suspension où la propagation se fait dans un réservoir d'eau. En effet, comment déterminer le coefficient de transmission sans avoir l'enregistrement d'un signal ultrasonore de référence ? Cependant, à l'aide du dispositif expérimental, illustré sur la figure (2.13a), nous avons essayé de mesurer \mathcal{T} à un facteur d'anisotropie près ($v_S^{\parallel}/v_S^{\perp} \sim 1.2$). L'idée générale étant d'émettre un train d'impulsions suffisamment long, ici 500 impulsions de $2\mu s$, soit d'une durée de $1ms$, et à partir du signal ainsi détecté (fig. 2.13b), puis moyenné sur un nombre suffisent de configuration (20), de tracer l'intensité ainsi transmise.

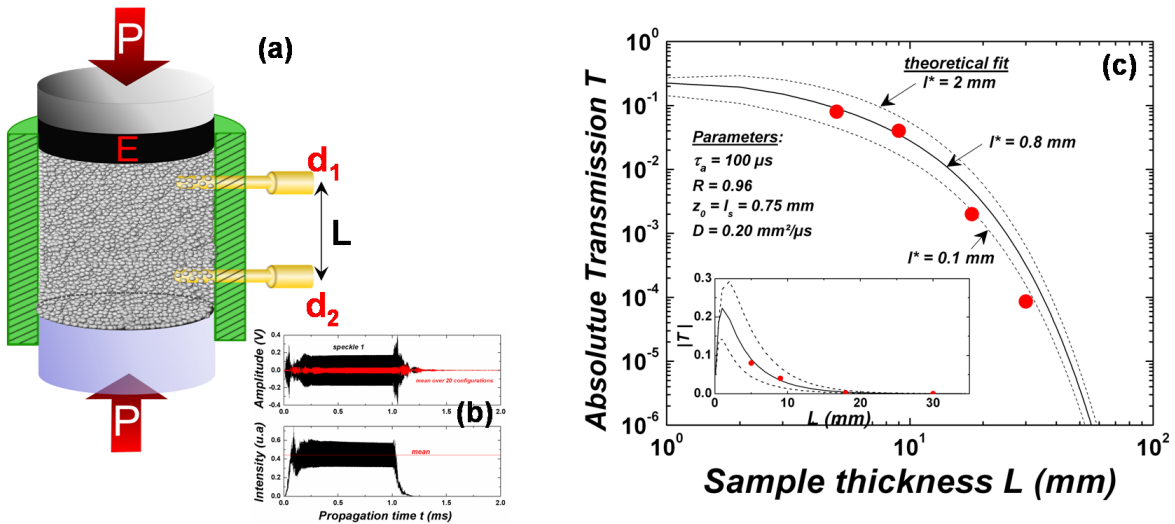


Figure 2.13 : (a) Dispositif expérimental permettant la mesure du coefficient de transmission. (b) Signal ultrasonore détecté (en noir) et moyenné sur 20 configurations (en rouge) et intensité acoustique. (c) Calcul du coefficient de transmission à partir de l'équation (2.7) avec comme paramètres de contrôle : $D = 0.20\text{mm}^2/\mu s$, $\tau_a = 100\mu s$, $z_0 \approx \ell_s \approx 0.8\text{mm}$ et une réflectivité moyenne de $\mathcal{R} \approx 0.96$.

6. Le coefficient de transmission est lié à l'atténuation et donc au libre parcours moyen de transport : $\mathcal{T} \propto e^{-\alpha L} \propto e^{-L/2\ell^*}$. En effet, nous verrons par la suite que $\alpha = 1/2\ell^*$.

On mesure ensuite l'amplitude de l'intensité, située dans la partie plate moyenne, comme illustré sur la figure (2.13b). Le rapport des amplitudes obtenues pour les deux détecteurs (positions différentes), espacés d'une distance de propagation L , permet alors de déduire \mathcal{T} . Malheureusement, nous n'avons pas réussi à obtenir une précision de mesure de \mathcal{T} nous permettant d'ajuster la courbe théorique de \mathcal{T} , établi à partir de l'équation (2.7) de manière satisfaisante par rapport aux points expérimentaux obtenus, ceci afin d'extraire raisonnablement une valeur de ℓ^* . La pratique de cette méthode s'avère délicate à mettre en œuvre. D'une part, elle nécessite une très bonne maîtrise de la préparation des échantillons (afin d'être le plus reproductible possible d'un test à l'autre), et d'autre part il est nécessaire d'avoir un nombre de points expérimentaux suffisant, notamment aux épaisseurs les plus faibles. Un algorithme de fit doit être employé, sans quoi, les valeurs de ℓ^* risquent d'être biaisées par l'imprécision de l'ajustement effectué manuellement. Néanmoins, on présente sur la figure (2.13c), le calcul du coefficient de transmission obtenu à l'aide de l'équation (2.7), lorsque l'on prend en compte les valeurs de \mathcal{D} et τ_a obtenues dans le cas d'un matériau granulaire. Lorsque ℓ^* augmente \mathcal{T} augmente faiblement, surtout aux épaisseurs les plus faibles. Enfin on remarque que ℓ^* influence faiblement \mathcal{T} , ceci montre bien que l'extraction de ℓ^* est rendue délicate par cette méthode. Ceci implique, qu'il est indispensable de réaliser des mesures le plus propre possible, ce que *Page et al* [116] ont réussi, sous peine d'extraire des valeurs de ℓ^* complètement biaisées.

(ii) Finalement, nous avons utilisé une seconde méthode. Afin de déterminer ℓ^* ($= 3\mathcal{D}/v_e$), nous avons mesuré la vitesse de compression et de cisaillement, comme cela est présenté sur la figure (2.14).

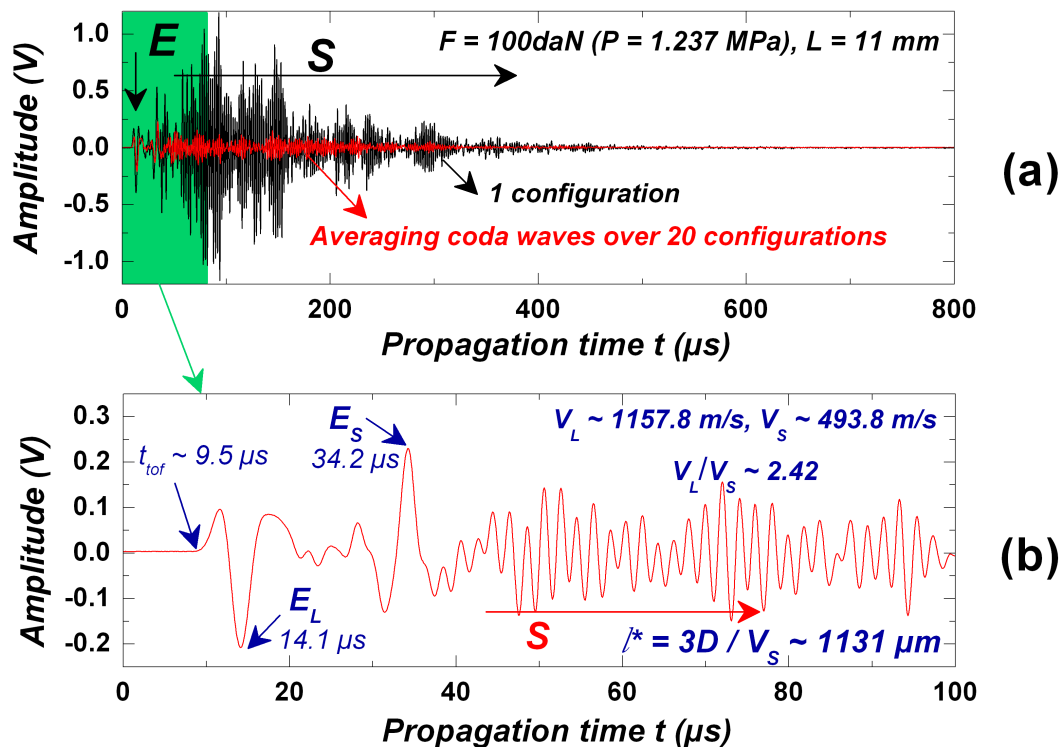


Figure 2.14 : (a) Signal ultrasonore détecté (en noir) et moyenné sur 17 configurations (en rouge). (b) Zoom sur les ondes cohérentes de compression et de cisaillement.

L'idée générale est la suivante. Connaissant la hauteur de l'échantillon (L), on détermine la vitesse du son longitudinale graphiquement, c'est-à-dire à partir du *temps de vol* (cf. *chapitre 1*), ce temps correspond au moment où l'onde est reçue sur le pinducer. Alors que la mesure du temps de vol de l'onde de compression est « facile », celle de l'onde de cisaillement l'est beaucoup moins. En effet, l'onde de compression est la première onde à arriver sur le pinducer, elle se repère donc aisément, comme on peut l'observer sur le signal ultrasonore présenté sur la figure (2.14b). En revanche, l'onde de cisaillement est malheureusement souvent noyée au milieu de la coda, du fait de sa vitesse (deux fois) plus faible, son vrai temps de vol est donc plus difficilement accessible. Dans un premier temps, on mesure le vrai temps de vol correspondant à l'onde de compression qui, pour ce test, est de l'ordre de $9.5\mu s$: l'onde longitudinale se propage à une vitesse de l'ordre de $1157.8m/s$. Dans un second temps, pour déterminer la vitesse de cisaillement, on prélève les temps associés au maximum d'amplitude de l'onde de compression et de cisaillement. On note que l'onde de cisaillement est en opposition de phase à l'onde de compression. Pour les ondes de compression et de cisaillement, ces temps s'avèrent être de l'ordre de $t_L \approx 14.1\mu s$ et $t_S \approx 34.2\mu s$, respectivement. Pour une distance de propagation L , le rapport de t_S sur t_L est équivalent au rapport de V_L sur V_S , par conséquent, il vient un rapport des vitesses du son de l'ordre de 2.42. Il apparaît que ce rapport est légèrement supérieur à celui prédit par le théorème d'équipartition $V_L/V_S \geq \sqrt{3}$. On peut donc dire que, l'onde transversale se propage à une vitesse de l'ordre de $493.2m/s$. Si l'on suppose que la vitesse de cisaillement est identifiable à la vitesse de transport de l'énergie (v_e), il est alors possible de déterminer un libre parcours moyen de transport. Enfin, pour ce test, l'ajustement de l'intensité par le modèle de diffusion, permet de déterminer un coefficient de diffusion de l'ordre de $\mathcal{D} \approx 0.184mm^2/\mu s$, il vient alors un libre parcours moyen de transport de l'ordre de $1.13mm \sim d$. Dans la suite de cette étude, v_s et ℓ^* seront déterminés, de manière systématique, par cette méthode.

2.3 Résultats expérimentaux

2.3.1 Évolution de ℓ^* en fonction de la contrainte

Dans un premier temps, afin d'étudier l'influence de la pression de confinement sur la diffusivité et le facteur de qualité (Q_a), nous avons réalisé plusieurs séries d'expériences, suivant la méthode de traitement des signaux exposées précédemment, pour une force appliquées s'étalant de $5N$ à $1000N$ (10 contraintes différentes). Chaque test a été réalisé pour ~ 20 configurations différentes (l'échantillon a été préparé à nouveau d'un test à l'autre). Lorsque la contrainte est faible ($< 50kPa$), il devient extrêmement difficile de réaliser des mesures propres, dans le sens où l'amplitude des signaux devient relativement faible devant un rapport signal sur bruit prépondérant. Afin de contourner cette difficulté, nous avons diminué l'épaisseur de l'échantillon. En effet, comme l'a mis en évidence *Jia* [12] dans un matériau granulaire (ainsi que *Page et al* dans une suspension [116]), le coefficient de diffusion et le facteur de qualité, *a priori*, ne dépendent pas de l'épaisseur de l'échantillon (comme cela est présenté sur la figure 2.5). Fort de cette observation, la diminution de l'épaisseur de l'échantillon a pour effet, de diminuer le chemin parcouru par l'onde diffusée (mais aussi celui de l'onde cohérente), ceci permet d'améliorer le rapport signal sur bruit et d'augmenter de manière significative l'ampli-

tude des signaux ultrasonores détectés. On passe de 11mm à 8mm , puis 5mm pour la plus basse contrainte (6kPa). Les résultats obtenus s'avèrent convaincants, et on présente sur la figure (2.15) les courbes expérimentales des profils d'intensité obtenus et leurs fit théoriques respectifs (en trait rouge), ainsi que les courbes expérimentales obtenues pour D et Q_a en fonction de P . Pour ces deux séries de mesures, tous les signaux ont été filtrés (numériquement) de façon systématique entre 300kHz et 800kHz . Le signal d'excitation correspond à un train de 10 impulsions, centré à $f_0 = 500\text{kHz}$.

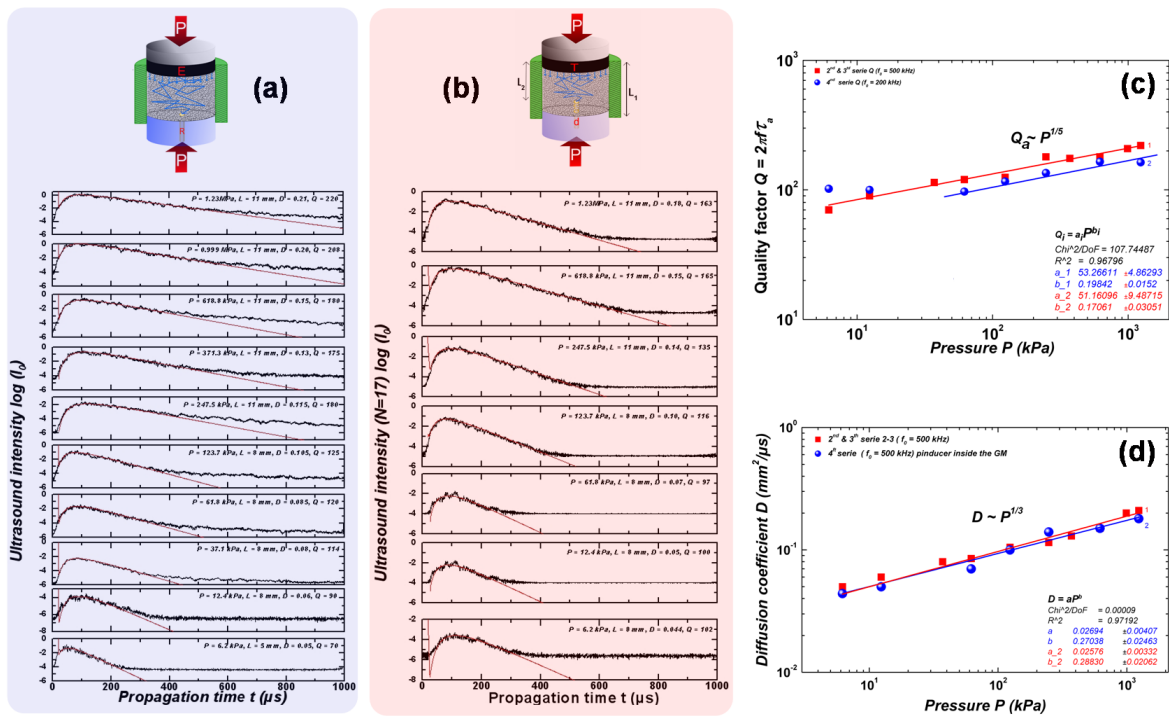


Figure 2.15 : Profils des intensités obtenues (a) lorsque le pinducer effleure le piston du bas de la cellule, (b) et lorsqu'il est rentré dans le milieu granulaire. L'épaisseur de l'échantillon, dans les deux cas est identique. Évolution (c) du facteur de qualité Q_a (d) et du coefficient de diffusion D en fonction de la pression de confinement P .

On s'attend donc à avoir une réponse dans cette tranche de fréquence, l'expérience nous le montre comme cela a été présenté plus haut figure (2.3b). La raison fondamentale d'un tel filtrage, au-delà de 300kHz , est d'éliminer au mieux la réponse fréquentielle de l'onde cohérente, comprise entre 1kHz et 250kHz , par conséquent, une étude de l'onde diffusée seule est alors rendue possible. Le filtre passe-bas à 800kHz ne sert qu'à éliminer les rares parasites hautes fréquences qui, quelque part, sont pré-filtrés naturellement par la fonction de transfert des matériaux granulaires. En effet, comme nous l'avons vu au chapitre 1 figure (1.29), la réponse spectrale d'un matériau granulaire se comporte comme un filtre passe-bas. Les graphes de la diffusivité (D) et du facteur de qualité (Q_a) ci-dessus, montrent une bonne dépendance en loi de puissance. On observe que D augmente avec la contrainte, de manière intuitive on peut donc dire que l'onde se diffuse mieux lorsque le réseau de chaînes de force tend à s'homogénéiser au sein du matériau. Q_a augmente avec la contrainte : plus le milieu est homogène, moins l'onde est diffractée. Cependant, on reste prudent sur l'interprétation des exposants obtenus. En effet, on rappelle que nous avons fait l'hypothèse que la vitesse de transport est identifiable à la vitesse de cisaillement, ce que nous n'avons

pas pu vérifier expérimentalement. De plus, l'ajustement du fit théorique aux courbes expérimentales, permettant d'extraire \mathcal{D} et Q_a , a été réalisé manuellement. Cependant, l'écart des points expérimentaux avec les lois de puissance ajustées, reste raisonnable. On trouve :

$$\mathcal{D} \propto P^{0.3} \quad \text{et} \quad Q_a \propto P^{0.2} \quad (2.8)$$

La figure (2.16) présente l'évolution du libre parcours moyen (ℓ^*), calculé à partir de la mesure de D et v_s . Bien qu'il faille rester prudent sur la valeur de l'exposant obtenu, on retrouve le résultat attendu : ℓ^* augmente avec P . Ce résultat semble confirmer l'analyse dimensionnelle faite en début de section, et suggère que l'on se trouve plutôt en régime *de diffusion de Mie* :

$$\ell^* \propto P^{0.19} \quad (2.9)$$

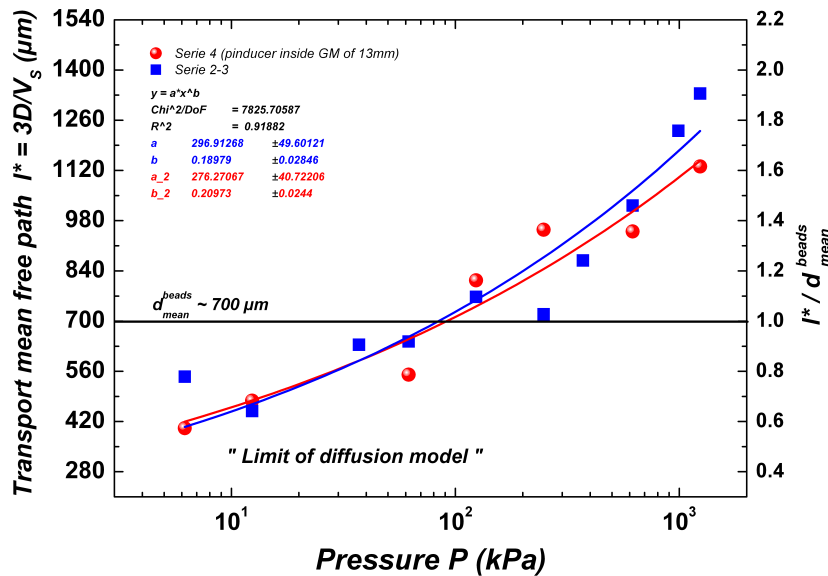


Figure 2.16 : Évolution du libre parcours moyen de transport ℓ^* en fonction de la pression de confinement P , ajusté (en trait plein) par une loi en puissance.

Cependant, un problème fondamental apparaît pour le fit à temps court. En effet, on remarque un écart au temps courts (là où intervient principalement \mathcal{D}) entre le fit théorique et les courbes d'intensité correspondant aux contraintes les plus faibles (cf. figure (2.17)). En pratique, il apparaît que nous n'arrivons plus à ajuster le modèle théorique de diffusion à la partie initiale de l'intensité de manière satisfaisante, ce qui pourrait correspondre à la limite de validité du régime diffusif, se traduisant par des diffractions simples à travers le réseau de contacts. Si la charge extérieure augmente, de plus en plus de chaînes de forces apparaissent, elles subissent des changements erratiques [31] jusqu'à ce que le système atteigne un état de saturation lorsque toutes les particules subissent des charges comparables. Dans ce cas, le matériau peut être vu comme un milieu homogène. Cependant, cette limitation du modèle de diffusion s'avère surprenante. A-t-on affaire à un processus de sous/sur-diffusion, comme cela a été mis en évidence par *Barthelemy et al* [146] (pour un matériau granulaire à polydispersité élevée), ou à un phénomène de localisation d'onde (confinement spatial des ondes dû au

désordre) nommé plus généralement localisation d'*Anderson* [147]? Malheureusement, pour l'instant cette observation reste un problème ouvert. Nous avons vu au *chapitre 1*, qu'il était possible de détecter des ondes diffusées dans le cas d'un matériau granulaire sous gravité. Naturellement, l'idée vient alors de tester l'approximation de diffusion dans ce type de matériau non consolidé (métastable) et extrêmement hétérogène (où les effets non linéaires sont probablement très élevés). Ces expériences sont en cours au laboratoire.

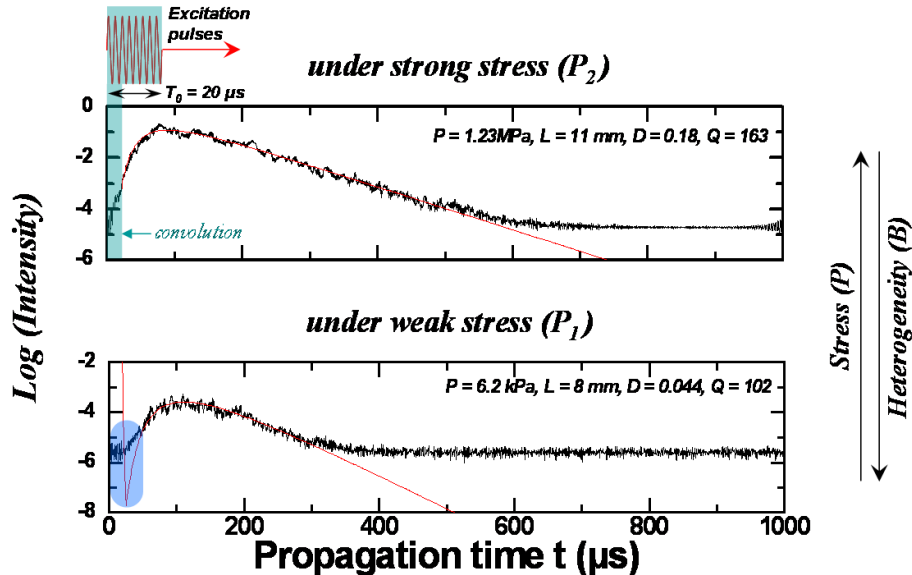


Figure 2.17 : Illustration du problème de fit du modèle théorique de diffusion rencontré lorsque la contrainte de confinement devient faible. Illustré ici pour la contrainte la plus forte 1.2MPa et la plus faible 6.2kPa . Lorsque la contrainte augmente, le réseau de chaîne de force tend à s'homogénéiser au sein du matériau, comme l'illustrent les simulations numériques réalisées par *Ellenbroel* [148], ainsi que par *Makse et al* [31].

2.3.2 Évolution de \mathcal{D} , ℓ^* et Q_a^{-1} en fonction de la fréquence

Afin d'étudier l'influence de la fréquence sur la diffusivité et le facteur de qualité ($Q_a = \omega\tau_a$), nous avons fait varier la fréquence d'excitation (f_0) et modifié le filtrage des signaux. f_0 a été ajustée sur une gamme de fréquence comprise entre 300kHz et 800kHz , par pas de 100kHz . À l'aide de filtre numérique, les signaux ultrasonores ont été filtrés à $\pm 10\text{kHz}$ autour de la fréquence d'excitation. En pratique, on préfère réaliser un filtrage analogique à cause des imperfections inhérentes au filtrage numérique, effectué ici par *FFT* (*Fast Fourier Transform*). Cependant, lorsqu'il s'agit d'effectuer un filtrage assez sélectif des signaux, les filtres numériques s'avèrent bien adaptés, dans le sens où le contenu spectral situé hors bande passante du filtre est fortement atténué. Il est à noter que le filtre passe-bande utilisé, ne peut être choisi trop étroit, sous peine de générer des hautes fréquences se superposant au spectre initial et ayant pour effet de modifier les premiers et derniers instant de l'intensité (*cf. figure 2.11*). De plus, il s'avère impossible, pour ce matériau, de pouvoir réaliser une étude de l'influence de \mathcal{D} et Q_a sur une gamme de fréquence plus large (plusieurs décades). En effet, deux limites physiques imposées par ce système ne peuvent être franchies. La première limitation, basse fréquence, est imposée par le fait que le contenu spectral de l'onde cohérente se

situé principalement dans la gamme $1kHz$ à $250kHz$, comme exposé précédemment (on souhaite, ici, étudier l'onde diffusée seule). La seconde limitation, haute fréquence, vient du fait qu'il n'est pas possible d'abaisser la longueur d'onde (λ) en-dessous du diamètre moyen des grains ($d = 0.7 \pm 0.1mm$), le système l'interdit. En effet, lorsque l'on mesure la fréquence moyenne des ondes diffusées (f_{coda}) en fonction de la fréquence d'excitation (f_{exc}), présenté sur la figure (2.18), il apparaît qu'au-delà d'une certaine fréquence limite ($f_{th} \sim 0.8MHz$), f_{coda} dépend anormalement de f_{exc} . Lorsque f_{exc} augmente, λ diminue avant de franchir f_{th} . Ainsi, λ peut être ajusté entre $\sim 2mm$, pour une fréquence basse de $0.3kHz$, jusqu'à atteindre l'ordre de grandeur du diamètre moyen des grains $\lambda \sim d \sim 0.7mm$. Lorsque f_{th} est dépassée, la courbe s'inverse et λ augmente de nouveau, ceci est présenté dans l'encart de la figure (2.18).

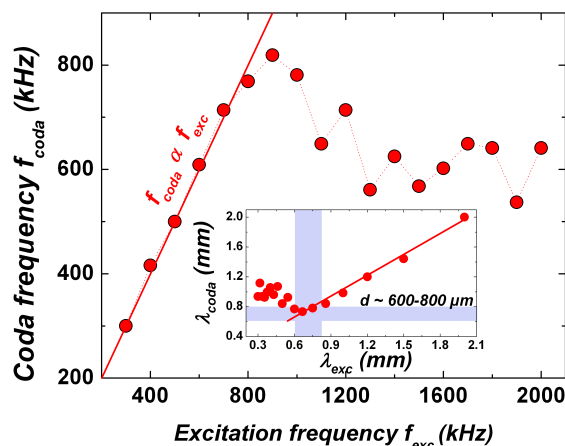


Figure 2.18 : Évolution de la fréquence de l'onde diffusée f_{coda} en fonction de la fréquence d'excitation f_{exc} . f_{coda} suit une fonction linéaire de f_{exc} , jusqu'à atteindre une fréquence limite ($0.8MHz$), où f_{coda} dépend anormalement de f_{exc} . En encart, on présente $\lambda_{coda} (= c/f_{coda})$ en fonction de $\lambda (= c/f_{exc})$ pour $c = 650m/s$.

Nous avons ainsi réalisé une série de mesures pour une fréquence d'excitation comprise entre $0.3MHz$ et $0.8MHz$ (six fréquences différentes) soit ka compris entre 1.8 et 5 (dans cette gamme de fréquence on a $23.6 < kl^* < 4.17$) et pour une plage de contrainte s'étalant de $0.125MPa$ à $2.5MPa$ (huit contraintes différentes). On présente sur la figure (2.19), une partie des intensités moyennes obtenues pour quatre pressions de confinement différentes. A partir de ces résultats expérimentaux, il est possible de tracer le diagramme de la diffusivité \mathcal{D} en fonction de la contrainte P et de la fréquence ω . Dans les deux cas, il apparaît que \mathcal{D} suit une loi en puissance en fonction de P et ω . Cependant, on note un étalement des points expérimentaux, pour la fréquence la plus faible. Cet effet est principalement dû au fait qu'il devient extrêmement difficile de séparer correctement le contenu spectral de l'onde cohérente de celui correspondant à l'onde diffusée, malgré un filtrage plus étroit.

Pour toutes les autres fréquences, on trouve que la diffusivité suit une loi en puissance en fonction de la contrainte et semble inversement proportionnel à la fréquence :

$$\mathcal{D} \sim P^{0.2-0.3} \sim \omega^{-0.9} \quad (2.10)$$

\mathcal{D} augmente avec P et diminue lorsque ω augmente. Ces résultats corroborent ce-

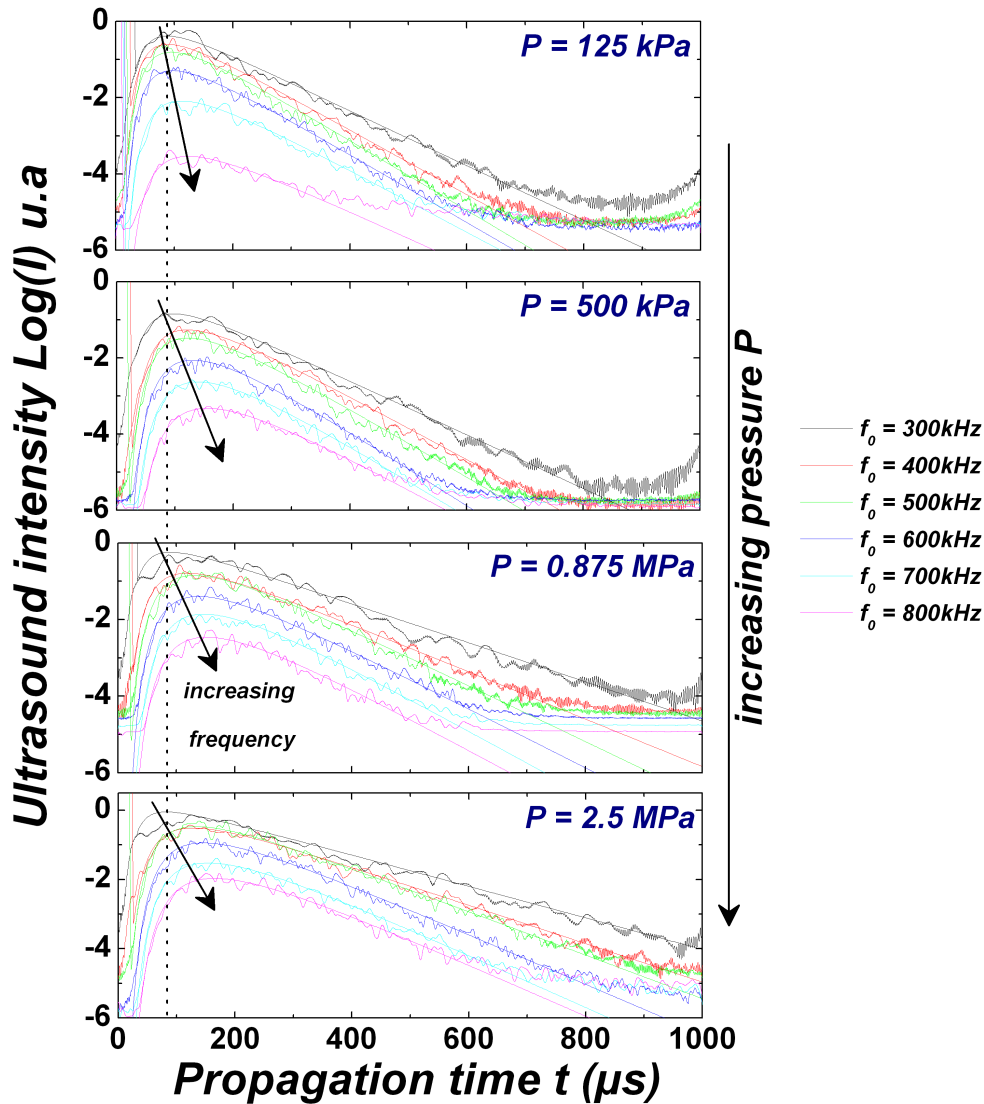


Figure 2.19 : Intensités moyennes ($N = 20$) obtenues pour différentes fréquences d'excitation ($f_0 \sim 0.3 - 0.8 \text{ MHz}$) et et contrainte ($P \sim 0.125 - 2.5 \text{ MPa}$). Les résultats du fit théorique, équation (2.3), sont représentés en trait plein.

lui obtenu précédemment en fonction de la contrainte, figure (2.15). Bien qu'il faille rester prudent sur l'interprétation des exposants trouvés, il semble que l'on observe principalement le régime intermédiaire où $\lambda \approx d$ (diffusion de *Mie*), à l'instar du régime de grande longueur d'onde (*RGLO*) où $\lambda > d$ (diffusion de *Rayleigh*), faute de ne pouvoir diminuer davantage la fréquence. En effet, pour parvenir à une analyse de \mathcal{D} et Q_a aux fréquences plus faibles, il faudrait pouvoir éliminer la composante spectrale de l'onde cohérente. Cette tâche s'avère inextricable, car le contenu spectral de l'onde cohérente déborde, aux alentours de 0.3 MHz , sur celui de l'onde diffusée. Intuitivement, on pourrait penser qu'une soustraction temporelle de l'onde cohérente, permettrait de lever cette difficulté, ce que nous avons essayé. Cependant, il apparaît par cette méthode, qu'il n'est pas possible de supprimer de manière satisfaisante l'onde cohérente. Bien que sa première apparition (après une dizaine de microsecondes) dans le signal ultrasonore détecté soit clairement identifiable, ses allers-retours dans le milieu, se superposent au signal correspondant à l'onde diffusée, ils peuvent entraîner une

surestimation du coefficient de diffusion ou du facteur de qualité. Les mesures du facteur de qualité $Q_a (= \omega\tau_a)$ en fonction de P et ω montrent également une dépendance en loi de puissance, malgré un étalement des points expérimentaux de Q_a en fonction de P .

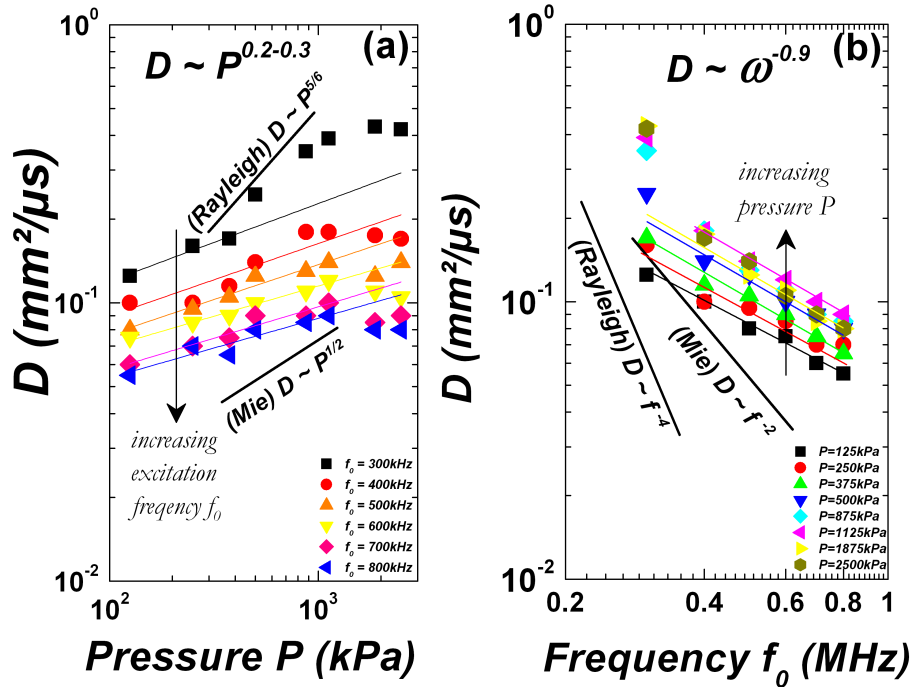


Figure 2.20 : Évolution du coefficient de diffusion D en fonction de la pression de confinement P et de la fréquence ω . Les courbes ont été ajustées (en trait plein) par une loi en puissance.

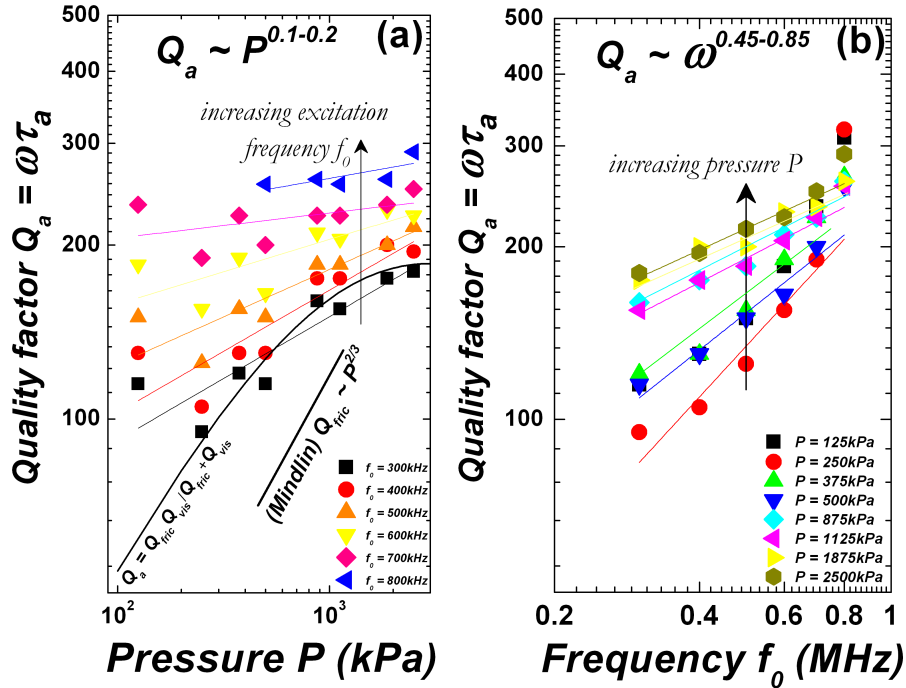


Figure 2.21 : Évolution du coefficient du facteur de qualité Q_a en fonction de la pression de confinement P et de la fréquence ω . Les courbes ont été ajustées (en trait plein) par une loi en puissance.

Pour cette gamme de fréquences, le facteur de qualité montre une bonne dépendance en loi de puissance à la fois en fonction de la contrainte et de la fréquence. On trouve que Q_a augmente avec P et ω .

$$Q_a \sim P^{0.1-0.2} \sim \omega^{0.45-0.85} \quad (2.11)$$

Ce résultat est en accord avec celui obtenu précédemment en fonction de la contrainte, figure (2.15). Cependant on observe que l'exposant obtenu pour Q_a en fonction de P est inférieur à celui prédit par le modèle de *Mindlin*, exposé au chapitre 1 (cf. équation 1.15). Comme nous le verrons plus loin, pour interpréter ces résultats, il semble nécessaire de prendre en compte un mécanisme de dissipation d'origine visqueuse [10] : $Q_a = Q_{fric}Q_{vis}/Q_{fric}+Q_{vis}$ ou $Q_{fric} \propto aP^{2/3}$ et $Q_{vis} \propto bP^{-1/3}$.

Pour chaque profil d'intensité obtenu, nous avons extrait le temps correspondant à l'instant où le profil de l'intensité acoustique est maximal, noté t_{max} . La figure (2.22), présente l'évolution de t_{max} en fonction du coefficient de diffusion \mathcal{D} .

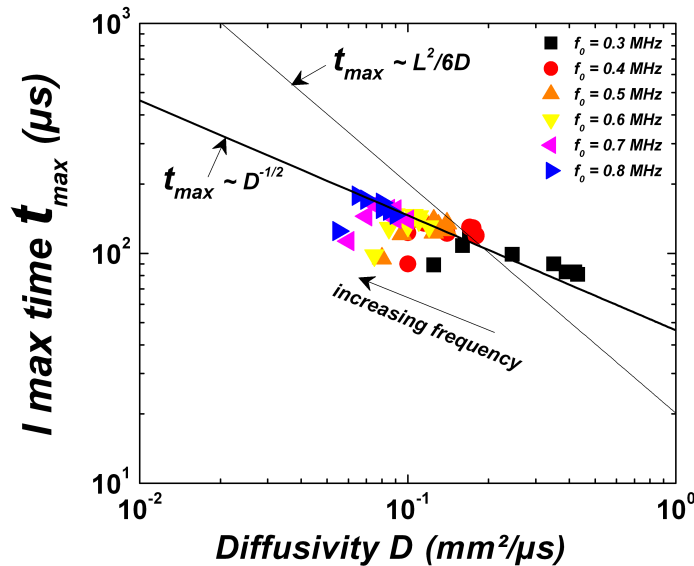


Figure 2.22 : Évolution du temps (t_{max}) correspondant au maximum d'intensité moyenne en fonction du coefficient de diffusion \mathcal{D} . Les point expérimentaux semblent s'aligner sur une courbes maîtresse du type : $t_{max} \sim \sqrt{\mathcal{D}}$.

Il apparaît que t_{max} dépend d'une loi en puissance en fonction de \mathcal{D} suivant un exposant $-1/2$. On observe que lorsque ω augmente t_{max} augmente, et que lorsque P augmente t_{max} diminue (puisque \mathcal{D} augmente avec la contrainte, figure 2.20). Ce résultat rappelle la notion de temps de diffusion (*Thouless*), observé lors de la propagation d'électrons à travers les métaux, ou de la lumière à travers des milieux hétérogènes [124]. En effet, dans un milieu diffusant (fini), une impulsion émise en un point donné, connaît une propagation complexe : l'onde directe est atténuée, l'énergie perdue est restituée (ou redistribuée) au cours du temps sous forme d'arrivées plus tardives (diffuses). Considérons un volume de taille finie, dans notre cas un cylindre de longueur L , rempli de grains (diffuseurs). Pour des temps suffisamment faibles, les grains diffusent l'onde comme dans un milieu infini, jusqu'à ce que la probabilité d'atteindre un bords devienne non négligeable. On définit, généralement, un temps

typique à partir duquel l'onde diffusée commence à « sentir » l'effet des bords. Au-delà de ce temps, l'onde diffusée explore de manière ergodique tout le volume mis à sa disposition, jusqu'à être fortement atténuée et finir par devenir indétectable (par les appareils électroniques). Généralement, ce temps⁷ est appelé temps de diffusion ou temps ergodique, ou encore temps de *Thouless*. Ce temps est défini par la relation $t_{th} = L^2/2d\mathcal{D}$, où d est la dimension (dans notre cas $d = 3$). Cependant, l'expérience montre que cette loi n'est pas vérifiée de manière satisfaisante, comme nous l'avons déjà remarqué figure (2.8).

Pour tous ces résultats expérimentaux, nous avons déterminé la vitesse de cisaillement, suivant la méthode présentée plus haut. On présente l'évolution du libre parcours moyen de transport $\ell^*(= 3\mathcal{D}/v_s)$ en fonction de la longueur d'onde $\lambda = 2\pi/k$.

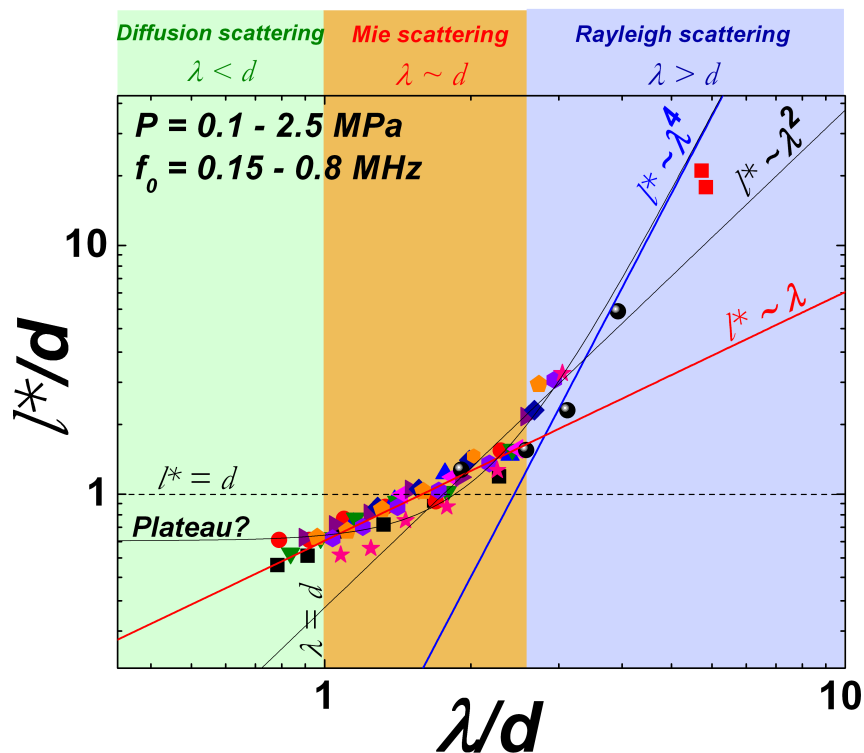


Figure 2.23 : (a) Évolution du libre parcours moyen de transport ℓ^*/d en fonction de la longueur d'onde normalisée par le diamètre moyen des grains λ/d .

Pour que le désordre soit suffisant dans ce système multi-diffusant $3D$, nous avons veillé à ce que le libre parcours moyen de transport soit toujours plus petit que l'épaisseur de l'échantillon : $4.5 < L/\ell^* < 15$. Pour une contrainte de 0.5 MPa , on observe que :

- pour la fréquence la plus faible 0.2 MHz , $\ell^* \approx 12 \text{ mm}$,
- pour des fréquences intermédiaires de 0.3 MHz et 0.5 MHz , ℓ^* est de l'ordre de 3.8 mm et $0.7 \text{ mm} \sim d_{mean}$, respectivement,
- pour la fréquence la plus élevée 0.8 MHz , ℓ^* devient inférieur au diamètre moyen d'un grain 0.36 mm .

7. L'inverse de ce temps définit une fréquence ou une énergie caractéristique appelée énergie de *Thouless* : $E_c = \hbar 2d\mathcal{D}/L^2$ où d est la dimension.

Le produit du nombre d'onde par le libre parcours moyen de transport, moyenné sur toutes les valeurs obtenues aux différentes contraintes, est de l'ordre de $22 > 5.4 > k\ell^* > 4.01$, en partant de la fréquence plus faible 0.2MHz , puis 0.3MHz , à la plus élevée 0.8MHz . La valeur de $k\ell^*$ la plus faible que nous observons, pour les fréquences les plus élevées et les contraintes les plus faibles, est de l'ordre de 3 : $k\ell^*$ diminue avec ω et P . Lorsque l'on se trouve en dessous de la courbe $\ell^* \approx \lambda$, qui caractérise le critère de *Ioffe-Regel* [149], d'après *John* [150], il est possible d'observer la mise en place de la localisation d'*Anderson*. Malheureusement, la valeur critique exacte de $k\ell^*$, à partir de laquelle il serait possible d'observer, de façon directe, la localisation d'*Anderson*, dans le cas d'ondes ultrasonores dans les milieux granulaires secs, n'est en réalité pas connue à ce jour. Dans notre cas, on observe deux régimes distincts : les points expérimentaux situés en basses fréquences, où $\lambda > d$, montrent une dépendance avec une loi de puissance rappelant le processus diffusif de *Rayleigh* $\ell^* \propto \lambda^4$. Pour des fréquences intermédiaires, où $\lambda \approx d$, on observe plutôt $\ell^* \propto \lambda$ (rappelant le processus diffusif résonnant de *Mie*). Pour les fréquences les plus hautes, où $\lambda < d$, il semble que le libre parcours moyen de transport dépende peu de la fréquence.

En pratique, il apparaît, que les points expérimentaux pouvant être obtenus au-delà d'une fréquence limite supérieure à 0.8MHz , ne pourrait permettre de mettre davantage en évidence l'existence d'un plateau diffusif, comme l'on montré *Vitelli et al* [151], par simulation numérique. En effet, comme nous l'avons vu plus haut, figure (2.18), il est impossible d'abaisser la longueur d'onde en-dessous de la taille des grains, puisque naturellement, le système l'interdit. *Vitelli et al* ont calculé les modes vibratoires (densité d'état) d'un empilement de sphères molles ($3D$), sans friction, en fonction de la fraction solide (ϕ) et obtiennent l'énergie diffusée dans ce matériau. Ils montrent la variation de la diffusivité (\mathcal{D}) en fonction de la fréquence. Il apparaît trois régimes distincts. Le premier où \mathcal{D} décroît suivant une loi en puissance 4, il est consistant avec la loi de *Rayleigh*, lequel suggère que les modes vibratoires sont principalement constitués d'ondes transversales. Pour des fréquences plus élevées, où apparaissent un grand nombre de modes, les auteurs observent un deuxième régime, où \mathcal{D} apparaît quasi-constant et forme un plateau diffusif, avant d'observer un dernier régime où \mathcal{D} chute brutalement au-dessus des fréquences de localisation.

2.3.3 Discussion

On cherche ici à discriminer les parts respectives de l'absorption⁸ Q_a et de la diffusion élastique Q_s . Malheureusement pour l'instant aucun modèle ne permet de rendre compte de ces observations expérimentales. Autant que faire se peut, on cherche à comprendre, de manière heuristique, ce que l'on peut attendre de \mathcal{D} , Q_s , Q_a et $\ell^*(= 3\mathcal{D}/v_s)$ en fonction de la contrainte (P) et de la fréquence (ω). Nous avons vu au *chapitre 1*, que la vitesse de l'onde de cisaillement v_s croît avec la

8. On rappelle ici que le coefficient Q_s décrit l'atténuation de l'onde cohérente, alors que le coefficient Q_a est déterminé à partir de la décroissance de l'intensité incohérente (i.e l'absorption). L'un étant fondé sur l'étude de l'amplitude moyenne de l'onde cohérente, et l'autre sur celle de l'intensité moyenne des ondes diffusées. Par ailleurs, il est possible de déterminer un coefficient de qualité des modes diffusifs, relié au temps de Thouless, par la relation : $Q_s = \omega L^2/\mathcal{D}$. Cependant, cette expression ne permet pas de rendre compte des lois d'échelles observées.

contrainte suivant une loi en puissance $1/6$. De plus, si la diffusion est isotrope, ℓ^* est proportionnelle à $\ell_s = 1/2\mathcal{I}m(k_{eff})$ [106], qui est la distance au-delà de laquelle l'onde est diffractée de manière significative. Lorsque la contrainte augmente, la répartition des forces a tendance à s'homogénéiser dans le matériau, se rapprochant de la description d'un milieu effectif homogène. Dans ce cas, l'onde est moins diffractée, et le libre parcours moyen augmente. Par conséquent, on s'attend finalement à une augmentation du coefficient de diffusion avec la contrainte, ce qui naïvement, permet de suggérer qu'il existe un certain lien entre la longueur caractéristique des chaînes de forces B et ℓ^* . Lorsque P augmente, B diminue et ℓ^* augmente. Cependant, on ne peut rien dire de plus pour l'instant, car aucune relation reliant B à ℓ^* n'est connue à ce jour. On cherche ensuite à déterminer les lois d'échelles respectives. Pour y parvenir, il nous faut séparer la dissipation Q_a^{-1} , due à l'absorption inélastique (frictionnelle) du son, de la dissipation Q_s^{-1} , due à la diffusion élastique des ondes [152].

Si l'on suppose que $v_s \approx v_e$, que l'on note temporairement ici c , et que la diffusion est isotrope $\ell^* \sim \ell_s \sim 1/\alpha_s$, dans ce cas, le facteur de qualité associé à la diffusion peut être défini par l'expression : $Q_s = 2\pi f \ell^*/c$, ou autrement $Q_s = k\ell^*$ avec $k = \omega/c$ le vecteur d'onde. On en déduit alors la relation suivante : $k\ell^* = 3\mathcal{D}\omega/c^2$. Au chapitre 1, nous avons vu que l'atténuation est proportionnelle à la dissipation ($Q_s^{-1} \sim \alpha_s \lambda$) et peut être déterminé par la relation suivante : $\alpha_s \approx \pi f/Q_s c$, pour $Q_s \gg 1$. Finalement, on remarque qu'il est possible de relier l'atténuation au libre parcours de transport, ou à la diffusivité, à travers les relations suivantes :

$$\alpha_s \approx \frac{1}{2\ell^*} = \frac{1}{2}n\sigma, \quad Q_s^{-1} \left(= \frac{2\alpha_s}{k} \right) = \frac{n\sigma}{k}, \quad \mathcal{D} = \frac{c^2 Q_s}{3\omega} \quad (\text{pour } \ell^* \sim \ell_s) \quad (2.12)$$

On peut approximer la densité de diffuseur par l'expression $n \sim \phi/d^3$ et la section efficace de diffusion vaut approximativement $\sigma \sim k^4 d^6$, lorsque l'on est en régime de *diffusion de Rayleigh* (soit en régime de grande longueur d'onde $\lambda > d$), et $\sigma \sim k^2 d$ en régime de *diffusion de Mie* (lorsque la longueur d'onde est proche de la taille des grains $\lambda \sim d$) (cf p.150 [153]). Pour l'expression exacte de σ en régime de *Rayleigh*, se reporter à [154, 155]. Finalement, on trouve la loi de comportement suivante :

$$Q_s^{-1} \sim \phi k^3 d^3 \quad (\text{pour } \lambda > d) \quad \text{et} \quad Q_s^{-1} \sim \phi k d \quad (\text{pour } \lambda \sim d) \quad (2.13)$$

Par conséquent, on s'attend à ce que la dissipation d'origine diffusive augmente avec la fréquence. Cette relation est consistante avec celle obtenue dans l'ouvrage de *Bourbié et al* (p.116 [59]). Il est rendu possible de définir les lois d'échelles de l'atténuation (α_s) en fonction de la fréquence pour trois régimes diffusifs⁹, c'est-à-dire suivant le rapport de la longueur d'onde à la taille des grains. On trouve :

$$\alpha_s = k/2Q_s \begin{cases} \sim d^3 \omega^4 & (\lambda > d) \quad \text{diffusion de Rayleigh} \\ \sim d \omega^2 & (\lambda \sim d) \quad \text{diffusion de Mie/Résonante} \\ \sim 1/d & (\lambda < d) \quad \text{localisation forte} \end{cases} \quad (2.14)$$

On note que, l'expression simple (*ad hoc*) proposée par *Blair* [156], s'avère consistante avec les lois d'échelles obtenues ci-dessus pour les trois différents régimes de

9. Il existe un quatrième régime nommé diffusion spéculaire ou de *Ray*, lorsque $\lambda \ll d$. Dans le cadre de notre étude, cette limite ne peut être atteinte.

diffusion. *Blair* définit la relation suivante : $\alpha_s(f) = (C_s/d)(f/f_d)^4/(1 + f/f_d)^4$ où $f_d = K_s f \lambda / d$ et C_s et K_s sont des constantes. Suivant le rapport de la longueur d'onde à la taille des grains, on retrouve bien les trois régimes diffusifs (2.14). Plusieurs auteurs proposent d'autres expressions de $\alpha_s(f)$, on pourra se reporter aux travaux [157, 158, 159]. On peut donc en déduire les lois d'échelles de ℓ^* et \mathcal{D} en fonction de la fréquence. Il vient :

$$\sigma \sim 1/\ell^* \begin{cases} \sim k^4 \\ \sim k^2 \\ \sim k^0 \end{cases} \quad \ell^* \begin{cases} \sim \lambda^4 \\ \sim \lambda^2 \\ \sim \lambda^0 \end{cases} \quad \mathcal{D} = c/3n\sigma \begin{cases} \sim \omega^{-4} \\ \sim \omega^{-2} \\ \sim \omega^0 \end{cases} \quad (2.15)$$

Dans ce cas où l'on suppose que le système est non dispersif et que ϕ ne dépend pas de la contrainte, il vient les lois d'échelles respectives de \mathcal{D} et Q_s en fonction de la contrainte P :

$$\mathcal{D} = c/6\alpha_s \begin{cases} \sim v_s \lambda^4 \sim P^{5/6} \\ \sim v_s \lambda^2 \sim P^{1/2} \end{cases} \quad \text{et} \quad Q_s = k\ell^* \begin{cases} \sim v_s^3 \sim P^{1/2} \\ \sim v_s \sim P^{1/6} \end{cases} \quad (2.16)$$

Enfin, nous avons vu que la vitesse est liée au rapport de la diffusivité sur le facteur de qualité : $c = \sqrt{6\pi f \mathcal{D} / Q_s}$. Si l'on croit à l'analyse d'échelle précédente, il apparaît que c doit être indépendante de la fréquence ω . On peut estimer l'ordre de grandeur typique de Q_s . Pour une vitesse de l'ordre de 500 m/s , une diffusivité de l'ordre de $0.13 \text{ m}^2/\text{s}$ et une fréquence de 0.5 MHz , il vient $Q_s \approx 2.2$. Les valeurs de Q_s sont 100 fois inférieures à celles obtenues expérimentalement pour Q_a (fig 2.15c). Le facteur de qualité Q_a , associé à l'absorption intrinsèque du son dans le matériau, est relié à la longueur d'absorption ℓ_a par l'expression : $\ell_a = Q_a c / 2\pi f$. *Brunet et al* [10] ont montré que $Q_a = \omega \tau_a$ augmente avec la contrainte (P). De plus, ils ont montré que cette dissipation correspond à la somme d'une dissipation d'origine frictionnelle Q_{fric}^{-1} (*Mindlin*) et d'une dissipation d'origine visqueuse Q_{vis}^{-1} :

$$Q_a^{-1} = Q_{fric}^{-1} + Q_{vis}^{-1} \quad (2.17)$$

La dissipation d'origine frictionnelle, définie par l'équation 1.15 au chapitre 1, dépend conjointement de la contrainte et de l'amplitude de vibration : $Q_{fric}^{-1} \propto U_t P^{-2/3}$. *Brunet et al* [10] ont montré que la dissipation visqueuse dépend de la contrainte mais aussi de la fréquence : $Q_{vis}^{-1} \propto \omega P^{1/3}$. Cependant, on observe plutôt que Q_a augmente avec la fréquence, ce qui reste surprenant et demeure un résultat qui n'est pas compris. Par ailleurs, l'expression de Q_{fric} (équation 1.15) donne un ordre de grandeur raisonnable par rapport à l'observation (empilement sec), de l'ordre de $Q_{fric} \sim 200 - 300$. Dans l'ouvrage de *Landau (p.301 equ 79.6)* [98] on trouve une expression de l'absorption du son. En partant de cette expression, *Weaver et Sachse (cf equ (5))* [128]), ont établi une expression du taux de dissipation de l'énergie, d'une onde ultrasonore se propageant à travers une suspension concentrée, constituée de billes de verre immergées dans un réservoir d'eau. *Weaver et Sachse*, ont établi une relation décrivant ce taux de dissipation d'énergie lié à la viscosité du fluide saturant où se propage l'onde. Ils trouvent : $\kappa_a = 2A\eta\beta/3\rho V$ où V est le volume total de fluide, A est l'aire interfaciale et $\beta = \sqrt{\omega\rho/2\eta}$ (cette relation rappelle celle décrivant l'*effet de peau* vu au chapitre 1) où η et ρ , sont respectivement, la viscosité et la densité du fluide dans lequel se propage l'onde acoustique. Dans notre cas, κ_a correspond à l'inverse du temps d'absorption ($\tau_a = 1/\kappa_a$). Après réarrangement des différents

termes, la dissipation due à l'absorption du son est définie par la relation suivante : $\tau_a^{-1} = [\phi/(1-\phi)R]\sqrt{2\eta_a\omega/\rho_a}$. Dans l'air $\eta_a \approx 19.4 \times 10^{-6} Pa.s$ et $\rho_a \approx 1.20 kg/m^3$ (pour $T \approx 20^\circ C$) sont la viscosité dynamique et la densité, respectivement. A partir de cette expression, on peut estimer l'ordre de grandeur de Q_a . Pour une viscosité cinématique de l'air de l'ordre de $\nu = \eta_a/\rho_a \approx 1.62 \times 10^{-5} m^2/s$, une fréquence de $0.5 MHz$, des billes de verre de diamètre moyen $d \approx 0.7 mm$ et une compacité $\phi \approx 0.63$, il vient $\kappa_a \approx 49 ms^{-1}$, ce qui correspond à un temps d'absorption de l'ordre de $\tau_a \approx 20.4 \mu s$. On trouve un facteur de qualité Q_a de l'ordre de 64. Malheureusement, cette expression sous-estime, d'un facteur 4, les valeurs de $Q_a (= \omega/\kappa_a)$ obtenues expérimentalement.

En résumé, la dissipation totale correspond à la somme de la dissipation (Q_a^{-1}), due à l'absorption du son dans le matériau, et la dissipation ($Q_s = \omega\ell^*/c = k\ell^* = 6\pi f\mathcal{D}/c^2$), due à la diffusion (élastique) par le réseau de contacts (cf. pp.26-25 [129]), elle vaut :

$$\begin{array}{l}
 \boxed{Q_{tot}^{-1}(A, P, \omega) = Q_a^{-1}(A, P, \omega) + Q_s^{-1}(P, \omega)} \\
 \begin{array}{cccc}
 \swarrow & \searrow & \downarrow & \searrow \\
 Q_{vis}^{-1} \sim \omega P^{1/3} & Q_{fric}^{-1} \sim AP^{-2/3} & Q_{Mie}^{-1} \sim (\lambda/d) & Q_{Rayl}^{-1} \sim (\lambda/d)^3
 \end{array}
 \end{array} \quad (2.18)$$

Nous avons mesuré, aux fréquences les plus fortes ($\lambda/d \sim 1$), l'absorption Q_a^{-1} , et aux fréquences les plus faibles ($\lambda/d \gg 1$), la diffusion élastique Q_s^{-1} ($\ell_s \sim \ell^*$) (i.e l'atténuation de l'onde cohérente). Au regard des ordres de grandeurs obtenus expérimentalement, il apparaît que le mécanisme de dissipation dominant est essentiellement dû à la diffraction d'onde.

En effet, si l'on suppose que la diffusion est isotrope, $\ell^* \sim \ell_s \sim 1/\alpha_s$, rien n'interdit d'y superposer le libre parcours moyen élastique de l'onde cohérente, c'est-à-dire l'atténuation mesurée au chapitre 1 (cf. figure (1.35a)). On présente sur la figure (2.24), l'évolution du libre parcours moyen de transport (ℓ^*) en fonction du rapport de la longueur d'onde sur la taille des grains (λ/d).

Comme précédemment, on observe plusieurs régimes diffusifs : lorsque $3 < \lambda/d < 10$ on observe $\ell_s \sim (\lambda/d)^4$, correspondant au régime de diffusion de *Rayleigh*, lorsque $2 < \lambda/d < 3$, on observe $\ell_s \sim (\lambda/d)^2$, correspondant au régime (résonnant) de diffusion de *Mie*, puis lorsque $\lambda/d < 2$ alors $\ell^* \sim (\lambda/d)$, et enfin pour $\lambda/d < 1$, alors ℓ^* ne semble plus dépendre du paramètre de contrôle λ/d mais plutôt tendre vers une valeur constante, formant un plateau diffusif (régime de localisation forte) comme l'on mis en évidence [151] par simulation numérique. Ces résultats, montrent que les approches théoriques, décrites succinctement en début de section, apparaissent bien adaptées pour décrire le transport diffusif d'ondes ultrasonores dans ce type de matériau. De plus, on comprend qu'un traitement classique de milieu faiblement hétérogène ne peut décrire correctement un milieu granulaire. Malheureusement, nous ne pouvons en dire davantage, en effet, il n'existe aucune théorie, pour l'instant, propre aux matériaux granulaires, avec comme acteur de premier plan les chaînes de forces, permettant de modéliser ces expériences. Une question d'importance fondamentale demeure, concernant la détermination du lien entre la longueur de corrélation des chaînes de forces (B)

et le libre parcours moyen de transport (ℓ^*).

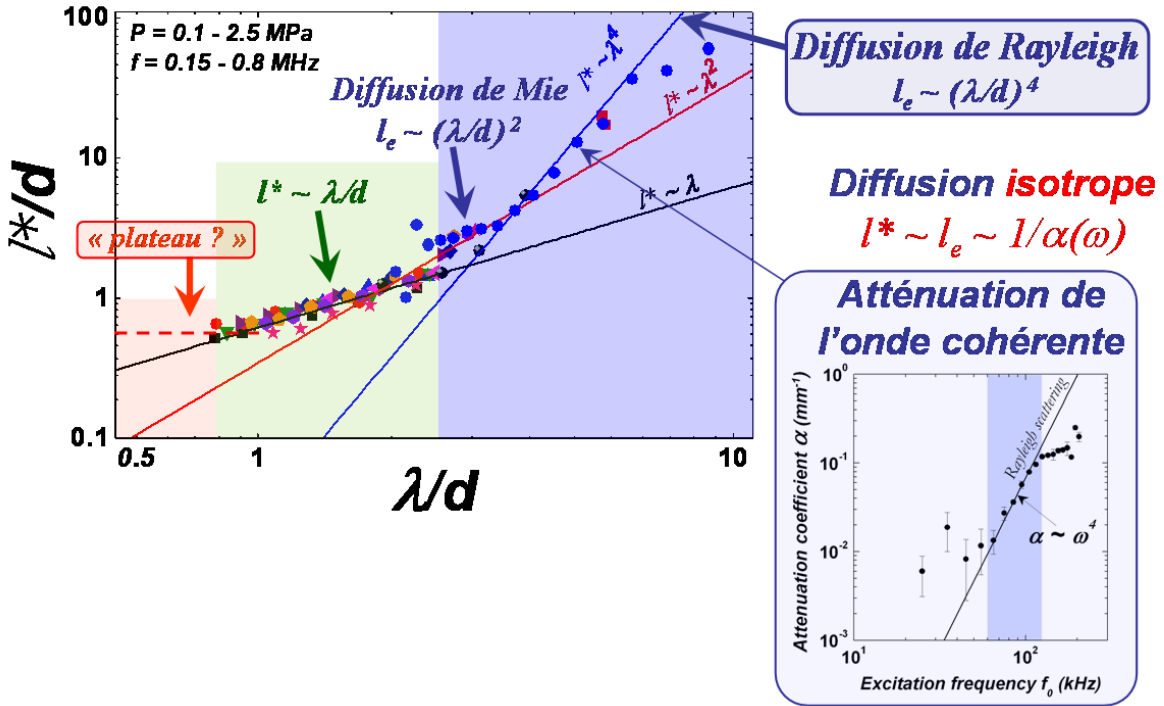


Figure 2.24 : Évolution du libre parcours moyen de transport ℓ^* et du libre parcours moyen élastique ℓ_s en fonction du rapport de la longueur d'onde sur la taille de grains λ/d . Nous avons superposé les points expérimentaux concernant l'atténuation de l'onde cohérente (●) obtenue au chapitre 1, cf. figure (1.35a).

Pour résumé, dans l'acceptation de l'approximation de diffusion dans les milieux granulaires, les résultats obtenus sur la diffusivité et le facteur de qualité, en fonction de la contrainte et de la fréquence, semblent satisfaisants. Une comparaison des exposants obtenus expérimentalement avec ceux déduits de l'analyse d'échelle, réalisée en début de section, est présentée à travers le tableau (2.1).

	<i>Expérience</i>		<i>Mie</i>		<i>Rayleigh</i>		<i>Mindlin</i>
	$23.6 > k\ell^* > 4.17$		$(\lambda \approx d)$		$(\lambda > d)$		
D	$\omega^{-0.9}$	$P^{0.2-0.3}$	ω^{-2}	$P^{1/2}$	ω^{-4}	$P^{5/6}$	
Q_a	$\omega^{0.45-0.85}$	$P^{0.1-0.2}$					$P^{2/3}$
Q_s			ω^{-1}	$P^{1/6}$	ω^{-3}		
ℓ^*	$\omega^{-2, -4}$	$P^{0.2}$	ω^{-2}	$P^{1/3}$	ω^{-4}	$P^{2/3}$	
α_s	$\omega^{2, 4}$		ω^2	$P^{-1/3}$	ω^4	$P^{-2/3}$	

Table 2.1 : Tableau récapitulatif des différentes lois d'échelles observées expérimentalement et celles déterminées de manière heuristique.

Il est connu que le critère de *Ioffe-Regel* nécessaire à l'observation de la localisation d'*Anderson* est rempli, lorsque le produit du nombre d'onde par le libre parcours moyen de transport, $k\ell^*$, est inférieur à une valeur critique proche de l'unité. Il s'avère difficile d'estimer avec précision, la valeur de $k\ell^*$ à partir de la mesure de \mathcal{D} .

Cependant, une identification de \mathcal{D} avec $v_s \ell^*/3$ et une identification naïve de ω/k avec la vitesse du son v_s , permettent de définir la relation suivante : $k\ell^* = 3\mathcal{D}\omega/v_s^2$ (où $Q_s = k\ell^*$). Il paraît donc possible, de pouvoir estimer $k\ell^*$ à partir de la mesure de \mathcal{D} . On trouve que $k\ell^*$ est compris entre 22 et 3 pour une fréquence de $200kHz$ et $800kHz$, respectivement. Cependant, il apparaît qu'une diffusion encore plus forte des ondes est nécessaire ($(k\ell^*)_c \leq 1$), avant de pouvoir espérer observer la mise en place de la transition d'*Anderson* pour ce type de milieu multi-diffusant.

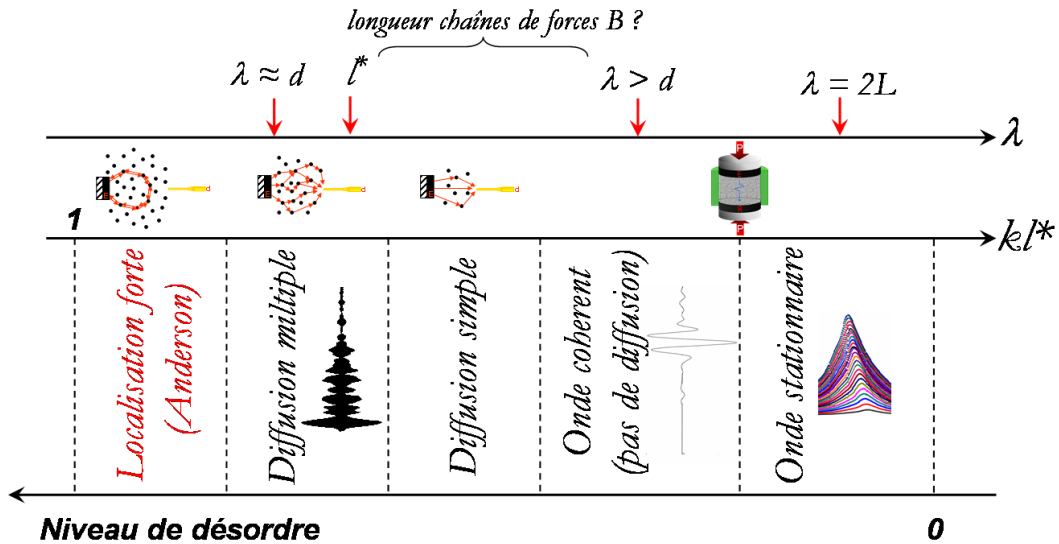


Figure 2.25 : Image représentant le niveau de désordre, de l'observation de l'onde cohérente à l'onde diffusée, jusqu'à atteindre le seuil de localisation forte (*Anderson*) des ondes.

On présente sur la figure (2.25), les différentes échelles impliquées dans l'observation de l'onde cohérente à l'onde diffusée, jusqu'à atteindre la transition d'*Anderson*. Pour un milieu fortement diffusant (particules constituent le matériau différentes), il est certainement possible d'observer la localisation d'*Anderson*, ce qu'ont (très proprement) réussi à faire *Hu, Page et al* [112]. Pour y parvenir, l'idée générale consiste à abaisser la valeur de $k\ell^*$, et à tendre vers une valeur critique proche de l'unité. En effet, pour aller plus loin, naïvement on pourrait penser que réaliser cette même expérience, avec des billes d'acier (plus dures, où la vitesse du son est plus élevée) pourrait d'une part, permettre d'augmenter la diffusion des ondes ultrasonores, et d'autre part, augmenter la fréquence d'expérimentation. C'est-à-dire, qu'il serait peut-être rendu possible, de pouvoir séparer plus facilement le contenu spectral de l'onde cohérente de celui correspondant à l'onde diffusée, permettant ainsi d'explorer une plus large gamme de fréquence. Une seconde piste à ne pas négliger, consisterait à effectuer une expérience similaire, dans le cas d'un matériau granulaire sous gravité : lorsque la contrainte diminue, la fréquence du signal ultrasonore détecté diminue. Dans le cas d'un matériau granulaire sous gravité, on peut estimer l'ordre de grandeur de $k\ell^*$ à partir des expériences réalisées au chapitre 1, figure (1.20). L'ordre de grandeur de la vitesse du son que nous avons mesurée, dans un matériau granulaire constitué de billes de verres de diamètre $5mm$, sous gravité, est de l'ordre de $240m/s$, la fréquence moyenne des signaux détectés se situe aux alentours de $10kHz$. Dans ce cas, si l'on suppose un libre parcours moyen proche du diamètre des grains, on trouve $k\ell^* \approx 1.3$.

2.4 Suivi par corrélation d'ondes multiples diffusées de la modification du réseau de contacts

Dans cette section, on décrit une technique de corrélation d'ondes ultrasonores, similaire à la méthode de spectroscopie d'ondes diffusées (ou *Diffusing Wave Spectroscopy (DWS)*), largement utilisée pour étudier, par exemple, le comportement dynamique d'une suspension concentrée de particules [160, 137, 161]. Cette méthode a été employée précédemment au laboratoire, afin d'étudier les réarrangements du réseau de contacts durant une compaction du milieu, grâce à l'extrême sensibilité des speckles acoustiques (S). Cette technique est utilisée, lorsqu'il s'agit de suivre (finement) les réarrangements irréversibles du réseau de contacts, induits par une perturbation contrôlée extérieure : une vibration acoustique de forte amplitude, un cisaillement mécanique ou lors d'un cycle thermique du matériau [117, 162]. Pour y parvenir, on définit une fonction du degré de ressemblance entre deux speckles acoustiques $S_i(t)$ et $S_j(t)$ [76] :

$$\Gamma_{(i,j)}(\tau) = \frac{C_{(i,j)}(\tau)}{\sqrt{C_{(i,i)}(0)C_{(j,j)}(0)}} \quad (2.19)$$

où $\Gamma_{(i,j)}(\tau)$ est la fonction d'inter-corrélation normalisée de $S_i(t)$ et $S_j(t)$, avec $C_{(i,j)}(\tau)$ une fonction d'inter-corrélation définie par l'expression : $C_{(i,i)}(\tau) = \int S_i(t)S_j(t - \tau) dt$. La valeur $\Gamma_{(i,j)}(\tau = 0)$ caractérise leur ressemblance et doit être calculée lorsque les ondes diffusées sont transmises à travers un matériau granulaire sous perturbation externe.

Les ondes sonores fournissent une méthode d'investigation unique et non invasive du réseau de contacts. Au-delà d'une certaine amplitude seuil, elles peuvent également être utilisées comme une perturbation contrôlée, afin d'explorer la réponse mécanique non linéaires d'un matériau granulaire. Plus particulièrement, lors de régime de fluage ou de manière similaire lors de faible secousse ou lors de son cisaillement mécanique, pouvant conduire à la transition de l'état solide vers l'état liquide. *Liu et Nagel* [5], ont examinés la propagation du son dans un matériau granulaire sous gravité. Ils ont observé de fortes fluctuations de l'amplitude du son transmis et ont ainsi saisi l'importance cruciale du désordre sur la propagation du son dans ce type de matériau. Lorsque l'amplitude est suffisamment forte, cet effet a été imputé aux effets non linéaires, liés aux comportement hystérétique du matériau : la propagation du son s'avère extrêmement sensible au moindre changement de configuration. Cependant, l'origine physique de ce phénomène demeure mal comprise.

Afin de sonder la réversibilité de l'interaction onde-matière granulaire, nous avons réalisé l'expérience suivante. L'amplitude d'excitation est augmentée suivant le protocole présenté figure (2.26a) permettant de suivre les changements de configuration (structure) après chaque augmentation de l'amplitude de l'onde transmise. Plus précisément, la fonction de corrélation $\Gamma_{(i,j)}(\tau)$ est déterminée lorsque l'amplitude d'excitation est au niveau le plus bas (sonde), figure (2.26b), avant de passer à une amplitude d'excitation plus importante (pompe), utilisée ici comme une perturbation contrôlée, figure (2.26c). De plus, durant cette expérience la variation hauteur/volume de l'échantillon est également suivie lors de la transmission sonore en fonction de l'amplitude d'excitation. Cette expérience a été réalisée avec des ondes longitudinales et transversales.

Outre le fluage (vieillessement naturel) du matériau, nous observons que l'augmentation de l'amplitude d'excitation a pour effet, d'engendrer des compactons abruptes et intermittentes du matériau, se traduisant par de fortes dé-corrélations des ondes multiples diffusées, en particulier lors de la transmission d'ondes de cisaillement, révélant des modifications significatives du réseau de contact. On note que l'ampleur des compactons intermittents (successives), induites par la transmission des ondes codas à travers le réseau de chaîne de forces, sont de l'ordre de $10\mu m$, bien inférieur à la taille des grains $d \sim 0.7mm$, ceci implique qu'aucun mouvement visible des grains n'a été observé.

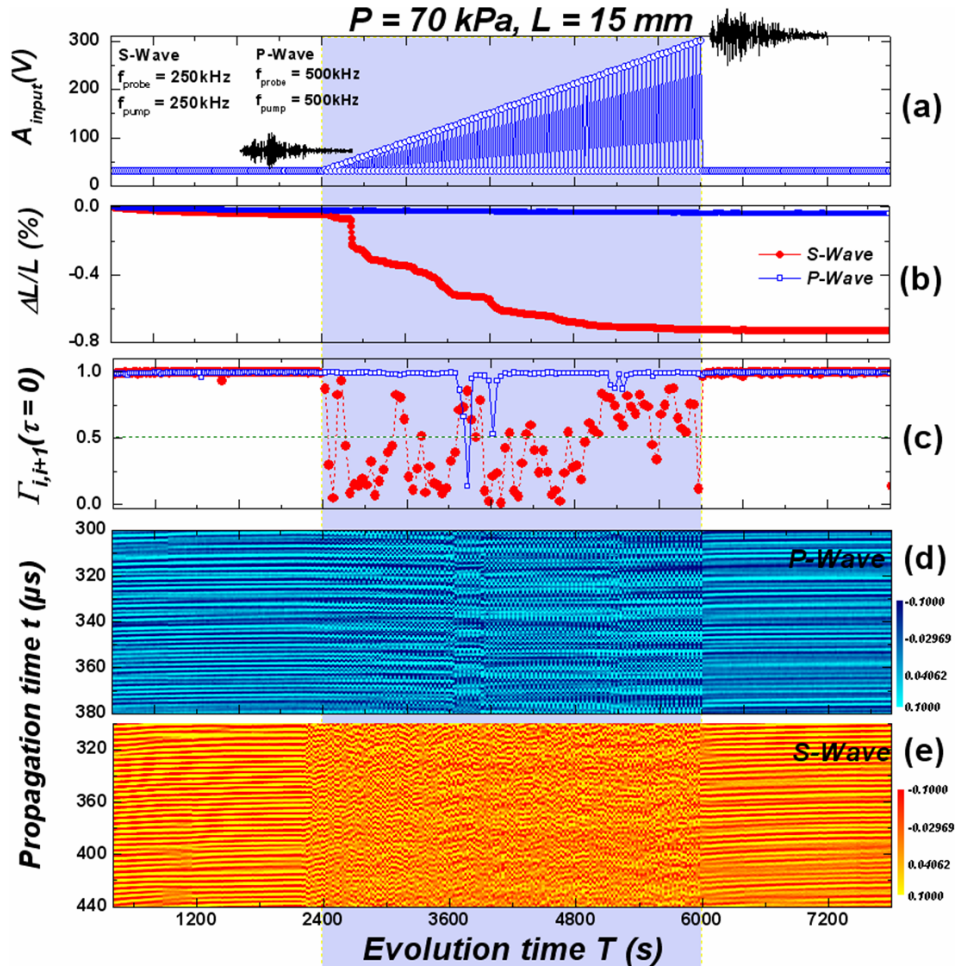


Figure 2.26 : Interaction d'ondes diffusées hautes fréquences dans un matériau granulaire d'épaisseur $L = 15mm$, sous contrainte $P = 70kPa$, générée par des transducteurs de (\square) compression centrés à $0.5MHz$, et (\bullet) de cisaillement centrés à $0.25MHz$. (a) Protocole d'excitation. (b) Evolution de la variation de la hauteur de l'échantillon. (c) Évolution de la fonction d'inter-corrélation, calculé entre deux speckles acoustiques successifs à faible amplitude (sonde). (d, e) Image spatio-temporelle, illustrant les modifications instantanées des speckles acoustiques, détectées durant les deux phases de vieillissement et durant la phase d'augmentation de l'amplitude d'excitation, présentée aux temps intermédiaires de propagation.

Le produit de l'amplitude d'une telle variation de volume par le diamètre moyen des grains, correspond à un déplacement de l'ordre de $\Delta L \times d/L \approx 350nm$, soit l'ordre de grandeur typique des aspérités de surface des grains. L'image spatio-temporelle illustre clairement, les modifications structurales que subit le réseau de contact traduit par

les changements temporels instantanés de l'onde diffusée détectée à faible amplitude (sonde), figure (2.26d et 2.26d'). Cette étude devrait permettre de développer les outils capables de prévoir les comportements catastrophiques, tels que le glissement de terrain, l'avalanche etc. Nous avons réalisé une expérience où nous avons suivi, de façon simultanée et pour différentes contraintes, les variations de la densité du matériau ($\Delta L/L$), de la vitesse du son ($\Delta V/V_0$) (softening) et de la fonction de corrélation d'ondes multiples diffusées ($\Gamma_{(i,j)}(\tau = 0)$). Après l'arrêt des fortes vibrations, la vitesse a été sondée à faible amplitude durant plusieurs heures, afin de suivre le phénomène de cicatrisation (récupération du module élastique initiale). Les résultats et leurs interprétations sont présentés dans l'article que l'on trouvera en fin de manuscrit [162].

2.5 Conclusion

Dans ce chapitre, nous nous sommes intéressés à la propagation des ondes multiplement diffusées dans un matériau granulaire sec, sous contrainte. A l'aide d'un modèle de diffusion, nous avons déterminé $\mathcal{D}(= v_s \ell^*/3)$ et $\tau_a(= Q_a/\omega)$. La mesure de \mathcal{D} nous a permis de déterminer aussi le libre parcours moyen de transport (ℓ^*). La détermination de \mathcal{D} par le modèle de diffusion, présente l'avantage de séparer l'absorption inélastique du son (Q_a^{-1}), de l'atténuation élastique (Q_s^{-1}) due à la diffusion d'ondes.

- Dans un premier temps, on s'est intéressé à déterminer les lois d'échelle respectives de \mathcal{D} et Q_a , en fonction de la contrainte (P) et de la fréquence (ω). Les résultats expérimentaux obtenus, montrent que \mathcal{D} et Q_a suivent une loi de puissance en fonction de P et ω . Aucun modèle n'est disponible pour l'instant pour rendre compte qualitativement de ces résultats, on propose donc l'interprétation suivante. Lorsque la contrainte augmente, la répartition des forces a tendance à s'homogénéiser dans le matériau, se rapprochant de la description d'un milieu effectif homogène. Dans ce cas, l'onde est moins diffractée et le libre parcours moyen augmente, et par conséquent, on s'attend bien à une augmentation du coefficient de diffusion avec la contrainte. On trouve que ℓ^* est de l'ordre de grandeur de la taille des grains d . Lorsque P augmente, la taille de l'hétérogénéité B diminue et ℓ^* augmente.

Nous avons aussi étudié l'influence de la fréquence sur \mathcal{D} et Q_a , qui est imposée par deux limites ($0.2 \text{ MHz} \leq f \leq 0.8 \text{ MHz}$). La première, à basse fréquence, est imposée par le chevauchement des ondes cohérentes et des ondes diffusées. La seconde, à haute fréquence, vient du fait qu'il n'est pas possible de diminuer la longueur d'onde (λ) en-dessous du diamètre des grains, on observe que le système l'interdit. Dans cette gamme de fréquence on observe que, lorsque ω augmente, \mathcal{D} diminue et Q_a augmente. A l'aide de ces résultats, nous avons pu déterminer l'évolution du libre parcours moyen de transport $\ell^*(= 3\mathcal{D}/v_s)$ en fonction du rapport de la longueur d'onde à la taille des grains (λ/d), avec comme hypothèse que la vitesse de transport est comparable à celle de cisaillement $v_e \sim v_s$. On observe trois régimes :

- aux fréquences basses, lorsque $\lambda > d$, on trouve $\ell^* \propto (\lambda/d)^4$, cette loi de puissance rappelle le processus diffusif de *Rayleigh*, qui est corroboré par la mesure du libre parcours élastique de l'onde cohérente $\ell^* \sim \ell_s \sim 1/\alpha_s$,
- pour des fréquences intermédiaires, où $\lambda \approx d$, on trouve $\ell^* \propto (\lambda/d)^2$, qui rappelle plutôt le processus diffusif résonnant de *Mie*,

- enfin, aux fréquences les plus hautes, lorsque $\lambda \leq d$, ℓ^* tend à devenir quasi-constant. Cette expérience reproduit certains comportements observés par simulation numérique où la localisation d'Anderson est mise en évidence [151].

- Pour finir, on s'est intéressé au rôle crucial de la polarisation de l'onde sur l'interaction onde-matière granulaire. On montre des compactions et des modifications du réseau de contacts, induites par transmission d'ondes diffusées à travers un empilement de grains. Cette expérience a été réalisée avec des transducteurs de compression et de cisaillement. Les modifications du réseau de contacts ont été suivies à l'aide de l'inter-corrélation entre deux speckles acoustiques successifs de faible amplitude. Quelques compactions brusques et modifications du réseau de contacts sont observées sous vibration longitudinale. Les compactions sont plus significatives sous cisaillement vibrationnel, dix fois plus élevées, et intermittentes. Cette interaction irréversible est également observée entre l'onde cohérente longitudinale et le milieu granulaire, les résultats obtenus sont présentés dans l'article [162], joint en annexe C.

Acoustique non linéaire : résonance, softening et mécanisme d'atténuation

3.1 Introduction

Les comportements élastiques non linéaire des matériaux hétérogènes est un sujet extrêmement riche et d'une importance considérable dans bon nombre de domaines de la physique et de la géophysique, incluant la physique des roches, l'évaluation non-destructive et la science des matériaux. Mais leur compréhension est loin d'être achevée malgré des efforts de recherche considérables, tant d'un point de vue expérimental que théorique. Le comportement élastique non linéaire observé dans différents solides peut être le résultat d'une variété de mécanismes ayant lieu à différentes échelles, de la macro-fissure jusqu'à l'échelle atomique. Le comportement non linéaire, à l'échelle atomique, d'un matériau a été modélisé avec succès par *Landau et Lifchitz* [40]. En revanche la non linéarité hystérétique, due à la structure hétérogène à l'échelle mésoscopique, nécessite le développement de nouveaux modèles physiques, au cas échéant phénoménologiques [163, 164]. Par opposition à 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 gouvernant le comportement des milieux continus. 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), *Stockes* (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) [165]. De même l'acoustique sous-marine (sonars) a connu un essor considérable grâce au développement de l'antenne paramétrique 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. *Zarembko & 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 [166, 167, 168], imagerie médicale [169], biologie, etc. Durant les deux dernières décennies, l'étude de la dynamique non linéaire (non classique ou anormale) des matériaux incluant les roches, les matériaux endommagés et/ou hétérogènes a augmenté de manière significative [170, 171, 172, 12, 173]. Pour un cheminement historique complet, on pourra se reporter aux deux ouvrages suivants souvent présentés comme les références dans ce domaine, à savoir ceux de *Naugolnykh & Ostrovsky* [174] et *Blackstock & Hamilton* [165].

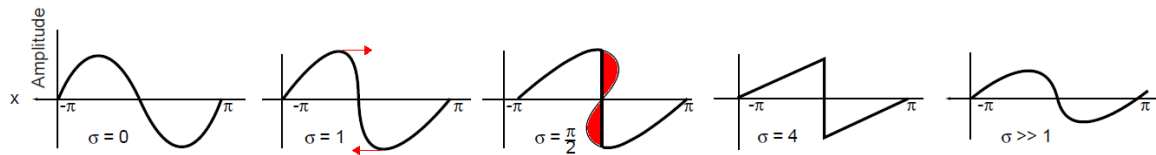


Figure 3.1 : En fonction de la distance à la source normalisée σ , l'onde subit des distorsions. Dans le cas où $\sigma = 1$ cela correspond au début de la formation des ondes de choc. Le cas des très longues distances $\sigma \gg 1$, est illustré sur la dernière figure, lorsque l'onde retrouve son profil initial grâce à l'amortissement des harmoniques supérieures, extrait de [170].

Les matériaux granulaires secs que nous étudions appartiennent à la famille des géomatériaux. Ces derniers sont dits mésoscopiques dans le sens où ils 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 forme un ensemble. Nous pouvons distinguer les milieux dits consolidés où les jonctions entre grains sont permanentes et forment le « *Bond-System* » comme dans le cas des roches, des milieux non consolidés comme les matériaux granulaires (sables) où les contacts inter grains sont assurés via une contrainte appliquée extérieure, formant ainsi le réseau de contacts.

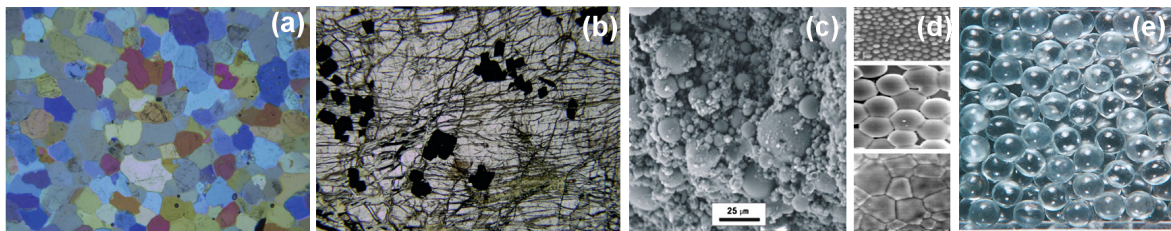


Figure 3.2 : Exemple de matériaux ayant un comportement non linéaire d'intensité et d'origine différentes. (a) Détail de la structure d'une roche de grès de Fontainebleau de longueur 2.35mm illustrant sa composition : diversité des particules qui la constituent et hétérogénéité du « *bond-system* » (contacts mous). (b) *Péridotites* altérée et fracturée de longueur 2.35mm . Le comportement élastique non-linéarité anisotrope de cette roche est principalement dû au réseau de fractures clairement visible. (c) ciment, (d) poudre de céramique au cours du processus de frittage, (d) empilement de billes de verre (sèches), dont le comportement non linéaire est principalement dû à la friction entre les grains. Extrait de [175].

Depuis une quinzaine d'années, il est communément admis que la propagation des ondes acoustiques dans les géomatériaux est fortement non linéaire¹, comme

1. Les non-linéarités élastiques qui apparaissent dans cette étude sont généralement bien supérieures aux non-linéarités classiques au sens de la thermodynamique des solides et fluides homogènes et la non-linéarité géométrique de l'équation d'Euler (terme de convection) [176, 165]

en témoigne le travail pionnier de *Johnson et Rasolofosaon* [177], hystérétique et présentant une dynamique lente à cause de leurs structures mésoscopiques inhomogènes (fissures, endommagement, inclusions, contact inter-grains, ...) [177, 172, 170]. Les paramètres de non linéarité associés sont 100 à 1000 fois plus élevés que ceux des milieux élastiques homogènes. Actuellement, le comportement non linéaire des géomatériaux est bien établi et documenté, dans ce travail on s'est fortement appuyé sur les ouvrages suivants, à savoir celui récent de *Guyer & Jonhson* [175], *Mavko et al* [153] et celui de *Bourbié, Coussy et Zinszner* [59].

Dans le cas d'un milieu granulaire sec, les propriétés mécaniques sont essentiellement déterminées par le champ des contraintes internes fortement hétérogènes. Les réseaux des forces de contact résultant d'une charge extérieurement appliquée P peuvent être cassés et reformés par de grandes déformations de cisaillement ou dans le cas de plus forte secousse acoustique [20, 21, 178, 162]. Le comportement hystérétique est également trouvé dans les matériaux granulaires (non cohésifs) où le réseau de chaînes de forces peut être réorganisé et fragilisé lors de la propagation d'une forte amplitude d'excitation acoustique [5]. Pour estimer les effets non linéaires des matériaux granulaires, nous pouvons nous reposer sur la théorie du contact de *Hertz* qui montre une dépendance en puissance de $3/2$ à la force normale. Le développement en série de Taylor utilisé pour modéliser les non-linéarités réversibles de l'équation d'état est défini par $E = \partial\sigma/\partial\varepsilon$ où σ est la contrainte et ε la déformation, à l'ordre 2 vaut : $E = E_0(1 + \beta\varepsilon + \delta\varepsilon^2)$ (cf. annexe A). On parle alors de non-linéarités classiques, par opposition aux non-linéarités thermodynamiques classiques des fluides et des solides homogènes. Cependant les matériaux granulaires exhibent un comportement fortement hystérétique. En effet, nous verrons que l'ordre de grandeur du ramollissement du module élastique déduit des non linéarités quadratique et cubique, $\beta\varepsilon_a$ et $\delta\varepsilon_a^2$ respectivement, s'avère bien inférieur ($< 0.01\%$) aux valeurs observées dans certaines roches (grès de Berea) et matériaux granulaires ($\sim 10\%$). Actuellement, que ce soit dans les roches ou les matériaux granulaires ou les géomatériaux, il existe peu ou pas de modèles physiques clairs permettant de décrire les résultats expérimentaux caractérisant un comportement hystérétique et des phénomènes de dynamique lente, à cause des processus physiques en milieu complexe. Cependant il existe des modèles phénoménologiques multi-échelle, tels que l'approche employant l'espace de *Preisach-Mayergoyz*. Il consiste à modéliser l'équation d'état d'un matériau non linéaire hystérétique, par le calcul d'une distribution de densité d'unités mésoscopiques hystérétiques (fissures, contacts) caractérisées par les pressions d'ouverture et de fermeture et leurs longueurs aux états ouvert et fermé [164]. Ce modèle est présenté en annexe B.

Dans ce chapitre, on s'est focalisé sur la caractérisation du comportement fortement non linéaire d'un matériau granulaire par méthode de résonance [179]. On présente dans un premier temps le dispositif expérimental, qui couple de manière contrôlée les mesures acoustiques et les tests mécaniques. Pour caractériser les propriétés viscoélastiques non linéaires hystérétiques de ce matériau, le ramollissement du module élastique et le processus de cicatrisation, nous avons étudié les réponses des modes fondamentaux résonnants d'ondes cohérentes longitudinales et transversales, en fonction de l'amplitude d'excitation (A) sous différentes pressions de confinement (P). Ces résultats seront comparés à un modèle de milieu effectif original, basé sur la mécanique de contact de *Mindlin* (frictionnelle), et couplé à un oscillateur non linéaire de type *Duffing*.

3.2 Résultats expérimentaux

3.2.1 Méthodes d'observations existantes

La génération d'harmoniques supérieures d'une onde plane fondamentale émise dans le milieu, est l'expérience non linéaire la plus classique pour observer la non linéarité d'un matériau. La forme de l'onde transmise dans un milieu hétérogène subit des modifications au cours de sa propagation par une génération d'harmoniques. Par exemple, pour rendre compte de ces observations *Brunet et al* [180] ont adapté le modèle proposé par *Keck & Beyer* pour les fluides, au cas particulier d'un matériau granulaire. L'étude des harmoniques permet de remonter au calcul des coefficients de non-linéarité. Les non-linéarités élastiques et dissipatives peuvent être mesurées en étudiant la propagation des ondes acoustiques. En mesurant les variations de l'élasticité, par la variation de la vitesse de propagation du son et les variations de l'atténuation acoustique dans un matériau soumis à un état de contrainte variant de façon quasi-statique [180], en observant la distorsion d'une onde monochromatique au cours de sa propagation. Une autre méthode consiste à étudier l'interaction entre deux ondes acoustiques de fréquences différentes. Cette méthode permet d'accéder à la mesure des paramètres non linéaires (classiques) présents dans l'équation d'état (β , δ). Dans les matériaux hétérogènes, présentant des inclusions molles, lorsque deux ondes acoustiques monochromatiques de fréquences différentes (f_1 et f_2 suffisamment proches) sont émises de façon simultanée, l'interaction non-linéaire donne naissance à des ondes acoustiques basse-fréquence et haute-fréquence : $2f_1$, $2f_2$, $f_1 + f_2$ et $f_1 - f_2$. Si les fréquences des deux ondes primaires sont éloignées, on observe une modulation de la phase de l'onde de plus haute fréquence. Lorsque l'analyse est réalisée dans le domaine fréquentiel, on parle de « *Nonlinear Wave Modulation Spectroscopy (NWMS)* » [167]. Pour une revue complète on pourra se reporter aux travaux de [181, 182, 183, 184, 185, 186, 187].

Nous avons opté pour la méthode de résonance. La mesure de la distorsion harmonique d'une onde monochromatique peut aussi être réalisée par cette méthode, qui permet de générer des déformations plus importantes que celles créées par une onde acoustique propagative. De manière générale, cette méthode est basée sur l'excitation et le suivi d'un ou plusieurs modes de résonance² en fonction du niveau de l'amplitude d'excitation. L'excitation peut être appliquée en contact ou sans contact, et suivant le niveau d'excitation recherché, générée par un haut-parleur, un pot vibrant, une céramique, un transducteur piézoélectrique. L'amplitude de vibration de la structure est généralement mesurée par un accéléromètre, un vibromètre laser, ou un transducteur ultra-sonore. Lorsqu'il s'agit d'un matériau homogène, l'augmentation croissante du niveau d'excitation aura peu d'effets sur la valeur de la fréquence de résonance³. En outre, lorsqu'il s'agit d'un matériau hétérogène comme les matériaux granulaires, ou micro-fissuré comme dans le cas des roches, on observe une diminution de la fréquence de résonance qui se décale progressivement vers les basses fréquences, jusqu'à 10%. Elle correspond au ramollissement du module élastique du matériau (perte de rigidité)

2. L'échantillon testé est typiquement préparé sous forme d'un « barreau » et souvent excité à la fréquence correspondant au premier mode de résonance, dit mode d'Young ou fondamental.

3. La fréquence de résonance est donnée par $f_r = c/\lambda = \sqrt{E/\rho}(2L)^{-1}$, où L , E et ρ sont respectivement la longueur de l'échantillon, le module (élastique effectif) d'Young et la masse volumique.

pour des déformations de l'ordre de 10^{-5} , celui-ci est accompagné d'une diminution du facteur de qualité, élargissement du pic de résonance, lorsque l'amplitude d'excitation augmente⁴. Comme nous le verrons, ces variations sont toutes deux proportionnelles à l'amplitude de l'excitation : $\Delta f_r/f_0 \sim \Delta(1/Q) \sim \alpha A_r$.

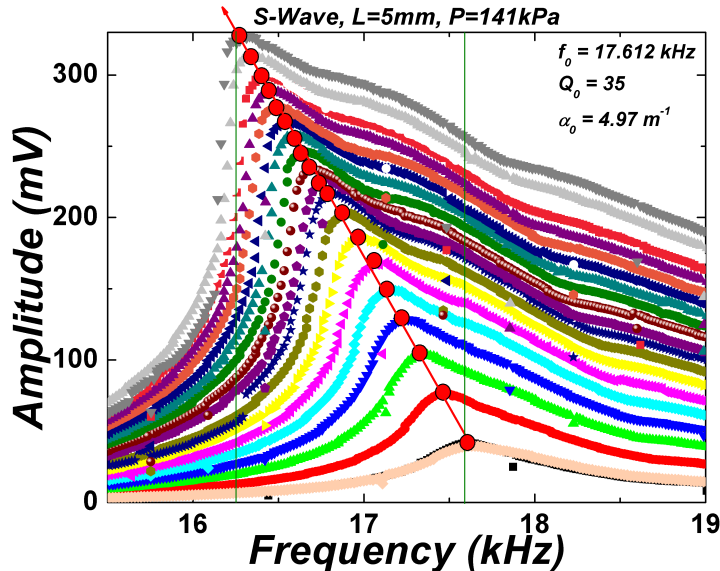


Figure 3.3 : Illustration du phénomène de softening et de dissipation hystérique.

3.2.2 Dispositif expérimental

Dans cette expérience, le milieu granulaire est composé de billes de verre sèches de diamètre $d \sim 0.60\text{mm}$ ayant une polydispersité de $\pm 200\mu\text{m}$, versées dans un cylindre en duralumin de diamètre 30mm et rempli jusqu'à une hauteur de $L = 18.0 \pm 0.2\text{mm}$ (Fig. 3.4). Afin d'obtenir des empilements granulaires denses et reproductibles, la méthode de pluviation a été utilisée comme protocole de préparation. Comme décrit précédemment, ce processus de diffusion nous permet d'obtenir une fraction volumique reproductible proche du *RCP* soit de l'ordre de $\phi = 0.63 \pm 0.01$. Le récipient est fermé de part et d'autre par deux pistons adaptés, transducteurs ultrasonores (*Olympus*) large bande de compression ($f_0 = 0.5\text{MHz}$) ou de cisaillement ($f_0 = 0.25\text{MHz}$), mis en contact direct avec les billes de verres, dont les diamètres sont identiques à celui de la cellule. Le milieu granulaire ainsi confiné est soumis à une force normale appliquée à travers le piston du haut via la presse automatisée *MTS*, correspondant à une contrainte⁵ apparente P comprise entre 7.0kPa et 3MPa . Avant d'effectuer les mesures ultrasonores, dix cycles de chargements et de déchargements sont effectués (entre 1N et la force appliquée maximale) afin de consolider au mieux l'échantillon. L'empilement granulaire est maintenu sous contrainte ($P \pm 0.03\text{kPa}$) durant 1h sans ultrasons (perturbations), de sorte que les contacts au niveau des aspérités entre les grains aient le temps de bien s'établir

4. Au mode $n = 1$ l'atténuation (α) est liée à la dissipation (Q^{-1}), via la relation $\alpha \approx \pi/2QL$.

5. On travaille ici aux conditions oedométriques des géotechniciens, en négligeant les hétérogénéités locales, la déformation est pratiquement uniaxiale, c'est-à-dire que la contrainte associée est nécessairement non-uniaxiale pour empêcher toute déformation latérale (la contrainte axiale est imposée par la presse et les contraintes latérales sont imposées par les parois de la cellule).

(*ageing effect*). Ce processus de vieillissement permet d'atteindre un état d'équilibre au niveau des contacts inter grains. Par ailleurs, cet effet suit une loi logarithmique et est d'autant plus important lorsque la pression de confinement est faible.

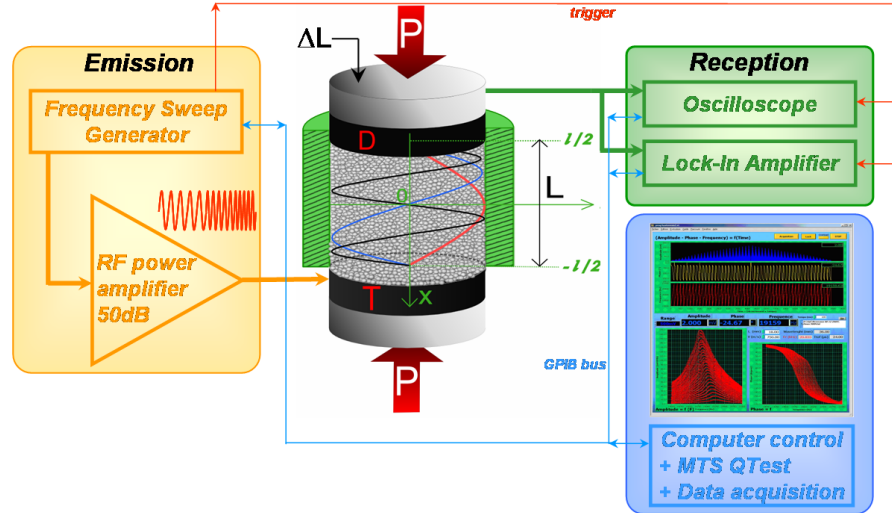


Figure 3.4 : (Schéma du dispositif expérimental de la méthode de résonance acoustique permettant de caractériser des matériaux granulaires lorsqu'ils sont confinés et sous contrainte P . T et D sont les transducteurs piézo-électriques de transmission et de réception, respectivement, L est l'épaisseur de l'échantillon. Le diamètre de la cellule (d) en duralumin correspond aux diamètres des transducteurs de compression et/ou cisaillement afin de rester dans un régime ondes planes monochromatiques puis d'ondes stationnaires (résonnantes). Par ailleurs, nous ne travaillons pas ici en mode d'extension « authentique » (i.e modes d'Young), car les parois latérales du cylindre ne sont pas libres mais fixes, soit aux conditions oedométriques des géotechniciens.

Durant le temps de l'expérience, le taux d'humidité ainsi que la température ne sont pas totalement contrôlés⁶. Nous avons pris soin de relever, à chaque expérience, la température (T) ainsi que l'humidité relative de l'air (H). La température et l'humidité relative ambiante sont de l'ordre de $T \sim 26 \pm 5^\circ$ et $H \sim 35 \pm 5\%$, respectivement. Le terme matériau granulaire sec est quelque peu abusif : les matériaux considérés dans cette étude ne sont pas exempts d'une certaine humidité. Il s'agit en effet de matériaux granulaires secs aux conditions de laboratoire (température, pression atmosphérique et degré hygrométrique ambiants « room dry ») et non pas un matériau granulaire sortant d'une étuve à vide. Cependant, il est établi que lorsque les diamètres des grains sont supérieurs à $100\mu m$, l'influence des forces adhésives de *Van-der-Waals* et des forces capillaires sont négligeables, page 25 [1], page 207 [59] et [189, 190]. Bien qu'il faille rester prudent sur cette ordre de grandeur, par la suite, nous ferons donc cette hypothèse. Le dispositif expérimental est présenté sur la figure (Fig. 3.4). Les transducteurs ultrasonores peuvent être utilisés comme émetteur ou bien comme récepteur. L'un d'eux est utilisé en émission (T), générant une onde acoustique

6. Il a été montré que la température influence aussi les effets non-linéaires mesurés par résonance acoustique dans les roches [188]. Les auteurs montrent que augmenter la température diminue la fréquence de résonance et le facteur de qualité. De plus, une hystérésis est mesurée lorsque la température est augmentée puis diminuée.

plane monochromatique dont la fréquence varie⁷ autour de la fréquence de résonance (fondamental $m = 1$) naturelle du système $f_r(= mV/2L) \pm 1.5kHz$ et l'amplitude⁸ d'excitation (A)⁹ varie entre $1V$ et $100V$, l'autre en réception (D).

Un calibrage du déplacement à la surface du transducteur en fonction de l'amplitude d'excitation a été réalisé à l'aide d'une sonde hétérodyne (interféromètre *Mach-Zehnder SH130* de la société *BMI*). Le déplacement semble être homogène à la surface du transducteur et tend à diminuer rapidement vers ces extrémités. La relation qui relie le déplacement à l'amplitude d'excitation est linéaire : $u_a(nm) = 0.25A_{ext}(Volts)$, il correspond à une gamme de déformation acoustique ($\epsilon_a = ku_a = 2\pi u_a/\lambda$) de l'ordre de $\epsilon_a \sim 10^{-8} - 10^{-6}$. Lorsqu'il s'agit de mesurer le déplacement tangentiel U_t à la surface de transducteur de cisaillement, la tâche s'avère plus délicate, mais reste réalisable grâce à des techniques plus sophistiquées. *Cand et al* [191] ont élaboré un interféromètre de *Fabry-Pérot* confocal à deux voies. Ce dispositif permet la détection simultanée des deux composantes de la vibration ultrasonore. D'après cette étude, on peut estimer que le rapport d'amplitude est de l'ordre de : $U_n/U_t = 1.5$. Par la suite, on supposera que $U_n \sim U_t$. Le programme que nous avons développé sous *LabView* permet de piloter le générateur de fonction (*HP33220A*) et ainsi de contrôler les paramètres du signal d'émission. Le signal d'émission passe ensuite dans un amplificateur de puissance (*ENI*), d'un gain de $50dB$, avant d'exciter le transducteur d'émission. L'onde acoustique émise se propage ensuite à travers le milieu granulaire (confiné et sous contrainte). Le signal détecté sur le transducteur de réception est ensuite démodulé, à l'aide d'une détection synchrone (*EG&G 7265*), et permet d'obtenir un très bon rapport signal sur bruit. Le programme d'interfaçage que nous avons développé sous *LabView*, permet, d'une part, de piloter les différents paramètres de contrôles de la détection synchrone, et d'autre part, d'acquérir (digitaliser) les données amplitude (module), phase, fréquence.

- Mode fondamental de résonance

Dans cette étude nous travaillons principalement au mode fondamental : $\phi\rho_{verre}4L^2f_r^2 = E_{eff}$, avec ϕ la fraction solide. Dans un premier temps, nous avons identifié les différents modes de résonances en enregistrant la réponse d'un matériau granulaire sur une large bande spectrale $2kHz - 200kHz$ pour le mode longitudinal (fig. 3.5c) et transversal (fig. 3.5b). Nous pouvons observer (fig. 3.5a) que le signal utile

7. La fréquence de résonance croît suivant la relation $f_r^{up}(n) = n\Delta f + f_{min}$ et décroît suivant la relation $f_r^{down}(n) = f_{max} - n\Delta f$. Dans nos expériences les valeurs typiques des paramètres de contrôle sont un temps de balayage de l'ordre de $T_{sweep} = (n-1)\Delta t \approx 1.5 - 2mn$ pour un incrément temporel de $\Delta t = 300ms$ et un incrément fréquentiel de $\Delta f = 3Hz$. f_{min} et f_{max} sont situées entre $1kHz$ et $2kHz$ autour de la fréquence de résonance f_0 afin d'obtenir un échantillonnage spectral correct.

8. L'amplitude d'excitation croît suivant la relation : $A(t) = A_{start} + m\Delta A$, en général $m = 25$ et $\Delta A = 0.01V$. Par exemple, la relation permettant un balayage croissant en amplitude et en fréquence, est de la forme : $A_{n,m}(t) = (A_{start} + m\Delta A)\sin(2\pi(n\Delta f + f_{min})t)$. La durée totale typique (mT_{sweep}) d'une expérience est de $41mn$. Cette durée d'expérimentation nous assure une contribution minimale de l'effet de vieillissement, prédominé par l'effet de softening.

9. Nous pouvons estimer l'ordre de grandeur des pressions acoustiques mis en jeu suivant la relation : $P_a = \rho_{verre}CV_0v_p = Z_{mg}v_p = v_p\sqrt{E\rho_{mg}}$. Pour une densité de $\rho_{mg} = 2.45 * 0.62g.cm^{-3}$, une vitesse du son dans le matériau $V_0 \sim 700m.s^{-1}$ et une vitesse particulière de $v_p = \partial u/\partial t \approx 2\pi u(nm) * f(MHz) \times 10^{-3} \approx (3.1 * 0.5) \times 10^{-3} \approx 3.1mm/s$, la pression acoustique s'avère être de l'ordre de $P_a = \rho_{mg}V_0\omega u \approx 7.7kPa$. Dans les expériences présentées dans cette section, la pression acoustique reste toujours inférieure à la pression de confinement ($P_a \leq P_0$).

est compris dans la bande des fréquences audio, soit $3kHz - 45kHz$, aux fréquences plus élevées, comprise entre $80kHz$ et $200kHz$, la réponse spectrale semble fortement atténuée : le milieu granulaire se comporte comme un filtre passe-bas. Il est alors possible d'estimer, l'ordre de grandeur typique, de la fréquence au mode fondamental de résonance, à l'aide de la relation : $f_r = nV/2L$ (avec $n = 1$). Pour une contrainte de confinement de $P = 707kPa$, nous pouvons estimer la vitesse de propagation du son à $V = 650m/s$ (cf. chapitre 1). Pour un empilement granulaire d'épaisseur $L = 18mm$, on s'attend à mesurer une fréquence de résonance (au mode fondamental) de l'ordre de $f_r = 18kHz$ en compression et de $f_r \approx f_{res-L}/2 = 9kHz$ en cisaillement. Cette estimation est confirmée expérimentalement (fig. 3.5a et b).

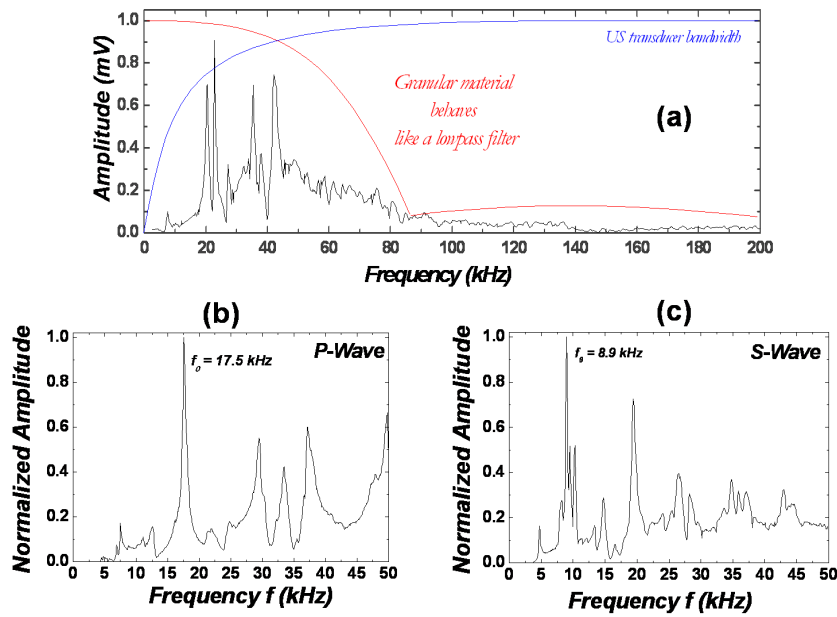


Figure 3.5 : Dans cette expérience l'amplitude d'excitation du transducteur d'émission est de l'ordre de $100mV$ à la sortie du générateur de fonction soit $A_{input} \sim 30V$ après amplification, ce qui correspond à une déformation acoustique de l'ordre de $\epsilon_{dyn} = \pi u_{dyn}/L \approx 1.3 \times 10^{-6}$, le matériau granulaire à une épaisseur de $L = 18mm$, les billes de verre de diamètres $d \sim 0.6 - 0.8mm$ et sous une pression de confinement de $P = 0,707MPa$.(a) Réponse spectrale : un matériau granulaire se comporte comme un filtre passe-bas. (b) Spectre obtenu à l'aide de transducteurs de compression, (c) de cisaillement. Le ratio de la fréquence au mode fondamental de résonance longitudinal et transversal est de l'ordre de 2. On note également l'existence d'autres modes de résonances (*harmoniques supérieures*).

La méthode de résonance est une méthode très sensible. En effet, au cours de l'expérience l'onde cohérente a le temps de parcourir une multitude de fois l'échantillon avant de mesurer quantitativement les propriétés visco-élastique du matériau¹⁰. Afin de mettre en évidence et de quantifier ces effets non-linéaires, tels que le ramollissement (*softening*) du module élastique, et d'identifier le mécanisme de dissipation non linéaire de ce matériau, nous devons mesurer la réponse spectrale au fondamental en fonction de l'amplitude de vibration. Typiquement, un balayage croissant (*Up*) ou décroissant (*Down*) est réalisé de façon linéaire autour du fondamental ($f = V/2L$) pour une contrainte de confinement P donnée. Le temps total d'un balayage fréquentiel est de

10. Une onde ultrasonore, qui se propageant à une vitesse de $800m/s$ dans un matériau granulaire d'épaisseur $18mm$, à le temps de réaliser un aller/retour au cours d'une période d'oscillation ($T = 50\mu s$) à la résonance : $TV_{son}/L \approx 2$. Au bout d'une seconde, l'onde aura parcourue 20000 fois l'échantillon.

$\sim 2mn$, l'incrément (pas) fréquentiel et temporel entre deux itérations sont $3Hz$ et $300ms$, respectivement. Lorsqu'un balayage fréquentiel est terminé, l'amplitude du signal d'excitation est augmentée d'un pas, pour être répétée de nouveau. L'incrément en amplitude est de $3V$, et sa valeur est comprise entre $3V$ et $75V$ suivant une loi linéaire. Ce balayage successif en fréquence et en amplitude nous permet d'obtenir un empilement de 25 pics de résonance, illustré figure (3.6) pour deux pressions de confinements différentes. La fréquence de résonance se décale progressivement vers les basses fréquences (graves), traduisant l'adoucissement du module élastique (« *Peak-Bending* »). Il est judicieux de normaliser ces courbes en fonction de niveau d'excitation, afin d'apprécier davantage l'effet d'élargissement du pic de résonance, lorsque celle-ci augmente.

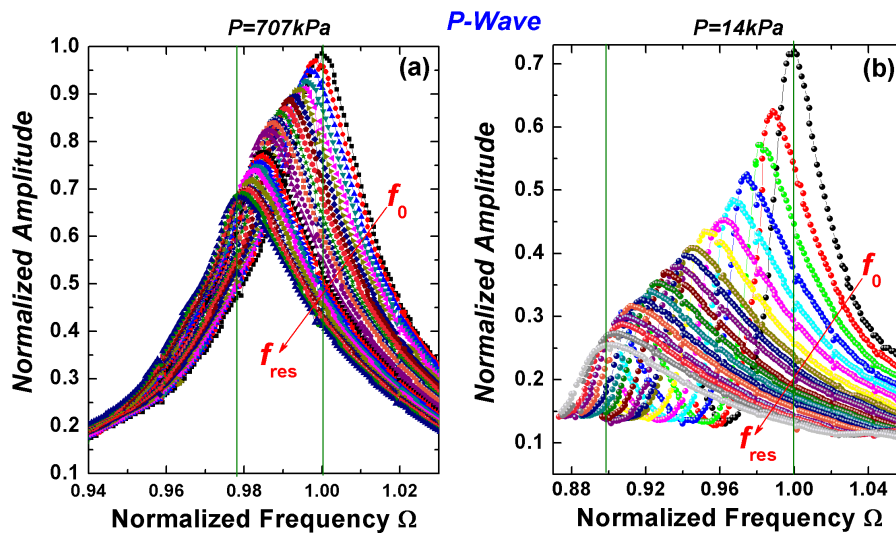


Figure 3.6 : Enregistrement caractéristique de courbes de résonance obtenues à l'aide d'un transducteur de compression pour un échantillon de longueur $L = 18mm$, des billes de diamètres $d \sim 400\mu m - 800\mu m$, obtenues pour une contrainte de confinement moyenne (a) $P = 0.707MPa$ et faible (b) $P = 0.014MPa$. Nous pouvons observer le décalage progressif du pic de résonance vers les graves (*Peak-Bending*, en anglais) lorsque l'amplitude d'excitation augmente. La représentation normalisée *Amplitude-Fréquence* permet d'apprécier davantage l'effet d'élargissement du pic de résonance lorsque l'amplitude d'excitation augmente. Ce résultat illustre la signature d'une atténuation de type non linéaire (*hystérique*). L'effet non linéaire (*softening*) du module élastique, se révèle encore plus significatif lorsque P diminue et tend vers la pression gravitaire ($\rho gh \approx 500Pa$ pour $L = 18mm$).

L'amplitude détectée a donc été normalisée en fonction de l'amplitude d'excitation A_r/A_{input} , et la fréquence de résonance par f_0 , la fréquence de résonance obtenue pour la plus faible amplitude (sonde) de vibration (en régime linéaire) comme $\Omega = \omega/\omega_0$; illustré pour une contrainte de confinement moyenne $P = 0.707MPa$ (fig.3.6a) et pour une contrainte beaucoup plus faible $P = 14kPa$ (fig.3.6b). Nous pouvons alors observer que le *softening* du module élastique et l'atténuation augmente de façon significative lorsque la contrainte de confinement diminue. De plus, nous pouvons observer que le mécanisme de dissipation semble être lié au mécanisme de ramollissement du module élastique (effectif) du matériau granulaire : $\Delta f_r \propto \Delta Q^{-1} \propto A_r$. Cette méthode acoustique nous fournit un outil permettant de réaliser une étude *in situ* des propriétés élastiques des matériaux granulaires. En effet, il est possible de déduire à partir des vitesses d'ondes, les modules élastiques effectifs qui caractérisent le matériau granulaire,

puisque : $V_L^2 = (K + (4/3)G)/\rho$ et $V_S^2 = G/\rho$, où $\rho = (1 - \Phi)\rho_{verre} = \phi_s\rho_{verre}$ et K , G , Φ et ϕ_s sont les modules élastiques de compression et de cisaillement, la porosité et la fraction solide, respectivement. Pour un matériau granulaire, la fréquence de résonance $f_r (= V_{son}/2L)$ est fonction de la vitesse de propagation $V_{son} (= \sqrt{E/\rho})$, où E est le module d'Young. La vitesse de propagation du son suit une loi de puissance $P^{1/6}$ comme le prédit le modèle de *Hertz* (cf. *chapitre 1*). Ce qui implique que la variation relative de la fréquence de résonance (ou du module élastique) dépend également de la pression de confinement, comme : $2\Delta f_r/f_0 \sim \Delta E/E_0 \sim P^{1/6}$.

Vitesse du son et fréquence de résonance — Nous nous sommes intéressés au couplage qu'il existe entre la fréquence de résonance et la vitesse du son. Pour réaliser une mesure simultanée de f_r et V_{son} , nous avons réalisé une nouvelle cellule de confinement, illustré figure (3.7a).

Ce dispositif expérimental nous permet d'effectuer le suivi de f_r par la méthode de résonance et celui de V_{son} par la méthode impulsionnelle vue au *chapitre 1* (mesure de la célérité). Le protocole de préparation de l'échantillon reste identique à celui exposé précédemment. La cellule est de forme parallélépipédique, rigide en duralumin, de largeur $L = 40mm$ et l'épaisseur de l'empilement granulaire est de l'ordre de $H = 20mm$. Dans cette expérience, nous avons utilisé des transducteurs de compression pour effectuer le suivi de f_r et de V_{son} . Les transducteurs d'émission (**E**) et de réception (**R**), où permettant la mesure de la célérité longitudinale, sont fixés à la cellule, tandis que ceux utilisés pour effectuer la mesure de la fréquence de résonance, servent de piston adaptés, afin de pouvoir exercer une force normale à travers le piston du haut via la presse automatisée *MTS*. Cette expérience s'est avérée extrêmement délicate à réaliser.

En effet, nous avons été confronté à un fort couplage où le mode impulsionnel interfère avec celui résonant, ayant pour effet de faire onduler (de façon désynchronisée) le pulse détecté en fonction du balayage spectral effectué (effet de modulation d'amplitude). Cet effet s'est avéré difficile à éliminer, notamment lorsque l'amplitude d'excitation augmente. Cependant, nous sommes parvenus à réaliser une mesure satisfaisante, en jouant sur un « moyennage » temporel du pulse détecté et en augmentant légèrement le jeu mécanique entre les pistons et la cellule métallique. De plus, une cale en plastique semi-rigide a été ajoutée à l'arrière de chaque transducteur. En revanche, cette expérience n'a pu être réalisée en cisaillement, en effet, le couplage entre le mode résonnant et impulsionnel s'est avéré impossible à éliminer (notamment aux amplitudes les plus fortes). Pour l'instant, nous ne sommes pas parvenu à résoudre ce problème, au mode transversal de résonance, afin d'obtenir des mesures reproductibles. Le milieu granulaire, a été soumis à une pression de confinement de $0.062MPa$ et sondé durant $50mm$ par des ondes résonnantes et impulsionnelles de faible amplitude (ageing), le temps que les contacts entre grains aient le temps de bien s'établir. Ensuite, nous avons augmenté l'amplitude d'excitation des ondes résonnantes, les ondes impulsionnelles servant, ici, de sonde non-invasive, leur amplitude n'est donc pas modifiée et reste à un faible niveau. Pour le mode résonant, le protocole d'excitation reste identique à celui utilisé auparavant. On observe que l'évolution de la fréquence de résonance semble être corrélé à celui de la vitesse du son (fig. 3.7b et 3.7c). L'ordre de grandeur du ramollissement du module élastique initial mesuré est de 4.4% pour le mode fondamental

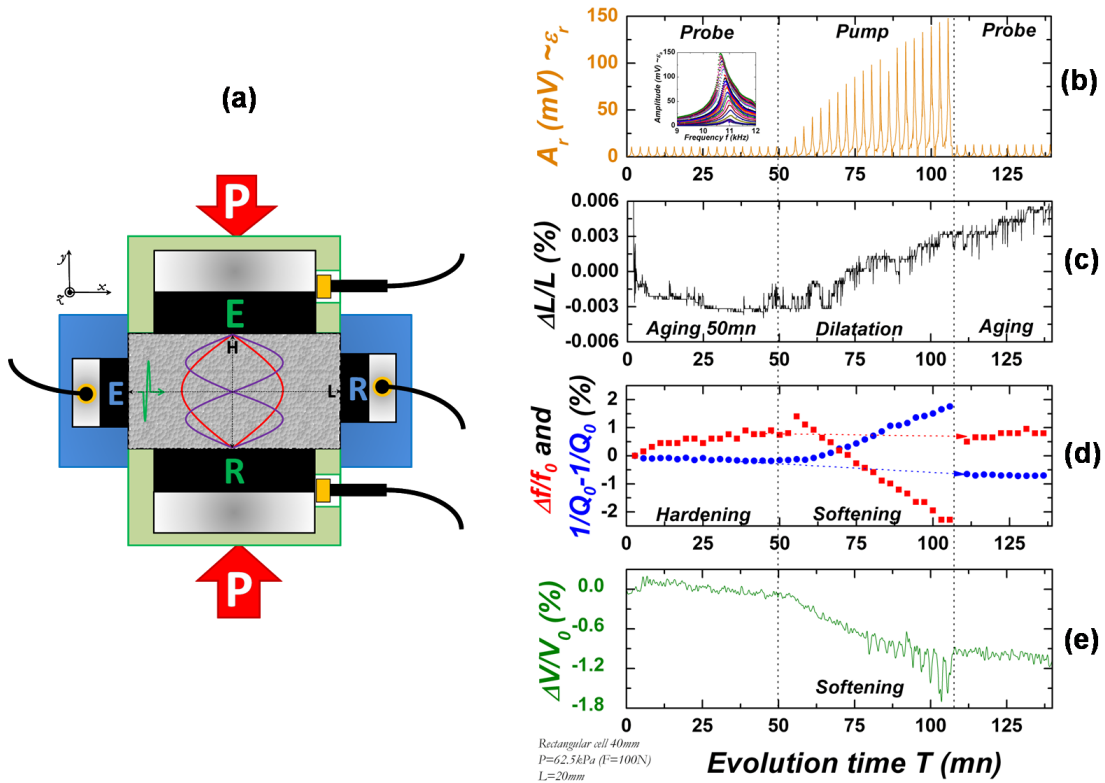


Figure 3.7 : (a) Dispositif expérimental couplant la mesure de la vitesse du son, de la fréquence de résonance et des paramètres mécaniques, via la presse automatisée *MTS*, tels que l'épaisseur de l'échantillon (L) et la force normale appliquée (F_0) au milieu granulaire, qui est confiné dans une cellule parallélépipédique rigide, de largeur 40mm . Le matériau est soumis à une pression de confinement de 62.5kPa et son épaisseur est de 20mm . Des transducteurs ultra-sonores de compression sont utilisés pour mesurer, la fréquence de résonance et la vitesse du son, respectivement. Les transducteurs d'émission (**E**) et de réception (**R**), permettant la mesure de la célérité longitudinale sont fixés (dans l'espace) à la cellule, tandis que ceux utilisés pour effectuer la mesure de la fréquence de résonance servent de piston (adaptés), afin d'appliquer une force normale constante à l'empilement granulaire. (b) Évolution du pic de résonance. (c) Variation de l'épaisseur (L) de l'empilement granulaire, à travers le piston du haut. L'encart montre l'empilement des pics de résonances en fonction de l'amplitude détectée. (d) (●) Variation relative de la fréquence de résonance ($\Delta f/f_0$) et (■) dissipation ($1/Q - 1/Q_0$). (e) Variation relative de la vitesse du son ($\Delta V/V_0$), lorsque l'amplitude d'excitation augmente, suivant une loi linéaire, au cours du temps d'expérimentation. Le matériau est suivi à l'aide de vibrations de faible amplitude durant une phase de vieillissement, avant et après, l'application de plus forte vibration. Le ramollissement du module élastique, mesuré par la fréquence de résonance et la vitesse du son, est de l'ordre de 2%. Cette observation confirme le fait que $\Delta f/f_0 \equiv \Delta V/V_0 \approx \Delta E/2E_0$. De plus, le module élastique et la dissipation initiale sont instantanément récupérés après l'arrêt de la plus forte vibration.

et de 3.6% pour le mode impulsionnel. Conjointement, on observe que la dissipation augmente avec l'amplitude d'excitation de l'ordre de 2%. Après l'arrêt de l'amplitude d'excitation la plus élevée, on observe que le module élastique et la dissipation originelle sont récupérés de façon simultanée.

- Influences du protocole expérimental

(i) Effet de vieillissement sous faible vibration — Avant de pouvoir effectuer des mesures, de façon systématique et reproductible, permettant de quantifier

l'adoucissement du module élastique et la dissipation d'un matériau granulaire sec (confiné) soumis à une pression de confinement, il nous faut connaître l'influence de l'effet de relaxation en fonction de la contrainte. Il s'agit d'effectuer une expérience de résonance à l'aide d'amplitude d'excitation de faible niveau nous renseignant sur les ordres de grandeur mis en jeu, tels que le durcissement du module élastique initial et la dissipation. La figure (3.8a), illustre l'effet de relaxation d'un empilement granulaire confiné (sec) soumis à une pression de confinement de $0.62MPa$ et d'épaisseur $18mm$. L'échantillon a subi un seul cycle de chargement-déchargement (pré-contrainte) entre $1N$ et la force appliquée maximale de $500N$ ($F = \pi R^2 P$). L'amplitude d'excitation après amplification ($G_{eni} = 50dB$) est de $3.16V$, et elle n'est pas suffisante pour perturber le milieu granulaire (sonde non-invasive). Le matériau a été sondé durant $14.5h$, au cours de ce temps d'expérimentation le pic de résonance se décale progressivement vers les hautes fréquences (aigus), traduisant un durcissement ($\Delta L \approx 45\mu m$) du module élastique initial ($\Delta E/E_0$) de l'ordre de 4% . Cette relaxation (lente) du milieu granulaire suit une loi logarithmique du temps. En revanche, on observe que la dissipation (calculée à partir de la relation $Q_0 = f_0/\Delta f$) diminue faiblement au cours de l'expérience ($\sim 0.5\%$).

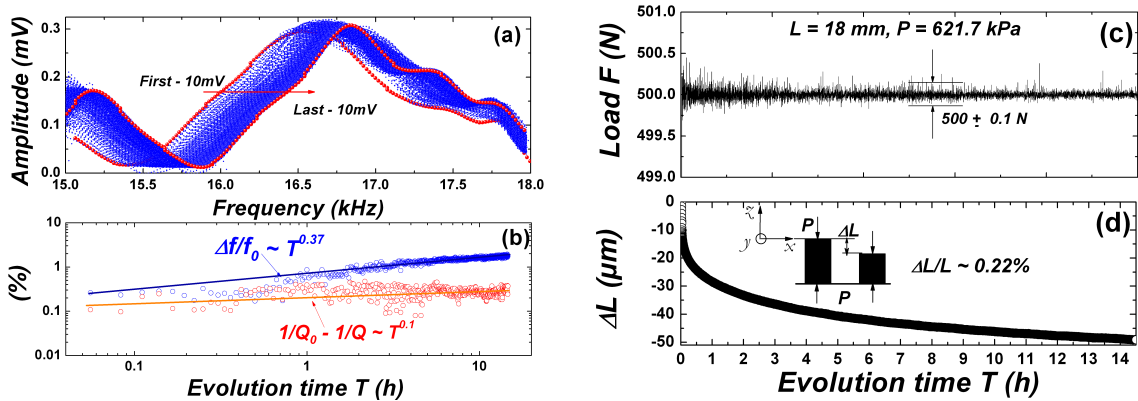
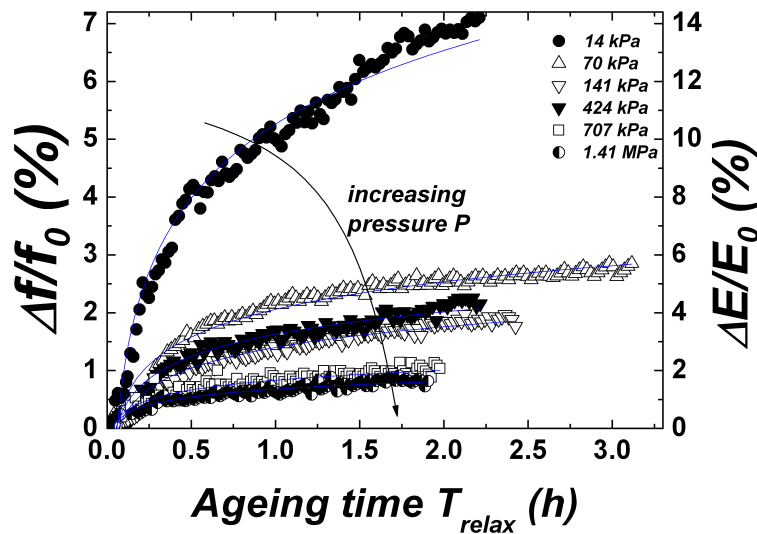


Figure 3.8 : Illustration de l'effet de relaxation (naturelle) d'un matériau granulaire soumis à une pression de confinement de $621.7kPa$. L'épaisseur de l'échantillon est de $18mm$, la taille des grains moyen est de $600\mu m$ et la polydispersité est de $200\mu m$. Le matériau est sondé à l'aide d'amplitude d'excitation de faible niveau ($A_{in} = 0.01 \times 316V$). (a) La fréquence de résonance se décale progressivement vers les hautes fréquences (aigus). Le module élastique initial du matériau s'est durci de l'ordre de 4% au bout de $14h$. (b) On note une légère diminution de la dissipation initiale ($1/Q_0 - 1/Q$) de l'ordre de ($\sim 0.5\%$). (c) La force normale appliquée à l'échantillon est maintenue tout au long de l'expérience, à l'aide de la presse *MTS*, de façon constante soit à $\pm 0.1N$ près. (d) Illustration du tassement de l'empilement granulaire (ΔL) au cours du temps, qui s'avère de l'ordre de 0.22% .

Cherchons à comprendre ce que l'on peut attendre comme évolution de la fréquence de résonance (f_r) et de la dissipation (Q_0^{-1}) en fonction du temps d'expérimentation. f_r est liée à l'aire de contact (a) à travers le module élastique ($f_r \propto \sqrt{E(a)}$), avec a l'aire de contact inter-grains. On sait, de façon empirique, que l'aire de contact (raideur) augmente (flue) de façon logarithmique en fonction du temps ($a(t)$), sous l'effet de la contrainte (normale) appliquée à l'échantillon [192]. Par conséquent, la fréquence de résonance (module élastique) doit augmenter. Si l'on suppose que la déformation acoustique est sinusoïdale $\varepsilon_a = \varepsilon_m \cos(\omega t) = \varepsilon_m \cos(\theta)$, de pulsation ω et d'amplitude ε_m . On sait que le module complexe est définie par l'expression : $E^* = E' + iE''$, où

E^* est la somme vectorielle d'une composante élastique (en phase avec la contrainte) E' et d'une composante correspondant à un amortissement visqueux (en quadrature de phase) E'' . Le module d'élasticité dynamique E^* est une grandeur complexe, car un amortissement est présent, en effet, $E^* = E'(1 + i \tan \delta)$, où $\tan \delta$ représente le facteur de perte. Le module E^* représente la relation entre la contrainte et la déformation dynamiques, selon $E^* = (\sigma_0/\varepsilon_0) \exp(i\delta)$, avec $E' = (\sigma_0/\varepsilon_0) \cos \delta$ et $E'' = (\sigma_0/\varepsilon_0) \sin \delta$. La tangente du déphasage δ , entre la contrainte et la déformation, est proportionnelle au rapport, entre les puissance dissipée et stockée, comme définie dans la relation de dissipation : $1/Q = E''/E' = \Delta W/2\pi W = \tan \delta$, où E' et E'' sont les modules respectifs de conservation et de perte, et qui dépendent de la pulsation ω et de l'aire de contact évoluant dans le temps $a(t)$. On imagine alors, que le rapport du module élastique de conservation $E'(a(t))$ sur le module de perte $E''(a(t))$ s'équilibre et fini par tendre, au bout d'un certain temps, vers une valeur quasi-constante. Par conséquent, pour des amplitudes d'excitations faibles, on peut comprendre que la dissipation diminue très faiblement par rapport à la dissipation initiale $1/Q_0$, ce qui, expérimentalement, semble observé figure (3.8b). L'expérience a été répétée pour six pressions de confinements différentes, s'étalant de 14kPa à 1.41MPa , illustrée sur la figure (3.9).



$P(\text{kPa})$	14.1	70.7	141	424	707	1410
$a \times 10^{-3}$	97.95	35.7	28.24	29.02	11.59	9.20
$b \times 10^{-3}$	18.39	6.87	5.16	5.53	2.43	1.95

Figure 3.9 : Influence de la pression de confinement (P), variant de 14kPa à 1.41MPa , sur l'effet de vieillissement. Plus la pression de confinement diminue, plus la relaxation du milieu granulaire est élevée. Au bout de 2h , le module élastique initial s'est durci de 1.4% à plus de 14% pour $P = 14\text{kPa}$ et $P = 1.41\text{MPa}$, respectivement. Le milieu granulaire a subi un seul cycle de chargement-déchargement entre 1N et la force appliquée maximale ($F = \pi R^2 P$). La loi d'ajustement est de la forme $y = b \ln(t) - a$, les valeurs obtenues sont listées dans le tableau.

Plus la contrainte diminue, plus l'effet de relaxation est élevé. Au bout de 2h , le module élastique initial s'est durci de 1.4% à plus de 14% pour $P = 14\text{kPa}$ et

$P = 1.41\text{MPa}$, respectivement. Par conséquent, dans la suite de nos expériences, avant d'effectuer des mesures systématiques renseignant sur le comportement vibratoire d'un matériau granulaire (propriétés visco-élastiques) par la méthode de résonance, nous réaliserons dix cycles de chargement-déchargement entre 1N et la force normale appliquée maximale. De plus, les mesures ultrasonores seront effectuées $1h$ après que la contrainte soit exercée sur l'échantillon. Nous ferons l'hypothèse par la suite, que ce temps (permettant aux contacts inter-grains de bien s'établir) est suffisant pour minimiser au mieux l'influence de l'effet de relaxation sur les mesures de ramollissement du module élastique. Des expériences intermédiaires, non présentées ici, montrent que, si un temps d'attente suffisamment long est respecté, alors les mesures effectuées seront très faiblement influencées, notamment pour les amplitudes d'excitation les plus faibles. En effet, nous verrons par la suite, que l'ordre de grandeur de l'effet non linéaire (*softening*) domine largement celui de l'effet de vieillissement.

(ii) *Influence de la pré-contrainte et effet hystérétique lors de cycle fréquentiel autour du fondamental* — Afin d'illustrer cet effet représenté figure (3.10), nous avons réalisé une expérience sur un échantillon dit « jeune » (ou fraîchement préparé), où les mesures ont été effectuées dès lors que la contrainte appliquée est stabilisée, et un échantillon dit « vieux », où le matériau a subi 10 chargements-déchargements mécaniques entre 1N et 500N , après avoir été maintenu sous contrainte durant $1h$ avant que les mesures soient effectuées.

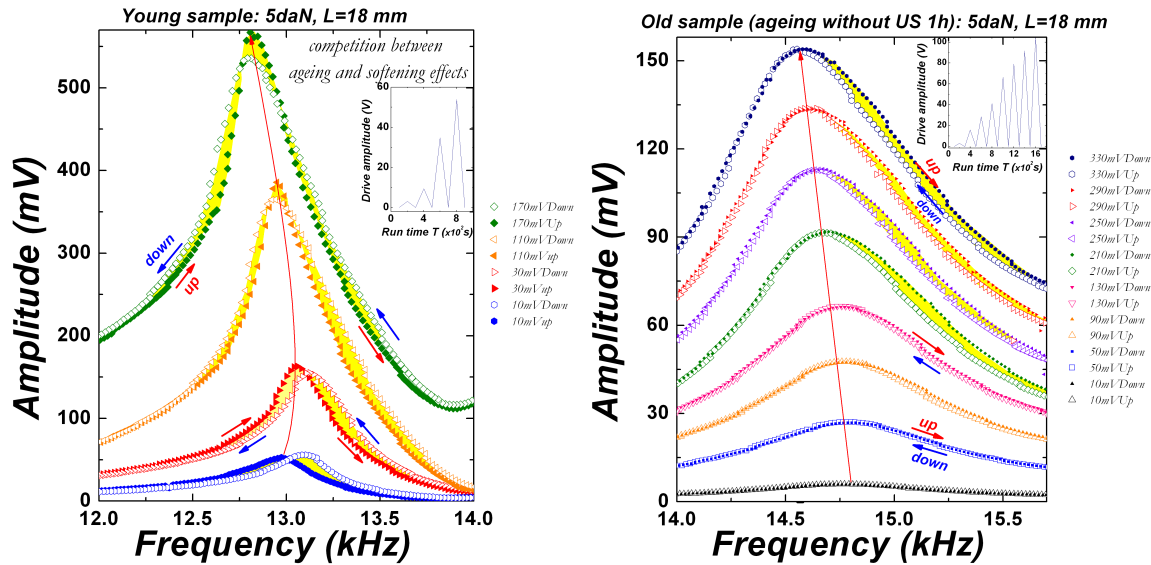


Figure 3.10 : Pics de résonance mesurés dans un matériau granulaire (a) *jeune* (les mesures sont effectuées dès que la contrainte a été appliquée) (b) et *vieilli* (le matériau est maintenu sous contrainte durant $1h$ avant d'effectuer les mesures) d'épaisseur 18mm et soumis à une pression de confinement 62.2kPa . La fréquence est d'abord augmentée puis diminuée (voir flèches sur la figure). Dans le cas de l'échantillon « jeune » ou fraîchement préparé, une augmentation du module élastique subsiste après une période de déformations acoustiques élevées. Lors du balayage de fréquence décroissant, la fréquence de résonance a augmenté, signature d'un comportement hystérétique. Dans le cas de l'échantillon « vieux », cet effet semble moins prononcé aux amplitudes d'excitation les plus faibles et tend à se révéler pour les amplitudes d'excitations les plus élevées.

La pression de confinement et l'épaisseur de l'échantillon sont 62.2kPa et 18.0mm , respectivement. La fréquence d'excitation augmente (*up*) puis diminue (*down*), de

façon linéaire, autour de la fréquence de résonance ($\pm 1kHz$). La tension d'excitation est augmentée à chaque cycle (*up/down*) fréquentiel. Dans le cas de l'échantillon fraîchement préparé, on observe une compétition entre l'effet de *softening* et l'effet de vieillissement (fig. 3.10a). De plus, le pic de résonance empreinte un « *chemin* » différent lors du balayage spectral croissant puis décroissant. Lors du balayage décroissant de la fréquence, on observe que la fréquence de résonance initiale a augmenté de l'ordre de 1%. Lorsque l'amplitude d'excitation augmente, cet effet tend à être diminué mais persiste. Le décalage de la fréquence de résonance est non linéaire. La signature d'un comportement hystérétique en compétition avec l'effet de vieillissement est mis en évidence. Dans le cas de l'échantillon « *vieux* » (fig. 3.10a), cet effet tend à disparaître pour les amplitudes d'excitation les plus faibles. En revanche, pour les amplitudes d'excitation les plus élevées, cet effet est retrouvé. L'origine physique de cet effet, semble liée à la fois à la relaxation lente des aspérités de contacts inter-grains [85] et au caractère hystérétique inhérent aux matériaux granulaires via la théorie du contact de *Hertz-Mindlin*. Ces expériences nous éclairent sur les précautions que nous devons adopter avant de réaliser des mesures systématiques par méthode de résonance. De plus, on imagine facilement que ces effets sont d'autant plus prononcés que la pression de confinement est faible. Concernant les résultats expérimentaux présentés par la suite, un nombre suffisant (10) de cycles de précontrainte ainsi qu'un temps d'attente suffisamment long (1h) ont été respectés avant d'effectuer les mesures (afin de s'affranchir au mieux de l'effet de relaxation). Enfin, ces effets seront considérés comme négligeables par la suite, si les conditions d'expérimentation que nous venons d'exposer sont respectées.

(iii) *Double pics de résonance* — Au cours de ces expérimentations, nous avons observé un dédoublement du pic de résonance, pouvant se manifester de manière stochastique.

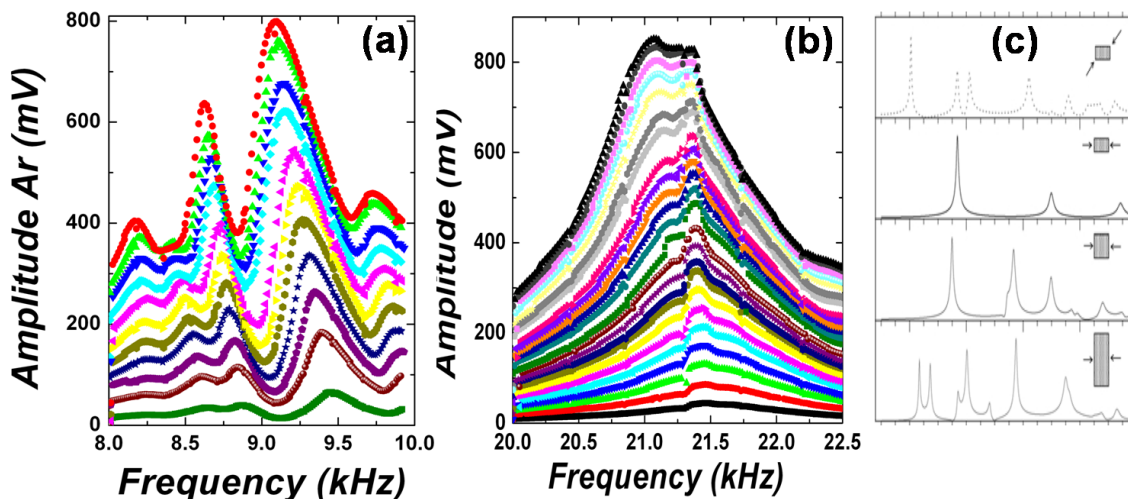


Figure 3.11 : Illustration du phénomène de dédoublement du pic de résonance. (a) Le double pic de résonance (présent dès le début du test) perdure lorsque l'amplitude d'excitation augmente. (b) Un second pic de résonance se révèle progressivement lorsque l'amplitude d'excitation augmente. La compétition s'exerçant entre ces deux pics rend inconsistante une mesure du facteur de qualité et du décalage de la fréquence de résonance. (c) Simulation de la réponse spectrale d'une roche générique suivant l'arrangement des transducteurs et la forme de l'échantillon, extrait de [193].

En effet, ce double pic peut apparaître dès le début ou au cours de l'expérience, puis partir de nouveau lorsque l'amplitude d'excitation augmente. Ce phénomène n'est pas reproductible d'un test à l'autre. Une simple « tape » sur la cellule rigide contenant les grains, suffit parfois à le faire disparaître. Nous avons essayé de comprendre l'origine physique de ce phénomène. D'une part, on pourrait penser que ce phénomène est engendré par les interférences entre modes fondamental et les harmoniques supérieures. Malheureusement, ce raisonnement semble être pris en défaut, lorsqu'il s'agit d'analyser les fréquences intermédiaires pouvant être créés à partir du fondamental et de la seconde harmonique. D'autre part, on pourrait penser que l'alignement du transducteur d'émission par rapport au plan orthogonal à la force normale, pourrait exciter d'autres modes, comme l'ont montré [194, 193]. En effet, suivant le mode de sollicitation acoustique (résonnant), il est possible d'exciter le mode de flexion ou de torsion. Cependant, nous avons constaté qu'il s'agirait plutôt d'un problème de contact au niveau des grains pouvant se coincer entre la périphérie du transducteur et la paroi interne de la cellule de confinement, ce qui aurait pour effet de générer un couplage entre l'émetteur et le récepteur. Faute de n'avoir pu discriminer clairement l'origine de ce phénomène (apparemment non physique), nous nous sommes assurés qu'à chaque expérience, un seul pic de résonance était présent.

3.2.3 Softening des modules élastiques et dissipation hystérétique

- Méthode d'analyse des données en régime non linéaire

(i) *Quantification du softening du module élastique effectif et de la dissipation non linéaire* — On présente sur la figure (3.12) un empilement typique de courbes de résonance obtenues pour une contrainte de confinement de $P = 0.707 MPa$.

Ce graphique représente l'amplitude détectée ($A_{input} \sim \epsilon_a$) en fonction de la fréquence lorsque l'amplitude d'excitation augmente linéairement. Nous pouvons constater que la fréquence de résonance se décale progressivement vers les basses fréquences (*Peak-Bending*), ce qui correspond à une diminution de la vitesse de propagation ($V = \sqrt{E/\rho}$) et du module élastique ($\Delta E/E_0 = 2\Delta f_r/f_0$). De plus, nous pouvons observer que le pic de résonance s'élargit lorsque l'amplitude augmente. Notre matériau granulaire exhibe une dissipation hystérétique (Q^{-1}), illustrée (fig. 3.12c). Un changement de la fréquence de résonance de l'ordre de 2.2% correspond à une diminution du module élastique de 4.4%. La déformation acoustique ϵ_a imposée par le transducteur d'émission est comprise entre 1.3×10^{-7} et 3.2×10^{-6} . Il est alors rendu possible de quantifier le ramollissement du module élastique effectif du matériau, engendré par l'augmentation de l'amplitude de vibration, illustrée (fig. 3.12c). Pour cela, deux méthodes peuvent être utilisées pour déterminer la variation du module élastique ($\Delta E/E_0$) en fonction de la déformation acoustique (ϵ_a). La première méthode consiste à extraire à partir du diagramme *Amplitude-Fréquence* la fréquence de résonance (f_r) et l'amplitude maximale (A_r), par interpolation d'un polynôme de second ordre (lissage) au sommet de chaque pic de résonance. La deuxième méthode consiste à extraire à partir du diagramme *Phase-Fréquence*, les fréquences de résonance lorsque la phase vaut $\varphi_0 = -\pi/2$, soit lorsque l'amplitude détectée est maximale (à la résonance). Nous pouvons constater que ces deux méthodes donnent un résultat parfaitement identique (Fig. 3.12c). Dans la suite de cette étude nous avons utilisé la première méthode. L'adoucissement du module

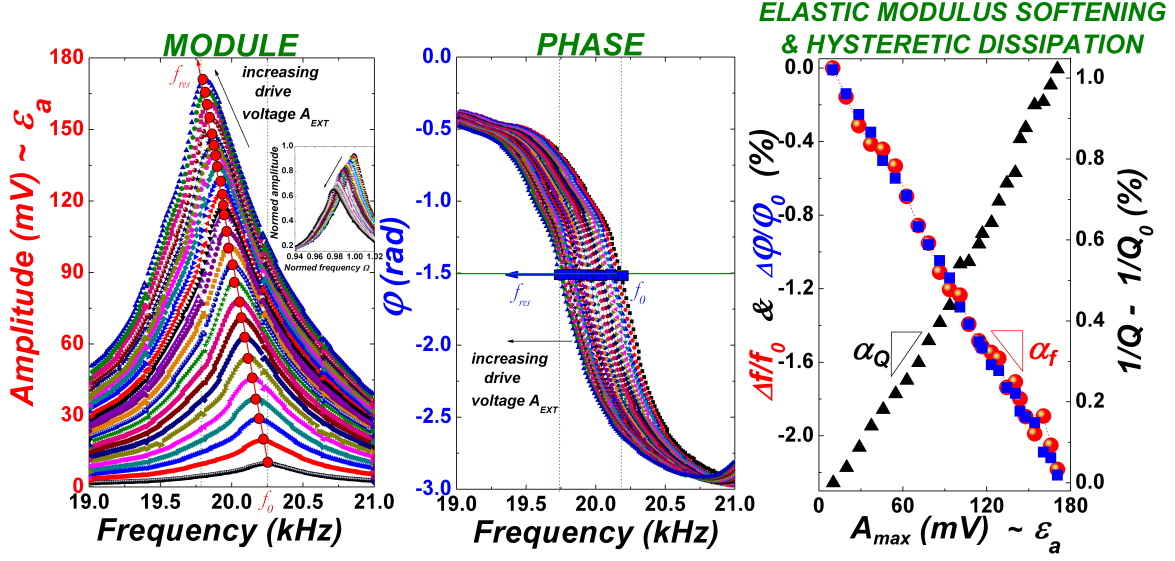


Figure 3.12 : Enregistrement caractéristique de courbes de résonance obtenues à l'aide d'un transducteur de compression pour un échantillon d'épaisseur $L = 18mm$, des billes de diamètres $d \sim 0.4 - 0.8mm$, obtenues sous une contrainte de confinement $P = 0.707MPa$. A gauche, représentation *Amplitude-Fréquence* mettant en évidence le décalage progressif du pic de résonance vers les basses fréquences (Peak-Bending). Grâce à la représentation *Amplitude-Fréquence*, nous pouvons extraire les valeurs successives des fréquences de résonance pour chaque amplitudes maximales $A_{max} \sim \epsilon$ correspondantes (●). Au milieu, de manière analogue, il est possible de quantifier le ramollissement du module élastique via la représentation *Phase-Fréquence*, où il s'agit d'extraire les valeurs successives des fréquences de résonance obtenues pour $\varphi_0 = -90^\circ$ (■). A droite, quantification du ramollissement du module élastique (softening) et de dissipation Q^{-1} en fonction de la déformation acoustique $A_r \propto \epsilon_a$ (▲). Nous pouvons noter que $\Delta E/E_0$ et $\Delta(1/Q)$ sont linéairement dépendant de la déformation acoustique ϵ_a à travers les coefficients directeurs α_f et α_Q respectivement.

élastique diminue (linéairement) et la dissipation augmente, lorsque l'amplitude d'excitation augmente. Ces deux observations, illustrent parfaitement le caractère non linéaire des matériaux granulaires. A partir de là, nous pouvons présenter la méthode de détermination du facteur de qualité que nous avons employée en régime non linéaire, et la procédure d'analyse des données expérimentales conduisant à la quantification (caractérisation) des propriétés viscoélastiques d'un matériau granulaire.

(ii) *Méthode de détermination du facteur de qualité $Q(\epsilon_r)$ en régime non linéaire* — Nous employons ici, une méthode développée par *Guyer* et qui est présentée dans l'ouvrage (*pp. 174-175* [175] et [195]), elle est issue des travaux de *Sutin et Johnson* [13]. Si nous nous plaçons dans le cas d'un régime linéaire, nous pouvons définir la relation typique déplacement-amplitude d'une barre résonante, comme étant :

$$U_r = \frac{F}{\sqrt{(\omega^2 - \omega_0^2(\epsilon_r))^2 + \frac{\omega^2}{\tau(\epsilon_r)^2}}} \quad (3.1)$$

avec ϵ_r la déformation lorsque l'amplitude détectée vaut U_r . A la résonance nous avons $\omega = \omega_0(\epsilon_r)$ et la relation $U-F$ devient : $U_r = \tau(\epsilon_r)F/\omega_0(\epsilon_r)$. La force F est directement liée à la tension d'excitation à travers un paramètre de calibration Λ_1 ($F = \Lambda_1 V$ ou V est la tension). Le déplacement détecté est lié à l'amplitude détectée

lui aussi, à travers un paramètre de calibration comme $U_r = \Lambda_2 V$. La mesure du déplacement vibrationnel à la surface des transducteurs (cette mesure s'est limitée au transducteur de compression) a été réalisée à l'aide d'un interféromètre optique nous permettant d'obtenir la valeur du déplacement détecté en fonction de la tension détectée i.e $U_r(nm) \approx 0.25V(volts)$. Le paramètre Λ_2 peut être calibré et permet de déterminer la déformation acoustique appliquée au matériau ou détectée après que l'onde acoustique se soit propagée dans le matériau : $\epsilon_r = 2\pi U_r/\lambda$. A la résonance ($\lambda = L/2$) la déformation acoustique se réduit à $\epsilon_a = \pi U_r/L$. La déformation acoustique détectée est alors dans la gamme de $\epsilon_a \sim 10^{-8} - 10^{-6}$. Nous cherchons alors à déterminer l'expression du facteur de qualité, nous pouvons écrire que :

$$\frac{1}{\tau(\epsilon_r)} = \Lambda_1 \frac{1}{\omega_0(\epsilon_r)} \frac{V}{U_r} \quad (3.2)$$

Pour une tension d'excitation donnée V , U_r et $\omega_0(\epsilon_r)$ sont connus. Λ_1 peut être obtenu pour une faible tension d'excitation V_0 , dans ce cas le déplacement et la déformation obtenus à la résonance sont U_0 et ϵ_0 respectivement. A cette faible tension d'excitation le pic de résonance est symétrique, il est alors possible de déterminer la fréquence de résonance $f_0(\epsilon_0)$ ainsi que le facteur de qualité à l'aide de la relation $Q_0 = \omega_0(\epsilon_0)\tau(\epsilon_0) = f_0/\Delta f$ (qui n'est plus valable lorsque le pic est dissymétrique). Dans ces conditions le coefficient Λ_1 vaut : $\Lambda_1 = U_0\omega_0^2(0)/V_0Q_0$. Nous pouvons ainsi déterminer la relation de la dissipation Q^{-1} qui est l'inverse du facteur de qualité $1/Q(\epsilon_r) = 1/\omega_0(\epsilon_r)\tau(\epsilon_r)$. Nous obtenons finalement, l'expression du facteur de qualité en régime non linéaire :

$$\boxed{\frac{1}{Q(\epsilon_r)} - \frac{1}{Q_0} = \frac{1}{Q_0} \left(\frac{\omega_0^2(0)}{\omega_0^2(\epsilon_r)} \frac{U_0}{V_0} \frac{V}{U_r} - 1 \right)} \quad (3.3)$$

Il est intéressant de remarquer qu'à travers l'équation (3.1) nous pouvons déterminer Q_0 (pour la tension d'excitation la plus faible) lorsque l'amplitude vaut $1/\sqrt{2}$ de l'amplitude maximale, soit pour $U_0(\omega_0 + 1/2\tau_0) = U_0(\omega_0)/\sqrt{2}$. Nous retrouvons l'expression classique du facteur de qualité : $1/Q_0 = \omega_0\tau_0$. Ce résultat (Equ. 3.3) est comparable à l'expression trouvée par *Johnson et Sutin* [13], où ils ont fait l'hypothèse que le décalage en fréquence Δf reste faible en comparaison des variations du facteur de qualité Q . Par conséquent, ils ont négligé le terme $\omega_0^2(0)/\omega_0^2(\epsilon_r)$. Dans notre étude, les décalages en fréquence que nous mesurons peuvent être importants jusqu'à $\Delta f \sim 2000Hz$ pour des pressions de confinement faibles (quelques kPa). Ce décalage en fréquence correspond à un ramollissement du module élastique de l'ordre de $\Delta E/E_0 \sim 20\%$ (obtenu pour le mode transversal). Dans notre cas, il n'est donc pas adéquat de faire cette hypothèse, notamment pour les contraintes (fréquences) les plus faibles.

(iii) Exemple d'analyse des données — La méthode exposée ci-dessous est issue d'une communication privée avec *R. A. Guyer* [195]. Les données considérées ici, sont la fréquence de résonance et l'amplitude détectée obtenues pour une contrainte de $707kPa$ et 25 valeurs de tension d'excitation $V = 0.01, \dots, 0.25$. Le graphique (Fig. 3.13a) représente la fréquence de résonance f_r en fonction de l'amplitude maximale détectée A_r .

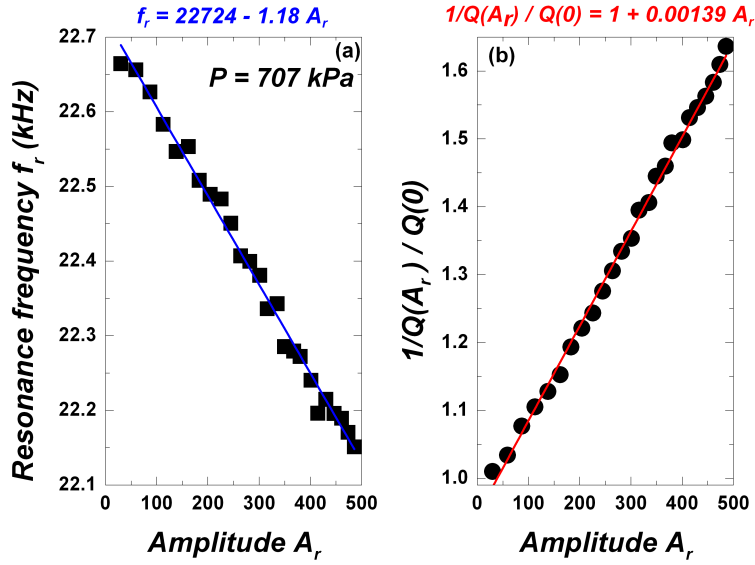


Figure 3.13 : (a) Fréquence de résonance f_r en fonction de l'amplitude maximale détectée A_r . (b) Taux de dissipation $(1/Q(A_r))/Q(0)$ en fonction de l'amplitude maximale détectée A_r .

Ces données suggèrent que f_r décroît linéairement en fonction de A_r , on peut donc appliquer un ajustement linéaire du type : $f_r = a + bA_r$. Les paramètres obtenus sont $a = 22724$ et $b = 1.18$, la variation relative de la fréquence de résonance vaut alors :

$$\frac{f_r(0) - f_r(A_r)}{f_r(0)} = 5.19 \times 10^{-5} A_r = \alpha_f A_r \quad (3.4)$$

La quantité $1/Q$ augmente avec la tension V suivant le rapport $R(A_r) = V/A_r$ ($1/Q(A_r) \propto R(A_r)$), illustré (Fig. 3.13b). $R(A_r)$ peut être ajusté suivant une loi linéaire du type : $R(A_r) = a + bA_r$ et nous donne $a = 0.0010$ et $b = 1.39 \times 10^{-6}$. Comme $1/Q(0) \propto a = 0.0010$ le rapport $R(A_r)/a$ nous donne : $R(A_r)/a = Q(0)/Q(A_r) = (1/Q(A_r))/(1/Q(0)) = 1 + (b/a)A_r = 1 + 0.00139 A_r$. Cette équation peut être réarrangée et devient : $1/Q(A_r) - 1/Q(0) = 0.00139 A_r/Q(0)$. Nous pouvons, à partir du pic de résonance obtenu pour l'amplitude d'excitation la plus faible (pic de résonance symétrique), estimer le facteur de qualité. Nous trouvons $Q(0) \approx 35$, il est ainsi possible de quantifier la dissipation relative induite par l'augmentation de V (softening) :

$$\frac{1}{Q(A_r)} - \frac{1}{Q(0)} = 3.97 \times 10^{-5} A_r = \alpha_Q A_r \quad (3.5)$$

Le rapport de $\Delta(1/Q)$ sur $\Delta f/f$ s'avère être proche de l'unité : $\gamma_{Read} = [1/Q(A_r) - 1/Q(0)]/[f_r(0) - f_r(A_r)]/f_r(0) = 0.76$. Cette valeur est similaire à celles obtenues expérimentalement par *Sutin & Johnson* pour différents types de roches (Table. III [13]), dit paramètre de *Read*¹¹. Les roches montrent en général des effets non-linéaires élastiques plus importants que les effets dissipatifs, cependant d'autres matériaux comme le Pyrex fissuré montrent des effets dissipatifs légèrement plus importants que les effets élastiques [13]. Dans notre cas, cette quantité suggère que l'origine (frictionnelle) de l'atténuation non linéaire semble être corrélée à l'effet de *softening* du module élastique

11. Le paramètre de *Read*, illustre le rapport des effets relatifs dissipatifs sur les effets relatifs élastiques [196].

$\Delta(1/Q) \sim \Delta f/f$. Par la suite, les résultats expérimentaux présentant la dissipation et l'adoucissement du module élastique ($\Delta E/E_0 \sim 2\Delta f_r/f_0$), obtenus pour différentes contraintes et épaisseurs d'échantillon, ont tous été traités suivant la méthode d'analyse des données que nous venons d'exposer.

- Influence de la pression de confinement

Après avoir défini le plus soigneusement possible, la méthode de préparation de nos échantillons, permettant de s'affranchir au mieux des effets de vieillissement, nous pouvons envisager de procéder à la réalisation de mesures systématiques, visant à étudier l'influence de la pression de confinement sur le comportement non linéaire d'un matériau granulaire sec, à savoir : l'effet non linéaire de softening et de dissipation hystérique. Afin d'explorer l'influence de la pression de confinement sur la réponse non linéaire d'un matériau granulaire (sec), nous avons réalisé des mesures à l'aide d'ondes longitudinales (*Young mode*) et transversales au mode fondamental de résonance, pour une gamme de contraintes suffisamment large. La plage des déformations acoustiques appliquées au matériau s'étend de 2.6×10^{-7} à 6.9×10^{-6} correspondant à une amplitude d'excitation après amplification de la plus faible 3V à la plus élevée 80V.

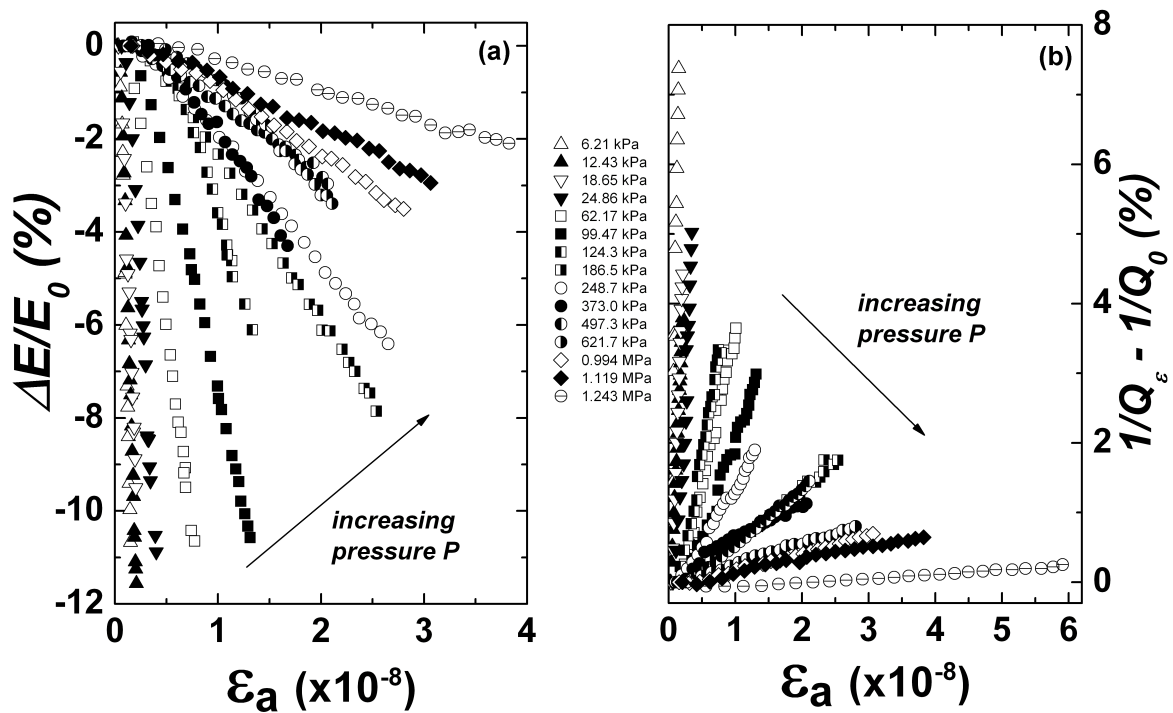


Figure 3.14 : (a) « *Softening* » du module élastique $\Delta E/E_0$ et (b) évolution de la dissipation hystérique ($1/Q - 1/Q_0$) en fonction de la déformation acoustique (ϵ_a) détectée à la résonance (amplitude maximale). Ces données ont été obtenues à l'aide de transducteurs de compressions au mode fondamental de résonance ($f_r = V/2L$), pour une gamme de contraintes de confinement variant de 6.21 kPa à 1.24 MPa . L'épaisseur de l'échantillon, la fraction solide et la diamètre des grains sont 18.5 mm , 0.63 et $0.7 \text{ mm} \pm 100 \mu\text{m}$, respectivement.

On rappelle que la déformation acoustique est déduite de la relation : $\epsilon_a^{in} \approx \pi \Lambda A_{in}/L$, avec $\Lambda \approx 5^{-10}$ le coefficient de calibration obtenu par sonde hétérodyne, L étant l'épaisseur de l'échantillon et A_{in} la tension en sortie d'amplificateur de puissance. Pour chaque nouvelle contrainte, l'échantillon est préparé de nouveau, suivant le

protocole de mise en œuvre précisé plus haut. Pour toutes ces réalisations, une bonne reproductibilité de la fraction solide et de l'épaisseur granulaire sont obtenues, elles sont de l'ordre de 0.63 ± 0.01 et $18 \pm 0.1 \text{ mm}$, respectivement. Pour le mode longitudinal, la variation du module élastique (ΔE) normalisé par rapport au module élastique initial (E_0) et la dissipation ($1/Q_r$) normalisée par rapport à la dissipation initiale ($1/Q_0$ obtenue en régime linéaire, à l'amplitude la plus faible) en fonction de la déformation acoustique maximale détectée (ε_a), ont été obtenues pour 16 contraintes de confinement, s'étalant sur plus de deux décades, soit de $6.2 \times 10^3 \text{ Pa}$ à $1.24 \times 10^6 \text{ Pa}$. Les résultats expérimentaux obtenus au mode fondamental longitudinal sont illustrés sur la figure (3.14). Ces résultats montrent que le module élastique peut diminuer de 2.1% à 11.6% et la dissipation augmenter de 0.2% à 7.3% de leurs valeurs initiales, pour une contrainte de 0.28 MPa et 0.071 MPa , respectivement. On observe conjointement, que le décalage en fréquence décroît et que la dissipation croît suivant une loi linéaire de l'amplitude détectée à la résonance (maximale). Lorsque l'amplitude d'excitation augmente, la dissipation augmente et le module élastique initiale diminue. Lorsque la contrainte diminue, alors, les effets de *softening* et de dissipation sont amplifiés.

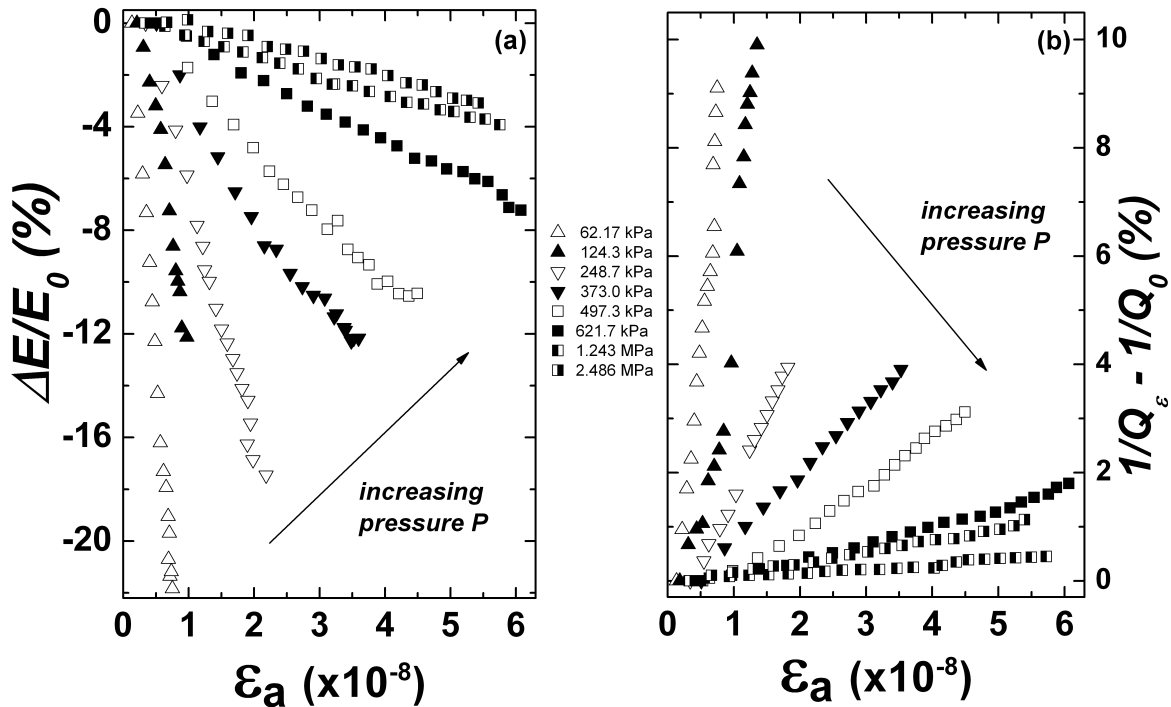


Figure 3.15 : Légende identique à celle de la figure précédente (3.14), données obtenues avec des transducteurs de cisaillement pour une gamme de contraintes de confinement variant de 62.1 kPa à 2.48 MPa .

Cette expérience a été répétée pour le mode fondamental transversal, pour 8 pressions de confinements différentes, les résultats obtenus sont présentés sur la figure (3.15). Dans ce cas, on observe que le module élastique peut diminuer de 3.1% jusqu'à 21.8% et la dissipation peut augmenter de 0.4% à 9.1% de leurs valeurs initiales pour la contrainte la plus faible 0.062 MPa et la contrainte la plus élevée 2.48 MPa , respectivement. On trouve que le rapport de la variation relative du module élastique sur la dissipation (paramètre de *Read*) obtenu pour le mode transversal et longitudinal, est proche de l'unité (fig. 3.22). Par conséquent, on peut dire que l'effet dissipatif est

du même ordre de grandeur que l'effet non-linéaire (softening). De plus, il semble que le mode transversal se prête à une meilleure exploration de l'effet hystérétique. La déformation acoustique dans nos expériences est en moyenne de l'ordre de $\varepsilon_a \sim 10^{-5}$, nous pouvons alors estimer l'ordre de grandeur de la non linéarité quadratique à $\beta\varepsilon_a \approx 0.01\%$, plus élevé que celui amené par le terme cubique de $\delta\varepsilon_a^2 \approx 0.005\%$, où $\beta = 1/4\varepsilon_0 \sim 10^{-3}$ et cubique $\delta = -1/24\varepsilon_0^2 \sim 10^{-5}$, avec $\varepsilon_0 = \xi/R \sim P^{2/3} \sim 10^{-4}$ la déformation statique. Pour plus de détails concernant la détermination de β et δ , se reporter à l'annexe A. Il apparaît que, seule, la prise en compte des termes (élastiques classiques) non linéaires β et δ , n'est pas suffisante pour prédire des adoucissements du module élastique¹² supérieur à $\sim 0.015\%$, bien inférieurs aux valeurs que nous avons mesurées pouvant atteindre $\sim 10\%$ à $\sim 20\%$ pour les modes longitudinal et transversal respectivement. Le développement de *Taylor*, utilisé pour modéliser les non linéarités (réversible) de l'équation d'état des solides homogènes (au sens de *Landau*), est insuffisant pour décrire les non linéarités élastiques (irréversibles) hystérétiques, mesurées dans les matériaux granulaires. La modélisation phénoménologique (multi-échelle) employant l'espace de *Preisach-Mayergoyz*, développée par *McCall et Guyer* [163, 197, 198], permet de lever cette difficulté. Dans ce cas, un terme additionnel (nommé paramètre hystérétique γ), vient compléter l'équation d'état et permet de rendre compte qualitativement des phénomènes acoustiques non-linéaires non-classiques (hystérétique) observés dans divers matériaux hétérogènes [175]. Ce modèle est présenté en annexe (B). Nous verrons qu'il est également possible de déterminer ce paramètre hystérétique à l'aide d'un modèle de milieu effectif, basé sur la mécanique de contact frictionnel de *Mindlin*.

Au cours des expériences effectuées au mode fondamental de résonance d'onde transversale, nous avons remarqué que lorsque la contrainte devient faible, inférieure à $50kPa$, il est possible d'engendrer des compactations instantanées et intermittentes¹³ mesurables du milieu granulaire. Malgré le fait d'avoir consolidé (pré-contrainte) au mieux l'empilement granulaire, ces compactations sont induites par l'augmentation de l'amplitude de la vibration. Pour observer un tel phénomène (d'ampleur plus faible) au mode longitudinal, la contrainte doit être abaissée à une valeur proche de $5kPa$. On en conclut que les ondes transversales peuvent « *casser* » plus facilement les contacts entre grains. Ce phénomène sera clairement mis en évidence par la suite (*cf. figure 3.30*).

Évolution de la fréquence de résonance en fonction de la contrainte, sous faible amplitude de vibration

Nous avons prélevé les fréquences de résonances (f_0) obtenues à faibles amplitudes d'excitation en fonction des différentes pressions de confinement, le résultat est présenté sur la figure (3.16a). La fréquence de résonance, pour les modes longitudinal et transversal, dépend de la pression de confinement suivant $P^{1/6}$. Ce résultat permet

12. Il est important de rappeler ici, que les ordres de grandeurs concernant la diminution de la fréquence de résonance ($f_r = V_{son}/2L = \sqrt{E/\rho}/2L$) ou de l'adoucissement du module élastique, ne peuvent à aucun moment être expliqués via la variation de l'épaisseur de l'échantillon (ΔL) au cours de l'expérience. En effet, ce phénomène provient plutôt de la diminution de la vitesse de propagation du son (V_{son}), dans nos expériences on note que $\Delta L/L$ à une valeur inférieure à 0.05% . Par la suite, nous ferons donc l'hypothèse que ce terme est négligeable devant les variations de f_r .

13. On note cependant, qu'au cours de l'expérience, aucun réarrangement visible des grains n'a été constaté, ce qui suggère que la qualité des contacts a été modifiée.

de juger de la qualité des mesures expérimentales réalisées à l'aide de la méthode de résonance. En effet, la prédiction du modèle de *Hertz* est retrouvée : $f_0 \propto V_0 \propto P^{1/6}$. On observe un bon accord pour le mode transversal (ce qui intuitivement apparaît cohérent), et une légère déviation pour le mode longitudinal. Pour ce mode, la fréquence de résonance semble dépendre de $P^{1/4}$ aux contraintes les plus faibles et plutôt de $P^{1/6}$ aux contraintes les plus fortes. Les résultats présentés sur la figure (3.16b), montre que l'augmentation de l'amplitude d'excitation n'affecte que faiblement la pente associée à la loi de *Hertz* (symbolisé par la flèche verte de la figure (3.16b)). En revanche, nous n'avons pas de barre d'erreur à présenter. Ces résultats sont consistants avec ceux obtenus par *Jia et Mills* [76].

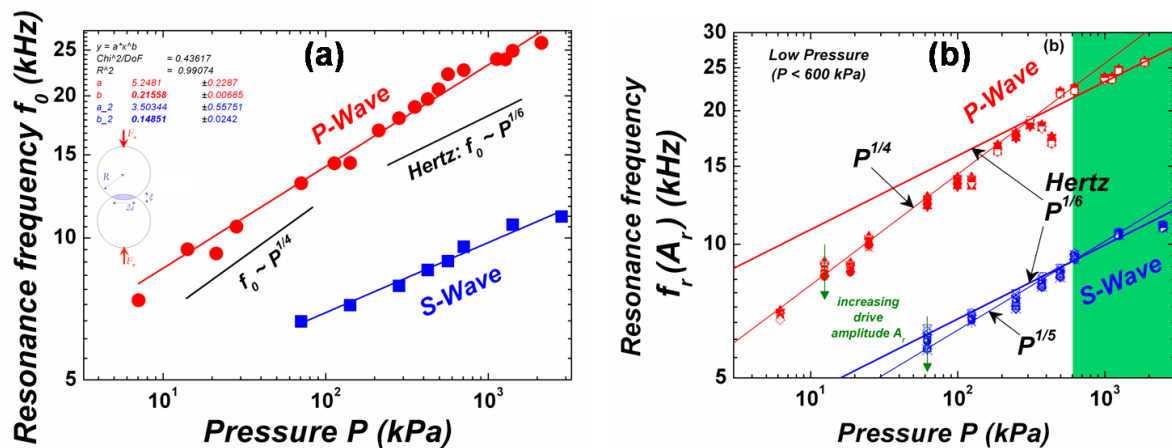


Figure 3.16 : Fréquence de résonance pour le mode fondamental de compression (●) et de cisaillement (■) en fonction de la pression de confinement (P), (a) pour l'amplitude d'excitation la plus faible ($f_0(A_0)$) et (b) en fonction de l'amplitude d'excitation ($f_r(A_r)$). La fréquence de résonance (f_r) dépend de la pression de confinement (P) suivant une loi en puissance 1/6 prédite par la théorie de *Hertz*. Un bon accord est trouvé pour les ondes de cisaillement. Cependant, on observe une légère déviation, pour les ondes de compression, en $P^{1/4}$. Pour les contraintes les plus faibles, l'augmentation de l'amplitude d'excitation a pour effet de diminuer la pente $f_r(A_r) \propto P^{1/4}$.

Évolution de la dissipation en fonction de la contrainte et de l'amplitude détectée à la résonance

Nous avons reporté, la dissipation obtenue aux modes fondamentaux de compression (Q_P^{-1}) et de cisaillement (Q_S^{-1}) en fonction de la pression de confinement (P) et des différentes amplitudes détectées à la résonance (A_r), illustré sur la figure (3.17). On observe que la dissipation diminue lorsque la contrainte augmente. Nous verrons un peu plus loin, qu'un modèle heuristique basé sur le mécanisme de contact de sphères élastiques, nous apprend que la dissipation décroît suivant une loi en puissance $-2/3$ de la contrainte [10]. On observe que pour le mode de cisaillement cette prédiction semble plus ou moins vérifiée, même si les points expérimentaux sont dispersés, notamment pour les contraintes les plus élevées. En revanche, ce n'est pas le cas pour le mode fondamental de compression. De manière intuitive, on pourrait penser que les ondes de cisaillement puissent révéler plus facilement ce type de mécanisme dissipatif. En effet, nous verrons, un peu plus loin, que ce modèle est basé sur un mécanisme de friction entre grains (modèle de *Mindlin*, cf. équation 1.15). Ces résultats mettent en évidence, d'une part, que la dissipation ($Q^{-1}(A_r)$) diminue lorsque la pression de confinement

(P) augmente (symbolisé par la flèche verte sur la figure (3.17)), et d'autre part, que la dissipation est extrêmement sensible à l'augmentation de l'amplitude d'excitation (A_r), contrairement à ce qui a été observé pour la fréquence de résonance (fig. 3.16b). On peut donc dire que la fréquence de résonance nous renseigne sur les variations du module élastique effectif du matériau granulaire, tandis que la dissipation constitue un bon indicateur expérimental de la qualité des contacts inter-grains.

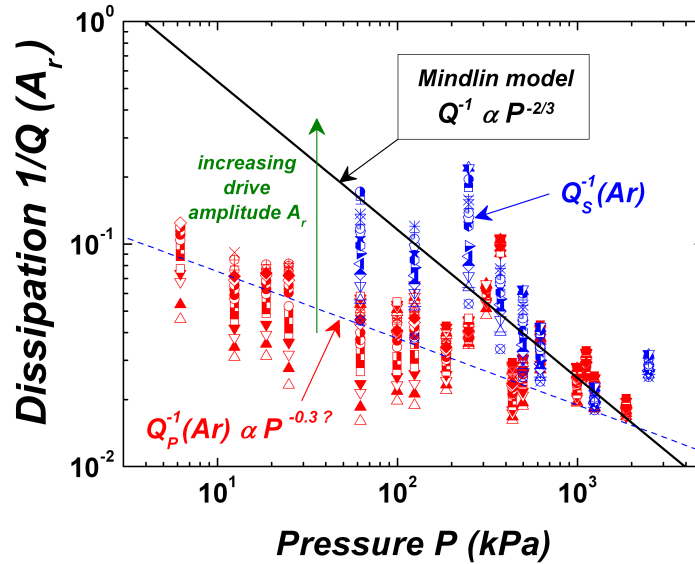


Figure 3.17 : Dissipation au mode fondamental de compression $1/Q_P$ et de cisaillement $1/Q_S$ en fonction de la pression de confinement P . Comme nous le verrons plus tard, le modèle de *Mindlin* prédit, équation (1.15), que la dissipation d'origine frictionnelle dépend d'une puissance $-2/3$ de la contrainte [10]. Cependant, il n'est pas possible d'extraire une tendance de manière satisfaisante.

3.3 Modélisation

Réponse d'une barre résonante avec des éléments élastiques hysté- rétiques

On cherche à déterminer la solution de la relation amplitude-fréquence au mode fondamental de résonance. Nous considérons maintenant l'expérience de la barre résonante schématisée sur la figure (3.18). La barre est excitée par une onde plane monochromatique de la forme : $u(x, t) = A \exp(kx \pm i\omega t)$, avec $k = n\pi/L$ et $n = 1$ au fondamental. Dans cette configuration, les conditions aux limites imposées, sont un déplacement nul aux extrémités $u_{(x=-L/2, t)} = u_{(x=+L/2, t)} = 0$ et une déformation maximale au centre de la barre. Nous pouvons alors définir l'équation de mouvement par la relation suivante :

$$\rho \left(\ddot{u} + \frac{\dot{u}}{\tau} \right) = \frac{\partial \Sigma}{\partial x} + f(t) \frac{L}{2} \left[\delta \left(x + \frac{L}{2} \right) - \delta \left(x - \frac{L}{2} \right) \right] \quad (3.6)$$

Au mode fondamental de résonance, l'équation du mouvement conduit à une symétrie, de sorte que la déformation est maximale au centre de la barre. Après intégration (correspondant à un moyennage spatial) de l'équation (3.6) sur $-L/2 \leq x \leq 0$, nous trouvons : $\rho(\ddot{U}_L(t) + \dot{U}_L(t)/\tau) = \Sigma(0, t) + f(t)$, où $U_L(t) = 2/L \int_{-L/2}^0 u(x, t) dx$, par

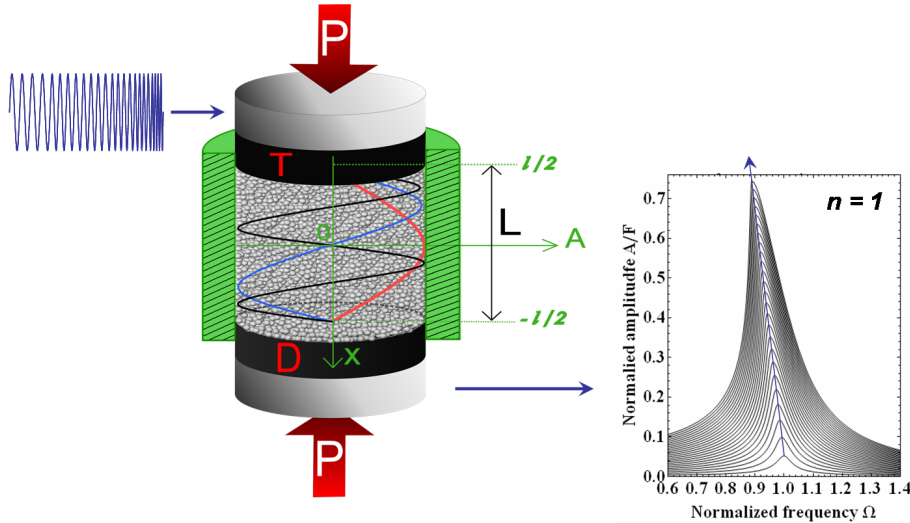


Figure 3.18 : Schéma de principe de l'expérience de la barre résonante : l'équation du mouvement d'une barre résonante conduit à une symétrie pour le mode fondamental ($n = 1$), de sorte que le déplacement est nul aux extrémités ($\pm L/2$) et la déformation est maximale au centre de la barre ($x = 0$).

symétrie du problème $U_R(t) = -U_L(t)$. Pour déterminer $U_L(t)$ nous avons besoin de connaître la déformation au centre de la barre $\Sigma(0, t)$. Son amplitude est définie par la relation : $u = A \sin(kx)$, avec $u'(0) = kA$, l'amplitude de la déformation au centre de la barre. Par conséquent $U_R = 2A/\pi$, puisque $k = \pi/L$ au mode fondamental de résonance. La déformation moyenne, obtenue au centre de la barre, s'avère être de l'ordre de $\varepsilon = 2(U_R - U_L)/L = 8A/\pi L = 8u'(0)/\pi^2 \approx u'(0)$. Il est alors possible de relier U_L à la déformation. L'équation de mouvement peut être formulée à partir de la déformation (ε) et non plus du déplacement (u), elle prend la forme : $\ddot{\varepsilon} + \dot{\varepsilon}/\tau = -\phi(\varepsilon) + F(t)$, où $\phi = \pi^2 \Sigma / 4\rho L$ et $F = \pi^2 f / 4\rho L$. Nous verrons un peu plus bas, que la relation force-déplacement trouvée à partir du modèle de *Mindlin*, équation (3.16) [162], est consistante avec la relation contrainte-déformation issue de la modélisation phénoménologique employant l'espace de *Preisach-Mayergoyz (PM)*, trouvée équation (B.12). Par la suite, on fait le choix de conserver la formulation adoptée par *Guyer* [175]. La relation d'état, issue du modèle *PM* est définie par l'expression suivante :

$$\Sigma = E_0 \left(\varepsilon - \gamma \varepsilon_m \varepsilon + \text{sign}(\dot{\varepsilon}) \frac{\gamma}{2} (\varepsilon_m^2 - \varepsilon^2) + \dots \right) \quad (3.7)$$

avec : ε_m la déformation maximale, γ le paramètre hystérique, E_0 le module élastique et $\text{sign}(\dot{\varepsilon})$ la fonction signe valant -1 pour $u(t) < 0$ et $+1$ pour $u(t) > 0$. Après identification des différents termes avec la relation (3.16) trouvée à l'aide du modèle de *Mindlin*, il vient $\varepsilon_m \equiv X$, $\varepsilon \equiv x$, $\gamma = U_0/9$ et le terme hystérique vaut $\alpha_f \equiv \gamma \varepsilon_m \propto XU_0/9$. Après dérivation de la relation contrainte-déformation (3.7), nous obtenons l'équation d'onde (en régime forcé) suivante :

$$\ddot{\varepsilon} + \frac{1}{\tau} \dot{\varepsilon} + \omega_0^2 \left(\varepsilon - \gamma \varepsilon_m \varepsilon + \text{sign}(\dot{\varepsilon}) \frac{\gamma}{2} (\varepsilon_m^2 - \varepsilon^2) + \dots \right) = F(t) \quad (3.8)$$

où $\omega_0 = kc_0$ avec $c_0^2 = E_0/\rho$. La sollicitation acoustique est de la forme $F(t) = F_0 \sin(\omega t + \phi)$ et la déformation correspondante $\varepsilon(t) = A \cos(\omega t) \Rightarrow A = \varepsilon_m$. La

fonction $sign$ d'une sinusoïde n'est autre qu'un signal carré périodique, par conséquent dans l'espace fréquentiel cette fonction correspond à une série de *Fourier* de la forme : $sign(\dot{\varepsilon}) = -\sum_{k \geq 0} \frac{4}{(2k+1)\pi} \sin((2k+1)(\omega t + \phi))$, avec k entier. Pour le mode fondamental de résonance ($k = 1$), et pour une phase nulle $\phi = 0$, la fonction $sign$ a pour valeur $sign(\dot{\varepsilon}) = -4/3\pi \approx 0.424$. Pour résoudre ce système différentiel, on peut employer la théorie des perturbations [199, 200], ou la méthode du moyennage de *Ritz* (*Ritz Averaging Method* (RAM)). Dans cette étude nous avons utilisé la seconde, qui est largement détaillée dans l'ouvrage de *Timoshenko et al* [201] et qui a été utilisée par *Guyot et al* [198]. Dans les deux cas, on obtient un résultat parfaitement similaire. Après calcul et élimination des modes supérieurs ($2\omega, 3\omega, \dots$), on trouve la réponse d'une barre résonante, comportant un paramètre hystérétique (γ). La solution, valide au mode fondamental est de la forme :

$$\left(\frac{F_0}{\omega_0^2 A}\right)^2 = (\Omega^2 - (1 - \gamma A))^2 + \left(\frac{\Omega}{Q_0} + \frac{4\gamma}{3\pi} A\right)^2 \quad (3.9)$$

avec $Q_0 = \omega_0 \tau_0$. Cette relation rappelle celle correspondant à un oscillateur non linéaire de *Duffing* (*ONLD*). En effet, dans la littérature, nous pouvons facilement constater, que ce soit dans les roches [198, 200] ou les matériaux endommagés/fissurés, que l'expérience de la barre résonante à élasticité non linéaire est traitée en majorité à l'aide de l'équation d'un *ONLD*. La résolution de l'équation d'onde comportant des éléments élastiques non linéaires (β, δ) au mode fondamental, aboutie à celle d'un *ONLD* [198]. On pourra se reporter aux travaux de *Van Den Abeele* [202], qui a développé une formulation multi-modale (fondamental et harmoniques supérieures) de l'expérience de la barre résonante (*1D*), dans le cas d'éléments élastiques non linéaires de type classique (β, δ) et hystérétique (α). Après réarrangement de l'équation (3.9), on trouve finalement les relations amplitude-fréquence et phase-fréquence :

$$A = \frac{F}{\sqrt{(\Omega^2 - (1 - \gamma A))^2 + \left(\frac{\Omega}{Q_0} + \frac{4\gamma}{3\pi} A\right)^2}}, \quad tg(\Phi) = \frac{\frac{\Omega}{Q_0} + \frac{4\gamma}{3\pi} A}{\Omega^2 - 1 + \gamma A} \quad (3.10)$$

avec $F = F_0/\omega_0^2$. Lorsque l'effet hystérétique est nul ($\gamma = 0$), la solution du système en régime linéaire est retrouvée, soit : $A(0) = F(0)/\sqrt{(\Omega^2 - 1)^2 + (\Omega/Q_0)^2}$. Dans ce cas, la fréquence de résonance, obtenue lorsque $\partial A/\partial \Omega = 0$, vaut : $\Omega_0^2 = 1 - 1/2Q_0^2$. On trouve que Ω_0 est proche de l'unité lorsque $Q_0 \gg 1$. De façon analogue, nous pouvons déterminer l'amplitude obtenue à la résonance pour le régime non linéaire : $A_r/\Omega_r = (\Omega_0^2 - \Omega_r^2)/\gamma(\Omega_r + 2/3\pi Q_0)$. Dans le cas linéaire, à la résonance ($A = 0$), on trouve que $\Omega = 1$ et $Q = Q_0$. Lors de faible décalage de la fréquence de résonance ($\Omega \approx 1$), pour un facteur de qualité suffisamment élevé ($Q_0 \gg 1$) et de faibles amplitudes de vibrations ($A_r \ll 1$), il est alors possible d'estimer les relations du décalage de la fréquence de résonance ($\Delta\Omega$) et de la dissipation (ΔQ^{-1}) en fonction de l'amplitude détectée à la résonance (A_r). Dans la pratique, ces hypothèses sont justifiées. Après approximation à l'ordre 1, on trouve pour une amplitude A_r finie, que la fréquence de résonance se décale vers les basses fréquences et que la dissipation ($Q^{-1} \propto \alpha\lambda$) augmente, proportionnellement avec l'amplitude γA_r . On trouve :

$$\boxed{\Delta\Omega = \frac{\Omega_r - \Omega_0}{\Omega_0} \approx -\frac{\gamma A_r}{2}} \quad Q_0 \gg 1, A_r \ll 1 \quad (3.11)$$

$$\Delta \left(\frac{1}{Q} \right) = \frac{1}{Q(A_r)} - \frac{1}{Q(0)} \approx \frac{4}{3\pi} \gamma A_r \quad \Omega \approx 1 \quad (3.12)$$

Le rapport de l'effet dissipatif (Equ. 3.12) sur l'effet non linéaire (Equ. 3.11), nommé paramètre de *Read*, correspond à la valeur numérique suivante : $\gamma_{Read} = 8/3\pi \approx 0.848$.

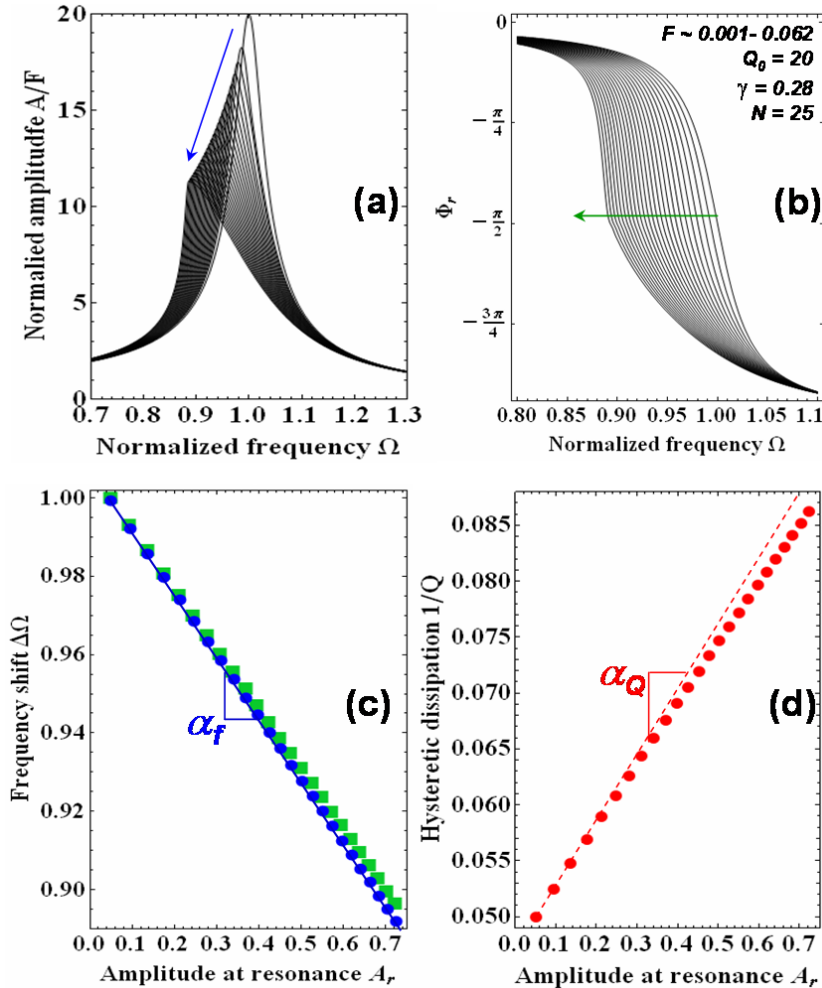


Figure 3.19 : Simulation de la réponse d'une barre résonante comportant des éléments élastiques hystérétiques, correspondant à l'équation (3.10). (a) Amplitude normalisée (A/F) en fonction de la pulsation propre ($\Omega = \omega/\omega_0$). (b) Phase (φ) en fonction de Ω . (c) Variation relative de la fréquence de résonance ($\Delta\Omega$), obtenue à partir du diagramme amplitude-fréquence (\bullet) et celui de phase-fréquence (\blacksquare). (d) Dissipation hystérétique (\bullet) en fonction de l'amplitude (maximale) obtenue à la résonance : $A_{max} \approx QF \Rightarrow 1/Q \approx F/A_{max}$. Ici, la force F a été distribuée linéairement d'une valeur comprise entre 0.001 et 0.062 (pour 25 valeurs). Le facteur de qualité (Q_0) et le coefficient hystérétique (γ) ont été ajustés à 20 et 0.28, respectivement. Les flèches symbolisent le sens d'augmentation de l'amplitude F .

Une simulation des expressions (normalisées) d'amplitude-fréquence et de phase-fréquence (Equ. 3.10) est présentée sur la figure (3.19). La réponse de la barre a été obtenue pour 25 amplitudes (F) distribuées linéairement, s'étalant de 0.001 à 0.062, pour un facteur de qualité de $Q_0 = 20$ et un coefficient hystérétique de $\gamma = 0.28$. Le décalage de la fréquence de résonance ($\Delta\Omega$), associé à l'effet de radoucissement du module

élastique, est de l'ordre de 22%, la dissipation de l'ordre de 8%. Ces valeurs sont cohérentes avec celles obtenues expérimentalement. Le calcul du décalage de la fréquence de résonance, via la relation amplitude-fréquence ou la relation phase-fréquence, donne un résultat similaire. En effet, le calcul de la fréquence de résonance, obtenu à partir de l'équation (3.10), pour $\partial A/\partial \Omega = 0$ (développé plus haut), et pour $\Phi = -\pi/2$, donne un résultat identique : $\Delta \Omega \approx -\gamma A_r/2$ pour $\Omega_0 = 1$ et $A_r \ll 1$. Cette observation est vérifiée à la fois expérimentalement (figure 3.12) et aussi par simulation (figure 3.19c). Cependant, on note qu'en-dessous d'un certain seuil d'excitation, le décalage de la fréquence de résonance ($\Delta \Omega \propto \alpha_f A_r$) et de la dissipation ($1/Q \propto \alpha_Q A_r$), suivent une loi linéaire en fonction de l'amplitude détectée à la résonance. En revanche, au-delà de ce seuil, A_r semble plutôt suivre un polynôme d'ordre 2 en fonction de A_{in} . Néanmoins, il apparaît que les pentes associées sont de même ordre de grandeur. On peut donc dire que : $\alpha_f \approx \alpha_Q$.

3.3.1 Modèle du milieu effectif basé sur le contact frictionnel

Pour interpréter nos résultats expérimentaux [203, 162], nous employons un mécanisme hystérétique de frottement entre grains basé sur la théorie de *stick-slip*, que nous avons introduit au chapitre 1. Il est intéressant d'estimer la raideur moyenne tangentielle¹⁴, associée à cette boucle hystérétique, et correspondant à un cycle d'oscillation, elle vaut :

$$\left\langle \frac{dF_t}{dU_t} \right\rangle = \frac{1}{2U_t^*} \int_{-U_t^*}^{+U_t^*} \frac{dF_t}{dU_t} dU_t = \frac{F_t(U_t^*) - F_t(-U_t^*)}{2U_t^*} \quad (3.13)$$

Le calcul de la relation force-déplacement, obtenu pour 12 amplitudes de la force tangentielle distribuée linéairement, est présenté sur la figure (3.20), juste avant que la limite de glissement ne soit atteinte ($F_t > \mu F_n$). Il apparaît plus clairement que cette image physique illustre bien le mécanisme responsable du ramollissement du module élastique, qui a pour effet d'engendrer une diminution de la fréquence de résonance. En effet, la variation relative de la fréquence de résonance peut être définie comme le rapport de la raideur moyenne $\langle dF_t/dU_t \rangle$ sur la raideur initiale D_t : $\Delta f_r/f_0 \sim \Delta \langle D_t \rangle / D_t \sim -\gamma A_r$. Pour une pression de confinement de $P = 100 \text{ kPa}$ et une amplitude de déformation acoustique de l'ordre de $\epsilon_a = 10^{-5}$, nous obtenons une diminution de la fréquence de résonance de l'ordre de -3% . Cette valeur est comparable aux ordres de grandeurs du ramollissement du module élastique que nous mesurons.

Dès lors, on cherche à déterminer la relation force-déplacement dans le cas d'une paire de grains élastiques mis en contact via une pression normale F_n et subissant une force tangentielle oscillante d'amplitude $\pm F_t^*$, ceci afin de déterminer la raideur moyenne locale associée. Il est possible de définir une équation d'état, avec un terme élastique U_c et un terme plastique U_H additionnel, permettant de rendre compte de la boucle hystérétique (*cf. chapitre 1 figure 1.9*). Nous pouvons écrire que $U_\uparrow \equiv U_{reloading}$ et $U_\downarrow \equiv U_{unloading}$ et par définition que le terme élastique vaut $U_C \equiv (U_\uparrow + U_\downarrow)/2$ et le terme plastique $U_H \equiv (U_\uparrow - U_\downarrow)/2$. La relation force-déplacement prend la forme :

14. Cette relation correspond à la pente des droites $(C_1 A_1)$ et $(C_2 A_2)$, illustrée en trait plein (fig. 1.9b). La raideur moyenne diminue lorsque l'amplitude de la force tangentielle augmente : $\langle dF_{t1}^*/dU_{t1}^* \rangle$ est supérieur à $\langle dF_{t2}^*/dU_{t2}^* \rangle$

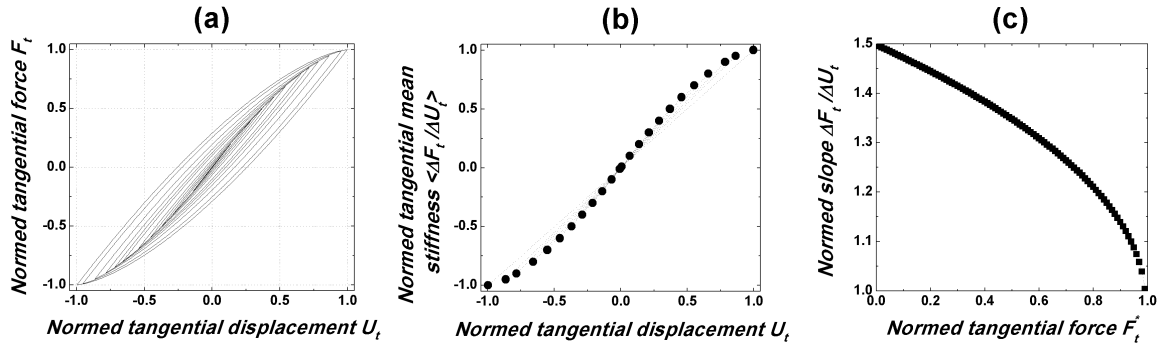


Figure 3.20 : (a) Illustration de la relation force-déplacement obtenue pour différentes (12) amplitudes de la force tangentielle. (b) La raideur moyenne tend à diminuer lorsque l'amplitude de la force tangentielle augmente. Dans une approximation de champ moyen, cette image physique illustre bien le mécanisme responsable du *softening* du module élastique ($\Delta E/E_0 \propto \Delta \langle F_t/U_t \rangle / D_t$). (c) Pente de la raideur moyenne en fonction de l'amplitude de la force tangentielle.

$U_t = U_C + \text{sign}(F_t)U_H$, où la fonction signe $\text{sign}(F_t)$ vaut $+1$ pour $F_t > 1$ et -1 pour $F_t < 1$. Afin d'alléger l'écriture mathématique (cf. équation 1.9), on pose $U_0 = 3(2-\nu)\mu F_n/8Ga$, $X = F_t^*/\mu F_n$ et $x = F_t/\mu F_n$. Lorsque $X \ll 1$ et $x \ll 1$, il est possible de réaliser un développement limité. Après développement en série de puissance nous obtenons l'expression du terme élastique (U_C) et celle du terme plastique (U_H) [41] :

$$U_C \equiv \frac{U_\uparrow + U_\downarrow}{2} \approx \frac{2}{3}U_0 \left(1 + \frac{X}{6}\right)x + \frac{x^3}{81}U_0 + \dots \quad (3.14)$$

$$U_H \equiv \frac{U_\uparrow - U_\downarrow}{2} \approx \frac{U_0}{18} (x^2 - X^2) + \dots \quad (3.15)$$

Le résultat obtenu dans la limite du régime élastique linéaire vaut : $U_t \approx 2U_0x/3 = (2-\nu)F_t/(4Ga) = F_t/D_t$, avec $D_t = 4Ga/(2-\nu)$ la raideur initiale. Finalement, après approximation à l'ordre 1, le modèle de *Mindlin* nous permet de déterminer l'équation d'état hystérétique (décrivant une hystérésis, comme celle illustrée figure 1.9) :

$$U_t \approx \frac{U_0}{18} \left[2xX - \text{sign}(\dot{x})(X^2 - x^2) \right] + \dots \quad (3.16)$$

Cette relation déplacement(U_t)-force(F_t) est analogue à la relation contrainte déformation (cf. équation B.12) trouvée par *Guyer* via le modèle de *Preisach-Mayergoysz* ([175]). A partir de l'équation (3.14), on trouve que le durcissement du module élastique peut être déduit par le calcul du premier incrément de la compliance : $S = dU_t/dF_t \approx D_t(1 + X/6)$. La raideur D , correspondant à l'inverse de la compliance S , est donc définie par la relation suivante : $D = (dU_t/dF_t)^{-1} \approx D_t(1 - X/6)$. A partir de l'équation (3.13), lorsque l'on dérive la raideur tangentielle (D), il est possible de déterminer l'expression de la variation relative de la fréquence de résonance ($\Delta f_r/f_0 \sim \Delta E/2E_0$). Lorsque $U_t^*/U_0 \ll 1$, on trouve :

$$\Delta f_r/f_0 \sim \Delta \langle D_t \rangle / D_t \approx -F_t^*/6\mu F_n \approx -U_t^*/4U_0 \quad (3.17)$$

où F_t^* correspond à l'amplitude de la force tangentielle, définie par l'équation : $F_t^* = (1 - [1 - U_t^*/U_0]^{3/2})\mu F_n$, avec U_t^* l'amplitude du déplacement tangentiel, F_n la

force normale appliquée à l'échantillon et $U_0 \sim P^{2/3}$. A partir des valeurs de G , E^* , ν , μ de notre matériau, rappelées au *chapitre 1* tableau (1.7), on trouve, pour une contrainte de $100kPa$, que U_0 est de l'ordre de $\sim 100nm$ ($U_0 > U_t \sim 10nm$). Il apparaît que l'effet du *softening* du module élastique dépend alors de deux paramètres de contrôle, à savoir, l'amplitude tangentielle (U_t^*) et la pression de confinement (P) :

$$\boxed{\frac{\Delta E}{E_0} \approx -\frac{4G}{3\pi R\mu(2-\nu)} \left(\frac{3\pi}{4E^*}\right)^{1/3} P^{-2/3} U_t^* \sim -\gamma \varepsilon_a} \quad (3.18)$$

où $\gamma \sim P^{-2/3}$ est le paramètre hystérétique et ε_a la déformation acoustique qui est liée au déplacement acoustique par la relation $\varepsilon_a = k u_a$ avec $k = 2\pi/\lambda$. Au mode fondamental $\varepsilon_a = \pi U_a/L$ avec $L = \lambda/2$. Typiquement, pour une contrainte de $7kPa$ et $5MPa$, on trouve que γ est de l'ordre de 10^6 et 10^3 , respectivement. A partir de ce résultat, on constate que, lorsque l'on normalise l'équation (3.18) par rapport la déformation statique $\varepsilon_0 (= \xi/R) \sim P^{2/3} \sim 10^{-3}$, on trouve que :

$$\boxed{\Delta E/E_0 \sim \varepsilon_a/\varepsilon_0} \quad (3.19)$$

Enfin, à partir de ce modèle, il est possible d'estimer l'énergie frictionnelle dissipée (ΔW) au cours d'un cycle complet (2π), à partir du calcul de l'aire de la boucle d'hystérésis (\mathcal{A}_H). On sait que $U_\uparrow \equiv U_C + U_H = (U_\uparrow + U_\downarrow)/2 + (U_\uparrow - U_\downarrow)/2$ et que $U_\downarrow \equiv U_C - U_H = (U_\uparrow + U_\downarrow)/2 - (U_\uparrow - U_\downarrow)/2$. Par conséquent, \mathcal{A}_H correspond à l'aire de la partie du cycle de *rechargement*, moins l'aire de la partie du cycle de *déchargement*. Après approximation, on trouve :

$$\mathcal{A}_H \equiv \oint F_t(U_t) dU_t = \int_{-X}^X U_\uparrow dx - \int_{-X}^X U_\downarrow dx \approx U_0 \frac{X^3}{9} \propto \Delta W \quad (3.20)$$

Il apparaît que l'énergie dissipée dépend de l'amplitude de la force tangentielle : $\Delta W \sim X^3$. Ce résultat est consistant avec celui établie par *K. L. Johnson* (p.210-230 [41]), ou l'équation (1.10) présentée au *chapitre 1*.

3.3.2 Comparaison théorie-expériences

A l'aide de la méthode d'analyse des données, exposée plus haut, nous avons montré qu'il est possible d'extraire les coefficients hystérétiques α_f et α_Q , correspondant aux termes hystérétiques, obtenus à la fois au mode fondamental longitudinal (*cf. figure 3.14*) et celui transversal (*cf. figure 3.15*). On présente sur la figure (3.21), les coefficients hystérétiques, pour ces deux modes, en fonction de la pression de confinement (P). On observe que α_f et α_Q dépendent de la contrainte : en $P^{-2/3}$ pour les contraintes les plus fortes et en P^{-1} pour les contraintes les plus faibles. Les ordres de grandeurs typiques obtenus, sont compris entre 10^2 et 10^6 , pour une contrainte s'étalant de $0.0062MPa$ pour la plus faible, à $2.48MPa$ pour la plus élevée. Ce résultat semble consistant avec la prédiction du modèle établie par l'équation (3.18).

Par ailleurs, on observe que le rapport du coefficient (pentes) obtenu à partir de l'adoucissement du module élastique (α_f) et de la dissipation (α_Q), est proche de l'unité, c'est-à-dire : $\alpha_f \sim \alpha_Q \sim \gamma$. Ce rapport correspond au paramètre de *Read* exprimé par la relation : $\gamma_{Read} = \Delta(1/Q)/(\Delta f_r/f_0)$. Ce paramètre, quantifiant l'influence de l'effet dissipatif sur l'effet non linéaire, a été estimé plus haut à l'aide du rapport de

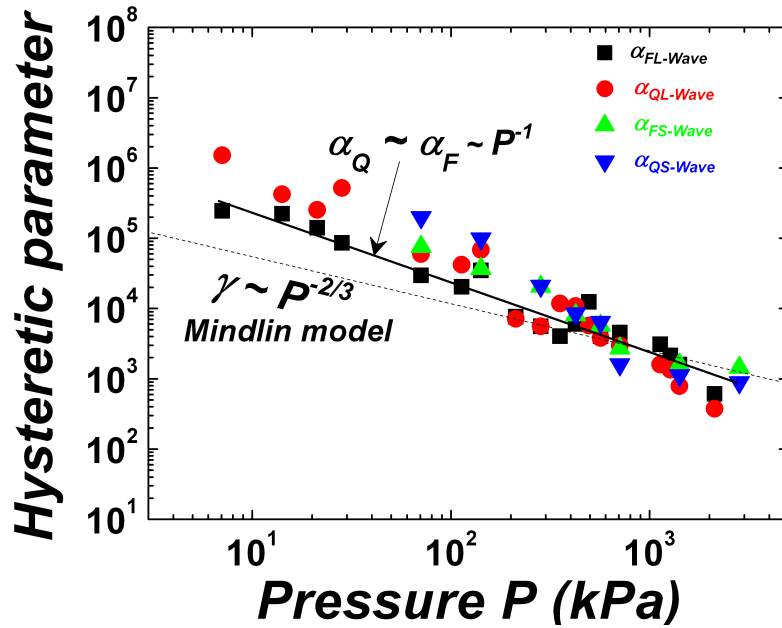


Figure 3.21 : Valeur du paramètre hystérétique obtenu (pente) au mode longitudinal (■, ▲) et transversal (●, ▼), à partir des adoucissements des modules élastiques (fig. 3.14a 3.15a) et des courbes de dissipation (fig. 3.14b 3.15b).

l'équation (3.12) sur l'équation (3.11). Sa valeur numérique est de l'ordre de 0.848. On peut donc dire, que la valeur prédite par le modèle semble être raisonnablement vérifiée expérimentalement, notamment aux contraintes les plus fortes (cf. fig. 3.22).

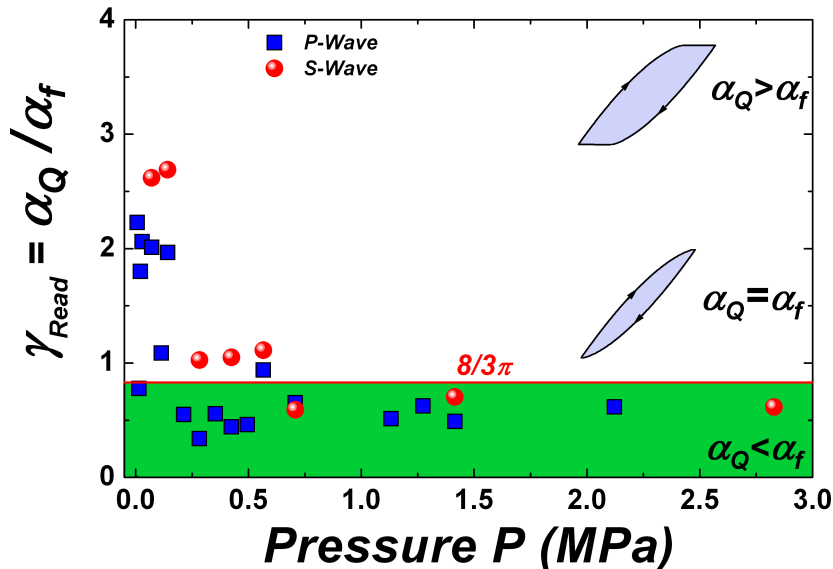


Figure 3.22 : Paramètre de *Read* obtenu pour le mode longitudinal (■) et pour le mode transversal (●). Le rapport de l'effet dissipatif sur l'effet non-linéaire (*softening*) est proche de l'unité (0.848). $\alpha_Q \gg \alpha_f$ correspond au cas limite où les deux sphères glissent l'une par rapport à l'autre par frottement solide, pour les contraintes les plus faibles ($P < 50\text{kPa}$). Dans ce cas ($F_t > \mu F_n$), le modèle n'est plus applicable, car la contrainte tangentielle diverge à proximité des bords du contact : le déplacement relatif devient indéterminé.

Le cas (hypothèse) où les deux sphères commencent à glisser l'une par rapport à l'autre par frottement solide, a pour signification que $\alpha_Q \gg \alpha_f$. Ce cas limite n'est pas atteint dans nos expériences, aucun réarrangement visible des grains n'a été observé. Lorsque $F_t > \mu F_n$, le modèle n'est plus applicable. En effet, la contrainte tangentielle diverge à proximité des bords du contact, traduisant un déplacement relatif indéterminé. Les valeurs mesurées, pour le paramètre de *Read*, varient entre 0.338 et 2.689, et sa valeur moyenne est de l'ordre de 1.00 et 1.30 en compression et en cisaillement, respectivement. Ces valeurs sont similaires à celles obtenues expérimentalement par *Sutin & Jonhson* pour différents types de roches [13].

A l'aide de l'équation (3.18), nous avons réalisé une simulation de la variation relative de la fréquence de résonance ($f(0) - f(A_r)/f(0)$) en fonction de la déformation acoustique (ε_a) pour 7 pressions de confinement différentes s'étalant de 7kPa à 3MPa , cf. figure (3.23a).

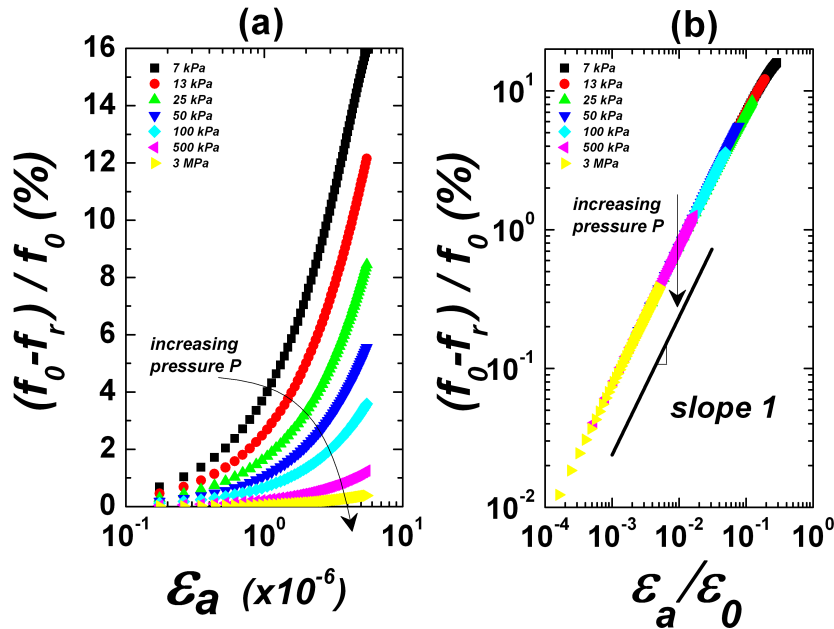


Figure 3.23 : (a) $f_0 - f_r/f_0$ en fonction de la déformation acoustique ε_a , valeurs obtenues à partir de l'équation (3.19) pour 5 pressions de confinements différentes. (b) Lorsque l'on réalise une normalisation de la déformation acoustique (ε_a) par la déformation statique ($\varepsilon_0 \sim P^{2/3}$), le modèle de *Mindlin* prédit que les courbes de softening doivent s'aligner sur une même courbe maîtresse, en partant du haut vers le bas, de la contrainte la plus faible à la plus élevée.

Lorsque l'on réalise une normalisation de ces résultats par rapport à la déformation statique (ε_0), on observe que les courbes s'alignent sur une même courbe maîtresse, en partant du haut (pour la contrainte la plus faible) vers le bas (pour la contrainte la plus forte), cf. figure (3.23b). La pente associée à cette courbe maîtresse est de l'ordre de l'unité, on peut donc dire que : $(f(0) - f(A_r))/f(0) \equiv \varepsilon_a/\varepsilon_0$. Cette observation rejoint la prédiction du modèle équation (3.19). Cependant, lorsque l'on analyse les résultats expérimentaux présentés sur la figure (3.24a) pour le mode de compression et sur la figure (3.24b) pour le mode de cisaillement, on remarque que cette prédiction n'est pas totalement vérifiée. En effet, l'alignement des points expérimentaux sur une même courbe maîtresse n'est pas clairement mis en évidence. Cependant, on observe que les

courbes s'empilent, du haut vers le bas, de la contrainte la plus faible à la plus élevée et que la pente moyenne est proche de l'unité, ce qui reste cohérent avec la prédiction du modèle.

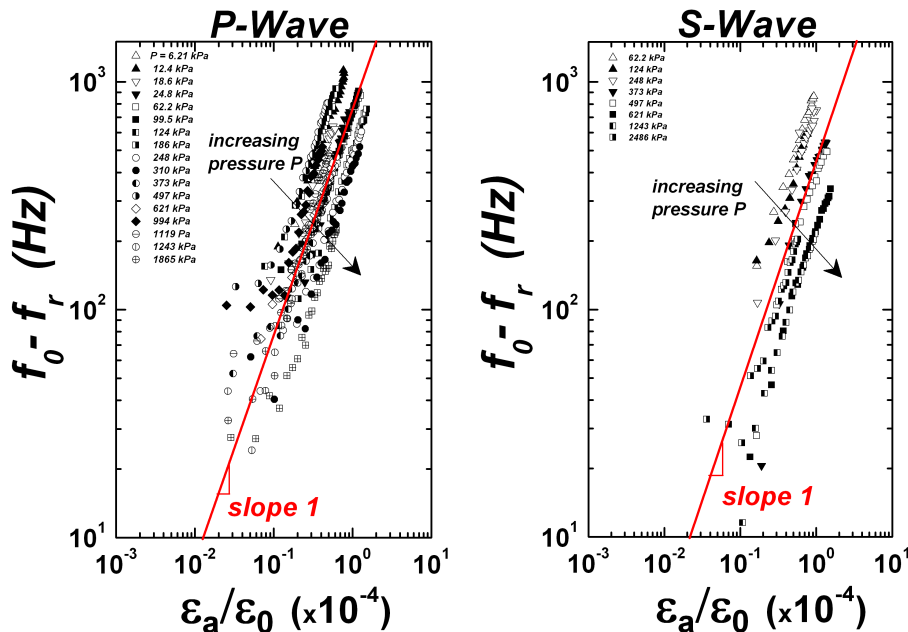


Figure 3.24 : $f_0 - f_r$ en fonction de $(\varepsilon_a/\varepsilon_0)$ pour une gamme de contraintes de confinement variant de 6.21kPa à 2.48MPa obtenues au mode (a) longitudinal et (b) transversal. Malgré un étalement des points expérimentaux, il semble que $\Delta f_r \sim \varepsilon_a/\varepsilon_0$ et que les courbes s'empilent, du haut vers le bas, c'est-à-dire de la contrainte la plus faible à la plus élevée. Cette observation est cohérente avec la prédiction du modèle (fig. 3.23).

3.3.3 Discussion

Nous avons calculé la réponse d'une barre résonnante comportant des éléments hystériques, à partir de l'équation (3.10) pour différentes valeurs du coefficient hystérique (γ). Modifier γ revient à modifier la pression de confinement (P), en effet : $\gamma \sim P^{-2/3}$ (Equ. 3.18), lorsque γ diminue P diminue. Ce calcul renseigne sur deux observations intéressantes. D'une part, nous observons (fig. 3.25a) qu'il est possible de déterminer la dissipation ($1/Q$) à partir de la mesure de l'amplitude détectée à la résonance (A_r) en fonction de l'amplitude d'excitation ($F \propto A_{in}$) à travers la relation : $F/A_r \propto 1/Q(A_r)$ (cf. équation 3.2). D'autre part, lorsque l'on analyse l'amplitude maximale A_r (détectée à la résonance) en fonction de l'amplitude d'excitation F , cf. figure (3.25a), on observe qu'au-delà d'une certaine amplitude acoustique, A_r ne dépend plus linéairement de F , mais plutôt d'un polynôme du second ordre.

A l'aide des résultats expérimentaux précédents (figures 3.14, 3.15), nous avons tracé l'amplitude détectée à la résonance (A_r) en fonction de l'amplitude d'excitation (A_{in}), pour le mode longitudinal (fig. 3.26a) et pour le mode transversal (fig. 3.26b). On observe un comportement similaire à celui obtenu précédemment par simulation. On peut, de manière heuristique, essayer d'interpréter ces résultats. En régime linéaire on s'attend à ce que l'amplitude détectée soit de la forme $A_r \propto A_0 e^{-\alpha_L x}$ et en régime

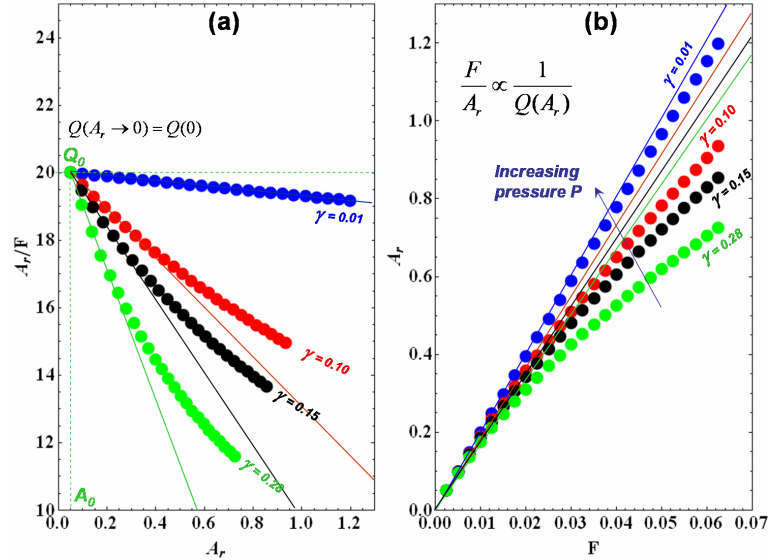


Figure 3.25 : Le calcul de l'amplitude à la résonance (A_r) en fonction de la tension d'excitation (F) a été obtenu à l'aide de l'équation (3.10) pour 4 valeurs différentes du coefficient hystérétique : $\gamma = 0.01, 0.10, 0.15, 0.28$. (a) On montre, que la dissipation est accessible expérimentalement, via la mesure de l'amplitude maximale (A_r) normalisée par rapport à l'amplitude d'excitation (F) en fonction de (A_r). En effet, la dissipation est proportionnelle aux rapports des amplitudes : $1/Q(A_r) \propto F/A_r$, établi par l'équation (3.2). Lorsque le terme hystérétique (γ) augmente, le facteur de qualité diminue. On observe une transition d'un régime linéaire vers celui non linéaire au-delà d'une certaine amplitude détectée à la résonance. (b) L'amplitude détectée à la résonance, dépend dans un premier temps, linéairement de l'amplitude d'excitation, puis dans un second temps, de façon non linéaire. Plus le terme hystérétique (γ) augmente, plus l'amplitude détectée à la résonance suit une loi non linéaire en fonction de l'amplitude d'excitation. Par conséquent, au-delà d'un certain seuil d'amplitude d'excitation, la réponse de la barre devient non linéaire.

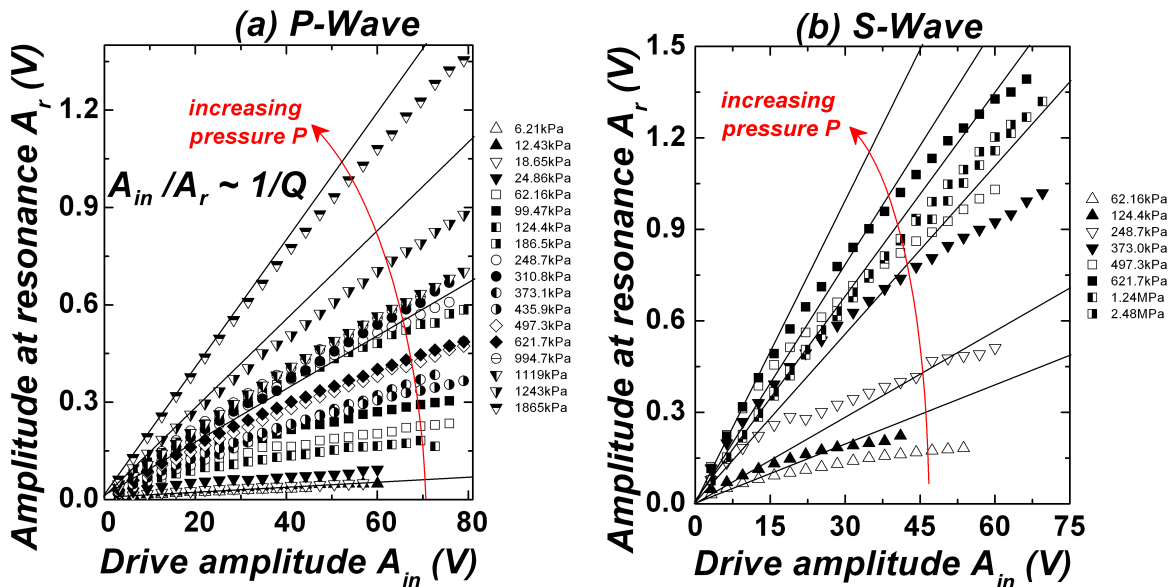


Figure 3.26 : Évolution de l'amplitude (maximale) détectée (A_r) au mode fondamental de résonance en (a) compression, (b) en cisaillement, en fonction de la tension d'excitation (A_{in}).

non linéaire plutôt de la forme $A_r \propto A_0 e^{-\alpha_L x} e^{-\alpha_{NL} x}$, avec $x = L$. Pour une contrainte suffisamment élevée, c'est-à-dire lorsque $\alpha_L \gg \alpha_{NL}$, on s'attend à ce que $A_r \propto A_{in}$. En revanche, lorsque la contrainte diminue, l'atténuation non linéaire augmente (α_{NL}) et n'est plus négligeable devant l'atténuation linéaire (α_L). On rappelle que les équations (3.11) et (3.12) ont été arrêtées à l'ordre 1. Par conséquent, l'atténuation issue du mécanisme de friction entre grains doit être de la forme : $\alpha_{fric} = \alpha_L + \alpha_{NL}$. En effet, le calcul de la dissipation, issu du modèle de *Mindlin*, équation (1.15), a été obtenu (lorsque $F_t^*/\mu F_0 \ll 1$), à partir d'une approximation en série de *Taylor*, arrêtée à l'ordre 3, de l'équation (1.12) de l'énergie dissipée (ΔW). À l'ordre 4, la dissipation a pour expression :

$$Q_{fric}^{-1} = \frac{8G}{9\mu\pi^2 R(2-\nu)} \left(\frac{3\pi}{4E^*} \right)^{1/3} \frac{U_t}{P^{2/3}} + \left(\frac{8G}{3\mu R(2-\nu)} \right)^2 \left(\frac{\sqrt{3\pi}}{4E^*} \right)^{2/3} \frac{U_t^2}{P^{4/3}} \quad (3.21)$$

Du fait que $A_{in}/A_r \sim Q_{fric}^{-1} \sim \lambda\alpha_{fric}$, il apparaît que l'atténuation frictionnelle peut se décomposer en un polynôme d'ordre 2 en fonction du déplacement tangentiel U_t :

$$\alpha_{fric}^{Tot} = \alpha_{fric}^L + \alpha_{fric}^{NL} \propto \Lambda_L P^{-2/3} U_t + \Lambda_{NL} P^{-4/3} U_t^2 \quad (3.22)$$

L'atténuation dépend à la fois de la contrainte P et de l'amplitude de déplacement tangentiel U_t .

- Proposition d'un diagramme de transition

L'élaboration de ce diagramme est issue d'une communication privée avec *R. A. Guyer* [195]. Nous avons reporté les résultats expérimentaux, obtenus pour le mode longitudinal et transversal fondamental de résonance, dans un diagramme illustrant la déformation acoustique ($\varepsilon_a \propto A_r$) en fonction de la déformation statique ($\varepsilon_0 \propto P^{2/3}$), présenté sur la figure (3.27). Au-delà d'un certain seuil de déformation statique, on peut atteindre un régime de plasticité¹⁵ supérieur à quelques *GPa*. Cette zone n'a pu être sondée pour ne pas endommager les transducteurs ultra-sonores. La zone où la pression de confinement devient faible, elle finit par tendre vers une pression gravitaire (ρgh) de l'ordre de *1kPa*, elle reste une zone à explorer au laboratoire (où les effets non linéaires doivent être encore plus significatifs, par rapport à ceux observés pour un matériau granulaire sous contrainte). Avoir accès à des mesures propres et reproductibles dans cette zone d'expérimentation n'est pas une tâche aisée ne serait-ce que à cause du phénomène de déclenchement de compactations intermittentes, évoqué plus haut. Afin de lever cette zone indéterminée, il faudrait développer un nouveau dispositif expérimental isolé au maximum des effets engendrés par les fluctuations de la température, l'humidité et les vibrations environnantes. Pour des déformations acoustiques faibles le comportement du matériau est non linéaire mais réversible, au-delà d'un certain seuil il devient irréversible (hystérétique). Si l'amplitude de déformation acoustique augmente encore, alors des réarrangements de grains sont induits (contacts entre grains modifiés).

15. Dans nos expériences, les pressions maximales s'exerçant au niveau des contacts entre grains sont de l'ordre de *1.5GPa*. Pour rappel, la résistance du verre, en compression simple, est de l'ordre de *1GPa*. Alors, on pourrait croire que des grains peuvent être cassés. En pratique, ce n'est pas le cas, en effet, pour un empilement granulaire, la pression est répartie en plusieurs points de contacts, suivant le nombre de coordinence.

Dans ce cas, nous sommes encore bien inférieur au seuil de fluidification du système, ou bien il faudrait générer des amplitudes de déformations acoustiques plus importantes via un pot vibrant par exemple.

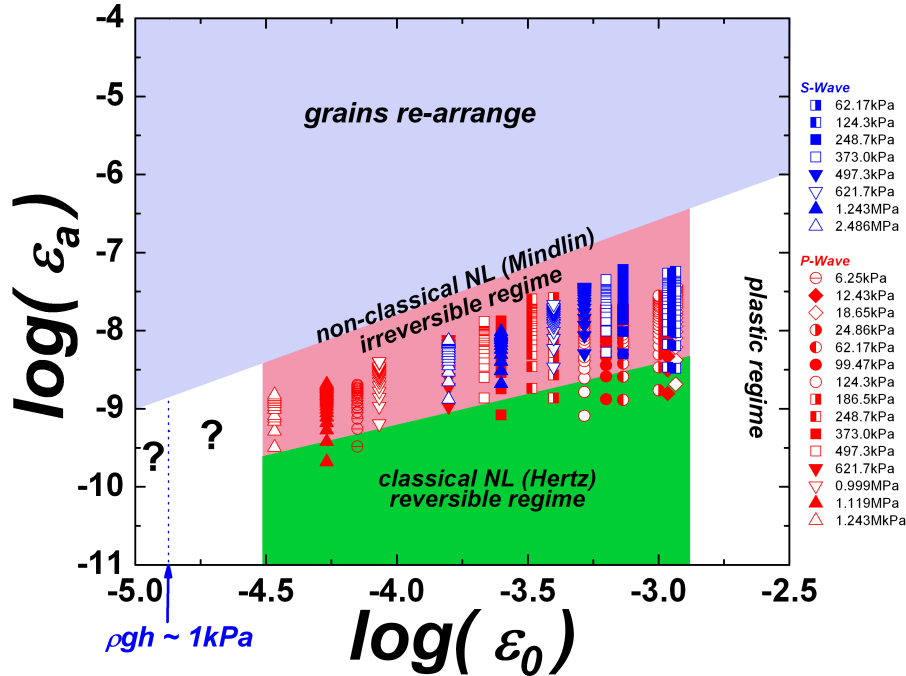


Figure 3.27 : Diagramme illustrant la transition d'un régime réversible vers celui irréversible. Déformation acoustique détectée $\varepsilon_a (= \omega u / V_0 \propto A_r)$ en fonction de la déformation statique appliquée $\varepsilon_0 (= \delta_0 / R) \propto P^{2/3}$. Ce graphique permet d'illustrer la transition d'un régime réversible (*Hertz*) vers celui irréversible (*Mindlin*) lorsque la contrainte et l'amplitude de vibration augmentent conjointement. Si la contrainte augmente au-delà de la limite élastique, le régime de plasticité peut être atteint. Si l'amplitude de déformation acoustique, imposée à l'échantillon, dépasse un seuil ($\varepsilon_a^{in} / \varepsilon_0 > 1\%$) alors des grains peuvent être réarrangés.

3.4 Interaction non linéaire irréversible son-matière granulaire

3.4.1 Compactions intermittentes sous cisaillement vibrationnel

Dans un empilement granulaire, les processus hystérétiques, peuvent s'accompagner d'une perte de contact (rigidité) entre grains sous de fortes sollicitations acoustiques, pouvant engendrer des réarrangements irréversibles entre les grains et une compaction continue ou intermittente du milieu. Dans ce cas, le mécanisme de friction n'est plus valable, puisque $F_t > \mu F_0$, c'est-à-dire que les sphères en contact commencent à glisser les unes par rapport aux autres. Pour étudier cette transition où l'interaction des ondes élastiques avec le milieu granulaire devient irréversible, nous avons augmenté progressivement l'amplitude d'excitation de 3V à 50V, soit une déformation acoustique imposée, de l'ordre de 2.6×10^{-7} à 4.3×10^{-6} , respectivement. De plus, nous nous sommes placés dans des conditions expérimentales favorables à l'observation de tels phénomènes. Un seul cycle de chargement-déchargement mécanique a été opéré et

l'échantillon est soumis à une pression de confinement assez faible $0.0621MPa$. Dans un premier temps, le signal d'excitation correspond à une impulsion brève de période $4\mu s$ qui est répétée toute les $10ms$. Nous utilisons des transducteurs ultrasonores de cisaillement de fréquence nominale $f_0 = 0.25MHz$. Cette première expérience met en évidence une compaction progressive du milieu granulaire, lors de l'augmentation de l'amplitude d'excitation, le résultat est présenté sur la figure (3.28). Simultanément, les mesures mécaniques effectuées à l'aide de la presse automatisée, confirment que les contacts entre grains sont modifiés par l'observation de fluctuations de la force appliquée. Après $35mn$, l'épaisseur de l'échantillon a diminuée de l'ordre de $\sim 0.030\%$ soit $\sim 5.4\mu m$ de l'épaisseur de l'échantillon initiale. Il est intéressant de comparer cette variation par rapport à la taille d'une bille ($d_{mean} \approx 700\mu m$), à l'aide de la relation : $\Delta L/L \times d$. Le déplacement correspondant s'avère être de l'ordre de $210nm$, soit l'ordre de grandeur estimé des aspérités de la surface des grains (*cf. chapitre 1*).

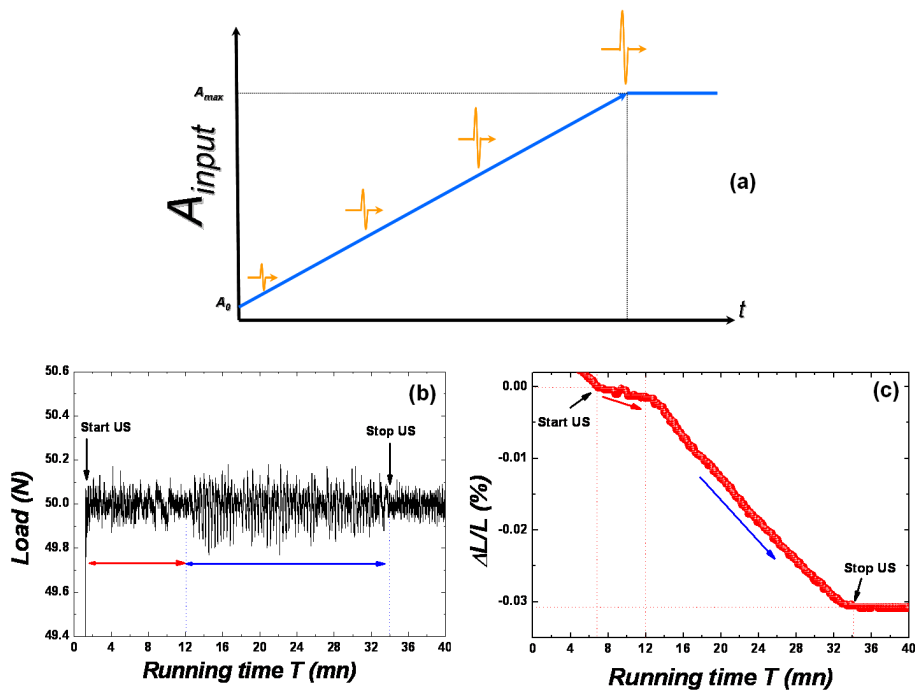


Figure 3.28 : (a) Protocole d'excitation acoustique d'une impulsion brève ($4\mu s$). L'amplitude d'excitation est comprise entre $3V$ et $50V$ ($\varepsilon_a \sim 2.6 \times 10^{-7} - 4.3 \times 10^{-6}$). (b) Force normale appliquée au matériau ($F = 50 \pm 0.2N \equiv P = 62.1kPa$) en fonction du temps d'expérimentation (T). (c) Variation relative de l'épaisseur ($L = 18 \pm 0.1mm$) de l'échantillon ($\Delta L/L$) en fonction de T . On observe une compaction progressive du milieu granulaire lorsque l'amplitude d'excitation augmente de façon linéaire. Au final, l'épaisseur de l'échantillon aura diminuée de $\sim 0.030\%$ ($\sim 5.4\mu m$). Cette variation ramenée à la taille d'une bille, de diamètre $d = 700\mu m$, correspond à un déplacement de l'ordre de $\Delta L/L \times d \approx 210nm$, soit l'ordre de grandeur estimé des aspérités de la surface des grains.

Lorsque l'on augmente le nombre d'impulsions d'émission à 10, on observe alors que le matériau granulaire se compacte de façon continue puis intermittente, voir figure (3.29). Les fluctuations de la force appliquée augmentent. Le niveau de compaction totale obtenu au bout de $30mn$ est de l'ordre de $\Delta L/L \approx 0.110\%$ ($\Delta L \sim 19.8\mu m$), soit un déplacement 35 fois plus petit que le diamètre moyen d'un grain. Aucun réarrangement visible des grains n'est observé. On peut donc dire, que le niveau de compaction dépend de trois paramètres de contrôle : l'histoire du matériau (pré-contrainte), la

pression de confinement et l'énergie injectée.

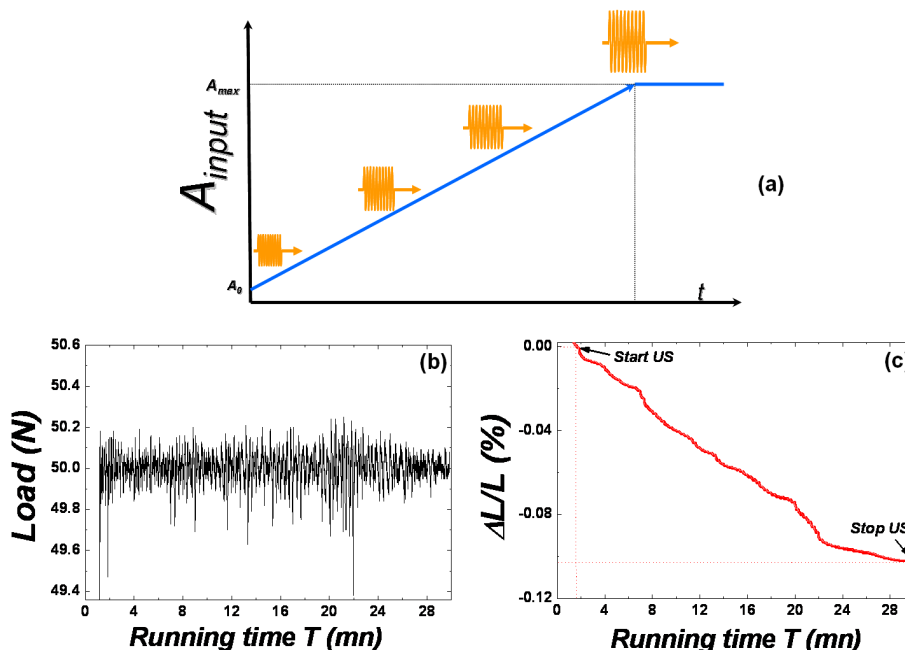


Figure 3.29 : (a) Protocole d'excitation acoustique d'un train de 10 impulsions d'une durée de $(40\mu s)$. L'amplitude d'excitation est comprise entre 3V et 50V. (b) Force normale appliquée au matériau ($F = 50 \pm 0.2N$) en fonction du temps d'expérimentation (T). (c) Variation relative de l'épaisseur ($L = 18 \pm 0.1mm$) de l'échantillon ($\Delta L/L$) en fonction de T . On observe une compaction continue puis intermittente du milieu granulaire. Au final, l'épaisseur de l'échantillon aura diminué de $\sim 0.110\%$ ($\sim 19.8\mu m$), ou $\Delta L/L \times d \approx 770nm$.

Pour s'en convaincre, nous avons réalisé cette expérience avec des ondes résonnantes (continue) au mode fondamental de cisaillement. Pour des conditions expérimentales identiques, en termes de pré-contrainte, force normale et amplitudes d'excitations, le résultat obtenu est présenté sur la figure (3.30). Les fluctuations de la force normale mesurées sont importantes ($\sim 2N$), le processus de compaction est intermittent (*en marche d'escalier*). De plus, nous avons remarqué que les compactations instantanées les plus fortes, ont lieu à la résonance (amplitude maximale). Au-delà d'un certain seuil de déformation acoustique ($\sim 10^{-6}$) la forme du pic de résonance est altérée voir partiellement détruite. L'épaisseur de l'échantillon a diminuée de $\sim 0.090\%$ ($\sim 16.2\mu m$).

Une expérience de compaction d'un matériau granulaire induite par des cycles de température, développé par *Géminard et al* [131], montre un comportement analogue à celui que nous observons. Bien sûr, les sollicitations imposées au matériau granulaire sont différentes, thermique (dans leur cas) et vibrationnelle (acoustique dans notre cas), tout comme les ordres de grandeurs mis en jeu. Néanmoins, la comparaison des ces deux expériences demeure intéressante. En effet, les effets des variations de température sur les matériaux granulaires sont mal connus à ce jour. Leur idée [131] est la suivante. Il est connu que les variations de température s'accompagnent, en général, d'une variation du volume spécifique des matériaux. En outre, les coefficients de dilatation thermique sont faibles pour les matériaux usuels, en revanche, il apparaît que les effets de la dilatation thermique ne sont pas négligeables lorsqu'on s'intéresse aux

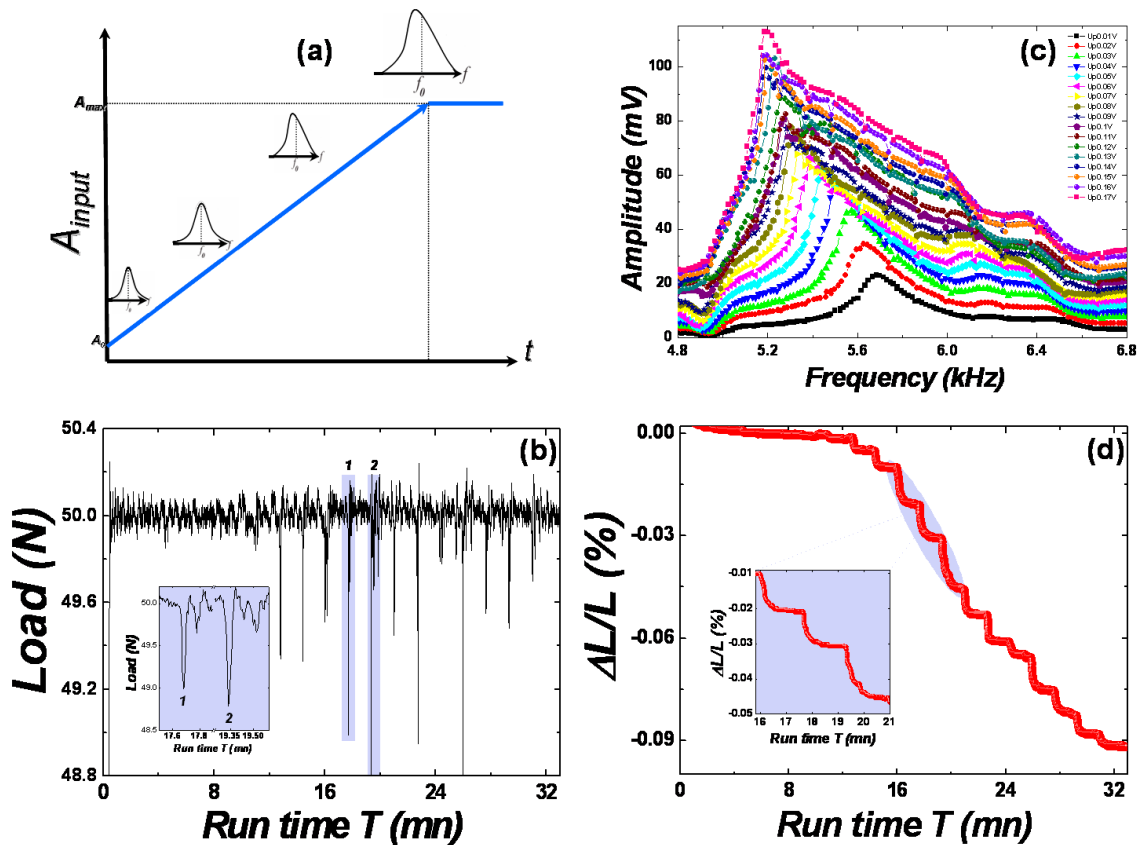


Figure 3.30 : Illustration du phénomène de micro-compactions intermittentes (« en marche d'escalier »). (a) Protocole d'excitation acoustique (ondes résonnantes ou continues). L'amplitude d'excitation est augmentée linéairement à chaque balayage ($A_{in} \sim 3V - 50V$). (b) L'asservissement de la force normale appliquée ($50 \pm 0.2N$) à l'échantillon, à l'aide de la presse automatisée, est perturbé. D'importantes fluctuations de la force sont engendrées. (c) Au delà d'un certain seuil de déformation acoustique la forme des pics de résonance est altérée voire détruite. (d) Variation relative de l'épaisseur de l'échantillon. Plus l'amplitude d'excitation augmente, plus le milieu se compacte de façon intermittente. Au final, l'épaisseur de l'échantillon aura diminué de $\sim 0.090\%$ ($\sim 16.2\mu m$), ou $\Delta L/L \times d \approx 630nm$.

matériaux granulaires. Le coefficient de dilatation thermique typique d'un verre est de l'ordre de $KT \sim 10^{-5}K^{-1}$. La variation typique ΔL des dimensions d'un système de taille caractéristique L , subissant une variation globale ΔT de sa température, est de l'ordre de $LK\Delta T$. On peut estimer que, si ΔL est plus grande que la taille typique (δ_r) de la rugosité des grains dans un matériau granulaire (on peut estimer δ_r entre $50nm$ et $300nm$ pour des billes de verre de taille millimétrique), la variation de température ΔT peut provoquer un réarrangement au sein du matériau. Par conséquent, le réseau de contacts entre grains doit s'en trouver modifié de façon *irréversible*. Ainsi, une succession de variations de température peut induire une évolution irréversible du matériau au cours du temps. Pour une expérience de laboratoire $L \sim 1m$, il estime que $\Delta T \sim 0.01K$ pour $\delta_r \sim 100nm$. Leurs expériences mettent en évidence que les variations de température peuvent entraîner une *compaction lente* (vieillessement) d'un matériau granulaire. Ils observent que la compacité du matériau augmente logarithmiquement avec le nombre de cycles de température imposés (âge). L'amplitude des effondrements successifs (fig. 4 de [131]) ne semble pas dépendre du temps alors que la durée des plateaux augmente de façon logarithmique avec l'âge du système (dans

leurs cas, l'âge du système correspond au nombre de cycles imposés). Dans notre cas, le nombre de cycles correspond aux nombres de balayage en fréquence effectués (17). A chaque fois que l'amplitude devient maximale (à la résonance), un effondrement de l'épaisseur de l'échantillon est provoquée. Les micro-compactions successives sont de l'ordre du micron ($\Delta L/L \times d_{mean} \approx 0.01\% \approx 70nm$). A ce stade, le phénomène n'est pas totalement quantifiable. Pour cela, il faut utiliser un protocole d'excitation acoustique du type pompe/sonde [180, 117, 162]. L'idée consiste à enregistrer, entre chaque mesure, un signal de faible amplitude. Ce dernier, faisant office de sonde, il permet alors de suivre les éventuelles modifications de la structure de l'échantillon causées par le passage des ondes de plus fortes amplitudes (pompes). Cette méthode expérimentale a déjà été réalisée au laboratoire avec succès, durant la thèse de *Th. Brunet* (p.107 [11]).

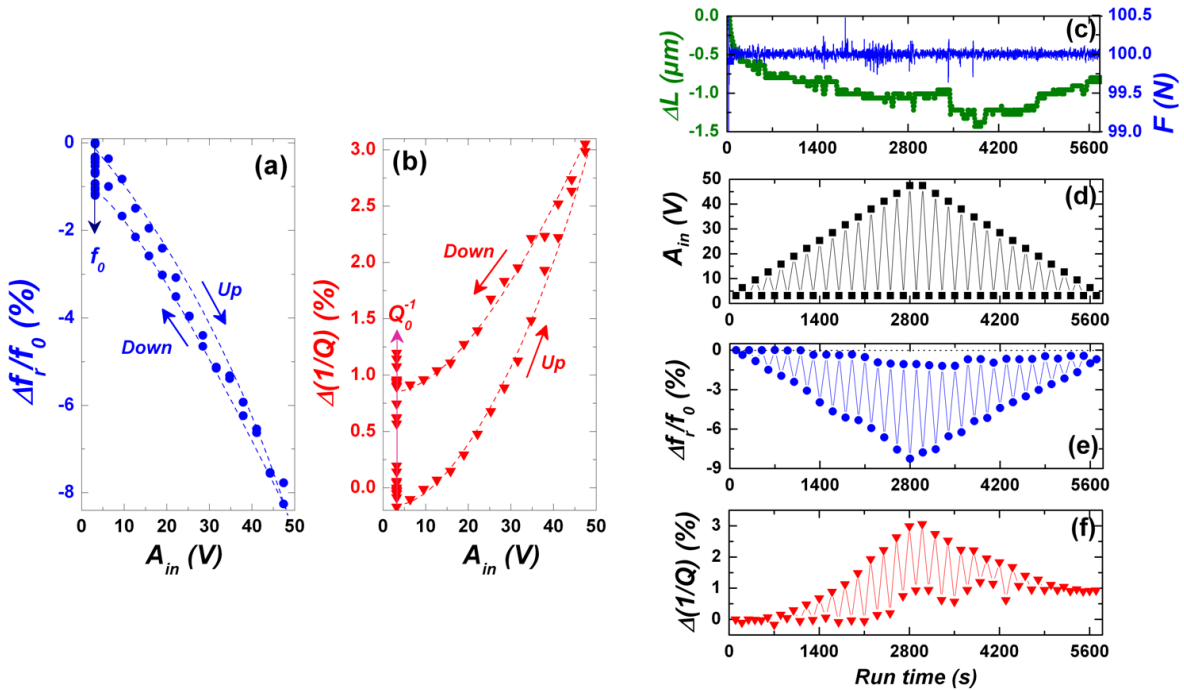


Figure 3.31 : Interactions réversibles et irréversibles obtenues par méthode de résonance en cisaillement pour un milieu granulaire d'épaisseur $L = 17.9mm$ et soumis à une pression de confinement $P = 0.124MPa$. (a) Variation relative de la fréquence de résonance ($\Delta f/f_0$), (b) de la dissipation ($\Delta(1/Q)$) en fonction de l'amplitude d'excitation en sortie d'amplificateur (A_{in}). (c) Variation de l'épaisseur de l'échantillon et force appliquée en fonction du temps. (d) Protocole d'excitation acoustique. (e) Variation relative de la fréquence de résonance, (f) dissipation en fonction du temps.

Un cycle de charge-décharge acoustique au mode fondamental de cisaillement, augmentation puis diminution de l'amplitude d'excitation entre 3V et 50V, a été appliqué à un échantillon granulaire d'épaisseur 18mm et soumis à une contrainte de 124kPa. Le déplacement (U_{in}) à la surface du transducteur d'émission varie de 0.75nm à 12.5nm. La déformation acoustique $\varepsilon_a (= \pi U_{in}/L)$ résultante, est de l'ordre de 1.3×10^{-8} à 2.18×10^{-6} . On observe, suivant le sens croissant ou décroissant en amplitude, que la fréquence de résonance et la dissipation évolue différemment (elle n'empreinte pas le même chemin), traduisant l'effet hystérétique du matériau. De plus, la fréquence de résonance (f_0) et la dissipation ($1/Q_0$) originelles, mesurées à faibles amplitudes (sondes), ne sont pas récupérées. f_0 et Q_0^{-1} tendent à diminuer et augmenter, respectivement (symbolisée par les flèches), figures (3.31a) et (3.31b).

Le ramollissement du module élastique et la dissipation obtenus, pour l'amplitude d'excitation maximale, sont de 8.2% et 3.05%, figures (3.31e) et (3.31f). Au-delà d'une amplitude d'excitation de l'ordre de 20V, l'élasticité et la dissipation initiales sont perdues, même après l'arrêt des amplitudes les plus élevées lors du cycle de décharge acoustique. Il apparaît alors une transition d'un régime réversible (où f_0 et Q_0^{-1} sont récupérés) à un régime irréversible (où f_0 et Q_0^{-1} ne sont pas récupérés).

On peut donc dire qu'à amplitude modérée, l'interaction onde-milieu granulaire est réversible. En effet, le module élastique retrouve instantanément sa valeur initiale après le passage d'ondes de fortes amplitudes. Dans ce régime, les non linéarités de *Hertz* et de *Mindlin* coexistent. A plus forte amplitude, les effets non linéaires hystérétiques deviennent prédominants et conduisent à des processus irréversibles. Au-delà de 20V le module élastique initial n'est plus récupéré. On observe, un ramollissement du matériau de l'ordre de 16.4%. Nous montrerons par la suite, qu'il est possible de récupérer une partie, voire la totalité, du module élastique initial perdu après le passage d'ondes de fortes amplitudes, en laissant vieillir l'échantillon durant plusieurs heures ($\sim 3h$). Lors de ce vieillissement, nous verrons que le module élastique initial peut être retrouvé par un processus logarithmique, figure (3.32), traduisant en quelques sorte une récupération des contacts à l'échelle des aspérités : healing process. En effet, cette expérience suggère que ce phénomène est lié à la rugosité de la surface des grains (à une échelle plus petite que leur diamètre). On note également, que dans la limite linéaire (réversible), il est possible d'estimer la variation relative de la fréquence de résonance $\Delta f_r/f_0 \equiv \Delta \langle dF_t/dU_t \rangle / D_t$ à l'aide de l'équation (3.13). Par exemple, pour une contrainte et une déformation de 100kPa et 10^{-5} , respectivement, le calcul conduit à une diminution de la fréquence de résonance de l'ordre de -3%. Le modèle de *Mindlin* semble en bon accord avec les résultats expérimentaux.

3.4.2 Phénomène de cicatrisation

A l'aide de la méthode de résonance nous avons étudié l'influence de la pression de confinement sur la dynamique lente de cicatrisation. En effet, comme nous l'avons rappelé plus haut [179], les matériaux granulaires exhibent un processus lent de cicatrisation, obtenu après avoir subi une excitation forcée de forte amplitude. L'état d'équilibre (module élastique initial) est instantanément diminué : la fréquence de résonance se décale brutalement vers les basses fréquences. L'élasticité et l'atténuation vues par les ondes élastiques sont alors modifiées, de façon simultanée. Cependant, lorsque la vibration de forte amplitude est stoppée, le matériau retrouve progressivement ses propriétés élastiques originelles (fig. 3.32a). Ce phénomène de cicatrisation évolue selon une loi logarithmique du temps et dépend fortement de la contrainte appliquée, comme l'illustre la figure (3.32b). Les durées caractéristiques de cette relaxation sont de l'ordre de 10^3 à 10^4 secondes. Pour suivre cette relaxation, nous avons sondé le matériau granulaire à l'aide de faibles amplitudes d'excitations (ne perturbant pas le milieu) qui renseignent sur l'évolution (des contacts) du pic de résonance (fig. 3.32a). Les résultats, présentés sur la figure (Fig.3.32b), permettent de mettre en évidence qu'il est possible de récupérer la quasi-totalité des micro-contacts perdus après le passage des ondes en laissant vieillir le milieu granulaire (sous la même contrainte). De plus, ce résultat est confirmé pour 6 pressions de confinements différentes, comprises entre 14.1kPa (pour la plus faible) et 1.41MPa (pour la plus forte).

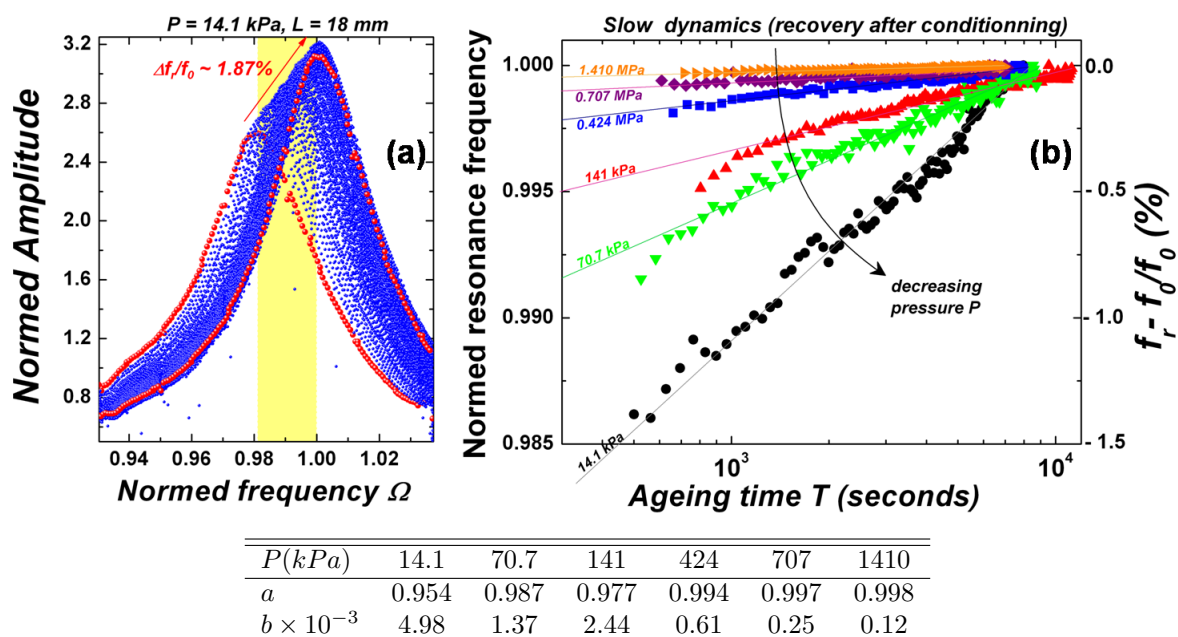


Figure 3.32 : Illustration du phénomène lent de cicatrisation (*slow dynamics* ou *healing process*) d'un matériau granulaire. (a) Après avoir subi une vibration de forte amplitude la fréquence de résonance se décale progressivement vers les hautes fréquences (aigus). La fréquence de résonance initiale peut être récupérée au bout de plusieurs heures, suivant une loi logarithmique du temps. La flèche indique le déroulement du temps. (b) Représentation de l'influence de la contrainte de confinement. Pour une contrainte de $0.0014MPa$ et $1.41MPa$, la fréquence de résonance initiale a diminué de 0.031% et 1.41% , respectivement. La loi d'ajustement que nous avons utilisée est de la forme : $y = a + b \ln(1 + x)$ et rappelle l'équation (17) développée à partir du modèle de *Baumberger et al* [85]. L'ordre de grandeur b , semble en bon accord avec celui obtenu par [85], de l'ordre de 10^{-2} .

Pour engendrer une diminution du module élastique instantané suffisamment élevée, l'échantillon a été soumis à une amplitude de déformation acoustique de l'ordre de 5×10^{-6} , durant une période de $\sim 15mn$. On observe alors, que la fréquence de résonance, après l'arrêt des vibrations de fortes amplitudes, augmente suivant une loi logarithmique en fonction du temps, pour les différentes contraintes. Cependant, l'amplitude du ramollissement engendrée est différente : plus la contrainte est faible plus l'adoucissement élastique du milieu granulaire est important. En effet, le module élastique initial a diminué brutalement de l'ordre de 0.062% et 2.82% pour une contrainte de $P = 14.1kPa$ et $1.410MPa$, respectivement. Encore une fois, dans cette expérience, aucun réarrangement visible de grains n'a été observé lors du passage des ondes de fortes amplitudes. Ces résultats suggèrent que l'origine physique de cet effet, semble être liée à la rugosité de surface des grains, c'est-à-dire à une échelle bien plus petite que leurs diamètres. En effet, au passage d'une onde de forte amplitude¹⁶ l'aire de contact peut être affaiblie voire cassée (rajeunie), alors entre en jeu un mécanisme de fluage (vieillessement) de l'aire de contact [192].

La compréhension des effets d'un mécanisme dynamique de glissement de deux solides (rhéologie inter-faciale) l'un par rapport à l'autre, sont complexes et soulèvent

16. Pour faire glisser deux solides en contact, l'un par rapport à l'autre, il faut vaincre la force de frottement qui s'oppose à leur mouvement relatif.

encore bon nombre de questions (cf. ouvrage de *Bowden et Tabor* [204]). Cependant, ce mécanisme reste inévitablement lié à la rugosité (macroscopique) conduisant à la formation d'interfaces multi-contacts (constituées de multiples micro-contacts entre les aspérités des surfaces). En se basant sur le modèle de *Greenwood-Williamson* [79], il a été montré expérimentalement et théoriquement par [205, 206, 207, 192], que de telles interfaces vieillissent par croissance lente de l'aire des microcontacts, résultant du fluage des aspérités qui portent la charge, et que le glissement les rajeunies en provoquant le renouvellement des aspérités en contact. Le modèle développé par *Baumberger et Caroli* [85] constitue une piste très intéressante, permettant de comprendre les mécanismes physiques sous-jacents des résultats expérimentaux obtenus sur les phénomènes de vieillissement (fig. 3.9) et de cicatrisation (fig. 3.32), respectivement. Ils proposent une expression du fluage de l'aire de contact réelle développée à partir des travaux de *Mindlin et Deresiewicz* [45] et du modèle de *Greenwood et Williamson* [79] (se reporter à l'équation 17 de [85]). En supposant l'interface composée de N contacts de taille identique, cette loi de fluage conduit à une expression de la croissance de l'aire de contact de forme logarithmique : $\Sigma_r(t) = \Sigma_{r0}[1 + m \ln(1 + t/t_0)]$, où $\Sigma_{r0} \sim \pi \bar{a}^2$ la dureté du milieu déformable, \bar{a} le rayon de l'aire de contact réelle et $m \approx 10^{-2}$. Ce fluage de l'aire de contact réelle n'est pas à confondre avec le vieillissement dit « géométrique ». D'après la loi *d'Amontons-Coulomb* les coefficients de frottement, statique (μ_s) ou dynamique (μ_d), sont constants et ne dépendent pas du temps. En réalité, $\mu_{s,d} = ctes$ sont des approximations. En pratique on observe des phénomènes comme le vieillissement statique, augmentation de μ_s avec l'âge du contact, ou l'affaiblissement cinétique, diminution de μ_d avec le glissement. L'ordre typique de ces variations est de faible amplitude (quelques % par décades de temps). Pour la plupart des matériaux — polymères vitreux, papier, élastomères, métaux ou des roches — le système vieillit, c'est-à-dire ($\mu_s = F_t/F_n$) augmente avec t de façon quasi-logarithmique. Au regard de la littérature existante, les problèmes de mécanique du contact visant à mieux comprendre l'origine microscopique des lois de frictions macroscopique apparaissent non triviaux, ils soulèvent encore bon nombre de questions et font l'objet de nombreuses recherches [208].

- Phénomène de dilatation de l'épaisseur d'un matériau granulaire activé acoustiquement

Au cours de ces expériences (explorant le phénomène de cicatrisation), nous avons remarqué que le milieu granulaire exhibe un comportement de dilatation, augmentation de l'épaisseur granulaire, engendré par la propagation d'ondes de cisaillements de fortes amplitudes. Dans cette expérience, la mise en œuvre de l'échantillon reste identique, les billes de verre utilisées sont de diamètres $d \sim 600 - 800 \mu m$ et la cellule de confinement est remplie à une hauteur de $L = 18 mm$, la contrainte appliquée est de $124.3 kPa$. L'expérience s'est déroulée en plusieurs étapes : une première phase de vieillissement sans ultrasons d'une durée de $12.6 h$, une phase où le matériau subit 3 « secousses » acoustiques d'une durée totale de $7.4 h$ et une dernière phase de vieillissement sans ultrasons d'une durée de l'ordre de $16 h$, illustrée figure (3.33).

Au cours de la première phase de vieillissement, le milieu s'est durci, l'épaisseur de l'échantillon a diminuée de l'ordre de $5.8 \mu m$: les contacts entre grains ont eu le temps

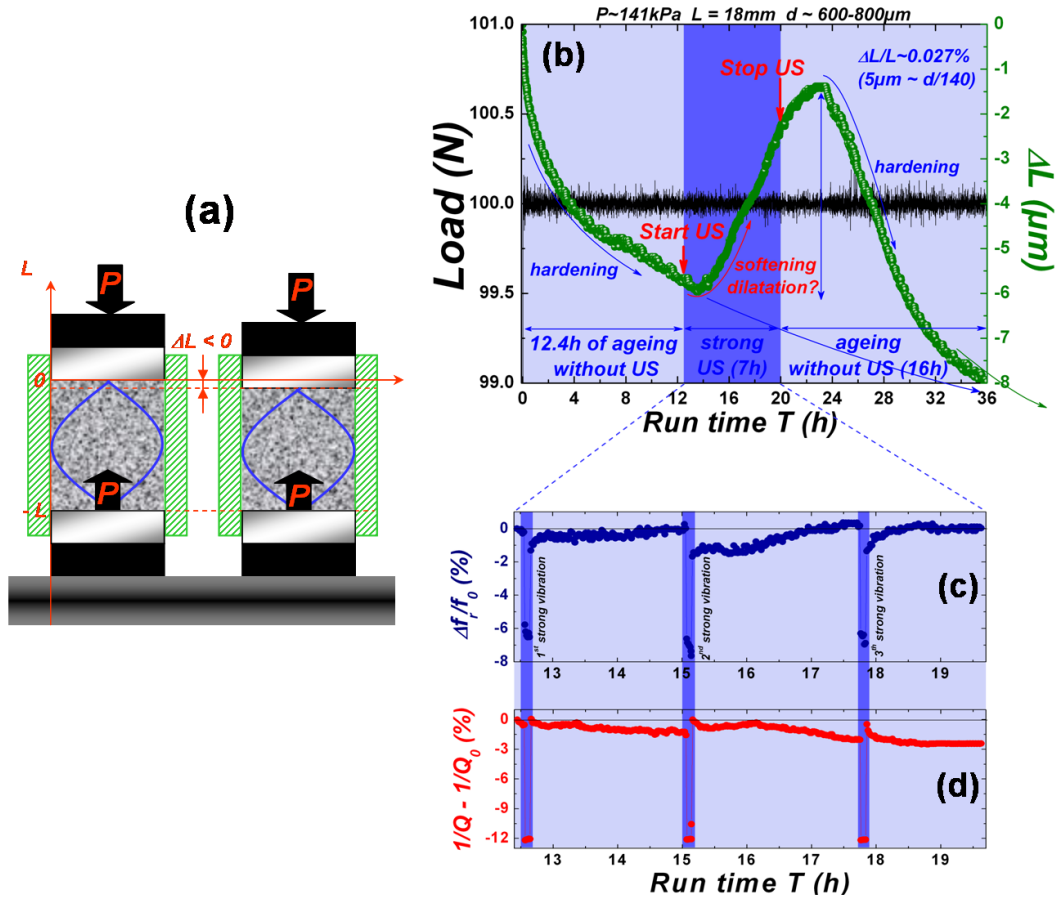


Figure 3.33 : Illustration du phénomène de dilatation d'un matériau granulaire après avoir subi 3 vibrations de fortes amplitudes. (a) Schéma illustrant la variation d'épaisseur de l'échantillon ΔL au bout de 36h d'expérimentation. (b) Force normale (F) et variation de l'épaisseur de l'échantillon (ΔL) en fonction du temps de l'expérience (T). Après un vieillissement sans ultrasons de 12.6h, le milieu granulaire subit des vibrations répétées de fortes amplitudes ($A_{in} = 80V$) d'une durée de 15mn, il exhibe alors un processus lent de *dilatation* de l'ordre de 0.027% (ou $d/140$, avec d le diamètre d'un grain). (c) Variation relative de la fréquence de résonance ($\Delta f_r/f_0$) et de la dissipation ($\Delta(1/Q)$) en fonction du temps. Le module élastique initial a pu être récupéré, à trois reprises, après avoir subi des amplitudes d'excitations élevées, au bout d'un temps de cicatrisation de $\sim 3h$. Le processus de cicatrisation présente la caractéristique d'être reproductible en terme de durcissement du module élastique initial ($\Delta E/E_0$), en revanche cette expérience suggère que le temps de cicatrisation diminue après chaque fortes vibrations. (d) Au cours de ces trois processus de cicatrisations, la dissipation diminue, par ordre chronologique, de 1.23%, 2.03% et 2.40%. Lorsque les ultrasons sont stoppés, le milieu granulaire se durcit à nouveau pour retrouver son état de relaxation initial au bout de 16h.

de bien s'établir. Lorsque, les vibrations ultra-sonores sont appliquées au matériau, on observe un temps d'inertie de l'ordre de 0.8h dont a besoin le matériau pour absorber en quelque sorte l'énergie injectée, avant de voir l'épaisseur granulaire augmenter de $4.48\mu\text{m}$ durant 10.6h, inversant ainsi la tendance de la courbe de ΔL en fonction du temps (Fig. 3.33b). L'expérience avec ultrasons dure $\sim 7.4h$, pendant ce temps l'épaisseur de l'échantillon croît de façon continue de $t_1 = 12.6h$ à $t_3 = 23.2h$, lorsque les ultrasons sont stoppés au bout $t_2 = 20h$, le matériau continue à se dilater durant $\sim 3.2h$. La variation relative de l'épaisseur de l'échantillon aura augmenté de l'ordre de 0.032% au total (soit de l'ordre de grandeur des aspérités $\Delta L \times d/L \approx 224nm$). A partir de t_3 l'épaisseur granulaire diminue à nouveau, traduisant par là que le milieu

se durcit progressivement. Il faudra attendre plus de $13h$ avant de voir l'épaisseur granulaire récupérer la courbe de relaxation qu'aurait présenté le matériau sans perturbation acoustique.

Durant la phase d'application des ondes ultra-sonores, on observe que le matériau granulaire a pu récupérer (cicatriser), à trois reprises (au bout de $\sim 3h$), son module élastique initial, après avoir subi des amplitudes d'excitations élevées, a contrario de la dissipation originelle, présentée sur les figures (3.33c) et (3.33d) respectivement. Le processus de cicatrisation présente la caractéristique d'être plutôt reproductible, en terme de durcissement du module élastique initial ($\Delta E/E_0$). Cependant, cette expérience suggère que le temps de cicatrisation diminue après chaque « secousse ». Au cours de ces 3 processus de cicatrisation, la fréquence de résonance initiale a diminué de 1.31%, 1.67% et 1.35%, juste après l'amplitude la plus forte ($\Delta f/f_0 \approx 6\%$), et a été récupérée après un vieillissement de 2.39h, 1.85h et 0.44h, respectivement. Les diminutions maximales de la dissipation, par ordre chronologique, sont de l'ordre de 1.23%, 2.03% et 2.40%. Cette observation est cohérente avec les expériences réalisées par *Liu et Nagel* [38], où ils ont mis en évidence que les effets hystérétiques irréversibles se manifestent lors du premier passage des ondes, ce qui a été confirmé expérimentalement par *Brunet et al*, lorsque le milieu granulaire subit plusieurs cycles de charge-décharge acoustique. Au-delà de trois cycles, le milieu granulaire montre un comportement plutôt réversible [180]. Malheureusement, ce phénomène de dilatation de l'épaisseur d'un matériau granulaire activé acoustiquement (voir thermiquement [131]) n'est pas compris, et son étude doit être poursuivie.

3.4.3 Atténuation en fonction de l'amplitude et de la fréquence

Les mesures par méthode de résonance précédentes, nous apprennent que la dissipation ($Q^{-1} \propto \alpha\lambda$) dépend de deux paramètres de contrôle : l'amplitude d'excitation (A_{in}) et la pression de confinement (P). Cependant, l'expérience montre qu'il existe un troisième paramètre de contrôle, suivant une loi en puissance de la fréquence d'excitation ($\alpha \propto \omega^n$). Par exemple, en régime de grande longueur d'onde ($\lambda \gg d$), il est établi que $\alpha \propto \omega^4$ (cf. chapitre 1). Cette loi de puissance rappelle les processus diffusifs tels la diffusion de *Rayleigh*. L'expérimentateur, que ce soit dans le domaine de la physique ou de la géophysique, est particulièrement intéressé par l'évaluation de ce paramètre, inhérent au matériau et permettant sa caractérisation. En effet, sa compréhension est d'un enjeu fondamental, elle demeure mal connue et difficile à définir correctement. Il est d'une importance primordiale, quand il s'agit d'identifier les différentes sources (mécanismes) physiques d'atténuation mises en jeu. Cependant la tâche pour l'expérimentateur s'avère complexe. En effet, l'atténuation, dans le cas des matériaux granulaires, peut être d'origine visco-élastique, frictionnelle, diffusive et une atténuation que l'on pourra nommée plastique, c'est-à-dire lorsque les effets non linéaires sont important, soit lors de réarrangements de grains [209]. α dépend de A , P , et ω , de plus, les résultats précédents montrent qu'elle peut être décomposée en une partie linéaire ($\alpha_L \propto A$) et une partie quadratique ($\alpha_{NL} \propto A^2$), suivant le niveau de l'amplitude de vibration. Suivant ces considérations (simplificatrices), si nous prenons en compte les différentes sources d'atténuation que nous soupçonnons être liées au comportement

dissipatif intrinsèque¹⁷ (due à l'anélasticité) des matériaux granulaires, on peut décomposer l'atténuation totale (α_{tot}) en une somme d'atténuations ayant pour origine ces divers mécanismes :

$$\alpha_{tot}(A, P, f) = \alpha_{abs}(A, P, f) + \alpha_{scat}^L(P, f) + \dots + \alpha_{plast}^{NL}(A, P, f)$$

(3.23)

A travers le tableau (3.1), nous avons essayé de synthétiser les mesures d'atténuation, qui ont été réalisées au laboratoire, que ce soit par ondes élastiques impulsionnelles (cohérentes $\lambda \gg d$) multiples diffusées ($\lambda \approx d$) ou résonnantes ($\lambda \gg d$), afin d'avoir une vue globale du travail qui reste à accomplir.

α_{tot}					Pulse Exp.	Coda Exp.	RUS Exp.	
α_{vis}^L	ω^2	A^0	$P^{-1/3}$	L	✓	✓		observé
α_{fric}^{NL}	ω^1	A^1	$P^{-2/3}$	NL	✓	✓	✓	observé
α_{scat}	ω^{2-4}	A^0	$P^{-1/5}$	L		✓		observé
α_{plas}	$\omega^{(?)}$	$A^{(?)}$	$P^?$	NL	??	?	??	pas observé

Table 3.1 : Tableau synthétisant les lois d'échelle provenant de différents mécanismes d'atténuation, vu dans les chapitres précédents.

- Évaluation des lois d'échelle de α en fonction de A et de ω

A notre connaissance, il n'existe aucune étude expérimentale effectuée dans les matériaux granulaires sous contrainte qui mette clairement en évidence le fait que l'atténuation dépend conjointement de la fréquence, de l'amplitude d'excitation et de la contrainte, ainsi que les lois d'échelles associées : $\alpha \propto A^? \omega^? P^?$. C'est typiquement ce que l'on cherche à mesurer. Lorsque l'on modifie l'épaisseur du matériau granulaire (L), on modifie la fréquence de résonance : $f_r = V(A, P, \omega)/2L$. De plus, la fréquence de résonance peut être divisée de l'ordre de 2 lorsque l'on passe du mode fondamental longitudinal à celui transversal. Fort de ce constat, la méthode de résonance constitue alors, une méthode de choix, bien adaptée à l'évaluation (conjointe) de l'atténuation en fonction de l'amplitude d'excitation (A) et de la fréquence (f_r). Malheureusement, ce système expérimental impose une limite minimale et maximale de l'épaisseur granulaire à ne pas franchir, ceci a pour effet de limiter assez fortement la bande spectrale analysée. Ils convient donc de définir ces limites (physiques). D'une part, l'épaisseur peut être diminuée jusqu'à atteindre un nombre de couches suffisant de grains que l'on peut évaluer par le rapport de la longueur d'onde au diamètre moyen des grains (λ/d). Ce rapport a été choisi supérieur à 4. D'autre part, il convient que l'épaisseur granulaire

17. L'atténuation intrinsèque (due à l'inélasticité du milieu traversé) liée à l'interférence onde-matière granulaire par opposition à l'atténuation extrinsèque qui est fonction de la géométrie des couches et de la source (diffraction multiples, divergence géométrique, etc. Il est très difficile de corriger ce problème, c'est pourquoi obtenir des mesures fiables de l'atténuation, au laboratoire où sur le terrain, s'avère expérimentalement délicat.

ne dépasse pas le diamètre de la cellule. Si cette limite est franchie, la contrainte appliquée verticalement à l'échantillon sera redirigée vers les parois latérales (cf. effet *Janssen* pp.85-90 [1]). La pression sur le fond de la cellule cesse de s'exercer ($P(x = L) \approx 0$) lorsque l'épaisseur granulaire est égale à plus du double du diamètre de la cellule : $L \geq 2\phi_{cell} \approx 60mm$. La limite basse et haute de l'épaisseur granulaire que nous nous sommes fixés est de $3mm$ et $30mm$, respectivement. Naïvement, la première idée venant à l'esprit pour contourner ce problème consisterait à augmenter le diamètre de la cellule. Malheureusement, cela suggère de posséder des transducteurs ultra-sonores (au moins pour l'émetteur) de diamètres identiques, sous peine de violer le critère d'ondes quasi-planes (résonantes), comme l'illustre la figure (3.34). En effet, il est admis en général que l'onde émise est sphérique ceci est dû à la divergence géométrique¹⁸.

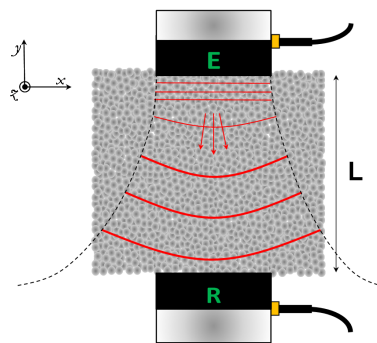


Figure 3.34 : Illustration du phénomène de *divergence géométrique*. La largeur de la cellule de confinement (conditions aux limites) conditionne la propagation des ondes ultra-sonores. Pour que le mode de résonance soit correctement établi (ondes quasi-planes), il faut veiller à respecter que le diamètre des transducteurs soit proche de celui de la cellule : $\phi_{cell}/\phi_{trans} \cong 1$. L'ouverture du faisceau ultrasonore est liée à la longueur d'onde par l'équation $\sin(\alpha/2) = 0.514\lambda/\phi_{trans}$ et la distance en champ proche vaut $N = \phi_{trans}^2/4\lambda$. Les valeurs de α et N dépendent du dimensionnement de la cellule et sont de l'ordre de 19° et $25mm$ pour une épaisseur de $L(= \lambda/2) = 18mm$, respectivement. Bien que facile de conception et de mise en œuvre, les mesures fiables et précises de l'atténuation s'avèrent extrêmement délicates ne serait-ce qu'à cause du problème de la divergence géométrique, mais encore les problèmes liés aux signaux parasites (bruit) : couplage échantillon-transducteur, diffraction (lorsque la longueur d'onde devient comparable au diamètre du transducteur ($\lambda \approx \phi_{trans}$), ou lorsque λ est faible, alors il est nécessaire d'avoir des échantillons à faces bien parallèles, sous peine d'affecter la mesure du facteur de qualité [210, 211].

La figure (3.35), présente les pics de résonance obtenus pour les modes longitudinaux et transversaux en fonction de l'épaisseur granulaire (L), la contrainte appliquée (P) étant de l'ordre de $0.124MPa$. La bande spectrale analysée est comprise entre $11kHz$ et $60kHz$ en compression et de $6.3kHz$ à $42kHz$ en cisaillement. Le facteur de qualité évolue de 5.8 à 52.1 et de 16.9 à 26.2 en compression et cisaillement, respectivement. On observe que plus l'épaisseur diminue plus le décalage de la fréquence de résonance est élevé. On peut donc dire que plus l'épaisseur diminue plus l'adoucissement (*softening*) du module élastique initial est important.

18. En pratique l'onde n'est jamais vraiment sphérique, et les géophysiciens traitent ce problème en appliquant une correction temporelle en t^β avec $\beta \neq 1$, et non pas la correction en t attendue pour une onde purement sphérique. La détermination de la valeur numérique de β demeure actuellement empirique.

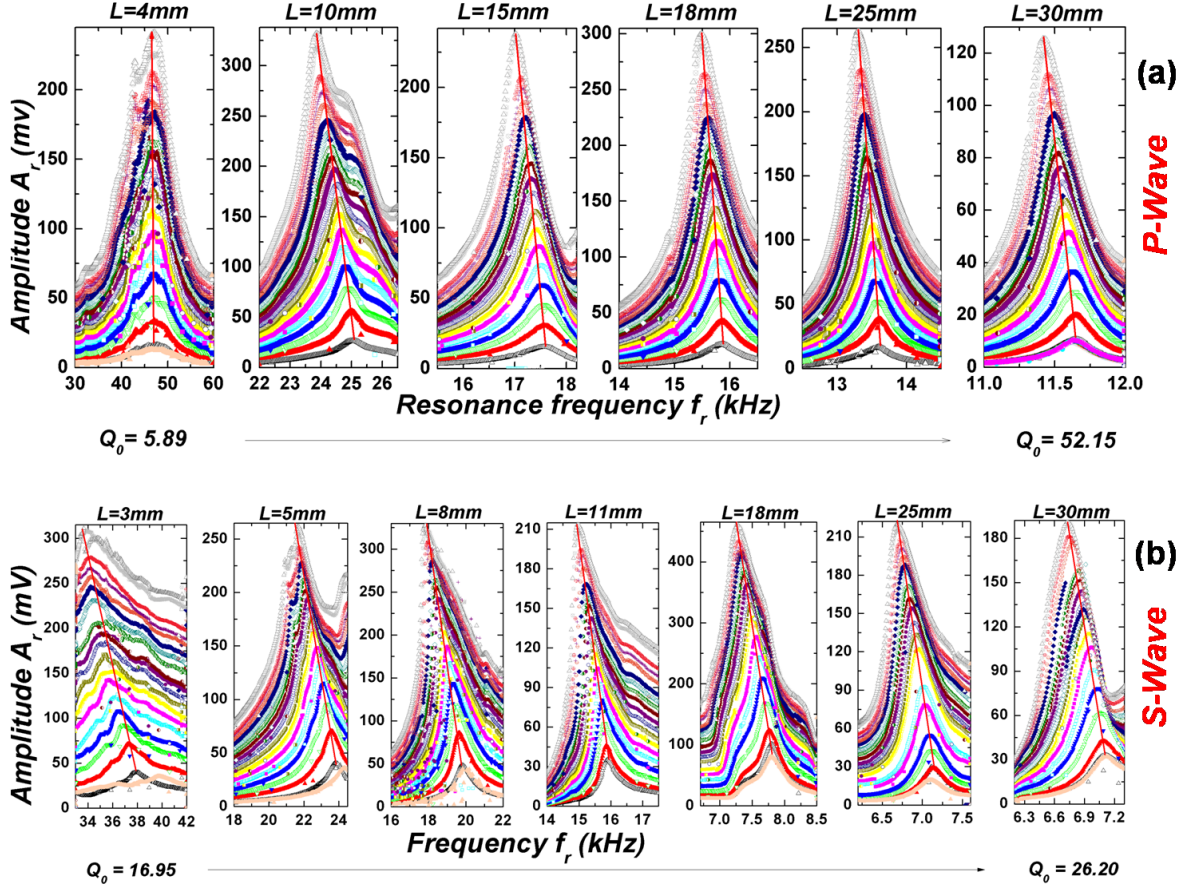


Figure 3.35 : Évolution du mode fondamental de résonance en compression (a) et cisaillement (b) en fonction de l'épaisseur granulaire (L), s'étalant de $3mm$ à $30mm$. La pression de confinement est de $124.3kPa$, le diamètre des grains $0.7 \pm 0.1\mu m$ et la fraction solide de l'ordre de 0.62 ± 0.01 .

Nous avons vu au *chapitre 1*, équation (1.38), que la dissipation vaut : $Q^{-1} \sim \lambda\alpha$. Au mode fondamental de résonance, l'atténuation a pour expression : $\alpha \approx \pi/2LQ$, avec $2L = \lambda$. Par ailleurs, il est possible d'exprimer la dissipation en fonction de l'amplitude de l'onde sur une période $T = 2\pi/\omega$ d'oscillation, à travers l'expression suivante : $Q^{-1} \approx (1/\pi) \ln(u(t)/u(t+T))$, laquelle mesure l'amplitude perdue par cycle, nommée parfois décrement logarithmique. Finalement, on peut dire que le terme de déphasage (φ), entre la contrainte et la déformation, correspond à $1/Q \approx \tan(\varphi)$. Au début des années 1980, *Winkler, Nur et Murphy* [212, 213, 214] ont défini les facteurs de qualité $Q_E = E_R/E_I$, $Q_K = K_R/K_I$ et $Q_\mu = \mu_R/\mu_I$ où R et I dénote la partie réelle et imaginaire du module élastique effectif (E), de compression (K) et de cisaillement (μ), respectivement. En effet, chaque valeur du facteur de qualité $Q = (M_R/M_I)$ est associée au type d'excitation étudié et donc au module d'élasticité concerné. L'expérience de la barre résonnante donne accès à la mesure de l'atténuation des ondes de compression (P) ou de cisaillement (S) lorsque l'atténuation est faible (c'est-à-dire en négligeant les produits de la partie imaginaire des modules d'élasticité), *Winkler et Nur* ont montré, suivant le principe de correspondance (*Fung, 1965*), que l'on obtient des relations simples entre $Q_{P,S,E,K}$:

$$\left\{ \begin{array}{l} \frac{(1-\nu)(1-2\nu)}{Q_P} = \frac{(1+\nu)}{Q_E} - \frac{2\nu(2-\nu)}{Q_S} \\ \frac{(1+\nu)}{Q_K} = \frac{3(1-\nu)}{Q_P} - \frac{2(1-2\nu)}{Q_S} \\ \frac{3}{Q_E} = \frac{(1-2\nu)}{Q_K} + \frac{2(1+\nu)}{Q_S} \end{array} \right\} \frac{Q_P}{Q_S} = \left(\frac{\mu_I}{K_I + \frac{4}{3}\mu_I} \right) \frac{V_P^2}{V_S^2} \quad (3.24)$$

où ν est le coefficient de *Poisson* obtenu à partir des vitesses par la formule $\nu = V_P^2 - 2V_S^2/2(V_P^2 - V_S^2) = V_E^2 - 2V_S^2/2V_S^2$. Par conséquent, lorsque $0 \leq \nu \leq 0.5$, on peut montrer que l'on trouve toujours une des relations suivantes :

$$\begin{aligned} Q_K &> Q_P > Q_E > Q_S & (V_P/V_S \gg 1) \\ Q_K &< Q_P < Q_E < Q_S & (V_P/V_S \ll 1) \\ Q_K &= Q_P = Q_E = Q_S & (V_P \approx V_S) \end{aligned} \quad (3.25)$$

Pour une revue complète on pourra se reporter (*cf. p140 [59]*). Dans notre cas¹⁹, ν_{verre} et V_P/V_S sont de l'ordre de 0.21 et 2 (*cf. chapitre 1*), respectivement. On peut estimer, à l'aide de l'équation (3.24) que, pour notre matériau granulaire, $Q_P \approx Q_S$. L'étude menée par *Winkler et Nur [212,213]*, nous fournit une compréhension possible, du fait que le facteur de qualité que nous mesurons, pour le mode de compression (Q_P), est proche de celui mesuré pour le mode de cisaillement (Q_S), les données expérimentales de Q_P et Q_S sont illustrées sur la figure (3.36).

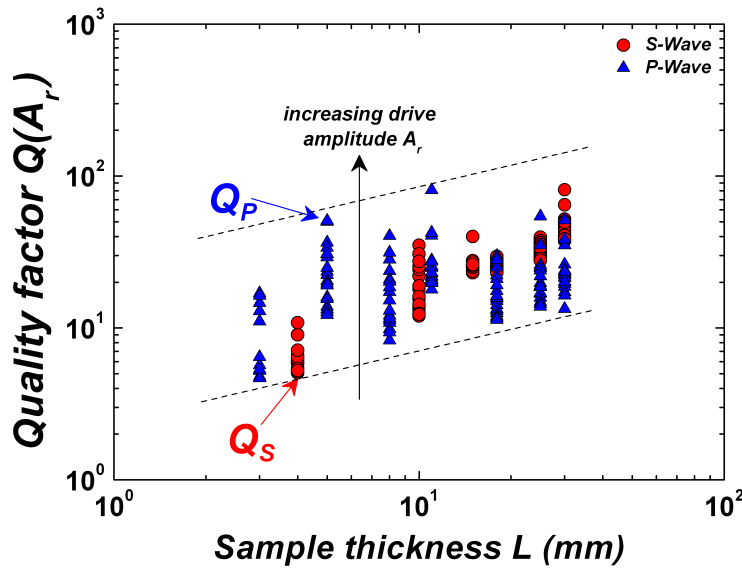


Figure 3.36 : Évolution du facteur de qualité, en compression(Q_P) et en cisaillement(Q_S), en fonction de l'épaisseur de l'échantillon (L). On peut donc faire l'hypothèse que $Q_P \approx Q_S$. Le facteur de qualité est compris dans la gamme de 5 à 70.

A partir du faisceau de pics de résonances (fig. 3.35), nous pouvons extraire la fréquence de résonance (f_0) et l'atténuation (α_0) obtenues pour l'amplitude d'excitation la plus faible (régime linéaire), pour le mode longitudinal et transversal. On observe, pour les deux modes, que la fréquence de résonance (f_0) diminue lorsque l'épaisseur (L) augmente suivant une loi en puissance -1 . Ce résultat est consistant avec la relation

19. Pour un bloc de verre le rapport de la vitesse longitudinale $V_P^2 = E(1-\nu)/\rho(1-2\nu)(1+\nu)$ sur la vitesse transversale $V_S^2 = E/2\rho(1+\nu)$ peut être estimé de l'ordre de $V_P/V_S = \sqrt{2(1-\nu)/(1-2\nu)} \approx 1.65$.

$f_r = V_{son}(2L)^{-1}$. L'atténuation (α_0) diminue lorsque L augmente suivant une loi en puissance -1 , ce qui s'avère consistant avec la relation $\alpha_0 = (\pi/2Q)L^{-1}$. L'atténuation α_0 augmente avec la fréquence suivant une puissance 2 et 4, pour le mode de compression et de cisaillement, respectivement. Cependant, on note une dispersion des points expérimentaux, pour les épaisseurs les plus élevées, en mode de compression (fig. 3.37c), et pour les épaisseurs les plus faibles en mode de cisaillement (fig. 3.37c'). Néanmoins, ces résultats restent satisfaisants, ils nous mettent en confiance pour continuer l'analyse des données en régime non linéaire (lorsque l'amplitude d'excitation augmente).

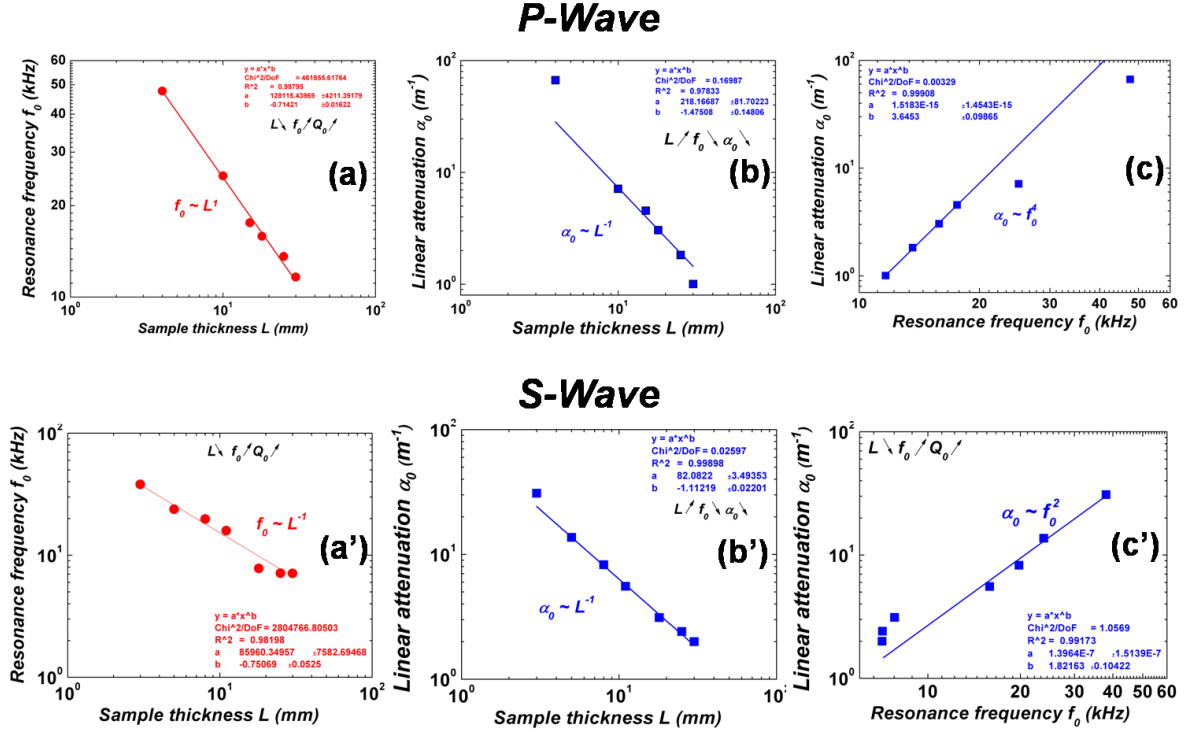


Figure 3.37 : Évolution de la fréquence de résonance (f_0) longitudinale (a) et transversale (a') en fonction de l'épaisseur granulaire (L). Évolution de l'atténuation linéaire (α_0), pour le mode longitudinal (b) et transversal (b'), en fonction de l'épaisseur granulaire. Évolution de $\alpha_0 \approx (\pi/2L)Q_0^{-1}$, pour le mode longitudinal (c) et transversal (c'), en fonction de la fréquence $f_0 = V_{son}(A, \omega, P)/2L$.

Les courbes de la variation de la fréquence de résonance ($f_0 - f_r \propto \Delta E$), pour le mode longitudinal (fig. 3.38a) et transversal (fig. 3.38b), en fonction de l'amplitude à la résonance (A_r) obtenues pour les différentes épaisseurs de l'échantillon, nous apprennent que plus l'épaisseur diminue, plus l'effet de *softening* est important. De manière intuitive ce constat paraît cohérent. Pour l'amplitude d'excitation maximale, $f_0 - f_r$ varie de $300Hz$ à $1.3kHz$ et de $500Hz$ à plus de $4.3kHz$ pour les modes longitudinaux et transversaux, respectivement. Ce résultat, confirme que le mode transversal modifie plus fortement le réseau de contacts que le mode longitudinal. Lorsque l'on analyse l'atténuation en fonction de l'amplitude pour les différentes épaisseurs d'échantillon, on observe un régime linéaire où $\alpha_I^L \propto A_r^1$ (fig. 3.39a), et un régime quadratique où $\alpha_{II}^{NL} \propto A_r^2$ (fig. 3.39b). Ces résultats sont consistants avec les simulations du modèle de *Mindlin*, illustrées sur la figure (3.25), et les résultats obtenus figure (3.26).

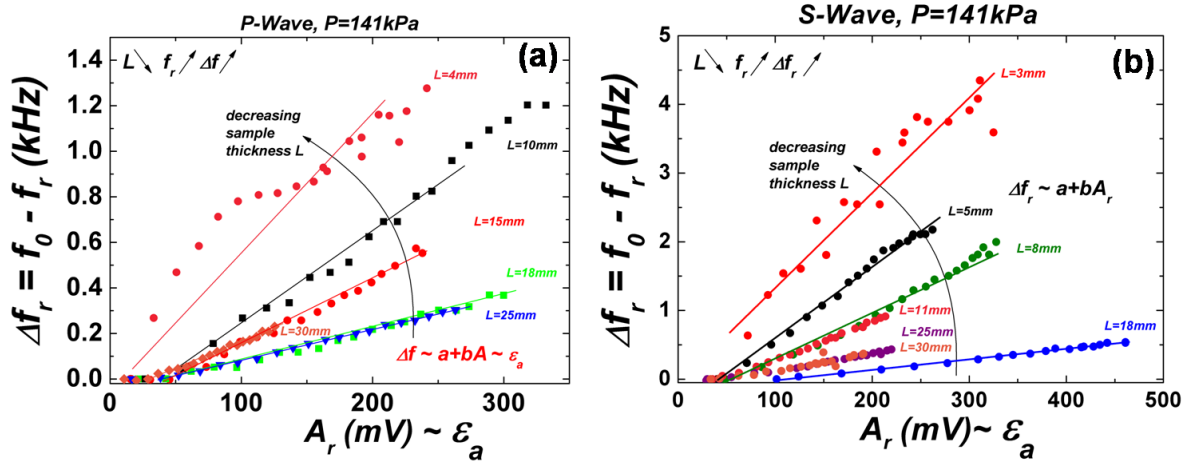


Figure 3.38 : Évolution du ramollissement du module élastique ($\Delta E/2 \approx -(f_0 - f_r)$), pour le mode longitudinal (a) et transversal (b), en fonction de l'amplitude à la résonance (A_r) obtenue pour les différentes épaisseurs granulaires. On peut donc dire que plus l'épaisseur diminue, plus l'effet de softening est important, ce qui intuitivement paraît cohérent.

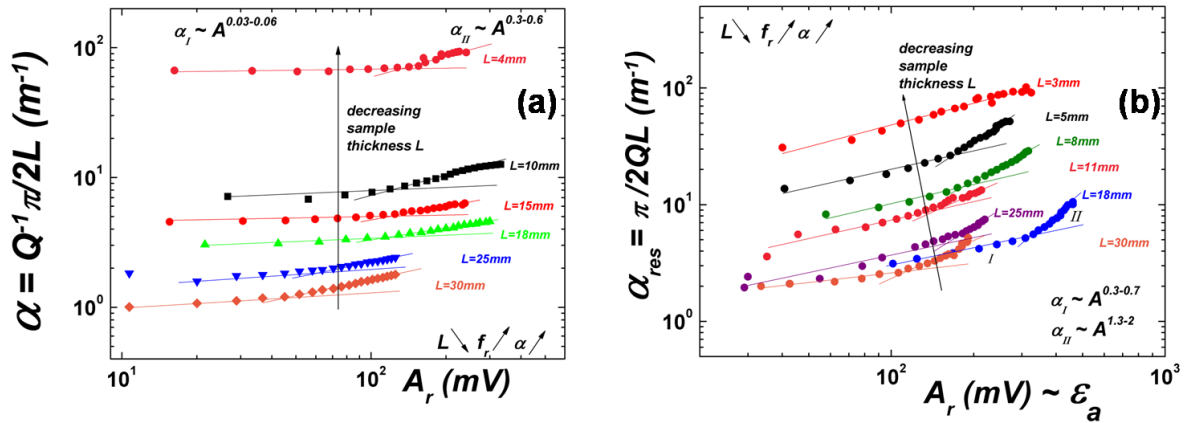
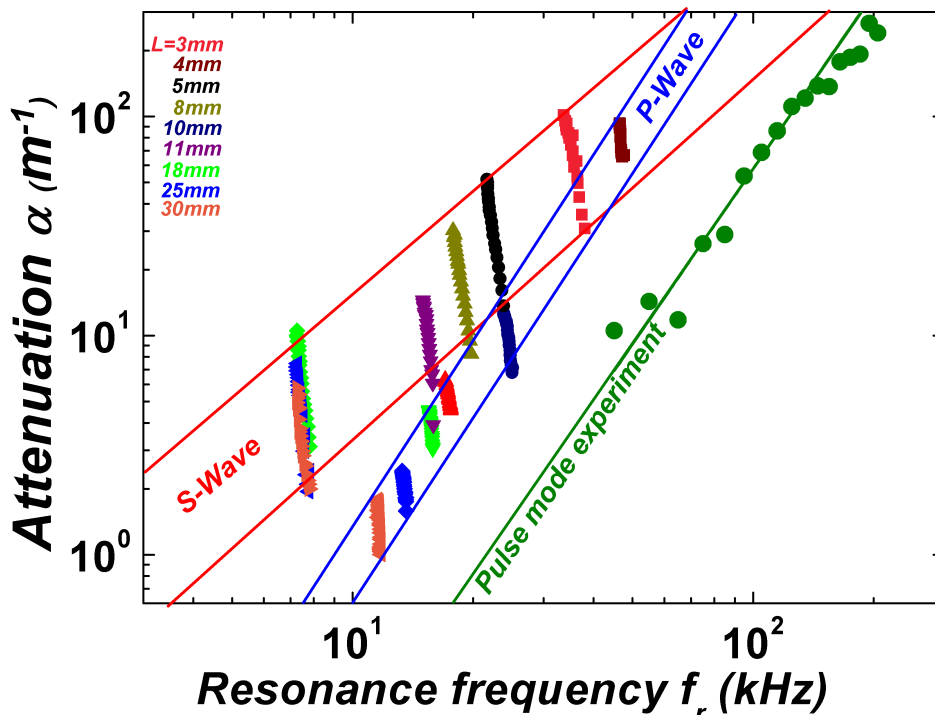


Figure 3.39 : Évolution de l'atténuation (α), pour le mode longitudinal (a) et transversal (b), en fonction de l'amplitude à la résonance (A_r) obtenue pour les différentes épaisseurs granulaires. L'atténuation présente deux régimes : linéaire ($\alpha_I \propto A_r^1$) et non linéaire ($\alpha_{II} \propto A_r^2$).

Nous avons synthétisé, dans le tableau (3.40), les lois d'échelle pour la fréquence de résonance (f_0) et l'atténuation (α_0) en fonction des paramètres de contrôle : épaisseur de l'échantillon (L), contrainte (P), amplitude d'excitation (A) et fréquence (f). Les mesures de l'atténuation, réalisées pour les modes longitudinal et transversal, en fonction de la fréquence peuvent être représentées dans un même diagramme, illustré figure (3.40), auquel nous avons ajouté l'atténuation mesurée par méthode impulsionnelle présentée au chapitre 1. En résumé, à l'aide de la méthode de résonance, nous avons mis clairement en évidence que l'atténuation (α), dépend de manière conjointe, de l'amplitude d'excitation (A), de la pression de confinement (P) et de la fréquence (f). Les lois d'échelle obtenues sont de la forme : $\alpha \propto A^{1-2} \omega^{2-4} P^{-2/3}$ (?). On observe que le facteur de qualité (Q) augmente avec la contrainte (P), cependant nous n'avons pas pu extraire une loi d'échelle satisfaisante, figure (3.17), afin de confirmer clairement, la prédiction du modèle de Mindlin $Q^{-1} \propto P^{-2/3}$, équation (1.15). Au chapitre 1,

nous avons observé que l'atténuation, mesurée par la méthode impulsionnelle (fig. 1.35), s'est avérée indépendante de l'amplitude d'excitation, mais dépendante de la fréquence d'excitation $\alpha \sim f^4$. L'atténuation mesurée au mode fondamental de compression semble dépendre faiblement de l'amplitude d'excitation ($A^{0.045}$) et de la fréquence comme $\alpha \sim f^3$. En revanche, le mode fondamental de cisaillement dépend plus fortement de l'amplitude d'excitation $\sim A^2$ et plus faiblement de la fréquence $\sim f^2$.



	f_0	α_0	α_I^L	α_{II}^{NL}	$\alpha(f)$	$\Delta E/E_0$	$\Delta(1/Q)$
P-Wave	$L^{-1}, P^{1/6}$	$L^{-1}, f_0^4, P^{(?)}$	$A^{0.03-0.06}$	$A^{0.3-0.6}$	$f^{2.8-2.9}$	A^1, P^{-1}	$(A + A^2), P^{-1/3(?)}$
S-Wave	$L^{-1}, P^{1/6}$	$L^{-1}, f_0^2, P^{(?)}$	$A^{0.3-0.7}$	$A^{1.3-2}$	$f^{1.5-1.7}$	A^1, P^{-1}	$(A + A^2), P^{-2/3(?)}$

Figure 3.40 : Diagramme illustrant l'atténuation ($\alpha(A_r, \omega)$) en fonction de la fréquence (f_r) et de l'amplitude d'excitation (A_r) pour le mode longitudinal et transversal. Les points (\bullet) correspondent à l'atténuation mesurée par la méthode impulsionnelle, exposée au chapitre 1. Dans le tableau, on présente les lois d'échelles obtenues pour la fréquence de résonance (f_0) et l'atténuation ($\alpha_0, \alpha_I, \alpha_{II}, \alpha(\omega)$) en fonction des paramètres de contrôle tels que l'épaisseur de l'échantillon (L), la contrainte (P), l'amplitude (A) et la fréquence (f) d'excitation.

Pour aller plus loin — Ce nouveau concept de température granulaire excite la communauté des physiciens. Pour autant, le sujet s'avère ardu, ne serait-ce que par le fait de donner une définition à cette température granulaire. Il passionne et divise la communauté des physiciens, qui, à l'heure actuelle qualifient plutôt les milieux granulaires de systèmes mésoscopiques à température nulle. En effet, 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. Les fluctuations thermiques sont négligeables : la température ordinaire ne joue aucun rôle et les interactions entre grains sont dissipatives à cause de la friction solide et des collisions inélastiques. Dans le cas des gaz ou des liquides, c'est la présence de

fluctuations thermiques qui permet en physique statistique de passer de l'échelle microscopique des molécules à l'échelle macroscopique. Les fluctuations permettent au système d'explorer différentes configurations (phases) sur lesquelles on moyenne pour trouver les quantités macroscopiques. Pour un milieu granulaire, les fluctuations thermiques sont négligeables [140] : les grains sont trop gros pour subir un mouvement Brownien. On peut estimer que la taille, à partir de laquelle les fluctuations thermiques jouent un rôle, est de l'ordre de $1\mu m$. Cependant, lorsque l'amplitude de la vibration imposée au matériau granulaire est grande (par exemple générée par un pot vibrant), *D'Anna et al* [215, 216, 178] ont montré qu'il est possible d'établir une notion de température granulaire effective pour ce système hors équilibre, via un théorème de fluctuation-dissipation [217, 218, 219]. De plus, une récente étude théorique, réalisée par *Mayer et Liu* [209], s'avère extrêmement intéressante. En effet, les auteurs montrent qu'à partir du principe d'entropie granulaire, via le modèle *GSH* proposé par *Jiang et Liu* [220] (pour *Granular solid hydrodynamics*), il est possible de montrer que l'atténuation d'ondes élastiques transversales (en mode propagatif ou résonant), mesurée pour un matériau granulaire confiné et soumis à une contrainte isotrope (essai triaxial), serait, *a priori*, dépendante de l'amplitude d'excitation (A) et de la fréquence (f) suivant les lois d'échelle :

$$\alpha(A, P, \omega) \sim A^2\omega^4/V_{son}^2 \sim P^{-1/3}A^2\omega^4 \sim T_g \quad (3.26)$$

Dans cette étude, les auteurs ont supposé une dispersion de la vitesse du son $V_{son}(\omega)$ nulle. Suivant ces considérations, leur modèle prédit que l'atténuation peut être directement liée à une température granulaire effective (T_g). Du fait, que cette étude théorique n'est pas encore publiée (communication privé), nous ne développerons pas davantage les calculs, mais retiendrons, pour l'instant, l'idée sous-jacente de ce modèle [209], soit : $\alpha \propto A^2\omega^4 \propto T_g$. Pour des amplitudes d'excitation fortes, nous avons mis en évidence que l'atténuation, mesurée au mode fondamental de cisaillement, dépend de l'amplitude d'excitation, de la contrainte de confinement et de la fréquence : $\alpha_P \sim A^2\omega^2P^{-2/3}$. Au mode fondamental de compression, on observe plutôt : $\alpha_S \sim A^{0.5}\omega^3P^{-1/3(?)}$. Cette étude pourrait être une contribution au concept de température granulaire effective [215, 216, 221, 220, 222, 223, 223].

3.5 Conclusion

- Nous avons étudié le comportement acoustique non linéaire des matériaux granulaires denses ($\phi = 0.62$), secs, pour différentes contraintes de confinement $P \sim 0.007MPa - 2.8MPa$, à l'aide d'ondes cohérentes longitudinales mais aussi transversales en résonance. Nous avons montré que, lorsque la déformation acoustique est augmentée de 10^{-7} à 5×10^{-6} , la fréquence de résonance se décale progressivement vers les basses fréquences, traduisant le ramollissement du module élastique (softening), de l'ordre de 10% à 20% pour les ondes de compression et de cisaillement respectivement. Cet effet est accompagné d'un élargissement du pic de résonance, traduisant une augmentation de la dissipation frictionnelle. Nous avons observé que, à forte contrainte, la fréquence de résonance varie en $P^{1/6}$ et, à faible contrainte, elle est plutôt en $P^{1/4}$, ce qui est consistant avec les vitesses d'ondes mesurées [76]. Nous montrons aussi que, lorsque la pression de confinement (P) diminue, la dissipation obtenue sous

cisaillement vibrationnel Q^{-1} varie comme $P^{-2/3}$, comme le prédit le modèle de *Mindlin*. Ces variations sont toutes deux proportionnelles à l'amplitude de l'excitation (A_{in}).

- Nous observons, dans le cas des milieux granulaires, que des approximations linéaires sont à modifier, même pour des excitations de faibles amplitudes, notamment lorsque la pression de confinement est faible ($P < 50kPa$). Les interactions correspondent aux contacts inter-grains sont bien décrites par le théorie de *Hertz*, qui fait apparaître des termes non linéaires au second ordre, β et δ , dans l'équation d'état du matériau, caractérisant la non linéarité réversible. Dans ce milieu très dissipatif, le terme quadratique β est à l'origine de la génération d'harmoniques supérieures [180]. Cependant, dans des conditions de résonance acoustique, nous avons montré que ces termes ne permettent pas d'expliquer correctement le ramollissement du module élastique observé $\Delta E/E_0 > 1\%$. Nous avons comparé le ramollissement élastique observé avec un modèle heuristique basé sur le contact frictionnel entre grains (*Mindlin*), via une barre résonante non linéaire de type *Duffing*). Le paramètre hystérétique γ introduit dans le modèle PM [175], a été déterminée à l'aide du modèle de *Mindlin* : il dépend de la contrainte $\gamma \sim P^{-2/3}$ et est en bon accord avec les résultats expérimentaux. De plus, il s'avère que la dissipation frictionnelle observée à plus forte amplitude, correspond à un polynôme du second ordre en fonction de l'amplitude du déplacement tangentiel : $\alpha_{fric} \propto aU_t + bU_t^2$. Par ailleurs, ce modèle montre que le ramollissement du module élastique, obtenu pour différentes contraintes est linéairement proportionnel au rapport de la déformation acoustique sur la déformation statique $\Delta E/E_0 \sim \varepsilon_a/\varepsilon_0$, ce qui est qualitativement en bon accord avec les résultats expérimentaux obtenus.

- Nous avons ensuite étudié l'interaction des ondes élastiques avec le milieu granulaire. Lorsque le matériau granulaire se trouve sous certaines conditions d'expérimentations, tels que, faiblement contraint, peu consolidé et sous cisaillement vibrationnel, alors l'augmentation de l'amplitude de vibration a pour effet d'engendrer des compactions continues ou/et intermittentes, de l'ordre de 0.03% à 0.1%. L'ampleur des compactions dépend aussi du type de signal d'excitation transmis au matériau. Plus l'énergie injectée est grande, plus les compactions sont saccadées et importantes. On trouve que la compaction par couche granulaire est de l'ordre de la taille des aspérités de surfaces des grains. Plus précisément, pour des amplitudes modérées, les processus d'interactions son-matière sont réversibles, le milieu retrouve son élasticité initiale dès l'arrêt des ondes de fortes amplitudes. L'origine de ce phénomène hystérétique, est bien décrite par la théorie de *Mindlin* [162]. Pour des amplitudes plus fortes, et sous faible contrainte de confinement, la structure du matériau granulaire est modifiée de manière irréversible, comme en témoigne les compactions du milieu observées. Cependant, aucun réarrangement visible des grains n'a été observé, plusieurs contacts entre grains commencent à casser ou glisser. Le seuil entre ces deux régimes, dépend de la contrainte appliquée et de l'histoire du matériau. Par ailleurs, un matériau granulaire exhibe une dynamique lente : après le passage d'une onde de forte amplitude, le module élastique reste inférieur à sa valeur initiale. Mais le matériau est capable de retrouver ses propriétés élastiques initiales, après une durée de $\sim 10^3s$. Ce phénomène, qualifié de cicatrisation, évolue selon une loi logarithmique du temps et dépend fortement de la contrainte appliquée. Il peut être compris par le mécanisme de fluage (aging) des aspérités aux contacts de grains [192],

affaiblies ou cassées (rajeunies) lors du passage d'onde de forte amplitude. Au cours de ces processus de cicatrisation, nous avons observé, parfois, que le milieu granulaire exhibe un phénomène de dilatation, l'épaisseur granulaire a augmenté de l'ordre de $5\mu m$ au cours de l'application des ultrasons. Ce phénomène n'est pas compris à ce stade et son étude devra être poursuivie ultérieurement.

- Enfin, en faisant varier l'épaisseur du matériau, par méthode de résonance, nous avons cherché à mettre en évidence l'existence d'une atténuation dite « plastique », c'est-à-dire lors de réarrangements des grains, ou encore lorsque les effets non linéaires sont importants. Nous avons mesuré cette atténuation (α) en fonction de l'amplitude et de la fréquence. Pour l'onde de compression α est faiblement dépendant de l'amplitude d'excitation ($\alpha \sim A^{0.045}$) et dépend de la fréquence $\alpha \sim \omega^3$. En revanche, pour l'onde de cisaillement, α dépend plus fortement de l'amplitude d'excitation, comme $\alpha \sim A^2$ et plus faiblement de la fréquence, comme $\alpha \sim \omega^2$ [69].

Conclusion générale

Ce travail de thèse est consacré à l'étude expérimentale d'ondes ultrasonores dans un milieu granulaire sec. Sous gravité ou contrainte appliquée, les propriétés mécaniques de tels milieux, statiques et dynamiques, sont complexes et déterminées par les réseaux de forces hétérogènes. Dans le cas d'empilement de grains rigides, comme les billes de verre, ces réseaux de contact sont fragiles, et une sollicitation, mécanique ou acoustique, peut les restructurer. La propagation d'onde acoustique fournit à la fois une méthode d'investigation non intrusive des propriétés visco-élasto-plastiques du réseau de contacts, mais aussi permet de réaliser une perturbation contrôlée de ce matériau.

(i) Dans une première partie, on a mesuré, sous forte pression de confinement ($10 - 1000 \text{ kPa}$) et sous gravité ($5 - 500 \text{ Pa}$), les vitesses d'ondes cohérentes longitudinales et transversales ($\lambda \gg d$). Les résultats montrent une dépendance $V_{son} \sim P^{1/6}$, en accord avec les modèles du milieu effectif basé sur la théorie de *Hertz*. Par ailleurs, la vitesse de ces ondes illustre aussi une dépendance avec la taille des grains comme : $V_{son} \sim d^b$ ($b \approx 0.15 - 0.3$). Ceci peut être interprété par un modèle de milieu effectif, incluant le mécanisme de recrutement de contact par compression [75]. Un comportement similaire, versus P et R , est observé dans le cas d'un matériau granulaire sous gravité (faible pression de confinement). En plus des ondes élastiques se propageant le long du squelette solide, on met en évidence la propagation de l'onde de *Biot* à travers le fluide interstitiel, l'air, qui disparaît sous cloche à vide. La vitesse de cette onde est indépendante de la contrainte (profondeur de l'empilement), mais dépend de la taille des grains, notamment aux tailles de grains les plus faibles ($d < 0.2 \text{ mm}$). Pour essayer de comprendre l'origine physique de ce mécanisme, on sait que *Biot* [87] a mis en évidence que l'onde transmise à travers le fluide interstitiel est dispersive, et que la vitesse de l'onde transmise à travers l'air dépend du rapport du rayon d'accès moyen des pores $r_p \sim d$ sur l'épaisseur de peau d_s , naïvement on pourrait penser que $V_{Biot} \sim r_p/d_s \sim \omega^{1/2}d$. Ces ondes, dont la fréquence centrale se situe aux alentours de la dizaine de kilohertz, se propagent à des vitesses relativement faibles, inférieures à la vitesse du son dans l'air, $V_{squ} \approx 100 \text{ m/s} < V_{biot} \approx 200 \text{ m/s} < V_{air} \approx 350 \text{ m/s}$. Ensuite, on a examiné les vitesses des ondes élastiques, se propageant le long des réseaux de contacts sous contrainte, en fonction de la fréquence. A l'aide de la méthode de phase spectrale, on montre que la propagation acoustique est non dispersive, pour une fréquence inférieure à 0.2 MHz pour l'onde longitudinale, et une fréquence inférieure à 0.1 MHz pour l'onde transversale. Le coefficient d'atténuation (α_s) a également été

mesuré : il augmente avec la fréquence $\alpha_s \sim f^4$. Ce résultat est consistant avec la mesure d'atténuation, via un train d'onde quasi-monochromatique, en fonction de la distance de propagation. Ces résultats indiquent que l'atténuation est probablement d'origine diffusivo de type *Rayleigh*. Ce mécanisme d'atténuation domine au-delà d'une certaine fréquence, il est principalement dû à l'hétérogénéité structurale du réseau de contacts. Dans ces mesures, on observe que l'atténuation est indépendante de l'amplitude d'excitation (*cf.* § *iii*).

(ii) Dans une seconde partie, on s'est intéressé au caractère diffusif du son dans ces milieux désordonnés, quand la longueur d'onde est proche de la taille des grains. Le transport de l'énergie de ces ondes peut être décrit par un processus de diffusion scalaire [12, 117], via un coefficient de diffusion $\mathcal{D} = (1/3)V_S\ell^*$ et un temps inélastique d'absorption $\tau_a = Q_a/\omega$. La détermination du libre parcours moyen de transport et de l'absorption inélastique intrinsèque, permet de remonter aux propriétés structurales de ce matériau, telles que les hétérogénéités et la dissipation interne. Ce modèle de diffusion permet de déterminer directement l'atténuation d'onde par l'absorption α_a . Les paramètres \mathcal{D} et Q_a ont été mesurés en fonction de la contrainte et de la fréquence d'excitation. Un résultat original, sur l'évolution du libre parcours moyen de transport ℓ^* , a été obtenu en fonction du rapport de la longueur d'onde sur la taille de grains, λ/d . Plus précisément, nous observons que le libre parcours moyen de transport varie comme $\ell^* \sim (\lambda/d)^4$ aux fréquences basses (mesuré via l'onde cohérente $\ell^* \sim \ell_s \sim 1/\alpha_s$), puis $\ell^* \sim (\lambda/d)^2$ aux fréquences intermédiaires et que ℓ^* devient quasi-constant aux fréquences les plus élevées. Enfin, nous montrons qu'à l'aide d'une fonction de corrélation, il est possible de suivre les réarrangements irréversibles du réseau de contacts induit par l'augmentation de l'amplitude de vibration. Ce phénomène est accompagné d'une variation de la densité et une diminution de la vitesse initiale du son [117, 162].

(iii) En dernière partie, on s'est focalisé sur l'étude acoustique non linéaire d'un matériau granulaire par méthode de résonance. Les matériaux granulaires exhibent un comportement non linéaire important, de type hystérétique et présentent une dynamique lente après avoir subi une vibration de forte amplitude. Le dispositif expérimental a été mis au point de sorte de contrôler les mesures acoustiques et les tests mécaniques. Nous avons étudié les réponses des modes fondamentaux résonants d'ondes cohérentes longitudinales et transversales, en fonction de l'amplitude d'excitation (A_r) sous différentes pressions de confinement (P). Lorsque l'amplitude d'excitation augmente, la fréquence de résonance ($f_r = V_{son}/2L$) se décale progressivement vers les basses fréquences, traduisant le ramollissement du module élastique initial (softening), et le pic de résonance s'élargit, ce qui correspond à une augmentation de la dissipation hystérétique frictionnelle. Lorsque la pression de confinement diminue, l'élasticité du matériau diminue et la dissipation augmente. Ces variations sont toutes deux proportionnelles à l'amplitude d'excitation ($\Delta f_r/f_0 \sim \Delta(1/Q_r) \sim -\gamma A_r$). Le ramollissement élastique ($\Delta E/E_0$) mis en jeu est de l'ordre de 10%, pour les ondes de compression, et 20%, pour les ondes de cisaillement. Ces observations sont en bon accord avec un modèle de milieu effectif basé sur la mécanique de contact frictionnel de *Mindlin* via un oscillateur non linéaire de type *Duffing*. Le paramètre hystérétique γ , déterminé par ce modèle, varie avec la contrainte, en $P^{-2/3}$ pour les contraintes les plus fortes et en P^{-1} pour les contraintes les plus faibles. Par ailleurs, ce modèle prédit

que le ramollissement du module élastique, obtenu pour différentes contraintes, dépend d'un seul paramètre de contrôle, à savoir le rapport de la déformation acoustique sur la déformation statique $\Delta E/E_0 \sim \varepsilon_a/\varepsilon_0$, ce qui est en bon accord qualitatif avec les résultats expérimentaux obtenus.

On montre ensuite quelques effets d'interaction ondes/matière granulaire, tels que les compactions intermittentes du milieu. Sous cisaillement vibrationnel, cet effet est particulièrement significatif. Par ailleurs, une dynamique lente a été observée, où le matériau est capable de retrouver son module élastique initial, ou plus précisément une cicatrisation au bout de plusieurs heures, après avoir subi une perturbation par vibration. Ce phénomène peut être expliqué par le mécanisme de vieillissement entre les contacts rugueux des grains [192]. Enfin, nous avons examiné l'atténuation non linéaire du matériau en fonction de la fréquence, via l'épaisseur de l'échantillon L . Il apparaît que l'atténuation mesurée pour le mode longitudinal, dépend faiblement de l'amplitude d'excitation mais dépend plus significativement de la fréquence ($\sim f^3$). En revanche, pour le mode transversal, il semble que l'atténuation dépende plus fortement de l'amplitude d'excitation ($\sim A^2$), et plus faiblement de la fréquence ($\sim f^2$). Ces résultats sont comparés avec le modèle *GSH* proposé récemment par [69], basé sur le concept de température granulaire effective : $\alpha \sim A^2\omega^4/c^2 \sim T_g$. Ce résultat suggère l'existence d'une « atténuation plastique », lors de réarrangements des grains, soit lorsque l'effet non linéaire est important.

Perspectives — Il s'avère intéressant de poursuivre les travaux réalisés sur la propagation d'ondes cohérentes ou diffusées se propageant, dans un matériau granulaire sous gravité : d'une part, pour étudier les effets non linéaires et en particulier l'interaction irréversible son-matière, et d'autre part, pour mesurer le coefficient de diffusion et l'absorption dans un tel milieu. Une étude plus quantitative permettrait d'observer la présence ou non de la localisation d'*Anderson*. Qu'il soit sous contrainte ou sous gravité, une question difficile, encore en suspend, consisterait à mieux comprendre le lien entre la longueur caractéristique des chaînes de forces (B) et le libre parcours moyen de transport (ℓ^*).

La sonde acoustique pourrait aussi contribuer à une meilleure compréhension des phénomènes liés au déclenchement d'écoulements et trouver des applications dans le cadre de la prévision des risques naturels (avalanches, glissement de terrain). Enfin, à l'aide de techniques de corrélation (i.e retournement temporel) les ondes acoustiques pourrait permettre de mettre au point un système d'imagerie pour détecter les intrus dans les milieux granulaires fortement hétérogènes et dissipatifs.



Bibliographie

- [1] J. Duran, *Sables, poudres et grains*. Paris : Eyrolles, 1997.
- [2] S. N. Domenico, “Elastic properties of unconsolidated porous sand reservoirs,” *Geophysics*, vol. 42, pp. 1339–1368, 1977.
- [3] P. J. Digby, “The effective elastic moduli of porous granular rocks,” *J. Appl. Mech.*, vol. 48, pp. 803–808, 1981.
- [4] J. D. Goddard, “Nonlinear elasticity and pressure-dependent wave speeds in granular media,” *Proc. R. Soc. Lond. A*, vol. 430, p. 105, 1990.
- [5] C. H. Liu and S. R. Nagel, “Sound in sand,” *Phys. Rev. Lett.*, vol. 68, no. 15, pp. 2301–2304, 1992.
- [6] X. Jia, C. Caroli, and B. Velicky, “Ultrasound propagation in externally stressed granular media,” *Phys. Rev. Lett.*, vol. 82, pp. 1863–1866, 1999.
- [7] H. A. Makse, N. Gland, D. L. Johnson, and L. Schwartz, “Granular packing: nonlinear elasticity, sound propagation, and collective relaxation dynamics,” *Phys. Rev. E*, vol. 70, p. 061302(19), 2004.
- [8] K. W. Winkler, “Contact stiffness in granular porous materials: comparison between theory and experiment,” *Geophys. Res. Lett.*, vol. 10, no. 11, pp. 1073–1076, 1983.
- [9] K. Walton, “The effective elastic moduli of a random packing of spheres,” *J. Mech. Phys. Solids*, vol. 35, no. 2, pp. 213–226, 1987.
- [10] T. Brunet, X. Jia, and P. Mills, “Mechanisms for acoustic absorption in dry and weakly wet granular media,” *Phys. Rev. Lett.*, vol. 101, 2008.
- [11] T. Brunet, *Etude des milieux granulaires secs et mouillés à l’aide des ondes ultrasonores*. PhD thesis, Université de Marne-la-Vallée, 2006.
- [12] X. Jia, “Codalike multiple scattering of elastic waves in dense granular media,” *Phys. Rev. Lett.*, vol. 93, p. 154303, 2004.
- [13] P. A. Johnson and A. Sutin, “Slow dynamics and anomalous nonlinear fast dynamics in diverse solids,” *J. Acoust. Soc. Am.*, vol. 117, no. 1, pp. 124–130, 2005.
- [14] P. Dantu, “Contribution à l’étude mécanique et géométrique des milieux pulvérulents,” in *4th International Conference On Soil Mechanics and Foundation Engineering London.*, (London), 1957.
- [15] P. Dantu, “Etude statistique des forces intergranulaires dans un milieu pulvérulant,” in *Géotechnique*, (London), 1968.

-
- [16] T. Travers, D. E. Bideau, A. Gervois, J. P. Troadec, and J. C. Messenger, “Uniaxial compression effects on 2d mixtures of ‘hard’ and ‘soft’ cylinders,” *J. Phys. A*, vol. 19, no. 16, pp. L1033–L1038, 1986.
- [17] T. Travers, M. Ammi, D. E. Bideau, A. Gervois, J. C. Messenger, and J. P. Troadec, “Uniaxial compression of 2d packings of cylinders. effects of weak disorder,” *Europhys. Lett.*, vol. 4, no. 3, pp. 329–332, 1987.
- [18] A. Drescher and G. de Josselin de Jong, “Photoelastic verification of a mechanical model for the flow of a granular material,” *J. Mech. Phys. Solids*, vol. 20, pp. 337–340, 1972.
- [19] B. Miller, C. O’Hern, and R. P. Behringer, “Stress fluctuations for continuously sheared granular materials,” *Phys. Rev. Lett.*, vol. 77, no. 14, pp. 3110–3113, 1996.
- [20] D. W. Howell, R. P. Behringer, and C. T. Veje, “Fluctuation in granular media,” *Am. Inst. of Phys.*, vol. 9, pp. 559–572, 1999.
- [21] D. W. Howell, R. P. Behringer, and C. Veje, “Stress fluctuations in a 2d granular couette experiment: a continuous transition,” *Phys. Rev. Lett.*, vol. 82, pp. 5241–5244, 1999.
- [22] A. Ngadi and J. Rajchenbach, “Intermittencies in the compression process of a model granular medium,” *Phys. Rev. Lett.*, vol. 80, no. 5, pp. 273–276, 1998.
- [23] E. Kolb, T. Mazozi, E. Clément, and J. Duran, “Force fluctuations in a vertically pushed granular column,” *Euro. Phys. J. B*, vol. 8, no. 3, pp. 483–491, 1999.
- [24] C. h. Liu, S. R. Nagel, D. A. Schecter, S. N. Coppersmith, S. Majumdar, O. Narayan, , and T. A. Witten, “Force fluctuations in bead packs science,” *Phys. Rev. E*, vol. 269, p. 513, 1995.
- [25] D. M. Mueth, H. M. Jaeger, and S. R. Nagel, “Force distribution in a granular medium,” *Phys. Rev. E*, vol. 58, pp. 2161–71, 1998.
- [26] M. J. F. Radjai, M. Jean, J.-J. Moreau, and S. Roux, “Force distributions in dense two-dimensional granular systems,” *Phys. Rev. Lett.*, vol. 77, pp. 6274–277, 1996.
- [27] M. J. F. Radjai, D. E. Wolf, and J.-J. Moreau, “Bimodal character of stress transmission in granular packings,” *Phys. Rev. Lett.*, vol. 80, no. 1, pp. 61–64, 1998.
- [28] O. Tsoungui, D. Vallet, and J. C. Charmet, “Use of contact area trace to study the force distribution inside 2d granular systems,” *Granular Matter*, vol. 1, pp. 65–69, 1998.
- [29] G. W. Baxter, *Stress distributions in a two dimensional granular material*. In R. P. Behringer and J. T. Jenkins, *Powders and Grains 97*, 1997.
- [30] H. M. Jaeger, S. R. Nagel, and R. P. Behringer, “Granular solids, liquids, and gases,” *Rev. Mod. Phys.*, vol. 68, no. 4, pp. 1259–1273, 1996.
- [31] H. A. Makse, D. L. Johnson, and L. M. Schwartz, “Packing of compressible granular materials,” *Phys. Rev. Lett.*, vol. 84, pp. 4160–4163, 2000.
- [32] D. L. Blair, N. W. Mueggenburg, A. H. Marshall, H. M. Jaeger, and S. R. Nagel, “Force distributions in three-dimensional granular assemblies : Effects of packing order and interparticle friction,” *Phys. Rev. E*, vol. 63, p. 041304, 2001.
- [33] J. M. Erikson, N. W. Mueggenburg, H. M. Jaeger, and S. R. Nagel, “Force distributions in three-dimensional compressible granular packs,” *Phys. Rev. E.*, vol. 66, p. 040301, 2002.

- [34] J. H. Snoeijer, M. van Hecke, E. Somfai, and W. van Saarloos, "Packing geometry and statistics of force networks in granular media," *Phys. Rev. E*, vol. 70, p. 011201, 2004.
- [35] R. T. van Eerd, A. D. L. A. van Jaarsveld, W. G. Ellenbroek, M. van Hecke, H. S. Jacco, and J. H. V. Thijss, "Tail of the contact force distribution in static granular materials," *Phys. Rev. E*, vol. 75, p. 060302, 2007.
- [36] M. Da-Silva and J. Rajchenbach, "Stress transmission through a model system of cohesionless elastic grains," *Nature*, vol. 406, pp. 708–710, 2000.
- [37] J.-N. Roux, *Contact disorder and nonlinear elasticity of granular packings: A simple model*. In R.P. Berhinger and J.T. Jenkins, *Powders and Grains 97*, 1997.
- [38] C. H. Liu and S. R. Nagel, "Sound in granular material: disorder and nonlinearity," *Phys. Rev. B*, vol. 48, no. 21, pp. 15646–15650, 1993.
- [39] S. R. Hostler and C. E. Brennen, "Pressure wave propagation in a granular bed," *Phys. Rev. E*, vol. 72, pp. 031303(1–13), 2005.
- [40] L. Landau and E. Lifshitz, *Théorie de l'élasticité - Tome 7*,. Oxford : 2nd edition, Pergamon press, 1970.
- [41] K. L. Johnson, *Contact Mechanics*. Cambridge : Cambridge Univ. Press, 1985.
- [42] H. Hertz, "Über die berührung fester elastische körper," *J. reiner und angewandte Mathematik*, vol. 92, pp. 156–171, 1882.
- [43] R. D. Mindlin, "Compliance of elastic bodies in contact," *J. Appl. Mech.*, vol. 71, no. 1, pp. 259–268, 1949.
- [44] R. D. Mindlin, W. P. Mason, T. F. Osmer, and H. Deresiewicz, "Effect of an oscillating tangential force on the contact surface of elastic spheres," *Proc. of the first U.S. National Congress of Applied Mechanics*, pp. 203–208, 1951.
- [45] R. D. Mindlin and H. Deresiewicz, "Elastic spheres in contact under varying oblique forces," *Journal of Applied Mechanics*, vol. 20, pp. 327–344, 1953.
- [46] K. L. Johnson, "Energy dissipation at spherical surfaces in contact transmitting oscillating forces," *J. Mech. Eng. Sci.*, vol. 3, pp. 362–368, 1961.
- [47] T. Hill and L. Knopoff, "Propagation of shock waves in one-dimensional crystal lattices," *J. Geophys. Res.*, vol. 85, pp. 7025–7030, 1980.
- [48] V. F. Nesterenko, "Propagation of nonlinear compression pulses in granular media," *J. Appl. Mech. Technol. Phys. (USSR)*, vol. 24(5), pp. 733–743, 1983.
- [49] A. N. Lazaridi and V. F. Nesterenko, "Observation of a new type of solitary waves in a onedimensional," *J. Appl. Mech. Technol. Phys.*, vol. 26, pp. 405–408, 1985.
- [50] C. Coste, E. Falcon, and S. Fauve, "Solitary waves in a chain of beads under hertz contact," *Phys. Rev. E*, vol. 56, pp. 6104–6116, 1997.
- [51] C. Coste and B. Gilles, "On the validity of hertz law for granular material acoustics," *Eur. Phys. J. B*, vol. 7, pp. 155–168, 1999.
- [52] B. Gilles and C. Coste, "Low-frequency behavior of beads constrained on a lattice," *Phys. Rev. Lett.*, vol. 90, no. 17, p. 174302, 2003.
- [53] S. Job, F. Melo, A. Sokolow, and S. Surajit, "How hertzian solitary waves interact with boundaries in a 1d granular medium," *Phys. Rev. Lett.*, vol. 94, no. 17, p. 178002, 2005.

- [54] E. Falcon, *Comportements dynamiques associés au contact de Hertz : processus collectifs de collision et propagation d'ondes solitaires dans les milieux granulaires*. PhD thesis, Ecole Normale Supérieure de Lyon, 1997.
- [55] K. Iida, "Velocity of elastic waves in a granular substance," *Bull. Earth. Res. Int.*, vol. 17, pp. 783–808, 1939.
- [56] X. Jia, D. Royer, and G. Quentin, "Pulse laser excitation and optical detection of rayleigh wave on metallic sphere," *J. Phys.*, vol. 2, pp. 789–792, 1992.
- [57] M. D. Billy, "Experimental study of sound propagation in a chain of spherical beads," *J. Acoust. Am.*, vol. 108, pp. 1486–1495, 2000.
- [58] X. Duffy and R. D. Mindlin, "Stress-strain relation and vibrations of granular medium," *J. Appl. Mech.*, vol. 24, pp. 585–593, 1957.
- [59] T. Bourbié, O. Coussy, and B. Zinszner, *Acoustics of Porous Media*. Technip, IFP, 1987.
- [60] A. N. Norris and D. L. Johnson, "Nonlinear elasticity of granular media," *Journal of applied mechanics*, vol. 64, no. 1, pp. 39–49, 1997.
- [61] B. Cambou, P. Dubujet, F. Emeriault, and F. Sidoroff, "Homogenization for granular materials," *European Journal of Mechanics A Solids*, vol. 14, pp. 255–276, 1995.
- [62] B. Cambou, *Behavior of Granular Media*. Vienna : Springer, 1998.
- [63] 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.*, vol. 65, pp. 0213071–14, 2002.
- [64] J. J. Jenkins, D. L. Johnson, L. L. Ragione, and H. Makse, "Fluctuations and the effective moduli of an isotropic, random aggregate of identical, frictionless spheres," *J. Mech. Phys. Solids*, vol. 53, pp. 197–225, 2005.
- [65] H. Brandt, "Study of the speed of sound in porous granular," *J. Appl. Mech.*, vol. 22, pp. 479–486, 1955.
- [66] Y. Jiang and M. Liu, "Granular elasticity without the coulomb condition," *Phys. Rev. Lett.*, vol. 91, no. 14, p. 144301, 2003.
- [67] Y. Jiang and M. Liu, "Energetic instability unjams sand and suspension," *Phys. Rev. Lett.*, vol. 93, no. 14, p. 148001, 2004.
- [68] K. Bräuer, M. Pfitzner, D. O. Krimer, M. Mayer, Y. Jiang, and M. Liu, "Granular elasticity: stress distributions in silos and under point loads," *Phys. Rev. E*, vol. 74, no. 6, pp. 061311–(1–10), 2006.
- [69] M. Mayer and M. Liu, "Propagation of elastic waves in granular solid hydrodynamics," *Phys. Rev. E*, vol. 82, p. 042301, 2010.
- [70] Y. Khidas and X. Jia, "Anisotropic nonlinear elasticity in a spherical-bead pack: influence of the fabric anisotropy," *Phys. Rev. E*, vol. 81, p. 021303, 2010.
- [71] O. Pouliquen, M. Nicolas, and P. D. Weidman, "Crystallization of non-brownian spheres under horizontal shaking," *Phys. Rev. Lett.*, vol. 79, no. 19, pp. 3640–3643, 1997.
- [72] G. D. Scott, "Packing of spheres," *Nature*, vol. 188, pp. 908–909, 1960.
- [73] R. L. Brown and J. C. Richards, *Principles of Powder Mechanims*. Oxford : Pergamon Press, 1970.

- [74] J. P. Troadec and J. A. Dodds, “Global geometrical description of homogeneous hard sphere packings,” *In: D. Bideau and A. Hansen, Editors, Disorder and Granular Media*, 1993.
- [75] C. C. Pilbeam and J. R. Vaišnys, “Acoustic velocities and energy losses in granular aggregates,” *J. Geophys. Res.*, vol. 78, p. 810, 1973.
- [76] X. Jia and P. Mills, “Sound propagation in dense granular materials,” in *Powders & Grains 2001* (Y. Kishino, ed.), (Balkema, Rotterdam), pp. 105–112, 2001.
- [77] P.-G. D. Gennes, “Static compression of a granular medium: the ”soft shell” model,” *Europhys. Lett.*, vol. 35, no. 2, pp. 145–9, 1996.
- [78] P.-G. D. Gennes, “Mechanics of soft interface,” *Faraday Discuss*, vol. 104, pp. 1–8, 1996.
- [79] J. A. Greenwood and J. B. P. Williamson, “Contact of nominally flat surfaces,” *Proc Roy Soc (London) Ser A*, vol. 295, pp. 300–319, 1966.
- [80] J. D. Bernal and J. Mason, “Co-ordination of randomly packed spheres,” *Nature*, vol. 188, pp. 910–911, 1960.
- [81] R. H. Beresford, “Statistical geometry of random heaps of equal hard spheres,” *Nature*, vol. 224, pp. 550–553, 1969.
- [82] A. E. R. Westman and H. R. Hugill, “The packing of particules,” *J. Amer. Ceram. Soc.*, vol. 13, pp. 767–779, 1930.
- [83] M. J. A. Vold, “A numerical approach to the problem of sediment volume,” *J. Colloid. Sci.*, vol. 14, pp. 168–174, 1959.
- [84] M. F. Hamilton, “Sound velocity and related properties of marine sediments,” *J. Geophys. Res.*, vol. 75, pp. 4423–4446, 1970.
- [85] T. Baumberger and C. Caroli, “Solid friction from stick-slip to pinning and aging,” *Cond-Mat*, p. 0506657, 2005.
- [86] M. A. Biot, “Theory of propagation of elastic waves in a fluid-saturated porous solid: i. low-frequency range,” *J. Acoust. Soc. Am.*, vol. 28, pp. 168–178, 1956.
- [87] M. A. Biot, “Theory of propagation of elastic waves in a fluid-saturated porous solid: ii. higher frequency range,” *J. Acoust. Soc. Am.*, vol. 28, pp. 179–191, 1956.
- [88] T. J. Plona, “Observation of a second bulk compressional wave in a porous medium at ultrasonic frequencies,” *Appl. Phys. Lett.*, vol. 36, p. 259, 1980.
- [89] J. Duran, J. Rajchenbach, and E. Clément, “Arching effect model for particle size segregation,” *Phys. Rev. Lett.*, vol. 70, pp. 2431–2434, 1993.
- [90] L. Bonneau, A. Andreotti, and E. Clément, “Evidence of rayleigh-hertz surface waves and shear stiffness anomaly in granular media,” *Phys. Rev. E.*, vol. 101, no. 11, p. 118001, 2007.
- [91] L. Bonneau, A. Andreotti, and E. Clément, “Surface elastic waves in granular media under gravity and their relation to booming avalanches,” *Phys. Rev. E.*, vol. 75, p. 016602, 2007.
- [92] D. L. Johnson, T. J. Plona, C. Scala, F. Pasierb, and H. Kojima, “Tortuosity and acoustic slow waves,” *Phys. Rev. Lett.*, vol. 49, pp. 1840–1844, 1982.
- [93] D. L. Johnson and T. J. Plona, “Acoustic slow waves and the consolidation transition,” *J. Acoust. Soc. Am.*, vol. 72, pp. 556–565, 1982.

- [94] J. G. Berryman, "Confirmation of biot's theory," *Appl. Phys. Lett.*, vol. 37, no. 4, pp. 382–385, 1990.
- [95] Z. E. A. Fellah, S. Berger, W. Lauriks, and C. Depollier, "Ultrasonic measurement of the porosity and tortuosity of air-saturated random packings of beads," *J. Appl. Phys.*, vol. 93, p. 9352, 2003.
- [96] P. B. Nagy and D. L. Johnson, "Improved materials characterization by pressure-dependent ultrasonic attenuation in air-filled permeable solids," *Appl. Phys. Lett.*, vol. 68, no. 26, pp. 3707–3709, 1996.
- [97] F. Restagno, L. Bocquet, T. Biben, and E. Charlaix, "Thermally activated dynamics of the capillary condensation," *J. Phys. Cond. Matt.*, vol. 10, no. 8A, pp. 419–424, 2000.
- [98] L. Landau and E. Lifshitz, *Fluid mechanics - Tome 6*,. Oxford : 2nd edition, Pergamon press, 1987.
- [99] J. G. Berryman, "Elastic wave propagation in fluid-saturated porous media .," *J. Acoust. Soc. Am.*, vol. 69, no. 2, pp. 416–424, 1981.
- [100] D. M. J. Smeulders, "Experimental evidence for slow compressional waves," *Journal of Engineering Mechanics*, vol. 131, no. 9, pp. 908–917, 2005.
- [101] N. R. Paterson, "Seismic wave propagation in porous granular media," *Geophysics*, vol. 21, no. 3, pp. 691–714, 1956.
- [102] P. N. J. Rasolofosaon, "Importance of interface hydraulic condition on the generation of second bulk compressional wave in porous media," *Appl. Phys. Lett.*, vol. 52, no. 10, p. 780, 1988.
- [103] P. Sheng, *Introduction to wave scattering, localization, and mesoscopic phenomena*. Ed. Academic Press, 1995.
- [104] A. Ishimaru, *Wave propagation and scattering in random media*. Wiley IEEE Press, 1999.
- [105] S. Cohen-Addad and R. Höhler, "Bubble dynamics relaxation in aqueous foam probed by multispeckle diffusing-wave spectroscopy," *Phys. Rev. Lett.*, vol. 86, pp. 4700–4703, 2001.
- [106] A. Tourin, M. Fink, and A. Derode, "Multiple scattering of sound," *Wave Random Media*, vol. 10, pp. R31–R60, 2000.
- [107] L. Margerin, M. Campillo, and B. A. V. Tiggelen, "Diffusion multiple des ondes sismiques," *Images de la physique - CNRS*, pp. 220–224, 2005.
- [108] D. Anache-Ménier, *Propagation des ondes en milieu désordonné : des ultrasons aux ondes sismiques. Étude de la phase*. PhD thesis, Université Joseph Fourier - Grenoble, 2008.
- [109] S. Feng, C. Kane, P. A. Lee, and A. D. Stone, "Correlations and fluctuations of coherent wave transmission through disordered media," *Phys. Rev. Lett.*, vol. 61, no. 7, pp. 834–837, 1988.
- [110] H. P. Schriemer, M. L. Cowan, J. H. Page, P. Sheng, Z. Liu, and D. A. Weitz, "Energy velocity of diffusing waves in strongly scattering media," *Phys. Rev. Lett.*, vol. 79, p. 3166, 1997.
- [111] Z. Q. Zhang, I. P. Jones, H. P. Schriemer, J. H. Page, D. A. Weitz, and P. Sheng, "Wave transport in random media: the ballistic to diffusive transition," *Phys. Rev. E*, vol. 60, p. 4843, 2003.

- [112] H. Hu, A. Strybulevych, J. H. Page, S. E. Skipetrov, and B. A. van Tiggelen, “Localization of ultrasound in a three-dimensional elastic network,” *Nature Phys.*, vol. 4, pp. 945–948, 2008.
- [113] L. Trujillo, F. Peniche, and L. D. G. Sigalotti, “Derivation of a schrödinger-like equation for elastic waves in granular media,” *Granular Matter*, vol. 12, pp. 417–436, 2010.
- [114] R. L. Weaver, “Diffusivity of ultrasound in polycrystals,” *J. Mech. Phys. Solids*, vol. 38, pp. 55–86, 1990.
- [115] R. L. Weaver, “On diffuse waves in solid media,” *J. Acoust. Soc. Am.*, vol. 71, pp. 1608–1609, 1982.
- [116] 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.*, vol. 52, pp. 3106–3114, 1995.
- [117] X. Jia, J. Laurent, Y. Khidas, and V. Langlois, “Sound scattered in dense granular media,” *Chin. Sci. Bul.*, vol. 53, no. 23, pp. 4327–4336, 2009.
- [118] V. Tournat and V. E. Gusev, “Nonlinear effects for coda-type elastic waves in stressed granular media,” *Phys. Rev. E*, vol. 80, p. 011306, 2009.
- [119] G. Renaud and S. C. M. Defontaine, “Dynamic acoustoelastic testing of weakly pre-loaded unconsolidated water-saturated glass beads,” *J. Acoust. Soc. Am.*, vol. 128, p. 3344, 2010.
- [120] S. Griffiths, A. Rescaglio, and F. Melo, “Ultrasound propagation in wet and airless non consolidated granular materials,” *Ultrasonics*, vol. 50, pp. 139–144, 2010.
- [121] L. Margerin, M. Campillo, and B. V. Tiggelen, “Radiative transfer and diffusion of waves in a layered medium: new insight into coda q ,” *Geophys. J. Int.*, vol. 134, pp. 596–612, 1998.
- [122] B. Shapiro, “Large intensity fluctuations for wave propagation in random media,” *Phys. Rev. Lett.*, vol. 57, no. 17, pp. 2168–2171, 1986.
- [123] N. Shapiro, M. Campillo, L. Margerin, S. K. Singh, V. Kostoglodov, and J. Pachero, “The energy partitioning and the diffuse character of the seismic coda,” *Bull. Seismol. Soc. Am.*, vol. 90, p. 655, 2000.
- [124] E. Akkermans and G. Montambaux, *Mesoscopic Physics of Electrons and Photons*. Cambridge University Press, 2007.
- [125] D. Sornette, “Acoustic waves in random media: i. weak disorder regime,” *Acustica*, vol. 67, pp. 199–215, 1989.
- [126] D. Sornette, “Acoustic waves in random media: ii. coherent effects and strong disorder regime,” *Acustica*, vol. 67, pp. 251–265, 1989.
- [127] D. Sornette, “Acoustic waves in random media: iii. experimental situations,” *Acustica*, vol. 68, pp. 15–25, 1989.
- [128] R. L. Weaver and W. Sachse, “Diffusion of ultrasound in a glass bead slurry,” *J. Acoust. Soc. Am.*, vol. 97, pp. 2094–2102, 1995.
- [129] B. Velický, “Lecture notes - sound in granular matter: a case of wave propagation in random media, part i & ii,” 1999.
- [130] A. Tourin, *Diffusion multiple et renversement du temps des ondes ultrasonores*. PhD thesis, Université Paris VII, 1999.

-
- [131] T. Divoux, H. Gayvallet, and J.-C. Geminard, “Creep motion of a granular pile induced by thermal cycling,” *Phys. Rev. Lett.*, vol. 101, pp. 148303–1–148303–4, 2008.
- [132] L. Ryzhik, G. Papanicolaou, and J. B. Keller, “Transport equations for elastic and other waves in random media,” *Wave Motion*, vol. 24, pp. 327–370, 1996.
- [133] R. Aki, “Scattering conversions p to s versus s to p ,” *Bull. Seis. Soc. Am.*, vol. 82, pp. 1969–1972, 1992.
- [134] R. Aki and B. Chouet, “Origin of coda waves: source, attenuation and scattering effect,” *Geophys. Res.*, vol. 80, pp. 3322–3342, 1975.
- [135] L. Knopoff and J. A. Hudson, “Scattering of elastic waves by small inhomogeneities,” *J. Acoust. Soc. Am.*, vol. 36, pp. 338–343, 1964.
- [136] 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.*, vol. 86, pp. 34447–3450, 2001.
- [137] D. J. Pine, D. A. Weitz, P. M. Chaikin, and E. Herbolzheimer, “Diffusing wave spectroscopy,” *Phys. Rev. Lett.*, vol. 60, pp. 1134–1137, 1988.
- [138] J. X. Zhu, D. J. Pine, and D. A. Weitz, “Internal reflection of diffusive light in random media,” *Phys. Rev. A.*, vol. 44, 1991.
- [139] A. Lagendijk, R. Vreeker, and P. D. Vries, “Influence of internal reflection on diffusive transport in strongly scattering media,” *Phys. Rev. A.*, vol. 136, pp. 81–88, 1989.
- [140] H. M. Jaeger and S. R. Nagel, “Physics of the granular state,” *Science*, vol. 255, pp. 1523–30, 1992.
- [141] H. S. Carslaw and J. C. Jaeger, *Conduction of heat in solids, 2nd edition*. Oxford science publications, 1959.
- [142] P.-G. D. Gennes, “Granular matter: a tentative view,” *Rev. Mod. Phys.*, vol. 71, no. 2, pp. S374–S382, 1999.
- [143] G. Latham, M. Ewing, F. Press, G. Sutton, J. Dorman, Y. Nakamura, N. Tokso, R. Wiggings, J. Derr, and F. Duennebier, “Passive seismic experiment,” *Science*, vol. 167, pp. 455–457, 1970.
- [144] A. M. Dainty and M. N. Toksöz, “Seismic codas on the earth and the moon: a comparison,” *Phys. Earth Planet. Inter.*, vol. 26, pp. 250–260, 1981.
- [145] D. J. Durian, “Influence of boundary reflection and refraction on diffusive photon transport,” *Phys. Rev. E.*, vol. 50, pp. 857–866, 1994.
- [146] P. Barthelemy, J. Bertolotti, and D. S. Wiersma, “A lévy flight for light,” *Nature*, vol. 453, pp. 495–498, 1975.
- [147] P. W. Anderson, “Absence of diffusion in certain random lattices,” *Phys. Rev.*, vol. 109, pp. 1492–1505, 1958.
- [148] W. G. Ellenbroek, *Response of Granular Media near the Jamming Transition*. PhD thesis, Delft-Leiden, 2007.
- [149] A. F. Ioffe and A. R. Regel, “Non-crystalline, amorphous and liquid electronic semiconductors,” *Prog. Semicon.*, vol. 4, p. 237, 1960.
- [150] S. John, “Electromagnetic absorption in a disordered medium near photon mobility edge,” *Phys. Rev. Lett.*, vol. 53, no. 22, pp. 2169–2172, 1984.

- [151] V. Vitelli, N. Xu, M. Wyart, A. J. Liu, and S. R. Nagel, “Heat transport in model jammed solids,” *Phys. Rev. E*, vol. 81, p. 021301, 2010.
- [152] C. Lacombe, M. Campillo, A. Paul, and L. Margerin, “Separation of intrinsic absorption and scattering attenuation from lg coda decay in central france using acoustic radiative transfer theory,” *Geophys. J. Int.*, vol. 154, no. 2, pp. 417–425, 2003.
- [153] G. Mavkok, T. Mukerji, and J. Dvorkin, *The rock physics handbook: tools for seismic analysis of porous media*. Second edition, UK : Cambridge University Press, 2009.
- [154] C. F. Ying and R. Truell, “Scattering of a plane longitudinal wave by a spherical obstacle in an isotropically elastic solid,” *J. Appl. Phys.*, vol. 27, pp. 1086–1097, 1956.
- [155] P. C. Waterman and R. Truell, “Multiple scattering of waves,” *J. Math. Phys.*, vol. 2, no. 4, p. 512, 1961.
- [156] D. P. Blair, “A direct comparison between vibrational resonance and pulse transmission data for assessment of seismic attenuation in rock,” *Geophysics*, vol. 55, pp. 51–60, 1990.
- [157] G. T. Kuster and M. N. Toksöz, “Velocity and attenuation of seismic waves in twophase media: part i. theoretical formulations,” *Geophysics*, vol. 39, pp. 587–606, 1974.
- [158] G. T. Kuster and M. N. Toksöz, “Velocity and attenuation of seismic waves in twophase media: part ii, experimental results,” *Geophysics*, vol. 39, pp. 607–618, 1974.
- [159] N. Lucet and B. E. Zinszner, “Effects of heterogeneities and anisotropy on sonic and ultrasonic attenuation in rocks,” *Geophysics*, vol. 57, no. 8, pp. 1018–1026, 1992.
- [160] G. Maret and P. E. Wolf, “Multiple light scattering from disordered media: the effect of brownian motion of scatterers,” *Z. Phys. B.*, vol. 65, no. 4, pp. 409–413, 1998.
- [161] M. L. Cowan, I. P. Jones, J. H. Page, and D. A. Weitz, “Diffusing acoustic wave spectroscopy,” *Phys. Rev. E*, vol. 65, pp. 066605–1/11, 2002.
- [162] X. Jia, T. Brunet, and J. Laurent, “Elastic weakening of a dense granular pack by acoustic fluidization: slipping, compaction, and aging,” *Phys. Rev. E.*, vol. 84, no. 2, p. 020301(4), 2011.
- [163] K. R. McCall, “Theoretical study of nonlinear elastic wave propagation,” *J. Geophys. Res.*, vol. 99, no. B2, pp. 2591–2600, 1994.
- [164] R. A. Guyer, K. R. McCall, G. N. Boitnott, L. B. Hilbert, and T. J. Plona, “Quantitative implementation of preisach-mayergoyz space to find static and dynamic moduli in rock,” *J. Geophys. Res.*, vol. 102, no. B3, pp. 5281–5293, 1997.
- [165] M. F. Hamilton and D. T. Blackstock, *Nonlinear acoustics*. San Diego : Academic Press, 1998.
- [166] K. V. D. Abeele, J. Carmeliet, J. A. TenCate, and P. A. Johnson, “Nonlinear elastic wave spectroscopy (news) techniques to discern material damage, part 2: singlemode nonlinear resonance acoustic spectroscopy,” *Res. Nondestr. Eval.*, vol. 12, no. 1, pp. 31–42, 2000.

- [167] K. V. D. Abeelee, P. A. Johnson, and A. Sutin, "Nonlinear elastic wave spectroscopy (news) techniques to discern material damage, part 1: nonlinear wave modulation spectroscopy (nwms)," *Res. Nondestr. Eval.*, vol. 12, no. 1, pp. 17–30, 2000.
- [168] K. V. D. Abeelee, A. Sutin, J. Carmeliet, and P. A. Johnson, "Microdamage diagnostics using nonlinear elastic wave spectroscopy (news)," *NDTE International*, vol. 34, no. 1, pp. 239–248, 2001.
- [169] M. Fink, "Time reversal of ultrasonic fields," *IEEE Trans. Ultrason. Ferroelect. Freq. Control*, vol. 39, pp. 555–592, 1992.
- [170] L. A. Ostrovsky and P. A. Johnson, "Dynamic nonlinear elasticity in geomaterials," *Nuovo Cimento*, vol. 21, pp. 1–46, 2001.
- [171] P. N. J. Rasolofosaon, B. Zinszner, and P. A. Johnson, "Propagation des ondes élastiques dans les matériaux non linéaires aperçu des résultats de laboratoire obtenus sur les roches et des applications possibles en géophysique," *Oil & Gas Science and Technology - Rev. IFP*, vol. 52, no. 6, pp. 585–608, 1997.
- [172] R. A. Guyer and P. A. Johnson, "Nonlinear mesoscopic elasticity: evidence for a new class of materials," *Physics Today*, pp. 30–36, 1999.
- [173] V. Langlois and X. Jia, "Ultrasonic monitoring of the elastic properties of pmma beads packings and their rearrangement during pressure sintering," *Powder Technology*, pp. S0032–5910(10)00443–2, 2009.
- [174] K. Naugolnykh and L. A. Ostrovsky, *Nonlinear Wave Processes in Acoustics*. London : Cambridge University Press, 1998.
- [175] R. A. Guyer and P. A. Johnson, *Nonlinear Mesoscopic Elasticity: The Complex Behaviour of Granular Media Including Rocks, Concrete, Soil*. 2009.
- [176] M. F. Hamilton and D. T. Blackstock, "On the coefficient of nonlinearity β in nonlinear acoustics," *J. Acoust. Soc.*, vol. 83, pp. 74–77, 1988.
- [177] P. A. Johnson and P. N. J. Rasolofosaon, "Manifestation of nonlinear elasticity in rock: convincing evidence over large frequency and strain intervals from laboratory studies," *Nonlinear Processes in Geophysics*, vol. 3, pp. 77–88, 1996.
- [178] P. Mayor, *Fluid and glassy phases of vibrated granular matter studied with a torsion oscillator*. PhD thesis, EPFL, Faculté des sciences de base, institut de physique de la matière complexe, 2005.
- [179] P. A. Johnson and X. Jia, "Nonlinear dynamics, granular media and earthquake triggering," *Nature*, vol. 437, pp. 871–871, 2005.
- [180] T. Brunet, X. Jia, and P. A. Johnson, "Transitional nonlinear elastic behaviour in dense granular media," *Geophys. Res. Lett.*, vol. 35, p. L19308, 2008.
- [181] G. L. Jones and D. R. Kobett, "Interaction of elastic waves in an isotropic solid," *J. Acoust. Soc. Am.*, vol. 35, pp. 5–10, 1963.
- [182] L. H. Taylor and F. R. Rollins, "Ultrasonic study of three-phonon interactions, i. theory," *Phys. Rev.*, vol. 136, pp. 591–596, 1964.
- [183] F. R. Rollins, L. H. Taylor, and P. H. Todd, "Ultrasonic study of three-phonon interactions, ii. experimental results," *Phys. Rev.*, vol. 136, pp. 597–601, 1964.
- [184] R. W. Dunham and H. B. Huntington, "Ultrasonic beam mixing as a measure of the nonlinear parameters of fused silica and single-crystal nacl," *Phys. Rev. B*, vol. 2, pp. 1098–1107, 1970.

- [185] P. A. Johnson, T. J. Shankland, R. J. O'Connell, and J. N. Albright, "Nonlinear generation of elastic waves in crystalline rock," *J. Geophys. Res.*, vol. 92, no. B5, pp. 3597–3602, 1987.
- [186] P. A. Johnson and T. J. Shankland, "Nonlinear generation of elastic waves in granite and sandstone: continuous wave and travel time observations," *J. Geophys. Res.*, vol. 94, no. B12, pp. 17729–17733, 1989.
- [187] G. D. Meegan, P. A. Johnson, R. A. Guyer, and K. R. McCall, "Observations of nonlinear elastic wave behavior in sandstone," *J. Acoust. Soc. Am.*, vol. 94, pp. 3387–3391, 1993.
- [188] T. J. Ulrich and T. W. Darling, "Observation of anomalous elastic behavior in rock at low temperatures," *Geophys. Res. Lett.*, vol. 28(11), pp. 2293–2296, 2001.
- [189] V. A. Clark, B. R. Tittman, and T. W. Spencer, "Effect of volatiles on attenuation (q^{-1}) and velocity in sedimentary rocks," *J. Geophys. Res.*, vol. 85, pp. 5190–5198, 1980.
- [190] B. R. Tittmann, V. A. Clark, J. M. Richardson, and T. W. Spencer, "Possible mechanisms for seismic attenuation in rocks containing small amounts of volatiles," *Journal of Geophysical Research*, vol. 85, pp. 5199–5208, 1980.
- [191] A. Cand, J.-P. Monchalin, and X. Jia, "Detection of in-plane and out-of-plane ultrasonic displacements by a two-channel confocal fabry-perot interferometer," *Appl. Phys. Lett.*, vol. 64, pp. 414–416, 1994.
- [192] T. Baumberger and C. Caroli, "Solid friction from stick-slip down to pinning and aging," *Advances in Physics*, vol. 55, no. 3-4, pp. 279–348, 2006.
- [193] B. J. Zadler, J. H. L. Rousseau, J. A. Scales, and M. L. Smith, "Resonant ultrasound spectroscopy: theory and application," *Geophys. J. Int.*, vol. 156, no. 1, pp. 154–169, 2004.
- [194] A. Migliori and J. L. Sarrao, *Resonant ultrasound spectroscopy: applications to physics, materials measurements, and nondestructive evaluation*. NY : John Wiley & Sons, Inc, 1997.
- [195] R. A. Guyer, "Private communication," *june/august*, 2008.
- [196] T. A. Read, "The internal friction of single metal crystals," *Phys. Rev.*, vol. 58, p. 371, 1940.
- [197] K. R. McCall and R. A. Guyer, "Equation of state and wave propagation in hysteretic nonlinear elastic materials," *J. Geophys. Res.*, vol. 3, no. B12, pp. 23,887–23,897, 1994.
- [198] R. A. Guyer, K. R. McCall, and K. V. D. Abeele, "Slow elastic dynamics in a resonant bar of rock," *Geophys. Res. Lett.*, vol. 25, no. 10, pp. 1585–1588, 1998.
- [199] A. H. Nayfeh, *Introduction to Perturbation Techniques*. New York : Wiley, 1981.
- [200] D. Pasqualini, K. Heitmann, J. A. TenCate, S. Habib, D. Higdon, and P. A. Johnson, "Nonequilibrium and nonlinear dynamics in berea and fontainebleau sandstones: low-strain regime," *J. Geophys. Res.*, vol. 112, no. B01204, pp. 1–16, 2007.
- [201] S. Timoshenko, D. H. Young, and W. J. R. Weaver, *Vibration problems in engineering, fourth edition*. USA : John Wiley & Sons, 1974.

- [202] K. V. D. Abeele, “Multimode nonlinear resonance ultrasound spectroscopy for defect imaging: an analytical approach for the one dimensional case,” *J. Acoust. Soc. Am.*, vol. 122, no. 1, pp. 73–79, 2007.
- [203] K. T. Nihei, L. B. Hilbert, N. G. W. Cook, S. Nakagawa, and L. R. Myers, “Frictional effects on the volumetric strain of sandstone,” *Int. J. Rock Mech. Min. Sci.*, vol. 37, no. 1-2, 2000.
- [204] F. P. Bowden and D. Tabor, *The Friction And Lubrication Of Solids*. Oxford University Press, 1986.
- [205] F. Heslot, T. Baumberger, B. Perrin, B. Caroli, and C. Caroli, “Creep, stick-slip, and dry-friction dynamics: experiments and a heuristic model,” *Phys. Rev. E*, vol. 49, no. 6, pp. 4973–4988, 1994.
- [206] T. Baumberger, C. Caroli, B. Perrin, and O. Ronsin, “Nonlinear analysis of the stick-slip bifurcation in the creep-controlled regime of dry friction,” *Phys. Rev. E*, vol. 51, no. 5, pp. 4005–4010, 1995.
- [207] L. Bureau, *Élasticité et rhéologie d’une interface macroscopique : du piégeage au frottement solide*. PhD thesis, Université Paris VII, 2002.
- [208] B. N. J. Persson and E. Tosatti, *Physics of sliding friction*. Dordrecht, Netherlands : Kluwer Academic Publishers, 1996.
- [209] M. Mayer and M. Liu, “Sound waves and granular temperature production,” *Private communication, unpublished result*, nov. 2009.
- [210] R. Truell and W. Oates, “Effect of lack of parallelism of sample faces on the measurement of ultrasonic attenuation,” *J. Acoust. Soc. Am.*, vol. 35, no. 9, pp. 1382–1386, 1963.
- [211] R. Truell, C. Elbaum, and B. B. Chick, *Ultrasonic Methods in Solid State Physics*. New York : Academic Press, 1969.
- [212] K. W. Winkler, *The effect of pore fluids and frictional sliding on seismic attenuation*. PhD thesis, Department of geophysics, Stanford University, 1979.
- [213] K. W. Winkler and A. Nur, “Pore fluids and seismic attenuation in rocks,” *Geophys. Res. Lett.*, vol. 6, pp. 1–4, 1979.
- [214] W. Murphy, *Effects of microstructure and pore fluids on the acoustic properties of granular sedimentary materials*. PhD thesis, Department of geophysics, Stanford University, 1982.
- [215] G. D’Anna and G. Gremaud, “The jamming route to the glass state in weakly perturbed granular media,” *Nature*, vol. 413, pp. 407–409, 2001.
- [216] G. D’Anna, P. Mayor, A. Barrat, V. Loreto, and F. Nori, “Observing brownian motion in vibration fluidized granular matter,” *Nature*, vol. 424, pp. 909–912, 2003.
- [217] S. F. Edwards, “Granular matter: an interdisciplinary approach,” *ed A Mehta (New York : Springer) and references therein*, vol. 101, p. 148303(4), 1994.
- [218] A. Baldassarri, A. Barrat, G. D’Anna, V. Loreto, P. Mayor, and A. Puglisi, “What is the temperature of a granular medium?,” *J. Phys.: Condens. Matter*, vol. 17, pp. S2405–S2428, 2005.
- [219] F. Q. Potiguar and H. A. Makse, “Effective temperature and jamming transition in dense, gently sheared granular assemblies,” *Eur. Phys. J. E*, vol. 19, no. 2, pp. 171–183, 2006.

- [220] Y. Jiang and M. Liu, “Granular solid hydrodynamics,” *Granular Matter*, vol. 11, pp. 139–156, 2009.
- [221] Y. Jiang and M. Liu, “From elasticity to hypoplasticity: dynamics of granular solids,” *Phys. Rev. Lett.*, vol. 99, no. 10, p. 105601, 2007.
- [222] Y. Jiang and M. Liu, “Compaction in granular solid hydrodynamics,” *arXiv :0911.2199*, 2010.
- [223] S. Mahle, Y. Jiang, and M. Liu, “Granular solid hydrodynamics: dense flow, fluidization and jamming,” *arXiv :1010.5350*, 2010.
- [224] D. S. Hughes and J. L. Kelly, “Second–order elastic deformation of solids,” *Phys. Rev.*, vol. 92, pp. 1145–1953, 1953.
- [225] A. B. Coppers, 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.*, vol. 38, pp. 797–804, 1965.
- [226] R. T. Smith, R. Stern, and R. W. B. Stephens, “Third–order elastic moduli of polycrystalline metals from ultrasonic measurements,” *J. Acoust. Soc. Am.*, vol. 40, pp. 1002–1008, 1966.
- [227] K. W. Winkler and X. Liu, “Measurments of third-order elastic constants in rocks,” *J. Acoust. Soc. Am.*, vol. 100, pp. 1392–1398, 1996.
- [228] J. A. TenCate and T. J. Shankland, “Slow dynamics in the nonlinear elastic response of berea sandstone,” *Geophysical Research Letters*, vol. 23, no. 21, pp. 3019–3022, 1996.
- [229] B. Capogrosso-Sansone and R. A. Guyer, “Dynamic model of hysteretic elastic systems,” *Phys. Rev. B*, vol. 66, p. 224101, 2002.
- [230] V. Zaitsev, V. Gusev, and B. Castagnede, “Thermoelastic mechanism for logarithmic slow dynamics and memory in elastic wave interactions with individual cracks,” *Phys. Rev. Lett.*, vol. 90, p. 075501, 2003.
- [231] P. P. Delsanto and M. Scalerandi, “Modeling nonclassical nonlinearity, conditioning, and slow dynamics effects in mesoscopic elastic materials,” *Phys. Rev. B*, vol. 68, no. 6, p. 064107, 2003.
- [232] F. Preisach, “Über die magnetische nachwirkung,” *Zeitschrift für Physik*, vol. 94, pp. 277–302, 1935.
- [233] M. Krasnosel’skiï and A. Pokrovskii, *System with hysteresis*. Moscow/New-York : ed. Nauka/Springer-Verlag, 1983.
- [234] J. Léopoldès and X. Jia, “Probing viscoelastic properties of a thin polymer film sheared between a beads layer and an ultrasonic resonator,” *Europhys. Lett.*, vol. 88, p. 34001(6), 2009.
- [235] J. Léopoldès and X. Jia, “Transverse shear oscillator investigation of boundary lubrication in weakly adhered films,” *Phys. Rev. Lett.*, vol. 105, p. 266101(4), 2010.
- [236] I. D. Mayergoyz, “Mathematical models of hysteresis,” *Phys. Rev. Lett.*, vol. 56, no. 15, pp. 1518–1521, 1986.
- [237] Y. Z. Huo, “Preisach model for the hysteresis in shape memory alloys,” pp. 552–555, 1991.

- [238] J. Ortin, “Preisach modeling of hysteresis for a pseudoelastic cu-zn-al single crystal,” *J. Appl. Phys.*, vol. 71, pp. 1454–1461, 1992.
- [239] V. E. Gusev, W. Lauriks, and J. Thoen, “New evolution equations for the nonlinear surface acoustic waves on an elastic solid of general anisotropy,” *J. Acoust. Soc. Am.*, vol. 103, no. 6, pp. 3203–3215, 1998.
- [240] V. Gusev and V. Aleshin, “Strain wave evolution equation for nonlinear propagation in materials with mesoscopic mechanical elements,” *J. Acoust. Soc. Am.*, vol. 112, no. 6, pp. 2666–2679, 2002.
- [241] V. Aleshin and K. V. D. Abeele, “Preisach analysis of the hertz-mindlin system,” *Journal of the mechanics and physics of solids*, vol. 57, pp. 657–672, 2009.
- [242] O. Donnagàin, *Semi-linear Duffing equation with discrete Preisach nonlinearity*. PhD thesis, Department of applied mathematics, National University of Ireland, Cork, <http://euclid.ucc.ie/hysteresis/node1.htm>, 2004.
- [243] R. A. Guyer, K. R. McCall, and G. N. Boitnott, “Hysteresis, discrete memory, and nonlinear wave propagation in rock: a new paradigm,” *Phys. Rev. Lett.*, vol. 74, no. 17, pp. 3491–3494, 1995.
- [244] J. A. TenCate, E. Smith, L. W. Byers, and T. J. Shankland, “Slow dynamics experiments in solids with nonlinear mesoscopic elasticity,” *Am. Inst. of Phys.*, pp. 303–306, 2000.
- [245] K. Helbig and P. N. J. Rasolofosaon, “A theoretical paradigm for describing hysteresis and nonlinear elasticity in arbitrary anisotropic rocks,” in *Transactions of the 10th International Workshop on Seismic anisotropy: Society of Exploration Geophysicists* (in L. Ikelle and e. A. Gangi, eds.), 2000.
- [246] P. N. J. Rasolofosaon, “Unified phenomenological model for the mechanical behavior of rocks: geophysics,” *Geophysics*, vol. 74, pp. WB107–WB116, 2009.
- [247] H. S. Zheng, Z. J. Zhang, and E. R. Liu, “Non-linear seismic wave propagation in anisotropic media using the flux-corrected transport technique,” *Geophys. J. Int.*, vol. 165, pp. 943–956, 2006.
- [248] O. B. Matar, S. D. Santos, S. Calle, T. Goursolle, S. Venaverbeke, and K. V. den Abeele, “Simulations of nonlinear time reversal imaging of damaged materials,” in *European Conference on Non-Destructive Testing*, (Th.1.5.2.), 2006.
- [249] S. Vanaverbeke and K. V. D. Abeele, “Two-dimensional modeling of wave propagation in materials with hysteretic nonlinearity,” *J. Acoust. Soc. Am.*, vol. 122, no. 1, pp. 58–72, 2007.
- [250] A. Miksic, *Étude des propriétés mécaniques et acoustiques d’un milieu granulaire sous chargements cycliques*. PhD thesis, Université Paris-Est (Marne-la-Vallée), 2008.

Étude d'un matériau granulaire sec par ondes ultrasonores : effet non linéaire, atténuation et diffusion

Résumé : Cette thèse expérimentale porte sur les ondes ultrasonores se propageant dans un milieu granulaire sec sous contrainte. Dans une première partie, on s'intéresse à la propagation des ondes cohérentes de grande longueur d'onde. La mesure des vitesses de ces ondes en fonction de la contrainte et de la fréquence montre que les propriétés élastiques du milieu résultent du contact de type Hertz-Mindlin et que le milieu est non dispersif. La mesure d'atténuation indique un mécanisme dominant de type diffraction de Rayleigh. La propagation d'une onde de Biot à travers l'air dans un empilement sous gravité a aussi été mise en évidence. Dans une seconde partie, on s'est intéressé à la diffusion multiple d'onde acoustique. On en déduit le coefficient de diffusion et le temps d'absorption inélastique en fonction de la contrainte et de la fréquence d'excitation. Le libre parcours moyen de transport ℓ^* a été déterminé en fonction du rapport de la longueur d'onde sur la taille des grains, montrant deux régimes distincts à basse et à haute fréquence. La dernière partie porte sur le comportement non linéaire hystérétique d'un milieu granulaire par méthode de résonance. Les modes fondamentaux d'ondes cohérentes ont été étudiés en fonction de l'amplitude d'excitation et de la contrainte de confinement. Des ramollissements élastiques de 10% pour l'onde longitudinale et 20% pour l'onde transversale sont observés, ceci est en bon accord avec un modèle de milieu effectif basé sur la théorie de Mindlin. Les effets d'interaction irréversible son/matière ont été examinés, tels que la compaction intermittente et le processus de cicatrisation. Enfin, on observe une atténuation de l'onde transversale dépendant conjointement de l'amplitude d'excitation et de la fréquence.

Mots-clés : *Acoustique, matériaux granulaires, vitesses et atténuations, diffusion multiple ultrasonore, résonance, effet non linéaire.*

Abstract: This experimental work deals with the ultrasound propagation in a dry granular medium under stress. The first chapter of the thesis concerns the coherent wave propagation in the long-wavelength limit. The measurement of sound velocity as a function of the applied stress and wave frequency confirm that the nonlinear elasticity of the medium originates from the Hertz-Mindlin contact and show that the medium is free of velocity-dispersion. On the other hand, the amplitude measurement reveals that the dominant mechanism of attenuation is due to the Rayleigh-like scattering. Additionally, the airborne Biot wave is observed and investigated. The second chapter is devoted to the diffusively scattered ultrasound. We particularly determine the diffusion coefficient and the inelastic absorption time as a function of stress and frequency. The mean transport free path was investigated versus the ratio of the wavelength to the grain size, which shows two distinct behaviours at low and high frequencies, respectively. The third and last chapter is focused on the hysteretic nonlinear behaviour studied by the resonance method. The fundamental modes of coherent waves are investigated as a function of the applied stress and excitation amplitude. The softening of elastic modulus is observed and can rise to 10% for the longitudinal wave and 20% for the transversal wave, which are in good agreement with the model prediction based on the Mindlin friction theory. Furthermore, the irreversible sound/matter interaction is examined; the intermittent compaction and the slow healing process are observed. Finally, the attenuation of transversal waves is shown to depend simultaneously on wave amplitude and frequency.

Keywords: *Acoustics, granular media, sound velocity and attenuation, multiple scattering of ultrasound, resonance, nonlinear effect.*

Annexes

Paramètres non linéaires β et δ

Détermination de β et δ : Équation d'état pour un solide ordinaire

L'étude de l'acoustique non linéaire dans les solides nécessite l'introduction de nouvelles variables qui ne sont pas utilisées dans les cas des fluides ou des gaz [165]. 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 non linéaire. Deux sources de non linéarités peuvent être reconnues : la non linéarité *convective* (indépendante des propriétés du matériau considéré) et la non linéarité *constitutive* inhérente au solide. *A priori*, comme pour les fluides, les deux effets doivent être pris en compte, dans notre cas les matériaux granulaires exhibent de fortes non linéarités, comme pour les roches, dans la suite de cette étude nous ferons l'hypothèse que les non linéarités géométriques peuvent être négligeables. Dans le cas (1D) d'une onde longitudinale plane se propageant suivant la direction x , en coordonnées *Lagrangienne* (matérielle), les équations du mouvement et d'état sont données par : $\rho \partial^2 u / \partial t^2 = \partial \sigma / \partial x$ et $\sigma = E_0 \varepsilon (1 + \beta \varepsilon + \delta \varepsilon^2 + \dots)$, où σ est la contrainte, $\varepsilon = \partial_x u$ la déformation¹. Les coefficients² β et δ caractérisent les non linéarités quadratique et cubique (réversible) inhérente au matériau. Par le biais du module élastique E_0 , la vitesse du son dans le milieu est définie : $c_0 = (E_0/\rho)^{1/2}$. Lorsque l'on dérive l'équation d'état dans l'équation d'onde, il vient :

$$\frac{\partial^2 u}{\partial t^2} = c_0^2 \left(1 + 2\beta \frac{\partial u}{\partial x} + 3\delta \left(\frac{\partial u}{\partial x} \right)^2 + \dots \right) \frac{\partial^2 u}{\partial x^2} \quad (\text{A.1})$$

Dans un milieu granulaire, l'équation d'état caractérisant l'élasticité (*réversible*) résultant du contact *Hertzien*, est donnée par la théorie de *Hertz* : $\sigma_0 = -C(-\varepsilon_0)^{3/2}$, où la compression (σ_0) et la déformation (ε_0) sont négatives, $C = \phi E_0 Z_0 / 3\pi(1 - \nu^2)$ est

1. Par définition, la déformation est donnée par $\varepsilon = \Delta L / L$, dans le cas unidimensionnel (1D). Par convention, la déformation est négative pour une compression $\Delta L < 0$. En utilisant le principe de conservation de masse, valable pour tout milieu continu, l'expression de la déformation en coordonnées matérielles est : $\varepsilon = (L - L_0) / L_0 = (\rho_0 - \rho) / \rho = \partial u / \partial x$.

2. Par exemple le paramètre non linéaire β peut s'exprimer par les modules de *Landau* (A , B , C) [40] ou *Murnaghan* (l , m , n) comme : $\beta = \frac{3}{2} + \frac{A+B+C}{2\rho c^2} = \frac{3}{2} + \frac{l+2m}{\lambda+2\mu}$ avec λ et μ les coefficients de *Lamé* (p62. [59]).

une constante positive, $Z_0 \sim 6$ est le nombre de coordination moyen dans le milieu, E_0 le module d'Young, ν le coefficient de Poisson et $\phi \sim 0.63\%$ la compacité du milieu. La vitesse du son est définie par $V_0^2 = E_{eff}/\rho$ avec $E_0 = (d\sigma/d\epsilon)_{\sigma=\sigma_0} = (3/2)C(-\epsilon_0)^{1/2}$. En ajoutant l'incrément dynamique (σ_a, ϵ_a) autour de l'équilibre statique (σ_0, ϵ_0) , la relation contrainte-déformation prend donc la forme : $-\sigma = -(\sigma_0 + \sigma_a) = C(-\epsilon_0 - \epsilon_a)^{3/2} = C(-\epsilon_0)^{3/2}(1 + \epsilon_a/\epsilon_0)^{3/2}$, on trouve alors :

$$-\sigma = C(-\epsilon_0)^{3/2} \left(1 + \frac{1}{\epsilon_0} \frac{\partial u}{\partial x}\right)^{3/2} \quad (\text{A.2})$$

En remplaçant cette expression de la contrainte dans l'équation du mouvement avec $\epsilon_a = \partial u/\partial x$, il vient :

$$\frac{\partial^2 u}{\partial t^2} = -\frac{3}{2}C(-\epsilon_0)^{3/2} \frac{1}{\rho\epsilon_0} \frac{\partial^2 u}{\partial x^2} \left(1 + \frac{1}{\epsilon_0} \frac{\partial u}{\partial x}\right)^{1/2} = c_0^2 \frac{\partial^2 u}{\partial x^2} \left(1 + \frac{1}{\epsilon_0} \frac{\partial u}{\partial x}\right)^{1/2} \quad (\text{A.3})$$

Dans les conditions où $(1/\epsilon_0)\partial u/\partial x \ll 1$, c'est-à-dire que $\epsilon_a \ll \epsilon_0$, nous pouvons alors réaliser un développement de *Taylor*. A l'ordre 2 nous obtenons :

$$\frac{\partial^2 u}{\partial t^2} = c_0^2 \frac{\partial^2 u}{\partial x^2} \left(1 + \frac{1}{2\epsilon_0} \left(\frac{\partial u}{\partial x}\right) - \frac{1}{8\epsilon_0^2} \left(\frac{\partial u}{\partial x}\right)^2 + \dots\right) \quad (\text{A.4})$$

Par identification avec l'équation (A.1), il apparaît clairement que les coefficients non linéaires (β, δ) d'un milieu granulaire dépendent uniquement de la déformation statique (ϵ_0) comme :

$$\epsilon_0 \approx -3 \times 10^{-4} \Rightarrow \begin{cases} \beta = \frac{1}{4\epsilon_0} \approx -10^3 \\ \delta = -\frac{1}{24\epsilon_0^2} \approx -5 \times 10^5 \end{cases} \quad (\text{A.5})$$

β et δ sont négatifs comme $\epsilon_0 < 0$. Les effets non linéaires tendent à disparaître lorsque la contrainte de confinement augmente. Pour avoir une idée de la grandeur de ces paramètres dans divers matériaux, on pourra se reporter à [224, 225, 226, 227, 165, 175], où ils ont été mesurés à l'aide de diverses méthodes.

Solution au mode fondamental de résonance

On se place dans le cas d'une onde monochromatique résonnante et d'une déformation nulle aux extrémités de la barre. De même, on prend en compte l'atténuation inhérente au matériau granulaire, à travers le paramètre τ_0 . Lorsque nous dérivons l'équation d'état³ dans l'équation d'onde, il vient :

3. $\sigma = E_0(1 + \beta\epsilon + \delta\epsilon^2 + \dots)\epsilon - E_0\alpha((\Delta\epsilon)\epsilon - \text{sign}(\partial_t\epsilon)2((\Delta\epsilon)^2 - \epsilon^2))$ où σ est la contrainte, ϵ la déformation, $\Delta\epsilon = n\pi/L$ correspond à l'amplitude de la déformation (qui dépend de l'histoire vécue par le matériau) et $\text{sign}(\partial_t\epsilon)$ qui correspond au module élastique E_0 lorsque la déformation ϵ croît puis décroît.

$$\begin{aligned}
 & \frac{\partial^2 u}{\partial t^2} + \frac{1}{\tau_0} \frac{\partial u}{\partial t} - f \cos(\omega t) \delta_{(x,0)} = \\
 & c_0^2 \left\{ \left(1 + 2\beta \frac{\partial u}{\partial x} + 3\delta \left(\frac{\partial u}{\partial x} \right)^2 \right) \frac{\partial^2 u}{\partial x^2} \right. \\
 & \left. + \frac{\alpha}{2} \left(\text{sign}(\partial_t \partial_x \varepsilon) \left((\Delta \epsilon)^2 - 2 \left(\frac{\partial u}{\partial x} \right)^2 \right) - 2(\Delta \epsilon) \frac{\partial u}{\partial x} \right) \frac{\partial u}{\partial t} \right\}
 \end{aligned} \tag{A.6}$$

avec $Q_0 = \omega_0 \tau_0$ le facteur d'atténuation, $\delta_{(x,0)}$ le symbole de *Kronecker*. Ce dernier terme additionnel traduit le fait que la déformation est maximale au centre de la barre (au mode fondamental). Dans un premier temps, on cherche à résoudre cette équation au mode fondamental de résonance ($n = 1$), en ne prenant en compte que les termes non linéaires classiques, β et δ , soit pour $\alpha = 0$. Dans un premier temps, il s'agit d'effectuer un *moyennage spatial* (ce qui revient à effectuer une transformée de Fourier pour $n = 1$). Après moyennage, il apparaît que le terme $\beta \partial u / \partial x$ est éliminé, seul le terme cubique (δ) reste et entre en compte. Dans un second temps, après avoir utilisé la méthode du moyennage de *Ritz* [201, 198], on obtient l'équation d'un oscillateur non linéaire de *Duffing* : $(\Omega^2 - 1 + \lambda A^2)^2 + (\Omega/Q)^2 = (F/A)^2$, où $A = a/L$, $F = f/L\omega_0^2$ et où $\Omega = \omega/\omega_0$, l'amplitude du pic de résonance adimensionnée, l'amplitude d'excitation et la pulsation normalisés, respectivement, et le coefficient $\lambda = -9\pi^2\delta/16$ est directement proportionnel au terme cubique. La relation Amplitude-Fréquence résultante vaut :

$$A = \frac{F}{\sqrt{\left((\Omega^2 - 1 + \lambda A^2)^2 + \left(\frac{\Omega}{Q} \right)^2 \right)}} \tag{A.7}$$

Pour un facteur de qualité suffisamment élevé ($Q \gg 1$) et une amplitude de déformation acoustique relativement faible ($A \ll 1$), après approximation, on trouve que le décalage de la fréquence de résonance est proportionnel au terme non linéaire cubique δ et à l'amplitude d'excitation :

$$\Delta \Omega_r / \Omega_0 \approx -\lambda A^2 / 2 \sim \delta A^2 \quad (\delta < 0) \tag{A.8}$$

Cette solution permet de prédire un ramollissement du module élastique de l'ordre de $\Delta E / E_0 \sim \Delta \Omega_r / \Omega_0 \sim 0.01\%$. Il apparaît clairement, que cette ordre de grandeur est complètement négligeable, en comparaison de celui que nous mesurons expérimentalement ($\sim 3\%$). De plus, cette expression ne permet pas d'interpréter les résultats obtenus sur la dissipation, où l'on observe qu'elle dépend de l'amplitude d'excitation : $Q^{-1} \sim \alpha A$.

La solution de l'équation (A.6), lorsque $\beta = 0$ et $\delta = 0$, c'est-à-dire en prenant en compte le paramètre hystérétique seul, est présentée au *chapitre 3* (cf. équation 3.6). La prise en compte du paramètre hystérétique (α), qui a été déterminé à partir du modèle de *Mindlin*, montre qu'il est alors possible d'interpréter l'effet de softening et de dissipation hystérétique frictionnelle.

$$(\Omega_0 - \Omega_r) / \Omega_0 \sim 1/Q - 1/Q_0 \sim \alpha A \tag{A.9}$$

Modèle de Preisach-Mayergoyz

Présentation du modèle de Preisach-Mayergoyz

Dans la littérature, nous pouvons facilement constater, que le peu de modèles qui existe, traitent en majorité les phénomènes de softening, d’hystérésis, ou de dynamique lente, de façon phénoménologique, notamment via l’espace de *Preisach-Mayergoyz* (*P-M Space*) [163, 197]. Cette constatation est principalement due au fait que l’origine physique de ces phénomènes demeure encore mal comprise aujourd’hui. De plus, l’origine physique de ces phénomènes dépend du matériau considéré, il apparaît alors difficile de trouver une raison commune pour tous ces matériaux (roches, matériaux granulaires, matériaux fissurés/endommagés, os, bétons, etc). Afin de traiter au mieux les phénomènes de dynamiques lentes *Guyer et al* [198] ont introduit une dépendance en fonction temps dans l’expression de l’amplitude à la résonance. A travers cette approche phénoménologique, ils tentent d’expliquer l’existence de l’effet mémoire, observé dans les roches par *Tencate et al* [228], qui s’enclenche à chaque fois que le matériau subit de fortes amplitudes de vibration. Cependant, ce modèle néglige initialement la dynamique des éléments hystérétiques et ne prend en compte que la relaxation du matériau à travers la relation amplitude-fréquence. De plus, ce modèle prédit un adoucissement du module élastique (décalage de la fréquence de résonance vers les basses fréquences) ayant pour origine physique l’élasticité non linéaire classique (atomique), c’est-à-dire essentiellement dominé par le coefficient non linéaire cubique (δ) à l’instar du paramètre hystérétique (α). Ce qui est en contradiction avec les résultats expérimentaux que nous avons obtenus.

Dans la limite de la description des essais quasi-statiques, les modèles phénoménologiques existants se réduisent au modèle de *Preisach-Mayergoyz* présenté par *McCall et Guyer* [163]. Par ailleurs, *Capogrosso-Sansone & Guyer* [229] ont développé une version dynamique de ce modèle permettant de décrire, au plus proche de la réalité, les systèmes hystérétiques présentant un comportement fortement non linéaire ainsi que l’effet de mémoire discrète (*end-point memory*). De plus, on pourra se reporter au mécanisme thermo-élastique proposé par *Zaitsev et al* [230] concernant les phénomènes de dynamique lente lors d’interactions onde-macro-fissures. Enfin, le modèle *LISA* (« *Local Interaction Simulation Approach* ») proposé par *Delsanto & Scalerandi* [231] couplant le coefficient non linéaire hystérétique (mesuré par méthode de résonance) au modèle de

Preisach-Mayergoyz. Une simple revue de la littérature actuelle sur le sujet montre que le modèle de *Preisach-Mayergoyz* reste encore un des modèles phénoménologiques des plus utilisés pour traiter aux mieux les comportements non classiques des matériaux (présentant des inhomogénéités souples). Sans compter l'apport essentiel et important des travaux de *Guyer et McCall* et du groupe de *P. Johnson* du *LANL*, plusieurs équipes de recherche ont développé des modèles permettant de décrire les effets non linéaires hystérétiques observés durant la propagation d'onde élastique dans des milieux hétérogènes (roches, matériaux fissurés, etc). La théorie de *Preisach-Mayergoyz* (*PM*) a été développée dans un premier temps pour le magnétisme, puis elle a été étendue à d'autres matériaux comme les roches et les matériaux micro-inhomogènes. En effet, durant les années 1930, *Preisach* [232] a proposé, un modèle permettant de renseigner sur les mécanismes physiques hystérétiques observés en (ferro)magnétisme. Ce modèle a été employé avec succès par la communauté des physiciens et ingénieurs travaillant sur le magnétisme. Au cours des années 1980, le mathématicien *Krasnoselskii* [233] propose une formulation mathématique générale de l'espace *PM*, offrant ainsi la possibilité d'interpréter les hystérésis de diverses natures physiques.

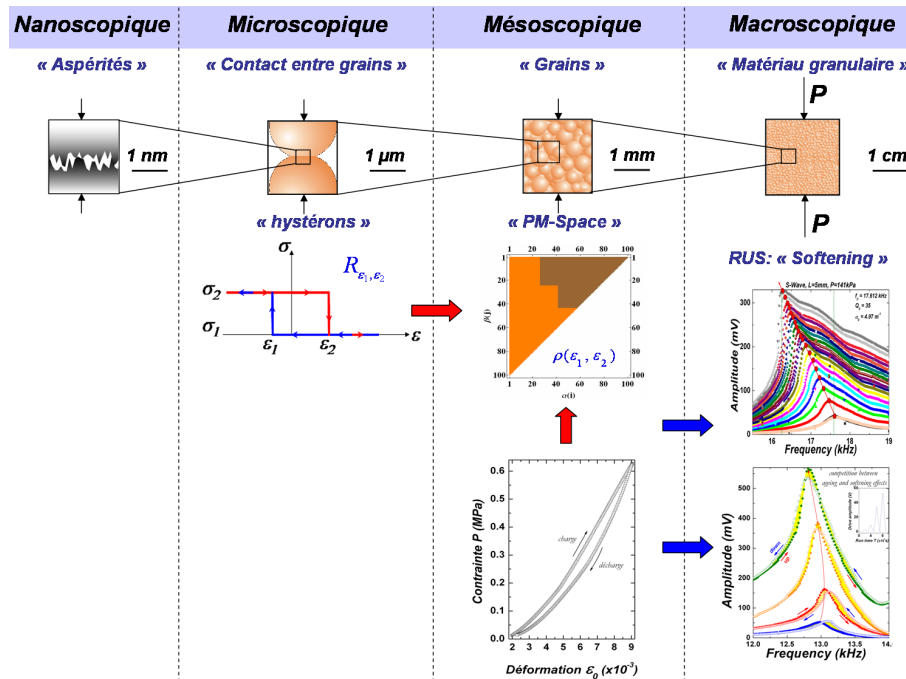


Figure B.1 : Représentation schématique des modèles phénoménologiques pouvant être employés pour modéliser le comportement hystérétique des matériaux granulaires. D'une part, à travers l'espace de *Preisach-Mayergoyz* en considérant un ensemble d'hystérons. D'autre part, à l'aide du modèle de *Mindlin* à l'échelle du contact entre deux sphères élastiques. Ces deux modèles phénoménologiques permettent de passer de l'échelle microscopique (à l'échelle du contact entre grains) à l'échelle macroscopique (module élastique effectif d'un matériau granulaire). Concernant l'échelle nanométrique on pourra se reporter au travaux réalisés par *Léopoldès et Jia* [234, 235].

L'idée principale de son modèle, étant de décomposer l'hystérésis physique (macroscopique) comme une somme d'hystérons (éléments mécanique élasto-plastique bistable) microscopiques. Cette approche mathématique, a été adoptée puis développée par *Mayergoyz* [236]. Il met alors en évidence l'applicabilité du modèle de *Preisach-Krasnoselskii* rendant la description des non-linéarités de types hystérétiques

possibles. Enfin, au cours des années 1990, le modèle de *Preisach-Krasnoselskiï-Mayergoyz* (PKM) fut étendu au cas des géomatériaux tel que les roches. Les premières applications de ce modèle en élasticité sont dues à *Huo* [237] et *Ortin* [238]. Il a notamment été développé par la suite par *McCall et Guyer* [163, 197], suivant différents protocoles de tests mécaniques, et dans les matériaux hétérogènes par *Gusev et al* [239, 240]. Le comportement non linéaire des matériaux granulaires principalement issus des contacts (jonctions) entre grains, lors d'essai quasi-statique ou dynamique, est caractérisé par l'existence d'une boucle d'hystérésis dans la relation contrainte-déformation (contact de *Hertz-Mindlin*). Par conséquent, l'utilisation de la théorie classique (au sens de *Landau*) est rendue inadéquate et impose le développement de nouvelles approches pour traiter au mieux les phénomènes hystérétiques (fig. B.1). Par ailleurs, il s'avère intéressant d'étudier l'applicabilité du modèle de *PM* au cas particulier des matériaux granulaires [241]. En effet, cette théorie pourrait nous permettre de modéliser le comportement hystérétique d'un matériau granulaire, obtenu lors d'essais quasi-statiques (soumis à de grandes déformations), comme illustré (fig. B.7.), où, lors d'essais dynamiques, par exemple, lorsque le matériau est soumis à des ondes acoustiques propagatives ou résonnantes [202].

L'hypothèse principale de ce modèle porte sur le fait que le comportement (non linéaire) macroscopique du matériau étudié est essentiellement dû à un grand nombre d'Unités Hystérétiques Élémentaires (UHE) appelée aussi hystérons. Ces unités sont des éléments constitutifs du matériau (représentant quelque part des éléments élasto-plastique bistable) qui possèdent deux états d'équilibre possibles, illustrés sur la figure (B.2).

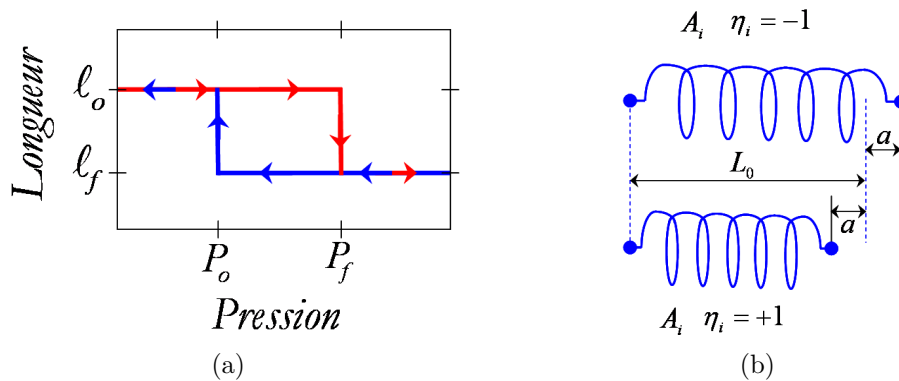


Figure B.2 : (a) Unité élastique rudimentaire (hystéron), la longueur change instantanément et dépend du sens de variation de la contrainte. Le comportement macroscopique d'un matériau non linéaire est dû à un ensemble d'unités hystérétiques. L'hystéron est caractérisé par une contrainte en hystérésis comprise entre 2 états d'équilibre en fonction de la longueur (ℓ_o , ℓ_f). (b) L'hystéron peut être vu comme la compression d'un ressort (élément élastique) pour 2 contraintes différentes. La longueur initiale du ressort étant $L_0 \pm a = L_0 + \eta a$, suivant l'état $\eta = \pm 1$.

Chaque hystéron microscopique est caractérisé par deux dimensions physiques qui sont la longueur ℓ (ou la déformation) et la contrainte P . Cet élément mécanique simple est donc décrit par deux paires de valeurs, qui sont les longueurs (ℓ_o , ℓ_f) (ou les déformations), la contrainte microscopique d'ouverture P_o et de fermeture P_f . Il apparaît alors clairement, que la réponse élastique de ces unités dépendent de l'histoire de la

pression à laquelle le matériau est soumis. En effet, l'utilisation de ce modèle nécessite une connaissance préalable de l'historique de la pression appliquée. On montre, à travers un exemple simple illustré sur la figure (B.3), qu'il est possible de construire une réponse hystérétique à partir de 3 hystérons. L'ensemble de ces hystérons peut être représenté dans un diagramme de la pression d'ouverture en fonction de la pression de fermeture appelé espace de *Preisach-Mayergoyz*. Dans cet espace, un point est caractérisé par le couple (P_o, P_f) correspondant (que l'on note plus généralement (α, β) suivant la formulation adoptée par Mayergoyz, que nous garderons par la suite). On montre, toujours à travers un exemple simple contenant 3 hystérons, qu'il est possible de déterminer une relation contrainte-déformation hystérétique en connaissant la distribution des hystérons contenus dans l'espace de *PM* : $\varrho(\alpha, \beta)$. Le cas particulier correspondant à un alignement de toutes les *UHE* sur la diagonale ($\alpha = \beta$), correspond au comportement d'un matériau ne présentant aucune hystérésis. En effet, un point de la diagonale correspond à un élément mécanique qui s'ouvre et se ferme sous la même contrainte, cet éléments n'est donc pas hystérétique. Le modèle se réduit à la théorie classique de *Landau*.

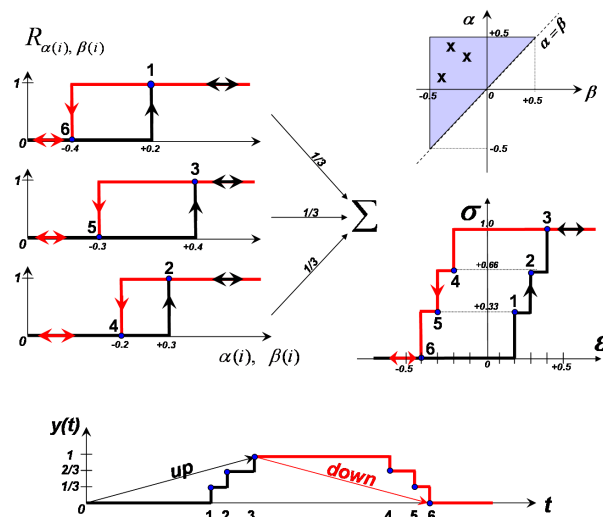


Figure B.3 : Exemple simple illustrant la construction d'une hystérésis à partir de 3 hystérons (UHE). La relation non-linéaire en hystérésis observée dans certains domaines de la physique peut être modélisée par un ensemble d'hystérons.

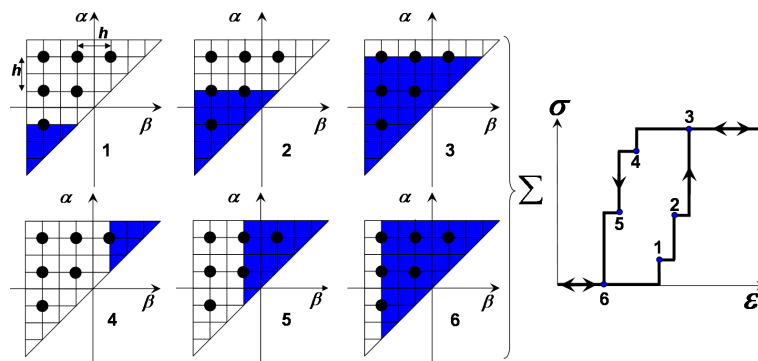


Figure B.4 : La distribution des UHE peut être représentée dans l'espace de *Preisach-Mayergoyz*. Par problème inverse, il est possible de reconstruire l'hystérésis en connaissant la fonction de distribution des UHE.

Le nombre d'éléments mécaniques pris en compte dans l'espace de *Preisach-Mayergoyz* influe sur la résolution de l'hystérésis ainsi construite. Si l'on considère des hystérons uniformément répartis sur l'espace PM, la simulation, illustrée figure (B.5), montre que lorsque le nombre d'hystérons augmente, la résolution de l'hystérésis est améliorée. Dans ce cas simple, pour $N = 200$ la résolution apparaît satisfaisante.

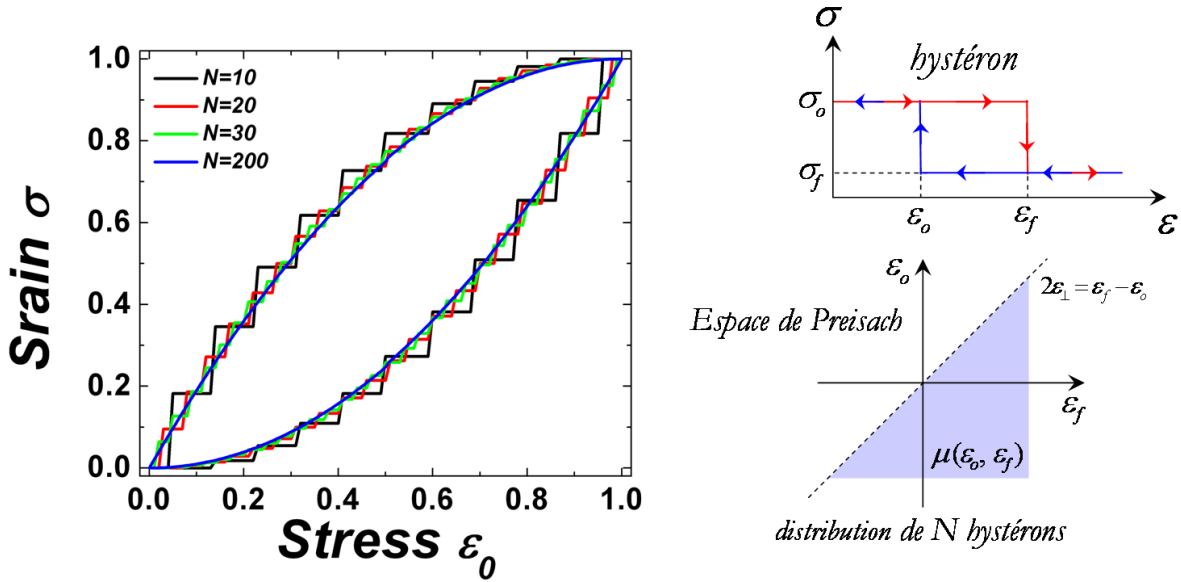


Figure B.5 : Réponse hystérétique obtenue en fonction du nombre (N) d'hystérons (UHE). L'augmentation du nombre d'UHE a pour effet d'améliorer la résolution de l'hystérésis. $\sigma_o - \sigma_f$ est une constante supérieure à 0. $\mu(\varepsilon_o, \varepsilon_f)$ correspond à la distribution d'hystérons et $\varepsilon_{\perp} = (\varepsilon_f - \varepsilon_o)/2$ correspond aux éléments mécaniques qui se trouvent sur la diagonale et qui ne sont pas hystérétiques.

Dans notre cas, ces UHE sont assimilables aux nombres de contacts entre grains ($\sim 5 \times 10^5$). En pratique, le nombre important d'UHE considéré, nécessite une simplification liée aux longueurs d'ouverture (ℓ_o) et de fermeture (ℓ_f), qui sont supposées identiques pour tout les UHE. Cela permet de différencier les UHE uniquement par les paires de contraintes (α, β). Afin de mieux comprendre l'utilisation de l'espace de *Preisach-Mayergoyz*, on peut à partir d'un protocole de pression, suivre l'évolution de l'hystérésis construite à partir de l'ensemble d'UHE uniformément réparti sur l'espace *PM*, illustré sur la figure (B.6). Pendant la première phase d'augmentation de la contrainte, c'est-à-dire du point 0 au point B , les UHE situées dans le triangle orange sont fermées, puis lorsque la pression diminue, du point B au point O , les UHE s'ouvrent. L'augmentation puis la diminution suivant le chemin $C D C'$ de la pression a pour conséquence de générer une boucle interne que l'on appelle congruence géométrique, dont la raideur est plus faible que celle de la boucle principale. Pour une revue plus détaillée, on pourra se reporter à la thèse très instructive de \dot{O} . *Donnagain* [242] effectuée dans le groupe de *A. Pokrovskii*.

Mayergoyz [236] pose deux hypothèses d'applicabilité du modèle PM qui peuvent être examinées expérimentalement. Pour l'expérimentateur, il s'agit donc de vérifier la stabilité du point final des cycles de chargement-déchargement et la présence de congruence géométrique. Un premier test consiste à contrôler si le point final du chargement demeure identique pour différents protocoles de chargement. Il s'agit donc de

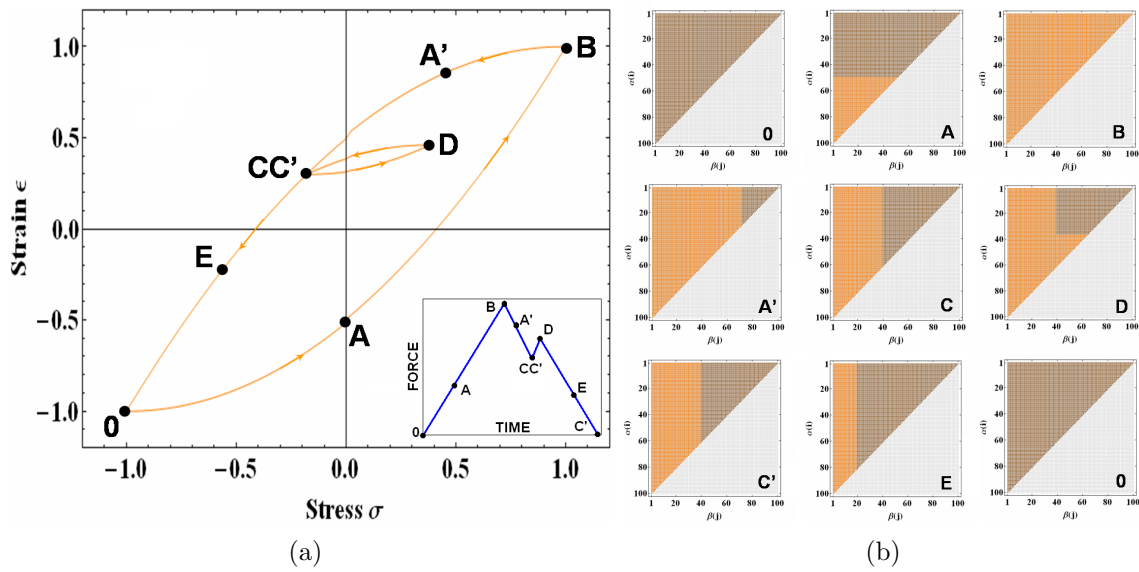


Figure B.6 : A gauche, exemple de réponse hystérétique synthétique obtenue suivant le protocole de pression appliqué au matériau, présenté dans l'encart. A droite, illustration de l'évolution de l'espace de *Preisach-Mayergoyz* associé à la réponse hystérétique du système comportant une congruence (petite boucle intérieure).

comparer le niveau de compression obtenu après que le matériau ait subi une répétition de cycles de chargements-déchargements mécaniques. Cependant, dans le cas des matériaux granulaires cette hypothèse ne prend pas en compte le vieillissement, cf. figure (B.8a), qui a pour effet d'augmenter la déformation maximale obtenue, la contrainte maximale étant identique. Cependant, l'expérience montre qu'au delà d'un nombre suffisant de cycles (> 20) successifs de chargements-déchargements, le point final tend à se stabiliser vers une déformation et contrainte unique. La première hypothèse est donc vérifiée. Pour la seconde hypothèse, il s'agit de vérifier la présence de congruence géométrique par l'observation de boucles d'hystérésis internes. Dans la pratique, ce test consiste à décrire expérimentalement des chargements-déchargements intermédiaires (en forme de « *dents de scie* »). Cette hypothèse a été vérifiée lors d'un test quasi-statique, illustré sur la figure (B.7). L'expérience montre, que malgré une histoire différente, l'aire géométrique contenue dans les boucles internes reste relativement proche. *Mayergoyz* a montré, comment il est possible de déterminer la fonction de densité $\rho(\varepsilon_o, \varepsilon_f)$ des hystérons microscopiques, à partir des courbes expérimentales de contrainte-déformation du matériau étudié, notamment lors d'essai quasi-statique. Pour cela, il prélève sur les mesures expérimentales d'hystérésis la branche décroissante limite (décharge) : ε_o est la déformation maximale de chaque hystérésis intermédiaire, avec σ_{ε_o} la contrainte correspondante, et les valeurs ε_f indiquent les déformations intermédiaires sur chaque branche décroissante limite, avec $\sigma_{\varepsilon_o\varepsilon_f}$ les charges correspondantes. A partir des coordonnées σ_{ε_o} et $\sigma_{\varepsilon_o\varepsilon_f}$ une fonction intermédiaire $F(\varepsilon_o, \varepsilon_f)$ est calculée sur chaque branche décroissante limite :

$$F(\varepsilon_o, \varepsilon_f) = \frac{\sigma_{\varepsilon_o} - \sigma_{\varepsilon_o\varepsilon_f}}{2} \quad (\text{B.1})$$

Dans le plan de coordonnées de déformation $(\varepsilon_o, \varepsilon_f)$, la fonction de densité $\rho(\varepsilon_o, \varepsilon_f)$

décrivant l'espace PM est alors déterminée par la relation :

$$\varrho(\varepsilon_o, \varepsilon_f) = -\frac{\partial^2 F(\varepsilon_o, \varepsilon_f)}{\partial \varepsilon_o \partial \varepsilon_f} \quad (\text{B.2})$$

La contrainte macroscopique $\sigma(\varepsilon)$ du matériau hystérétique est définie comme une superposition linéaire des paramètres microscopiques correspondants $\sigma(\varepsilon_o, \varepsilon_f, t)$ de différents hystérons microscopiques contenus dans la fonction de densité $\varrho(\varepsilon_o, \varepsilon_f)$:

$$\sigma(\varepsilon) = \iint_{\varepsilon_o \geq \varepsilon_f} \varrho(\varepsilon_o, \varepsilon_f) \sigma(\varepsilon_o, \varepsilon_f, t) d\varepsilon_o d\varepsilon_f \quad (\text{B.3})$$

La contrainte macroscopique peut être décomposée, suivant la somme (l'aire) des contacts ouverts ($S(\varepsilon_o)$) moins la somme des contacts fermés ($S(\varepsilon_f)$) contenus dans le triangle de *Preisach* :

$$\sigma(\varepsilon) = \iint_{S(\varepsilon_o)} \varrho(\varepsilon_o, \varepsilon_f) d\varepsilon_o d\varepsilon_f - \iint_{S(\varepsilon_f)} \varrho(\varepsilon_o, \varepsilon_f) d\varepsilon_o d\varepsilon_f \quad (\text{B.4})$$

On peut donc dire que le modèle PM est une description mathématique exacte avec une solution unique au problème. Cependant son inversion, correspond à un problème mathématique mal défini, nécessitant des hypothèses supplémentaires. *Guyer et McCall* fixent arbitrairement les valeurs ε_o et ε_f de tous les hystérons afin de résoudre ce problème inverse. *Gusev, Laurik et al* [239] ont montré que lorsque l'on dérive l'équation de *Mayergoyz* (B.4), le calcul conduit à l'expression d'une boucle hystérétique, dite quadratique. Ils trouvent la relation de raideur suivante : $\partial\sigma/\partial\varepsilon = -\alpha(\varepsilon_m + \text{sign}(\dot{\varepsilon})\varepsilon)$, avec ε_a et $\alpha \propto \varrho(\varepsilon_o, \varepsilon_f)$ la déformation maximale et le paramètre hystérétique. Cette expression pourra être comparée à celle obtenue par *Guyer* [175], que nous décrivons plus bas.

Tests mécaniques quasi-statiques d'un matériau granulaire

Les micro-inhomogénéités (*hystérons*) peuvent se manifester pendant un cycle de compression ou de traction quasi-statique pour de petites valeurs de déformation de l'ordre de $\varepsilon_0 \sim 10^{-3}$ (avant que la limite élastique soit atteinte) sous forme de non-linéarité et d'hystérésis (Fig. B.8, B.7) de la relation contrainte-déformation. Ce phénomène doit être distingué d'un essai quasi-statique mené au-delà de la limite élastique où la relation contrainte-déformation devient non-linéaire et montre une hystérésis à cause de la déformation plastique induite. Également attribuée à la présence de micro-inhomogénéités, la réalisation de petites variations dans un cycle de chargement et déchargement montre des boucles internes¹ (*congruences*) dont la pente dans le diagramme contrainte-déformation est supérieure (plus raide) à celle de la boucle principale (Fig. B.7b). Ces boucles internes n'affectent pas la courbure

1. Les boucles internes d'hysteresis de la relation contrainte/déformation sont congruentes si elles peuvent se déduire l'une de l'autre par une simple translation dans le diagramme contrainte/déformation. Cela est le cas pour le modèle PM lorsque des mini-cycles de contrainte sont effectués après deux historiques passés de contrainte complètement différents mais finissant exactement au même état de contrainte avant le mini-cycle. Cela est dû au fait que la même partie de l'espace de *Preisach* est auscultée lors de tous ces mini-cycles, indépendamment des historiques passés de contrainte.

de la relation contrainte-déformation dans la grande boucle externe, on parle alors d'effet mémoire (« *end-point memory* » ou « *discrete memory* ») [243]. Néanmoins, pour les roches et matériaux granulaires, la vitesse de déformation pendant un test de compression quasi-statique influence la forme de l'hystérésis et la non-linéarité de la relation contrainte-déformation. L'origine physique de ces effets de relaxation demeure encore mal comprise à ce jour. Si la modélisation dans l'espace *Preisach-Mayergoyz* permet une compréhension phénoménologique de l'effet mémoire et des hystérésis dans le comportement élastique des géomatériaux, elle ne rend pas compte de l'influence de la vitesse de déformation sur l'ouverture et la fermeture des fissures ou contacts [164, 244]. Cependant, comme décrit pages 253 dans [175], des adaptations récentes de ce modèle permettent de prendre en compte des réalités expérimentales plus complexes, telles l'aspect tridimensionnel, la dépendance fréquentielle ou encore l'anisotropie [245, 246]. Celles-ci ont commencé à être introduites avec succès dans les logiciels de simulation [247, 248, 249] et à être testées expérimentalement [248, 246]. L'aire de la boucle correspond à l'énergie dissipée au cours d'un cycle de chargement-déchargement et dépend de la relation : $\Delta W = \oint \sigma d\varepsilon$ avec $1/Q = \Delta W/W$, W étant à l'énergie (moyenne) stockée au cours de ce cycle.

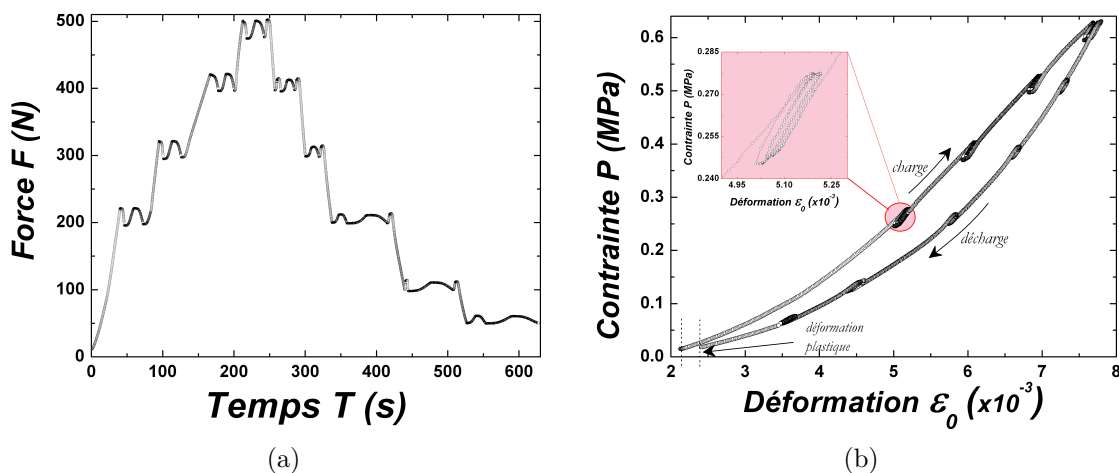


Figure B.7 : (a) Protocole de l'expérience de compression quasistatique uniaxiale imposée au matériau (histoire). (b) Relation contrainte-déformation obtenue expérimentalement pour un matériau granulaire sec, illustrant l'hystérésis et le phénomène de « *mémoire discrète*. Extrait de [250].

Le résultat, (fig. B.8a), représente la relation contrainte-déformation d'un matériau granulaire d'épaisseur 20mm qui a été soumis à trois pressions de confinement différentes ($P = 0.15, 0.21, 0.62\text{MPa}$). Ce résultat met en évidence une hystérésis lors d'un cycle de chargement/déchargement (voir flèches sur la figure). L'aire de boucle (dissipation) augmente lorsque P augmente. Après avoir subi un nombre (23) successif de cycles de chargement/déchargement, l'hystérésis persiste et l'aire de la boucle tend à diminuer, la raideur moyenne tend à être reproductible. L'hypothèse de stabilité du point final est trouvée. Cette observation est corroborée par une mesure de la vitesse de propagation du son en fonction de la contrainte (fig. B.8b). Le comportement des matériaux granulaires présente clairement une courbe en hystérésis lors d'essais quasi-statiques. Il s'agit alors de présenter une nouvelle application du modèle de *PM*

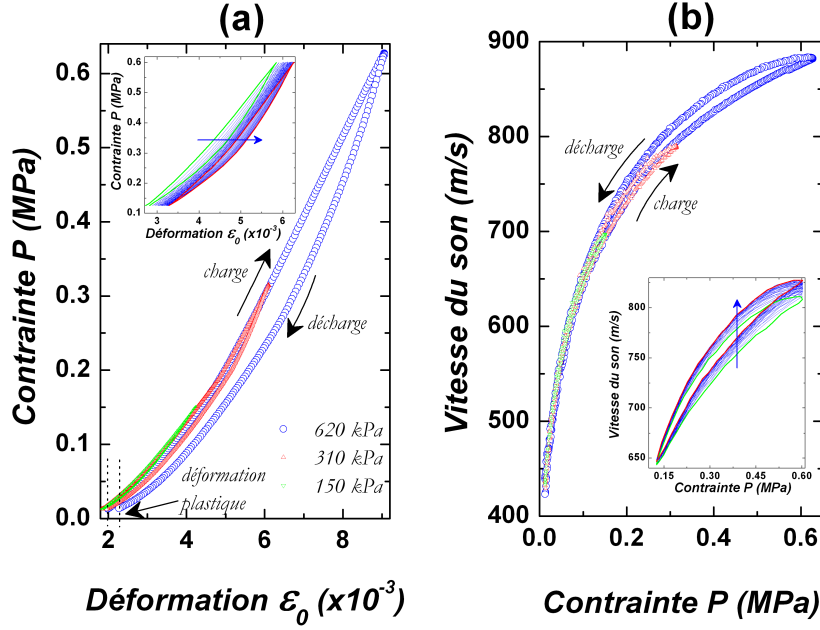


Figure B.8 : (a) Illustration de la relation contrainte(σ)-déformation(ϵ) obtenue pour un matériau granulaire d'épaisseur 20mm ayant subi un cycle de chargement/déchargement, pour une contrainte de (•) $P = 620kPa$, (Δ) $P = 210kPa$ et (∇) $P = 150kPa$. Dans l'encart, la relation contrainte-déformation après avoir subi plusieurs cycles de chargement/déchargement successifs. (b) La mesure de la vitesse de son, par la méthode des temps de vols, permet de corroborer cette observation. Plus la contrainte de confinement maximale augmente, plus l'aire (dissipation) de la boucle augmente. Dans l'encart, on observe que lorsque le nombre de cycle augmente l'aire de la boucle tend à diminuer pour atteindre une raideur moyenne reproductible. Extrait de [250].

aux cas des relations de contrainte-déformation des matériaux granulaires. A partir de mesures expérimentales d'hystérésis obtenues lors d'essais quasi-statiques, nous pouvons utiliser la méthodologie décrite par Mayergoyz [236] afin de déterminer la fonction de distribution des hystérons, traduisant l'espace PM , contenant les N hystérons microscopiques. Par méthode inverse, il est possible de vérifier sa validité par la reconstruction de l'hystérésis à partir de l'espace PM que l'on pourra comparer à celle initiale.

Exemple de calcul illustrant le comportement qualitatif de ce modèle [175] — Pour que ce modèle puisse être appliqué, il est nécessaire de connaître la pression initiale, le protocole de pression appliqué, ainsi que la densité d'hystéron. L'hystéron peut être vu comme un ressort suivant deux positions d'équilibres, comme illustré sur la figure (B.2). Prenons par exemple, le cas d'un cycle de chargement-déchargement mécanique pour une pression Σ comprise entre $\pm S$. On suppose un ensemble d'hystéron (ϱ) dont une partie est située sur la diagonale ($X = Y$), les autres distribuées dans la zone (triangulaire) de l'espace Preisach défini par la fonction de distribution suivante :

$$\varrho(X, Y) = \frac{p}{2S} \delta(X - Y) + \frac{1-p}{2S^2} \quad (\text{B.5})$$

avec p un coefficient d'ajustement permettant d'augmenter ou de diminuer l'aire de la boucle hystérétique. La pression augmente linéairement de $-S$ à $+S$ puis diminue de nouveau jusqu'à $-S$. Initialement, $\eta_i = -1$ et $b_0 = L_0$ (cf. fig. B.2b) tant que Σ reste inférieure à $-S$. Lorsque Σ augmente la longueur du ressort b_0^\uparrow diminue suivant

la relation :

$$\left\{ \begin{array}{l} b_0^\uparrow(\Sigma) = L_0 - \Delta L \int_{-S}^{\Sigma} dX \int_{-S}^X dY \varrho(X, Y) \\ b_0^\uparrow(\Sigma) = L_0 - \Delta L \left[p \left(\frac{\Sigma+S}{2S} \right) + (1-p) \left(\frac{\Sigma+S}{2S} \right)^2 \right] \end{array} \right\} \quad (\text{B.6})$$

A la pression maximale $b_0 = b_0^\uparrow(+S) = L_0 - \Delta L$. Enfin, lorsque Σ décroît la longueur du ressort b_0^\downarrow augmente suivant la relation :

$$\left\{ \begin{array}{l} b_0^\downarrow(\Sigma) = b_0^\uparrow(+S) - \Delta L \int_{\Sigma}^{+S} dX \int_X^{+S} dY \varrho(X, Y) \\ b_0^\downarrow(\Sigma) = L_0 - \Delta L + \Delta L \left[p \left(\frac{S-\Sigma}{2S} \right) + (1-p) \left(\frac{S-\Sigma}{2S} \right)^2 \right] \end{array} \right\} \quad (\text{B.7})$$

On peut remarquer que $b_0^\uparrow(-S) = b_0^\downarrow(-S) = L_0$. Ceci permet de déterminer l'expression de la déformation moyenne $\varepsilon(\Sigma) = (b_0(\Sigma) - L_0)/L_0$. La déformation moyenne correspond à la somme de $(b_0^\uparrow + b_0^\downarrow)/2$ et $(b_0^\uparrow - b_0^\downarrow)/2$. Après calcul, on trouve que $\varepsilon(\Sigma)$ vaut :

$$\varepsilon(\Sigma) = -\frac{\Delta L}{L_0} \left(\frac{S + \Sigma}{2S} - \text{sign}(\dot{\Sigma})(1-p) \left(\frac{S^2 - \Sigma^2}{4S^2} \right) \right) \quad (\text{B.8})$$

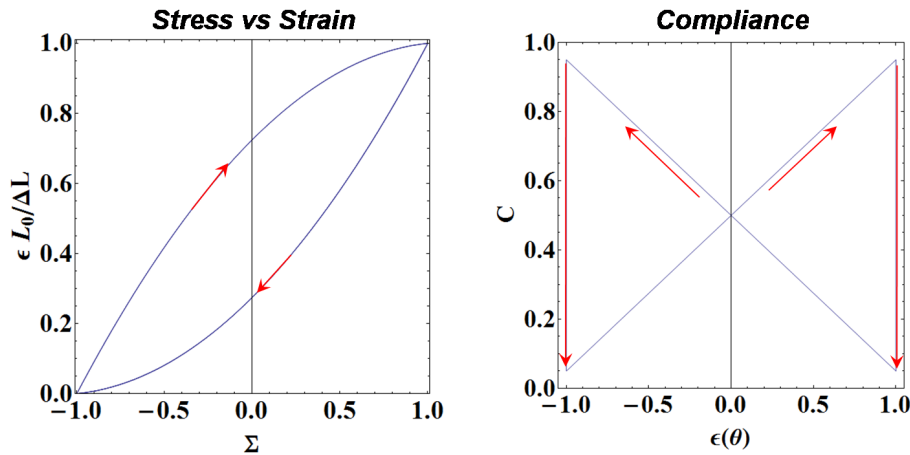


Figure B.9 : Déformation moyenne ($\varepsilon L_0/\Delta L$), issue de l'équation (B.8), et compliance, issue de l'équation (B.9), en fonction de la pression (Σ) obtenue pour $p = 0.1$ et $S = 1$.

Cette expression décrit une boucle d'hystérésis dont l'ouverture (l'aire) est contrôlée par le paramètre $0 \leq p \leq 1$, illustré sur la figure (B.9). Lorsque l'amplitude de la déformation augmente, l'aire (énergie dissipée) de la boucle hystérétique augmente. La compliance associée ($C = -\partial\varepsilon/\partial\Sigma$) est donnée par la relation :

$$C = -\frac{\Delta L}{L_0} \frac{1}{2S} \left(1 + \text{sign}(\dot{\Sigma})(1-p) \frac{\Sigma}{S} \right) \quad (\text{B.9})$$

Dynamique

Dans le cas de l'expérience de la barre résonante, il nous faut une distribution d'hystérons spécifique $\varrho(X, Y)$. L'amplitude de la relation de contrainte-déformation obtenue par la méthode de résonance est beaucoup plus faible que celle obtenue lors d'un

essai quasi-statique. *R. Guyer* [175] propose de prendre une distribution d'hystéron appropriée au cas particulier de l'expérience de la barre résonante et qui corresponde à des petites régions de l'espace de *Preisach*. Il détermine et propose alors une solution (parmi d'autres) de la fonction de distribution d'hystéron pouvant être utilisée directement pour décrire la relation contrainte-déformation mesurée par la méthode de résonance. $\varrho(X, Y)$ est défini par la relation suivante :

$$\varrho(X, Y) = A\delta(X - Y) + \alpha \quad (\text{B.10})$$

avec A et α des paramètres d'ajustement de la boucle hystérétique. L'amplitude du signal d'excitation est F_0 , et la déformation au centre de la barre varie entre $\pm C \propto F_0$. En utilisant la méthode de résolution précédente, avec $\varepsilon_\uparrow = (b_\uparrow - L_0)/L_0$ et $\varepsilon_\downarrow = (b_\downarrow - L_0)/L_0$, on trouve que la déformation (dans ce cas acoustique) ε est décrit par la relation :

$$\varepsilon - \varepsilon(0) = \varepsilon_0 \left((A + \alpha C)\Sigma - \text{sign}(\dot{\Sigma}) \frac{\alpha}{2}(C^2 - \Sigma^2) \right) \quad (\text{B.11})$$

avec $\varepsilon(0) = AC + \alpha C^2$ et $\varepsilon_0 = \Delta b/L$. Enfin par méthode itérative, on trouve l'expression de la contrainte Σ en fonction de ε défini par la relation :

$$\Sigma(\varepsilon(\theta)) = \underbrace{E_0\varepsilon}_{\text{Hooke}} - \underbrace{\gamma E_0 \left(\varepsilon_m \varepsilon + \text{sign}(\dot{\varepsilon}) \frac{1}{2}(\varepsilon^2 - \varepsilon_m^2) + \dots \right)}_{\text{équation d'état hystérétique}} \quad (\text{B.12})$$

avec $E_0 = 1/A$ le module d'Young du matériau, $\gamma = \alpha E_0$ le paramètre hystérétique et $\varepsilon_m = C/E_0$ la déformation maximale au centre de la barre.

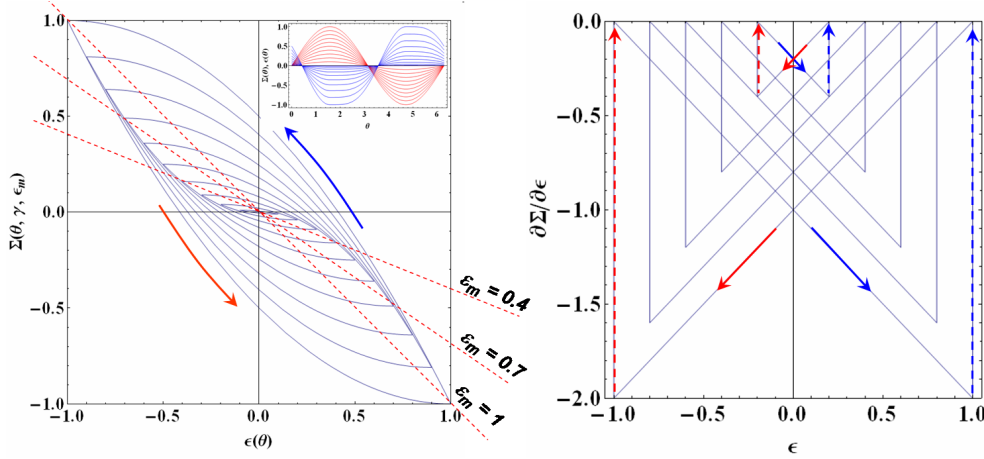


Figure B.10 : A gauche, équation d'état hystérétique, issue de l'équation (B.12), et à droite, raideur, issue de la partie droite de l'équation (B.13), en fonction de la déformation acoustique ($\varepsilon = \varepsilon_m \sin(\theta)$), obtenue pour un paramètre hystérétique $\gamma = 0.5$. L'amplitude de la déformation acoustique (ε_m) varie de 0 à 1 par pas de 0.1. L'augmentation de la déformation acoustique a pour effet de diminuer la raideur et l'aire de la boucle (ou l'énergie dissipée par cycle).

La raideur macroscopique (en forme de nœud papillon) associée vaut :

$$D = \frac{\partial \Sigma}{\partial \varepsilon} = E_0 - E_0 (\gamma \varepsilon_m + \text{sign}(\ddot{\varepsilon}) \gamma \varepsilon) \quad (\text{B.13})$$

Lorsque l'amplitude de la déformation acoustique ε_m augmente, la raideur diminue et l'aire de la boucle hystérétique augmente (le dissipation Q^{-1} augmente). La valeur du paramètre hystérétique γ doit être inférieure à 0.5, elle peut s'étaler de 0 à 0.5. La distribution d'hystérons, définie par l'équation (B.11), permet de construire une hystérésis dont l'aire (représentant l'énergie dissipée ΔW par cycle) et l'amplitude sont pilotées par les coefficients γ et ε_m respectivement, cf. figure (B.10) pour $\varepsilon_m = 0, \dots, 1$ par pas de 0.1.

ANNEXE **C**

Publications

Sound scattering in dense granular media

JIA XiaoPing[†], LAURENT J, KHIDAS Y & LANGLOIS V

Laboratoire de Physique des Matériaux Divisés et des Interfaces, Université Paris-Est, CNRS UMR 8108, 77454 Marne-la-Vallée, France

The sound propagation in a dense granular medium is basically characterized by the ratio of wavelength to the grain size. Two types of wave transport are distinguished: one corresponds to coherent waves in the long wavelength limit, the other to short-wavelength scattered waves by the inhomogeneous contact force networks. These multiply scattered elastic waves are shown to exhibit a diffusive characteristics of transport over long distances of propagation. Determination of the transport mean free path l^* and the inelastic absorption (Q^{-1}) allows the inference of the structural properties of the material such as the heterogeneity and internal dissipation. The relevance of our experiments for seismological applications is discussed. Moreover, we apply the correlation technique of the configuration-specific sound scattering to monitoring the dynamic behaviour of the granular medium (irreversible rearrangements) under strong vibration, shearing and thermal cycling, respectively.

sound propagation and scattering, granular media, correlation of acoustic speckles, rearrangements

Granular materials are composed of large conglomeration of discrete macroscopic particles. They are ubiquitous in nature and are involved in a wide range of industrial applications such as agriculture, pharmaceuticals and construction. The study of a granular medium is also of fundamental interest. The physics uncovered in granular materials has clear relevance to a wide variety of dissipative, non-equilibrium systems, including glasses and dense colloidal suspensions^[1,2], and also to nonlinear phenomena such as avalanche and earthquake dynamics on a much larger scale^[3]. In a static assembly of non cohesive grains, the inter-particle contact forces are nonlinear, repulsive and frictional (i.e. history dependent). Photo-elastic visualization experiments and simulations show that the spatial distribution of the contact forces arising as a result of the external load is highly inhomogeneous^[4,5]. The strongest forces carrying most of the applied load are concentrated in a tenuous network of percolating force chains that extend over many particle sizes. For grains made of a rigid material, the deformation at the contact between the grains is extremely small compared with its grain size. Such a contact network is therefore fragile, and any external disturbance (acoustical

or thermal) incompatible with the force chains structure will lead to its irreversible rearrangement^[6–8]. It is this network of contacts that determines most salient mechanical properties of a dense granular medium such as its ability to bear a load, nonlinear elastic response and dense flow behavior.

In dry or weakly wet granular media, compressional and shear acoustic waves propagate from grain to grain through the contact network. Small amplitude elastic waves provide a unique non invasive probe of both the structure and the nonlinear elasticity of the force chain network within real 3D or optically opaque granular media^[6,7,9–11]. According to the ratio of the wavelength to the length scales which characterize the heterogeneity of the medium, one observes the different phenomena of wave propagation. At low frequencies such that the wavelengths are very long compared with the correlation length of force chains or the spacing between them, the granular medium is effectively homogeneous continuum

Received June 5, 2009; accepted August 2, 2009
doi: 10.1007/s11434-009-0609-1[†]Corresponding author (email: jia@univ-mlv.fr)

Supported by the Institute Carnot VITRES

to the propagating wave, with the macroscopic property of the medium that is a function of the material properties of the particles (rigidity, roughness) and the structure of the solid frame skeleton. In a granular assembly of elastic spheres, the effective medium approach based on the Hertz-Mindlin contact theory describes correctly the pressure dependence of sound velocity observed if one accounts for the increase in the number density of contacts by external load and the stress field fluctuations^[12–15]. Virtually most standard measurements of acoustic velocities and attenuations focus on the coherent propagation of effective waves which provide a means for characterizing the large scale properties of the medium, though microstructural features are not readily resolved.

At high frequencies when the wavelength decreases down to the order of the grain size, scattering effects caused by the spatial fluctuations of force chains become very significant and the effective contact medium is no longer valid description. The energy of a propagating wave spreads in many directions, and strong interference effects occur between scattered waves that have traveled different paths through the medium, resulting in acoustic speckles analogue to the more familiar cases of optical speckles^[16–19]. In this regime, scattered sound waves are configuration specific, i.e. fingerprints of the exact structure of the force chains. A minute movement of grains or evolution of the contact network can effectively modify the sound paths or channels, making scattered sound waves a very sensitive tool for studying configurational variations of the contact network, e.g. due to mechanically or thermally induced irreversible rearrangements^[6,7]. Before scattered sound waves are made more quantitative probe, one needs to determine the characteristics of the wave transport in the granular medium.

In this work, we analyze the transport of scattered elastic waves in strongly disordered granular contact networks. The mode conversion between compressional and shear waves as well as the diffusion approximation are discussed. We show that the diffusion constant D and Q -factor deduced by the appropriate boundary conditions allow the inference of the static properties of the medium (heterogeneity and dissipation). In addition, we make use of a correlation technique of the multiply scattered ultrasound to investigate the relationship between the structure change of the contact force networks and the dynamic behavior of the granular medium under

strong vibration, mechanical shearing and thermal cycling. Two kinds of irreversible rearrangements of the contact force networks are observed respectively associated with grain motion and grain contact modification.

1 Coherent propagation and wave scattering

Our dense dry granular media are composed of polydisperse glass beads of diameter $d = 0.6–0.8$ mm, confined in a cylinder of 30 mm in diameter and closed by two fitted pistons. A normal stress of the order of 100 kPa is applied to the sample across the top piston. To minimize the hysteretic behavior and improve the reproducibility of experiments, one cycle of loading-unloading is performed in the granular packs before any measurement. The volume fraction of our glass bead packs is 0.63 ± 0.01 . Height of the granular sample ranges from $L = 5$ mm to 20 mm. A large source transducer of diameter 30 mm is placed on the axis at the top and bottom of the cell. To investigate the high-frequency scattered elastic waves through the granular medium, a ten-cycle tone burst excitation centered at $f = 500$ kHz is applied to the longitudinal source transducer. The vibration displacement of the source transducer is about 1 nm. As to the detector, two different diameters of transducers are used: 2 mm and 10 mm (Figure 1). Both the source transducer and detectors are in direct contact with glass beads. The transmitted ultrasonic signals are digitized and signal averaged to improve the signal-to-noise ratio and to permit subsequent analysis of data.

In Figure 2, we show the ultrasound propagating

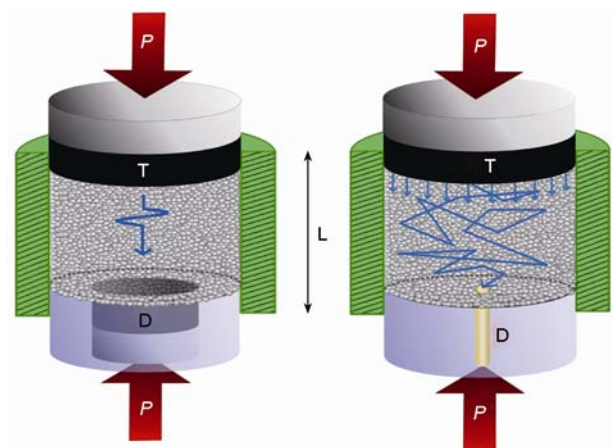


Figure 1 Multiple scattering of elastic waves in a confined granular packing under stress P . “T” and “D” correspond to a large source transducer and a small detector, respectively.

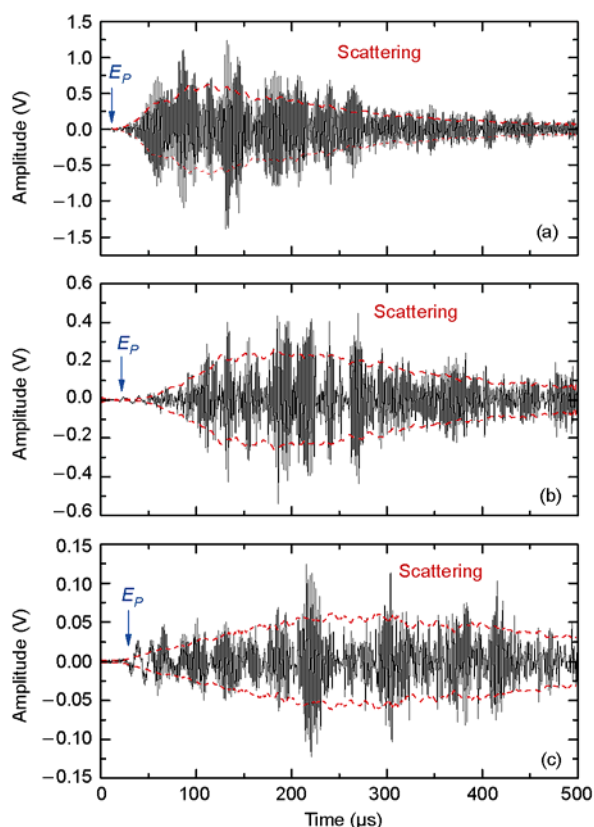


Figure 2 Transmitted ultrasonic signals through a dry glass beads packing of $d = (0.7 \pm 0.1)$ mm under an applied stress $P = 0.7$ MPa at different source-detector distance L : (a) 7 mm; (b) 11 mm; (c) 15 mm.

through a glass bead packing of thickness $L = 7, 11$ and 15 mm under axial stress of $P = 0.7$ MPa, detected by a small transducer of 2 mm. The transmitted temporal signal consists basically of a primary low-frequency coherent component and a strongly fluctuating high-frequency incoherent component^[9]. The coherent pulse E_P well defined at the leading edge of the transmitted signal corresponds to a self-averaging effective wave propagating ballistically at compressional wave velocity $v_P \approx 700$ m/s, while the high-frequency incoherent signal (~ 500 kHz) arriving mostly at later times is associated with speckle-like scattered waves by the inhomogeneous distribution of force chains. Indeed, at such a high frequency, the acoustic wavelength is comparable to the bead diameter, $\lambda_P/d \sim 1.5$; thus one expects to encounter strong sound scattering in a granular medium. Note that both the coherent component and incoherent scattered one remain stable during a time scale of a few minutes, implying that the nonlinear hysteretic behavior induced by the sound propagation itself is negligible for the range of amplitude used^[6]. As the distance source-de-

tector L is increased, the width of the pulse E_P broadens and the corresponding arrival time increases proportionally, whereas the incoherent signals associated with scattered waves spreads more and more in arriving time.

In contrast to the coherent pulse which is self-averaged and configuration insensitive, the acoustic speckles are configuration specific and exhibit a fluctuating behavior due to the random phases of the scattered waves through a given contact force network. Hence, an ensemble average of configurations can cancel scattered wave signals and leave only the coherent wave E_P . As mentioned previously^[10], another coherent signal noted as E_S emerges from this averaging procedure. This signal hidden in the noisy speckle-like signal for a given configuration propagates ballistically at a shear velocity about $v_S \approx 400$ m/s (Figure 3(a)). Figure 3(b) shows that the use of a transverse transducer as source can lead to a considerable enhancement of this shear wave excitation without ensemble averaging thanks to the temporal and spatial coherence.

To investigate quantitatively the statistical characteristics of scattered waves, we focus on the intensity evolution in space and time of a wave train injected into the granular medium. This enables us to track the wave transport behavior after the phase coherence is destroyed by random scattering. The time dependence of the average intensity of the scattered waves is then determined by squaring the envelope of the deduced waveform and averaging over fifty samples realized according to the same protocol of sample preparation. In Figure 2, we

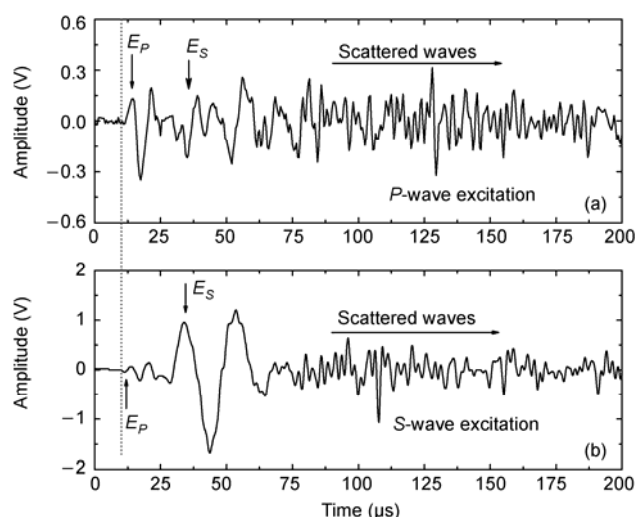


Figure 3 Ultrasonic signals at a given configuration transmitting through a sample thickness of 10 mm: They are excited respectively by compressional (a) and shear (b) transducers centered at 1 MHz.

present the corresponding average amplitude profile of scattered wave transmission, which rises gradually from an early time value below the noise level to a maximum and decays exponentially at late times. As the sample thickness is increased, not only the overall amplitude decreases but the temporal profile broadens and the peak occurs at later times. Figure 4 illustrates the average transmitted sound intensity on a logarithmic scale obtained at $L = 11$ mm, together with the intensity profile predicted by a diffusion model with the best fit parameters (see section 2.2). This behavior is reminiscent of the multiple scattering of acoustic waves through a concentrated suspension of glass beads immersed in water^[17,18]. However, we stress that in granular media sound waves propagate directly from bead to bead through their mutual contacts and not via the ambient fluid after scattering from the beads.

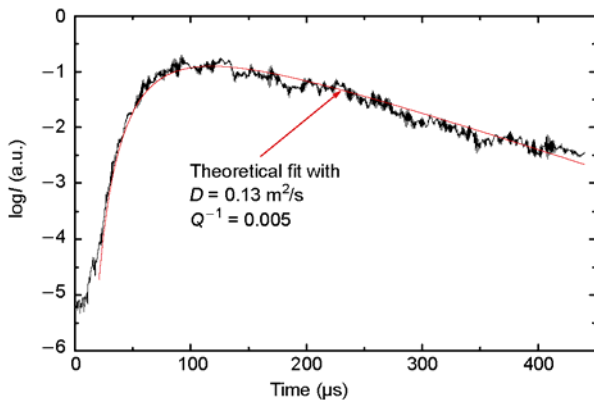


Figure 4 Intensity profile of ultrasound scattering for averaged over 50 configurations for transmission distance of $L = 11$ mm in the glass beads packing. Solid line corresponds to the theoretical solution (eq. (4)) with the fitting parameters D and Q^{-1} .

2 Analysis of the scattered wave transport

2.1 Wave scattering in a disordered contact network

For the range of frequency used in this study which is below the acoustic resonances of individual glass beads, the granular network can be modeled as an effective random network of point masses (beads) and springs-bonds determined by the Hertz-Mindlin contacts. Due to the inhomogeneous distribution of individual bead contact forces, this network exhibits spatial fluctuations of both density and elastic modulus, closely analogous to an amorphous solid. Sound scattering observed in such an elastic medium can be naturally interpreted within the framework of a radiative transport theory developed for

a randomly inhomogeneous medium. However, it is worth emphasizing the peculiar position of the granular medium amongst randomly scattering media in general. In fact, the topologically disordered granular packing plays a twofold role. It builds the medium in which elastic waves propagate, but being random it is also responsible for the disorder effects. There is no separation of the system into a reference medium and scatters. As in the case of amorphous materials, it is by no means obvious to define an effective medium in a self-consistent manner beyond a zero order mean field theory. And actually no explicit radiative transport theory is available for the granular medium.

Nevertheless, we expect to infer qualitative features of wave transport for the case of granular media in terms of the elastic wave transport theory developed for a random medium. Starting from the first principles (elastic wave equations), Weaver^[20] and Ryzhik et al.^[21] derived radiative transport equations (RTE) that account for both shear polarizations and mode conversion between compressional and shear modes. The resulting RTE are determined explicitly in terms of the power spectral densities of the fluctuations of the material density and elastic modulus. This description provides a good approximation for statistically homogeneous media, when the wavelengths are comparable to the correlation lengths of the material heterogeneities (density and elastic modulus) allowing a strong wave scattering and the fluctuations are not strong or anisotropic enough to cause wave localization.

Let us consider a plane-wave compressional pulse propagating through the granular medium towards the detector. A certain amount of the wave energy is scattered by the inhomogeneous density and stiffness from the forward direction into other directions. As the number of scattering increases, the component that remains coherent is attenuated exponentially with path length and the wave energy is gradually transferred to the incoherent scattered waves. The pulse front of the transmitted signal E_p shown in Figure 3(a) corresponds precisely to the propagation of the low-frequency part of the incident pulse which has suffered no scattering. Although this coherent component is small in amplitude, its importance lies in the fact that it is through pulse front propagation that the causal nature of the wave becomes manifest, and the propagation speed of the coherent wave can be measured by tracking the front. A similar behavior of wave transport is expected when the

incident pulse is a shear wave. However, the difference between the compressional and shear velocity ($v_S < v_P$) results in a shorter scattering mean free path for the shear wave at a given frequency, which explains probably the very low-frequency component of the shear wave that remains coherent E_S after traveling across the sample (Figure 3(b)).

The dominant energy component of the scattered wave is at high frequency, which has a multiply scattered behavior approaching closely to a diffusive regime. In the intermediate frequency range, the wave undergoes single or forward scattering and is responsible for the early time behavior of the scattered waves. However, the underlying physics of multiple elastic wave scattering differs considerably from that of electromagnetic waves or acoustic waves in a suspension due to the interaction between the compressional and shear waves. The mode conversion produced by random scattering processes gives rise to the coupling of the transport equations for the two types of waves. As illustrated in Aki^[22], the compressional- to shear-wave mode conversion is much more favored than the inverse mode conversion process for each single scattering. Over long distances of propagation compared with the transport mean free path and over long time compared with the transport mean time, the mode conversion process leads to a complete depolarization of shear waves and the onset of the diffusive regime. In this diffusion limit, the compressional- and shear-wave energy conversion equilibrates in a universal way, independent of the details of the scattering processes and of the nature of the excitation source. The energy ratio is governed by an equipartition of energy law^[20,21], $K = U_S(t, r)/U_P(t, r) = 2(v_P/v_S)^3$ where U_P and U_S are the compressional and shear spatial energy densities and the factor of 2 is due to the polarization of the shear waves. For typical values of $v_P/v_S \geq \sqrt{3}$, the equipartition law predicts the energy ratio $K \geq 10$. This shows that in the diffusive regime the shear waves dominate in the scattered wave field, which is observed in the seismological data^[23]. Moreover, the elastic radiative transfer equation is reduced to the diffusion equation (see below). The diffusion coefficient D is a weighted mean of the individual diffusion coefficients of the compressional wave D_P and shear wave D_S :

$$D = (1+K)^{-1}(D_P+KD_S). \quad (1)$$

With the weights $K \geq 10$ determined by the equipartition law, one obtains from eq. (1) $D \approx D_S = (1/3)v_S\ell_S^*$. This demonstration confirms the applicability of the diffusion

equation for describing the multiple scattering of elastic waves. As mentioned previously, the single scattering prevails in the early time behavior of the scattered waves. Instead of the diffusion model, an RTE is expected to provide a more accurate description of wave transport at the short time scale.

2.2 Diffusion approximation

The diffusion approximation has been very successfully and widely applied to the description of optical and acoustical transports over large distances in multiply scattering media^[16–19]. To test the validity of the diffusion approximation in describing the ultrasound propagation in bead packs, we follow the method in Page et al.^[17], by comparing the measured average scattered intensity to the transmitted flux calculated with the solution of a scalar diffusion equation for the acoustic energy density $U(r, \theta, z, t)$ in a cylindrical cell of thickness L and diameter $2R_0$:

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

where $f(r, \theta, z, t)$ is the source of diffusing sound, D is the diffusion coefficient of ultrasonic energy through the random medium and τ_a^{-1} is an energy dissipation rate. To this end, we consider an instantaneous pulse sound incident on the medium which begins to diffuse after traveling a distance z_0 inside the sample, so that the initial conditions can be rewritten via the Dirac δ -function associated respectively with variables t and z as $f(r, \theta, z, t) \equiv f_1(r, \theta)\delta(t)\delta(z-z_0)$. In this study the input face of the sample is illuminated uniformly by a 3-cm large transducer. For the transmitted acoustic energy density on the axis $r = 0$ of the cylinder at a distance $z = L$ much less than its diameter $2R_0$, it may be reasonably approximated by the solution, $U(z, t)$, corresponding to that of a plane wave incident on a slab of thickness L , subject to the appropriate boundary conditions:

$$\begin{aligned} U - C\partial U/\partial z &= 0 \text{ at } z = 0, \\ U + C\partial U/\partial z &= 0 \text{ at } z = L. \end{aligned} \quad (3)$$

Here $C = (2f^*/3L)(1+R)/(1-R)$ and R is the reflectivity of the cell wall averaged over the incident angle θ . In this study the internal reflections at the boundaries are accounted for in a fashion analogous to that developed for describing the diffusive propagation of light or sound. To make an estimate for R , we calculate the reflection of a longitudinal wave incident from the granular medium on the duralumin cell wall. Taking for the duralumin $\rho = 2700 \text{ kg/m}^3$, $v_P = 6400 \text{ m/s}$, $v_S = 3100 \text{ m/s}$ and for the

granular medium $\rho = 2500 \times 0.63 \text{ kg/m}^3$, $v_p = 1000 \text{ m/s}$, we obtain a reflectivity $R \approx 0.96$ at the cell wall, which is close to 1. Such a value is substantially higher than the reflection coefficient of flux for normal incidence from the granular material to the duralumin which is 0.69. Indeed much of the multiply scattered sound inside the sample is incident on the boundary at very large angles resulting in the total internal reflection. For simplicity, we will assume here that the cell wall is perfectly reflecting. For these boundary conditions, the incident flux normal to the detector $J(t)$ is given by

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

with U_0 the deposited source energy, $\delta_n = 2$ for $n = 0$ and $\delta_n = 1$ for $n \neq 0$. To account for the finite width of the incident pulse, we should also convolute eq. (4) with the tone burst shape, a rectangular-envelope time window of $20 \mu\text{s}$.

Eq. (4) predicts that the temporal profile of the average energy density depends sensitively on the diffusion coefficient D and the absorption time τ_a . The initial rise of the diffusive pulse is determined by D , while the decay is strongly influenced by τ_a . The pulse width is also influenced by the internal reflections at the sample interfaces which cause the sound to remain inside the medium for a longer time and thus lengthen the diffusive pulse. In the diffusion approximation for scalar transport equations, the diffusion coefficient is given by $D = (1/3)v_e\ell^*$, where ℓ^* is the transport mean free path and v_e is the energy transport velocity. If we assume that $z_0 \approx \ell^*$ and v_e may be identified with a coherent wave velocity, say, the shear velocity v_s , as discussed below, we obtain an estimate for both the diffusion coefficient $D \approx 0.13 \text{ m}^2/\text{s}$ and the quality factor $Q = 1/2\pi f\tau_a \approx 200$ by fitting the time profile of the average transmitted intensity. The smooth solid line in Figure 4 is the fit to the predictions given by eq. (4). Overall the diffusion model is in agreement with the experimental data, except for the early time at which the observed acoustic intensities are greater than the extrapolations of the smooth fits and the diffusion approximation becomes inadequate.

2.3 Seismological application

Let us finally discuss a similar scattering problem to our laboratory experiment on a much larger length scale

with the high-frequency ($\geq 1 \text{ Hz}$) seismic wave propagation in the crusts of Earth and Moon^[24,25]. At this frequency range, the wavelength is of the order or smaller than the size of heterogeneities in the upper crusts and scattering effects are important for this problem as well. In particular, the late-arriving coda waves in the lunar seismograms bear a striking resemblance to the multiple scattering of elastic waves in dry granular packs. It has been revealed that meteorite impacts and thermal contractions cause heavy cracks and fractures in rocks down to a depth of 20 km in the lunar crust. The absence of water on the Moon prevents cracks from healing, contrary to what occurs on the Earth by aqueous mineral solutions—a situation that is reinforced by the low lunar pressure gradient with depth and cooler temperature in the lunar interior relative to the Earth. As a consequence the upper lunar crust forms a highly inhomogeneous medium composed of tectonic fissures, which appears as a block-like structure. The seismic energy propagates from one block to the neighboring through the contact zones held together by the pressures due to burial. The compressional wave velocity is very low near the surface ($v_p \sim 100 \text{ m/s}$) and increases rapidly with depth in the upper 20 km to about 5000 m/s. Another important effect of the lack of water and other volatiles on the Moon is the very low attenuation of seismic coda with the associated Q values (~ 3000) at least an order of magnitude larger than the terrestrial case. This probably results from the friction coefficients of lunar particle surfaces which are almost certainly greater than those of similar terrestrial grains because of the high lunar vacuum. Both low velocity and low energy dissipation of lunar seismic coda are compatible properties of granular media in elastic contact. Some features revealed in our granular materials experiment such as increasing of the energy dissipation due to lubrication^[26] may be used to explain some seismic observations on the Earth, particularly the high-frequency coda of local earthquakes in rocky soils.

3 Probing irreversible rearrangements of contact networks

We describe in this section the ultrasonic correlation technique similar to the diffusing wave spectroscopy (DWS) widely used to study the dynamics behaviour of particles in concentrated suspensions^[16,18]. This method employed previously to detect the rearrangement of

contact force networks during a granular compaction makes use of the configuration-sensitive acoustic speckles S to follow the irreversible rearrangements of contact networks induced by various controlled perturbations: high-amplitude acoustic vibration, mechanical shearing and thermal cycling. For this purpose, we define a degree of resemblance Γ_{ij} between two coda signals $S_i(t)$ and $S_j(t)$ ^[27]:

$$\Gamma_{i,j}(\tau) = C_{ij}(\tau) / \sqrt{C_{ii}(0) \cdot C_{jj}(0)}, \quad (5)$$

where $C_{ij}(\tau)$ is the cross-correlation function of $S_i(t)$ and $S_j(t)$. The value of $\Gamma_{ij}(\tau)$ ($\tau = 0$) characterizes their resemblance and it is to be calculated for the scattered waves transmitting through the granular material under external disturbance.

3.1 Contact network modification by high-amplitude sound transmission

Sound waves not only provide a unique investigation method of the contact network. Beyond certain amplitude, they can also be utilized as a controlled perturba-

tion to explore the nonlinear mechanical responses of the medium, especially in creep-like regime in a similar way to the weakly shaking and shearing which can lead to the transition from the solid-like to liquid-like state. In the study of sound propagation in a glass bead pack under gravity, Liu and Nagel^[6] observed a strong amplitude fluctuation of the sound transmission when the wave amplitude was high enough and devoted this effect to the hysteretic nonlinearity of the medium. However the physical origin remains unclear.

To investigate the reversibility of the sound-matter interaction as the input amplitude is increased, we check whether there is any change in the configuration specific acoustic speckles after high-amplitude wave transmission. More precisely, the cross-correlation function Γ_{ij} is determined at the lowest input level (Figure 5(c) and 5(c')), before increasing to the next higher amplitude for controlled perturbation (Figure 5(a) and 5(a')). On the other hand, the sample height/volume variation is also investigated during the sound transmission as a function

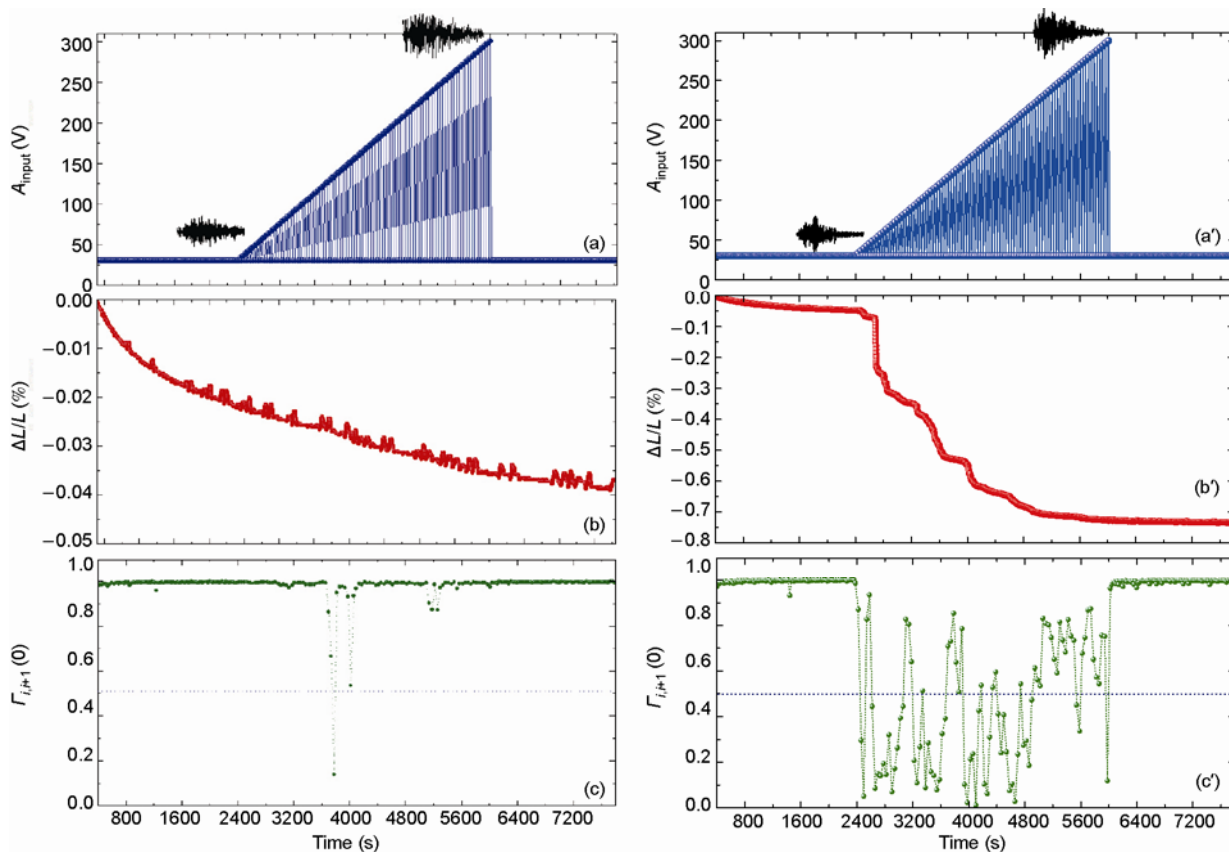


Figure 5 Perturbation of the contact network in a granular sample of $L = 15$ mm under $P = 70$ kPa, by high-amplitude scattered sound waves excited by a longitudinal transducer centered at 500 kHz (a, b, c) and a transverse one centered at 250 kHz (a', b', c'). (a & a') protocol of excitation amplitude; (b & b') sample compaction due to rearrangements at the grain contact level; (c & c') evolution of cross-correlation of coda waves during the induced compaction.

of input amplitude for longitudinal and shear wave sources, respectively (Figure 5(b) and 5(b')). In addition to a slow creep, the high-amplitude sound transmission induces abrupt or intermittent compaction, especially with shear wave transmission. Note that the magnitude of induced compaction is of the order of 10 μm much smaller compared with the grain size d ($\sim 600 \mu\text{m}$). However, we observe the important loss of the cross-correlation function of acoustic speckles accompanied with the intermittent compaction, indicating a significant change of the contact network.

3.2 Intermittent dynamics under shear before failure

During the shear loading of a granular sample, the shear force F_T rises rapidly with shear displacement in the early stage before reaching a more or less peak value and then decreases and tends to a stationary value (the residual strength) when the flow is fully developed (inset of Figure 6(a)). If the residual strength of a granular medium is independent of the initial state of the sample, the peak strength and the pre-peak behavior such as macroscopic creep and plastic deformation are however strongly dependent on the sample density and fabric^[28]. Several works showed that significant precursor events or irreversible rearrangements of grains occur before the peak force, i.e. failure^[29]. In order to study this precursor behavior, we make use of the configuration specific speckle-like scattered waves to monitor the dynamics of the contact force network during a shear loading up to its failure.

Figure 6 illustrates $\Gamma_{i,i+1}$ deduced from two successive scattered signals recorded every second during the early stage of shear loading on the dense sample and loose one, respectively. $\Gamma_{i,i+1}$ reveals basically two components: a constant decrease of correlation function covering all experimental range; it is superposed by a large pulse-like component which occurs intermittently and is likely associated with the collective motion or rearrangement of grains. Such an intermittent dynamics is particularly important in the loose pack and much fewer in the dense pack.

3.3 Rearrangements by thermal cycling and sintering

Some recent studies showed the influence of thermal cycling on the compaction of granular packing^[30,31]. As this compaction results from rearrangements of grains,

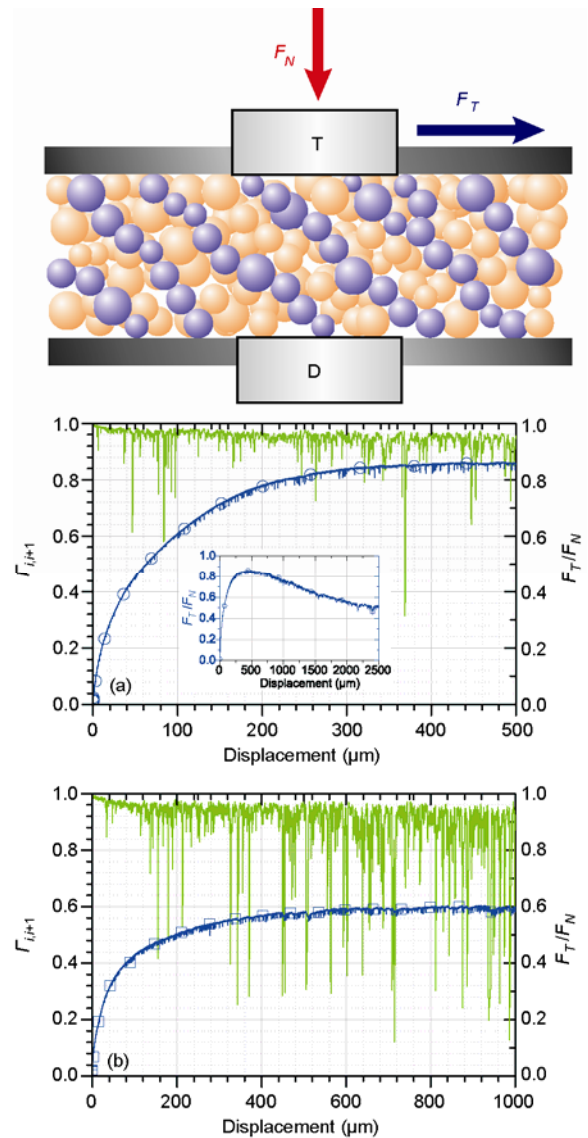


Figure 6 Cross-correlation between two successive coda waves before failure (line) and shear to normal force ratio (line with symbols). (a) In a dense pack; (b) in a loose pack.

we have tried to use the scattered waves to measure the resulting dynamics. Two kinds of microstructural evolution, depending on the maximum cycle temperature compared with the glass transition temperature of the beads material, could arise when granular materials are heated: below the transition temperature, the heating of bead packing leads to rearrangements of grains and at high enough temperatures, to the sintering of grains in contact by growth of necks between them. In order to evaluate the respective effect of each phenomenon, we have performed some similar tests both on glass bead and PMMA bead packs up to a maximum cycle temperature of 95°C, which is close to the glass transition of

this latter. In order to work with the comparable wavelength in both the glass and PMMA bead packs, the bandwidth of high-frequency scattered waves employed in these two systems are 400–600 kHz and 225–350 kHz, respectively.

Figure 7 shows how the maximal values of the cross correlation function calculated with different temporal intervals d_i . For the glass beads, the major decrease of cross correlation appears clearly in the increasing (A) and decreasing (B) phases of the temperature. Moreover, the cross-correlation function Γ_{ij} tends to converge to the unity when the temperature is maintained constant. In phases A and B, the cross-correlation function with PMMA beads shows some similarities with this one of glass beads, even if the loss of correlation is less important. However, the measurements in the cooling phase

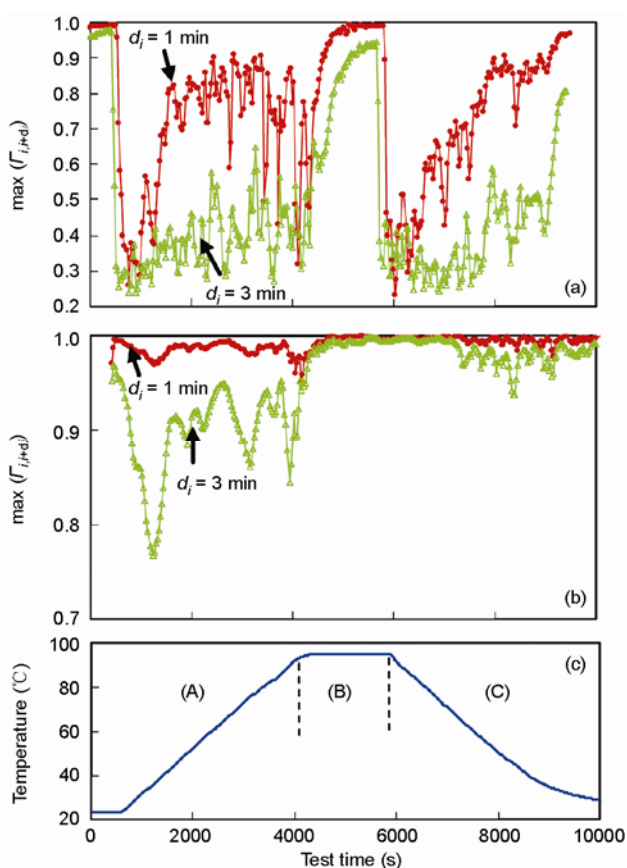


Figure 7 Cross-correlation of high-frequency scattered waves: (a) in a glass bead pack; (b) PMMA beads; (c) protocol of temperature control.

(C) suggest a deep change in the structure of the PMMA bead pack. Indeed, the loss of correlation for the glass bead is important and starts from the beginning of cooling, whereas the cross-correlations for the PMMA beads stay close to 1.

4 Conclusions

In summary, the multiple scattering of elastic waves through the granular force networks can be interpreted within the framework of the elastic transport theory for randomly inhomogeneous medium. At long time scales or over long propagation distance compared with the transport mean free path ($L \gg l^*$), the incoherent scattered waves are dominated by the shear waves and the diffusion approximation provides an adequate description for the ensemble averaged acoustic intensity, provided that appropriate boundary conditions are used at the cell interfaces. Determining both the diffusion coefficient and the absorption rate enables the inference of the structure (static property) of the granular material on small length scales inaccessible by long-wavelength coherent waves such as short-range of force chain correlation and interfacial dissipations. At short time scales, the radiative transport approach shall be applied in the future for a more accurate description of the wave transport.

Moreover, we have shown that the cross-correlation of scattered sound waves is very sensitive to the irreversible rearrangements at the length scales of contact (asperity) and grain, providing a promising method to bridge the internal structure change and the macroscopic behaviour of granular materials, e.g. under flow by shear. A quantitative characterization of the dynamic behaviour of the medium as that offered by the diffusion wave spectroscopy is not yet available. To approach this end, we need further understanding and theoretical models to account for the elastic wave scattering in a disordered granular contact network where no means is obvious to separate the system into a reference medium and scatterers.

We thank Prof. Ch. Caroli for many helpful discussions on the sound-granular matter interaction and the shear-band detection.

- 1 Jaeger H M, Nagel S R, Behringer R P. Granular solids, liquids, and gases. *Rev Mod Phys*, 1996, 68: 1259–1273
- 2 de Gennes P G. Granular matter: A tentative view. *Rev Mod Phys*, 1999, 71: S374–S382

- 3 Scott D R. Seismicity and stress rotation in a granular model of the brittle crust. *Nature*, 1996, 381: 592–595
- 4 Howell D, Behringer R P, Veje C. Stress fluctuations in a 2D granular Couette experiment: A continuous transition. *Phys Rev Lett*, 1999,

- 82: 5241–5244
- 5 Radjai F, Wolf D, Jean M, et al. Bimodal character of stress transmission in granular packings. *Phys Rev Lett*, 1998, 80: 61–64
 - 6 Liu C H, Nagel S R. Sound in sand. *Phys Rev Lett*, 1992, 68: 2301–2304
 - 7 Liu C H. Spatial patterns of sound propagation in sand. *Phys Rev B*, 1994, 50: 782–794
 - 8 Johnson P A, Jia X. Nonlinear dynamics, granular media and dynamic earthquake triggering. *Nature*, 2005, 437: 871–874
 - 9 Jia X, Caroli C, Velicky B. Ultrasound propagation in externally stressed granular media. *Phys Rev Lett*, 1999, 82: 1863–1866
 - 10 Jia X. Codalike multiple scattering of elastic waves in dense granular media. *Phys Rev Lett*, 2004, 93: 154303
 - 11 Bonneau L, Andreotti A, Clément E. Surface elastic waves in granular media under gravity and their relation to booming avalanches. *Phys Rev E*, 2007, 75: 016602
 - 12 Goddard J D. Nonlinear elasticity and pressure-dependent wave speeds in granular media. *Proc R Soc London A*, 1990, 430: 105–131
 - 13 Makse H A, Johnson D L, Schwartz L M. Packing of compressible granular materials. *Phys Rev Lett*, 2000, 84: 4160–4163
 - 14 Roux J N. Geometric origin of mechanical properties of granular materials. *Phys Rev E*, 2000, 61: 6802–6836
 - 15 Velicky B, Caroli C. Pressure dependence of the sound velocity in a two-dimensional lattice of Hertz-Mindlin balls: Mean-field description. *Phys Rev E*, 2002, 65: 021307
 - 16 Pine D J, Weitz D A, Maret G, et al. Scattering and localization of classical waves in random media. In: Sheng P, ed. *Scattering and localization of classical waves in random media*. Singapore: World Scientific, 1990. 312–372
 - 17 Page J H, Schriemer H P, Bailey A E, et al. Experimental test of the diffusion approximation for multiply scattered sound. *Phys Rev E*, 1995, 52: 3106–3114
 - 18 Snieder R, Page J. Multiple scattering in evolving media. *Phys Today*, 2007, 60: 49–55
 - 19 Tourin A, Fink M, Derode A. Multiple scattering of sound. *Waves Random Media*, 2000, 10: R31–R60
 - 20 Weaver R L. Diffusivity of ultrasound in polycrystals. *J Mech Phys Solids*, 1990, 38: 55–86
 - 21 Ryzhik L, Papanicolaou G, Keller J B. Transport equations for elastic and other waves in random media. *Wave Motion*, 1996, 24: 327–370
 - 22 Aki K. Scattering conversions P to S versus S to P. *Bull Seism Soc Am*, 1992, 82: 1969–1972
 - 23 Hennino R, Trégourès N, Shapiro N M, et al. Observation of equipartition of seismic waves. *Phys Rev Lett*, 2001, 86: 3447
 - 24 Latham G V, Ewing M, Press F, et al. Passive seismic experiment. *Science*, 1970, 167: 455–457
 - 25 Dainty A M, Toksöz M N. Seismic codas on the Earth and the Moon: A comparison. *Phys Earth Planet Inter*, 1981, 26: 250–260
 - 26 Brunet Th X, Jia X, Mills P. Mechanisms of acoustic absorption in dry and weakly wet granular media. *Phys Rev Lett*, 2008, 101: 138001
 - 27 Jia X, Mills P. Sound propagation in dense granular materials. In *Powders and Grains*. Rotterdam: Balkema, 2001. 105–112
 - 28 Oda M, Kazama H. Microstructure of shear bands and its relation to the mechanisms of dilatancy and failure of dense granular soils. *Géotechnique*, 1998, 48: 465–481
 - 29 Nasuno S, Kudrolli A, Gollub J P. Friction in granular layers: Hysteresis and precursors. *Phys Rev Lett*, 1997, 79: 949–952
 - 30 Chen K, Cole J, Conger C, et al. Granular materials: Packing grains by thermal cycling. *Nature*, 2006, 442: 257
 - 31 Divoux T, Hervé G H, Géminard J C. Creep motion of a granular pile induced by thermal cycling. *Phys Rev Lett*, 2008, 101: 148303



ELSEVIER

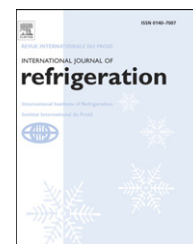


www.iifir.org

available at www.sciencedirect.com



journal homepage: www.elsevier.com/locate/ijrefrig



Ultrasonic determination of the particle concentration in model suspensions and ice slurry

V. Langlois^a, W. Gautherin^b, J. Laurent^a, L. Royon^{c,d}, L. Fournaison^b, A. Delahaye^b, X. Jia^{a,*}

^a Université Paris Est, LPMDI FRE 3300 CNRS, 5 Bd Descartes, 77454 Marne-la-Vallée cedex 2, France

^b Unité de Recherche du Génie des Procédés Frigorifiques GPAN, Cemagref, 92163 Antony cedex, France

^c Université Paris Diderot, Laboratoire MSC, CNRS UMR 7057, 75013 Paris, France

^d Université Paris Est, IUT de Marne la Vallée, 5, Bd Descartes, 77454 Marne-la-Vallée cedex 2, France

ARTICLE INFO

Article history:

Received 4 January 2011

Received in revised form

25 May 2011

Accepted 10 June 2011

Available online xxx

Keywords:

Ultrasound

Sound velocity

Concentration

Ice slurry

ABSTRACT

The development of ice slurry for refrigeration systems and the enhancement of its efficiency depend on an accurate control of the ice concentration. We present here an ultrasonic method capable to measure precisely the particle concentration in ice slurry. To calibrate the ultrasonic measurement, we first determine the sound velocity and attenuation in two model suspensions (glass beads/polyethylene glycol and polyethylene beads/vaseline oil) for different particle volume fractions. The experimental results show a good agreement with the predictions of the two-component models in the long-wavelength limit. Additionally, the sound attenuation reveals a clear signature of the aggregate formation in the nearly iso-dense suspension. We next conduct the measurement of the sound velocity in the polypropylene glycol ice slurry where the ice concentration changes with temperature. The ice concentrations extracted from our sound velocity measurements are well consistent with the values determined from the binary phase diagram.

© 2011 Elsevier Ltd and IIR. All rights reserved.

Détermination à l'aide d'ultrasons de la concentration des particules dans les suspensions et les coulis de glace modélisés

Mots clés : ultrason ; vitesse de propagation du son ; concentration ; coulis de glace

* Corresponding author. Tel.: +33 160957237; fax: +33 160957297.

E-mail address: jia@univ-mlv.fr (X. Jia).

0140-7007/\$ – see front matter © 2011 Elsevier Ltd and IIR. All rights reserved.

doi:10.1016/j.ijrefrig.2011.06.009

Nomenclature			
A_n	sound amplitude in the medium n [V]	κ_j	elastic modulus of the constituent j [Pa]
a	particle radius [m]	$\bar{\kappa}$	effective elastic modulus of the suspension [Pa]
c_n	sound velocity in the medium n [m s ⁻¹]	λ	acoustic wavelength [m]
F_{Ls}	solid–liquid interaction force [N]	μ	liquid viscosity [Pa s]
k	wave number [m ⁻¹]	ρ_j	density of the constituent j [kg m ⁻³]
L	distance of propagation [m]	ρ_{eff}	effective density of the suspension [kg m ⁻³]
L_A	aggregate size [m]	ϕ_p	particle volume fraction [–]
P	liquid pressure [Pa]	ϕ_p^w	particle mass fraction [–]
v_j	particle velocity of the constituent j [m s ⁻¹]	ϕ_{ice}^{Diag}	mass fraction of ice particles [–]
X_{PPG}	mass fraction of PPG in the mixture suspending liquid [–]	ϕ_{ice}	mass fraction of ice particles deduced from the binary diagram [–]
X_i	mass fraction of PPG in the initial suspending liquid [–]	ω	angular frequency ($=2\pi f$) of sound wave [rad s ⁻¹]
α_n	sound attenuation in the medium n [m ⁻¹]	<i>Subscripts</i>	
δ	viscous boundary layer thickness [m]	p	particle
θ	temperature [K]	f	fluid
		$susp$	suspension

1. Introduction

In refrigeration and air conditioning industry, the development of solid–liquid phase-change material slurry, as ice slurry is a great challenge concerning environment and energetic constrains. Indeed, it reduces drastically the total amount of refrigerant in a system and also, the global efficiency is increased compared with monophasic fluids due to the high thermal energy per volume unit of the slurry [Bellas and Tassou, 2005; Davies, 2005; Guilpart et al., 2006; Kauffeld et al., 2010]. The development of these complex fluids faces some major problems especially the control of the ice particle concentration which is connected to the amount of energy available for cold transportation. For efficient operations, industry requirements for the control of particle concentration include direct on-line measurement without dilution, reliable equipment and ease of calibration and standardization. Currently, principal techniques developed for controlling the quantity are based on the measurement of physical properties of the mixture, as the measurement of the heat thermal capacity, the density or the electrical conductance, which gives access to the mass fraction with a calibration curve previously established. Among these methods, conductimetry and density systems are on-line apparatus but their accuracies decreases when the solid and liquid densities are close and when the volume fraction is more than 10%. Calorimetric technique would provide the most accurate system but their adaptation on-line remains difficult. Currently, none of these solutions allows an accurate determination of the concentration of particles on-line.

In this work, we describe the ultrasonic method for determining the ice volume fraction in the slurry. It is based on the general understanding of sound propagation in dispersed media, such as colloids, emulsions and suspensions, within the framework of the effective medium theory [McClements et al., 1993; Holmes et al., 1993; Hoyos et al., 1994; Hibberd et al., 1999]. In a two-component non-Brownian suspension

of solid particles dispersed in a Newtonian fluid, the sound velocity dispersion and attenuation result from the relative motion between the solid phase and fluid phase and depend strongly on the solid volume fraction and the frequency [Harker and Temple, 1988; Atkinson and Kytömaa, 1992; Kytömaa, 1995]. By the adequate inverse procedure and under certain circumstances, the particle fraction can be deduced from the acoustic properties of suspensions. Such ultrasonic characterization methods are non-intrusive and can be applied to undiluted and optically opaque slurries [McClements et al., 1993], which provide the possible on-line measurements for monitoring the particle concentration in the suspension like ice slurry.

We report here the ultrasonic measurements conducted in the ice slurry with the ice mass fraction ranging from 0 to 30%. To verify the applicability of the acoustic method, we first investigate the sound propagation at isothermal conditions in two model suspensions, namely, glass beads/Polyethylene glycol (PEG) and Polyethylene (PE) beads/Vaseline oil. The latter corresponds to a nearly iso-dense suspension. Next, we describe the experiments made in the water-propylene glycol ice slurry placed in laminar flow inside a specifically developed apparatus, at different temperature.

2. Sound propagation in a model suspension

2.1. Two-component model

In this section, we describe briefly the sound propagation through a suspension of monodisperse spheres in a Newtonian liquid. Particular attention is focused on the suspensions of nearly iso-density. Most of the theoretical models [Harker and Temple, 1988; Atkinson and Kytömaa, 1992] deals with the limit case of the long-wavelength propagation, $\lambda \gg a$, with a the particle radius. The associated sound velocity and the attenuation depend on the materials properties of the two phase constituents, the solid particle concentrations and the

solid–liquid interactions. The interaction force F_{LS} includes two contributions: an unsteady drag force and a buoyancy force due to the instantaneous pressure P gradients:

$$F_{LS} = \left[A\phi_p(v_p - v_f) + B\frac{D(v_p - v_f)}{Dt} \right] + \phi_p\frac{\partial P}{\partial X} \quad (1)$$

Here the coefficients $A = 9\mu/2a^2(D(\phi_p) + a/\delta)$ and $B = \rho_f(C(\phi_p) + 9/4 \cdot \delta/a)$ depend on the viscous boundary layer thickness $\delta = \sqrt{2\mu/\rho_f\omega}$, the functional forms D and C and the particle volume fraction ϕ_p [Harker and Temple, 1988; Atkinson and Kytömaa, 1992; Kytömaa, 1995]. ρ_j , v_j are the density and velocity of the constituents, respectively; the subscript p and f denotes the particle and the fluid.

Starting from a specified particle–fluid interaction Eq. (1), one can derive the expression for the complex wave number k of a sound wave propagating in the suspension $k^2 = \omega^2(\rho_{\text{eff}}/\bar{\kappa})$ [Harker and Temple, 1988; Atkinson and Kytömaa, 1992], where $\bar{\kappa}$ represents the effective elastic modulus of the two-component suspension (Reuss average) $1/\bar{\kappa} = \phi_p/\kappa_p + (1 - \phi_p)/\kappa_f$ and ρ_{eff} the effective density:

$$\rho_{\text{eff}} = \rho_f + (\rho_p - \rho_f)\phi_p \frac{M'(\omega) + \rho_f(1 - \phi_p)}{M'(\omega) + \rho^*(1 - \phi_p)} \quad (2)$$

with $\rho^* = (1 - \phi_p)\rho_p + \phi_p\rho_f$ and $M'(\omega) = B - i\frac{A}{\omega}$ [Harker and Temple 1988]. The phase velocity is thus obtained by $c_{\text{susp}} = \frac{\omega}{\Re(k)}$ and the attenuation by $\alpha_{\text{susp}} = \Im(k)$ where $\Re(\cdot)$ and $\Im(\cdot)$ denote the real and imaginary parts of the argument. The explicit expressions of c_{susp} and α_{susp} can be obtained in the two asymptotic cases, leading to, i) the viscous regime at low frequency (LF) ($a \ll \delta$),

$$c_{\text{susp}} = \left(\frac{\bar{\kappa}}{\bar{\rho}}\right)^{\frac{1}{2}} \quad (3a)$$

$$\alpha_{\text{susp}} = \frac{a^2\omega^2}{9\mu} \left(\frac{\bar{\rho}}{\bar{\kappa}}\right)^{\frac{1}{2}} \frac{(1 - \phi_p)(\rho_p\rho_f - \rho^*\bar{\rho})}{\bar{\rho}f(\phi_p)} \quad (3b)$$

and, ii) the inertial regime at high frequency (HF) ($a \ll \delta$),

$$c_{\text{susp}} = \left(\frac{\bar{\kappa}}{\bar{\rho}}\right)^{\frac{1}{2}} \left[\frac{C + (1 - \phi_p)(\rho^*/\rho_f)}{C + (1 - \phi_p)(\rho_p/\bar{\rho})} \right]^{1/2} \quad (4a)$$

$$\alpha_{\text{susp}} = \frac{9}{4a} \left(\frac{\mu\omega}{2\bar{\kappa}}\right)^{\frac{1}{2}} \frac{(1 - \phi_p)(\rho_p\rho_f - \rho^*\bar{\rho})}{\left[\bar{\rho}C + \rho_p(1 - \phi_p)\right]^{\frac{1}{2}} \left[\rho_fC + \rho^*(1 - \phi_p)\right]^{\frac{1}{2}}} \quad (4b)$$

with $\bar{\rho} = \phi_p\rho_p + (1 - \phi_p)\rho_f$. Let us now investigate the suspensions with close densities between different phases. Introducing the relative difference between the densities of the phases $\delta\rho' = (\rho_p - \rho_f)/\rho_f$ and assuming $\delta\rho' \ll 1$, we obtain $\rho_{\text{eff}}/\rho_f = 1 + \phi_p\delta\rho' + o(\delta\rho'^2)$. The derivation of the wave number k allows us to obtain the sound velocity and attenuation at the limiting case $\delta\rho' \ll 1$,

$$c_{\text{susp}} = \left(1 - \frac{1}{2}\phi_p\delta\rho'\right)\sqrt{\bar{\kappa}/\rho_f} + o(\delta\rho'^2) \quad (5a)$$

$$\alpha_{\text{susp}} = - \left[\frac{\phi_p}{2} \frac{(\rho_f(1 - \phi_p))^2}{(\rho_f(1 - \phi_p) + B)^2 + \left(\frac{A}{\omega}\right)^2} \sqrt{\frac{\rho_f}{\bar{\kappa}}} \cdot \frac{A}{\rho_f} \right] \delta\rho'^2 + o(\delta\rho'^3) \quad (5b)$$

Notice that for a nearly iso-dense suspension, since the inertia-viscous dissipation is expected to vanish at $\delta\rho' \ll 1$, the sound velocity appears to be more sensitive than the attenuation to the presence of solid particles. We will see below that the attenuation measurement may infer the other loss mechanism in the suspensions. If the bulk modulus and density of each constituent are known, it is possible to determine the particle volume fraction from the sound velocity and consequently the particle mass fraction:

$$\phi_p = \frac{1 - \left(\frac{c_{\text{susp}}}{c_f}\right)^2}{\delta\rho' + \left(\frac{c_{\text{susp}}}{c_f}\right)^2 \left(\frac{\kappa_f}{\kappa_p} - 1\right)} + o(\delta\rho'^2) \quad (6a)$$

$$\phi_p^w = \frac{\rho_p\phi_p}{(\rho_p - \rho_f)\phi_p + \rho_f} \quad (6b)$$

For the ideal case of iso-density suspension $\delta\rho' = 0$, Eq. (5a) recovers the Wood's relation for the sound velocity; the sound propagation becomes independent of the unsteady drag force. Moreover, if the unsteady drag force is function of $v_p - v_f$ and of its temporal derivate, the linearized equations [Atkinson and Kytömaa, 1992] lead to vanishing relative velocity and drag force. Therefore, there is no distinction between the viscous and inertial regimes in such a suspension.

2.2. Experimental procedure

We first conduct ultrasonic measurements on the model suspensions in isothermal conditions at ambient temperature (293 K). Two suspensions are investigated: one consists of the binary mixture of glass microbeads dispersed in polyethylene glycol (PEG300), the other of polyethylene microbeads in the nearly iso-dense vaseline oil. Table 1 gives the characteristics of the liquids and particles used in this work. These mixtures are contained in a cell ($4 \times 4 \times 20 \text{ cm}^3$) with the mass fraction of particles ranging from 5 to 40% and put in vacuum for a few minutes in order to remove the possible bubbles. The suspension is mixed by shaking gently up and down a plate

Table 1 – Characteristics of liquids and particles.

Liquid/Particle	PEG/glass	Vaseline oil/PE
Liquid	PEG 300	Vaseline oil
Density ρ_f (kg/m ³)	1125	860
Bulk modulus κ_f (GPa)	2.91	1.80
Viscosity μ (Pa.s) (20 °C)	0.1	0.215
Surface tension γ (mN/m) (20 °C)	40–45	32
Particle	Glass	Polyethylene
Density ρ_p (kg/m ³)	2485	940
Bulk modulus κ_p (GPa)	42.6	4.38
Mean particle radius a (μm)	37.5	75
Critical surface tension γ_c (mN/m)	70–100	34

and then allowed to settle. During this time the acoustic measurements are performed.

The settling phenomenon is observed for sufficient waiting time with the development of the concentration profile and the sedimentation front. In the latter, a boundary appears between the suspension and the liquid. In the suspensions studied, the Reynolds number is small leading to negligible inertial effects; while the Péclet number is large resulting in negligible Brownian motions [Hoyos et al., 1994; Segrè et al., 1997; Guazzelli, 2001]. After the settling is completed, the sediment attains a solid volume fraction of 56% for the glass/PEG mixture but only 43% for the PE/Vaseline mixture, being less than the volume fraction of a random loose packing. This observation could be understood by the fact that the critical surface tension of particles is very close to the surface tension of the liquid in the PE/Vaseline mixture, resulting in the aggregate formation (see below).

A broadband ultrasonic transducer of diameter 13 mm is used here as a source, centered at 1 MHz with -6 dB bandwidth from 0.7 to 1.3 MHz. It is mounted on the wall at the half-height of the cell and thus in direct contact with the suspension. Ten-cycle tone burst excitations at different frequencies are applied to the longitudinal source transducer. The pulsed ultrasound transmission is detected by another transducer placed on the opposite side. A digital oscilloscope is used to record the pulsed signals for further processing. Measurements performed in suspension are compared to those performed in the suspending liquid. Sound velocity and attenuation are determined from the time-of-flight and amplitude of the fifth maxima. We present below some experimental results in terms of relative sound velocity $(c_{\text{susp}} - c_f)/c_f$ and relative amplitude A_{susp}/A_f . The attenuation could be determined by the relative amplitude: $\alpha_{\text{susp}} = \ln(A_{\text{susp}}/A_f)/L$ with L the distance of propagation ($L = 40$ mm).

2.3. Results and discussions

Fig. 1a shows the typical evolution of the sound velocity c_{susp} and the amplitude transmission A_{susp} during the sedimentation, measured at $f = 700$ kHz in the glass/PEG suspension of $\phi_p = 20\%$ (volume fraction). For a given particle volume fraction, the measurements of ultrasound transmission remains quite stable for a duration where all our data are recorded, until the passage of the sedimentation front crossing the ultrasonic beam. We display, in Fig. 1b, the amplitude transmission measured as a function of frequency (f) in the PE/Vaseline suspension of $\phi_p = 10\%$ at different instants after mixing. Significant attenuation is observed over the frequency range from 0.2 to 1.5 MHz. This finding is somewhat surprising for a nearly iso-dense suspension since the inertia-viscous dissipation would be vanishing, as expected by the above theory (§2.1). The scenario we propose is that the attenuation mechanism is likely due to the scattering loss when the acoustic wavelength $\lambda (=c_{\text{susp}}/f)$ is comparable to the length scale of certain heterogeneity inside the suspension, such as the aggregate size $L_A (\gg 2a)$ (see below, Fig. 4). At the earlier instant just after mixing or shearing the suspension, the observed attenuation varies with time especially at lower frequency ($f < 600$ kHz) or longer wavelength. This interesting result may be ascribed to the large-scale fluctuations of

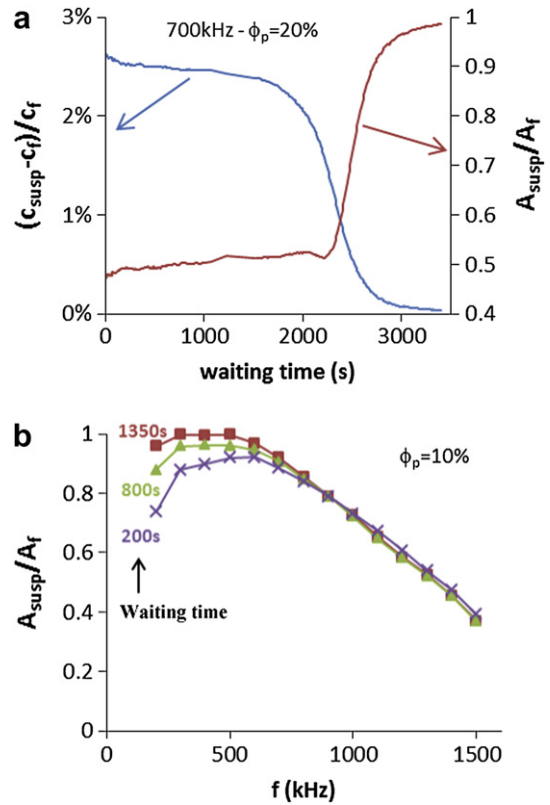


Fig. 1 – (a) Glass/PEG suspension: the sound velocity difference $(c_{\text{susp}} - c_f)/c_f$ and the amplitude transmission A_{susp}/A_f , measured as a function of the waiting time (b) PE/Vaseline oil suspension: frequency profiles of A_{susp}/A_f measured at the different waiting time.

particles motions whose size $L_{\text{LS}} > L_A$ is closed to the cell size [Segrè et al., 1997]. Indeed, such a fluctuation decreases with time and reaches a stable ultimate size [Guazzelli, 2001].

Fig. 2 depicts the relative sound velocity $(c_{\text{susp}} - c_f)/c_f$ and amplitude A_{susp}/A_f measured as a function of particle volume fraction ϕ_p at different frequencies in the glass/PEG suspension. The theoretical curves are also derived from the exact (Eq. (2)) and asymptotic solutions (Eqs. (3) and (4)) using the functional forms $D(\phi_p) = 1/(1 - \phi_p)^{2.65}$ [Kytömaa, 1995] and $C(\phi_p) = (1 - \phi_p)/2$ [Atkinson and Kytömaa, 1992]. The agreement between the theory and the experiment is fairly good. For a sound wave of $f = 1$ MHz propagating in the PEG at 20°C , the viscous boundary layer δ is $2.5\mu\text{m}$. Note however that in our experimental range, the asymptotic regimes, HF and LF, are not really satisfied.

We present, in Fig. 3a, the measured sound velocities versus frequency for different particle volume fraction ϕ_p , which are consistent with the theoretical predictions. Fig. 3b illustrates the amplitude transmission measured as a function of frequency for different ϕ_p . These results show a significant attenuation beyond threshold frequency f_c which depends on the particle volume fraction ϕ_p . As mentioned above, the viscous dissipation is negligible in such nearly iso-dense suspension; the observed attenuation should be devoted to scattering loss associated with the aggregate formation [Haider et al., 2000]. Based on this picture, we may infer

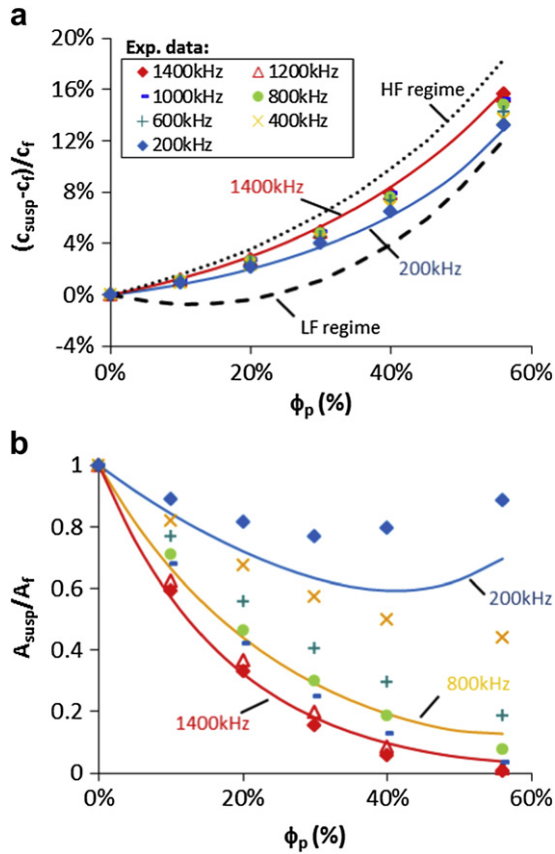


Fig. 2 – (a) Relative change of the sound velocity $(c_{susp} - c_f)/c_f$, (b) relative amplitude transmission A_{susp}/A_f measured as a function of the volume solid fraction ϕ_p at different frequencies in glass/PEG suspensions. Solid, dashed and dotted curves correspond to the theoretical predictions by Eqs. (2–4).

qualitatively the aggregates size from $L_A \sim \lambda = c_{susp}/f_c$. Fig. 4 displays the evolution of the deduced aggregate size as a function of the particle volume fraction. We find that more concentrated the suspension is, larger the aggregate size is.

In order to apply the acoustic method to characterize the suspension properties under various thermal circumstances (see below), we conduct finally the acoustic measurements in our model suspensions from 278 to 308 K. Figs. 5a and b show respectively the sound velocity and the amplitude transmission measured as a function of temperature in the Glass/PEG suspensions. The theoretical models accounting for the PEG viscosity variation versus temperature [Lee and Teja, 1990] agree quite well with the experimental results.

3. Measurements in ice slurry

3.1. Slurry preparation

A small-scale loop circuit presented Fig. 6 is built for studying on-line ice slurry in laminar flow conditions. It consists of an ice slurry generator and a centrifugal pump. The centrifugal

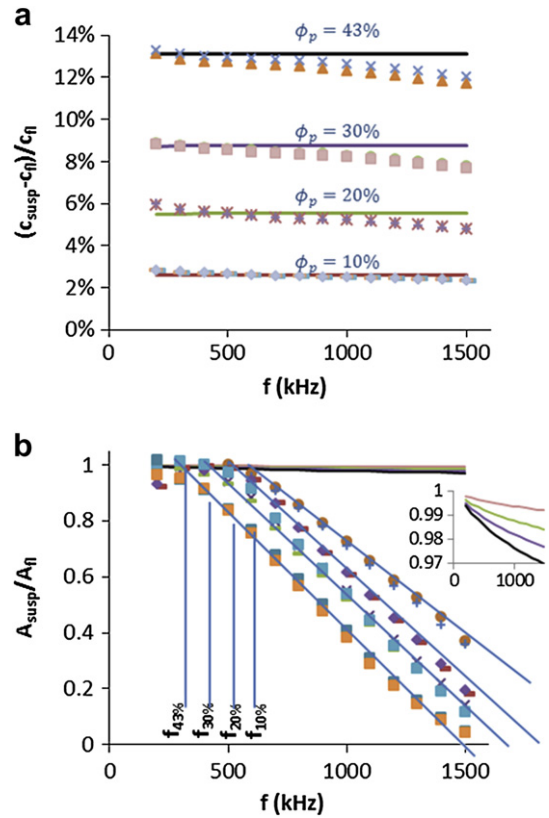


Fig. 3 – (a) Relative change of the sound velocity $(c_{susp} - c_f)/c_f$ and (b) relative amplitude transmission A_{susp}/A_f measured as a function of frequency for different volume solid fractions ϕ_p in PE/Vaseline oil suspensions. Solid curves correspond to the theoretical predictions by Eqs. (2) and (5). Inset: attenuations predicted by Eq. (5b).

pump can deliver two flow rates depending on its setting. Tests were conducted with a 14 wt% polypropylene-glycol (PPG) ice slurry, performed with a brushed surface heat exchanger. The ice slurry is then circulated in the transparent ice slurry section. The mean diameter of the ice particles is around 60 μm [Delahaye et al., 2010]. The measurement of the sound velocity is obtained with transducers mounted directly

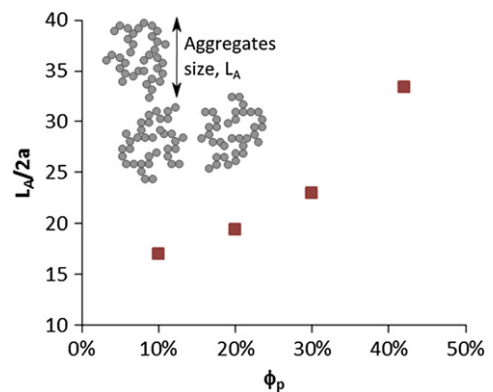


Fig. 4 – Deduced aggregates size L_A as a function of the particle volume fraction ϕ_p .

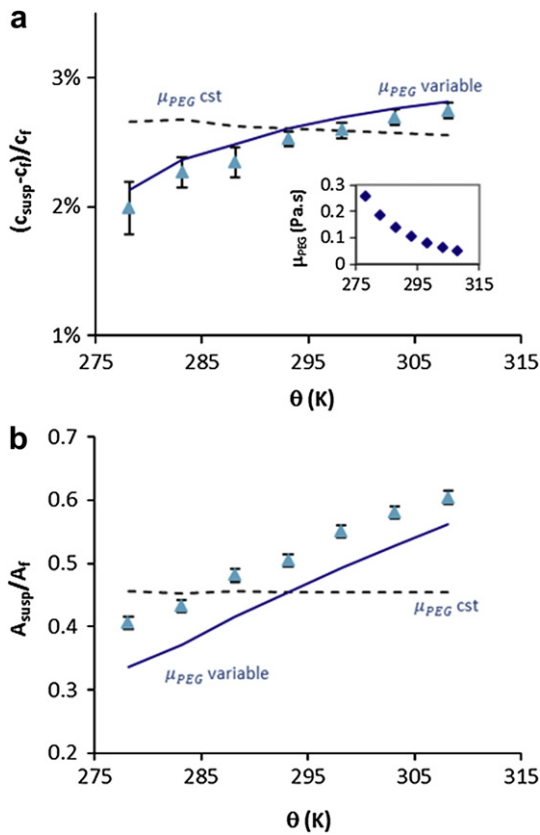


Fig. 5 – (a) Relative change of the sound velocity $(c_{susp} - c_f) / c_f$, and (b) relative amplitude transmission A_{susp} / A_f measured as a function of temperature θ in glass/PEG suspensions. Solid and dashed lines correspond to the predictions by Eq. (2) with or without accounting for the liquid viscosity change with temperature, respectively.

on the surface of the acrylic glass tube of 23 mm internal diameter.

The protocol consists in slowly decreasing the temperature of the water-polypropylene-glycol mixture from 293 K toward 268 K at the rate of about 2 K/min. Indeed, the ice mass fraction in the slurry depends on the adjustment of the temperature in the generator. The sound velocity is determined by

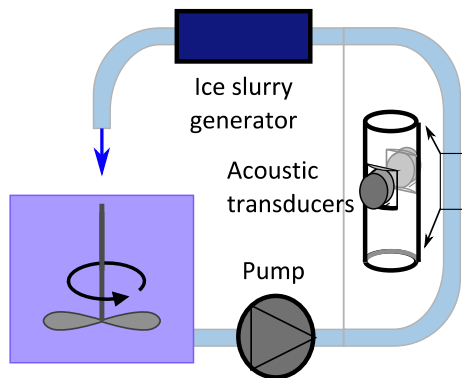


Fig. 6 – Experimental set-up for the ice slurry generation and flowing monitored by ultrasonic measurements.

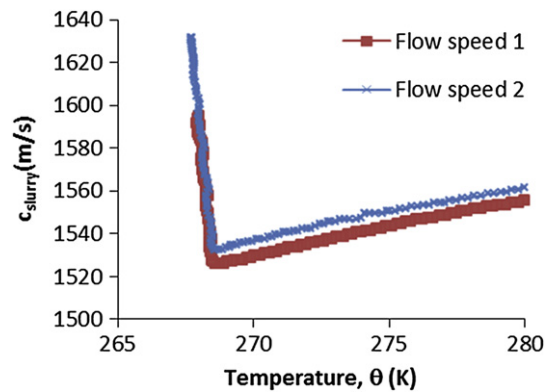


Fig. 7 – Sound velocity of ice slurry measured as a function of temperature during cooling for two flowing rate.

measuring the time-of-flight of transmitted pulses (Fig. 6), during all the process of slurry generation.

3.2. Results and discussion

Fig. 7 presents the sound velocity in the mixture as a function of temperature for two different laminar flow rates. Two regimes are clearly identified: the sound velocity c_{slurry} decreases with lowering the temperature θ down to a threshold value $\theta_i = 268.5$ K whereas c_{slurry} increases with further decreasing θ below θ_i . This observation is well correlated with the phase transition in such a mixture, characterized by the binary diagram of the water-polypropylene-glycol mixture (Fig. 8). Indeed, from the initial conditions of the water/PPG mixture in the liquid state, namely, $\theta = \theta_1$ 293 K and $X_{PPG} = X_i = 14\%$ (with X_{PPG} the mass fraction of PPG), the mixture undergoes a phase transition between the liquid state and the coexistence state of liquid–solid (i.e., ice slurry) at a temperature θ_i (depending on the initial mass fraction X_i). The mass fraction of ice particles ϕ_{ice} formed at a temperature $\theta_2 < \theta_i$ can be evaluated by the classical lever rule for a binary mixture in thermal equilibrium,

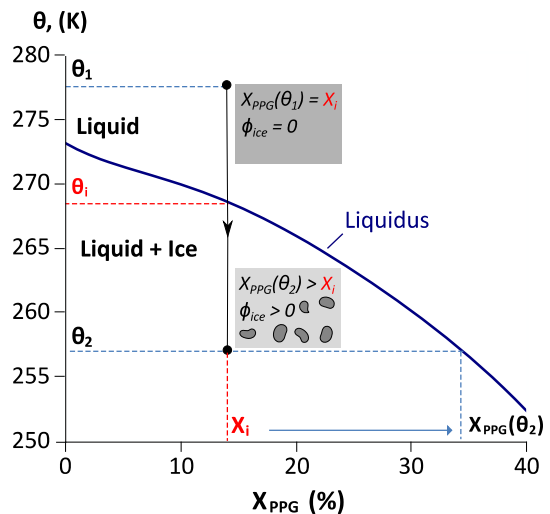


Fig. 8 – Binary phase diagram of the PPG/water mixture. The liquid state and the state of liquid + ice coexistence are separated by the liquidus curve.

Please cite this article in press as: Langlois, V., et al., Ultrasonic determination of the particle concentration in model suspensions and ice slurry, International Journal of Refrigeration (2011), doi:10.1016/j.ijrefrig.2011.06.009

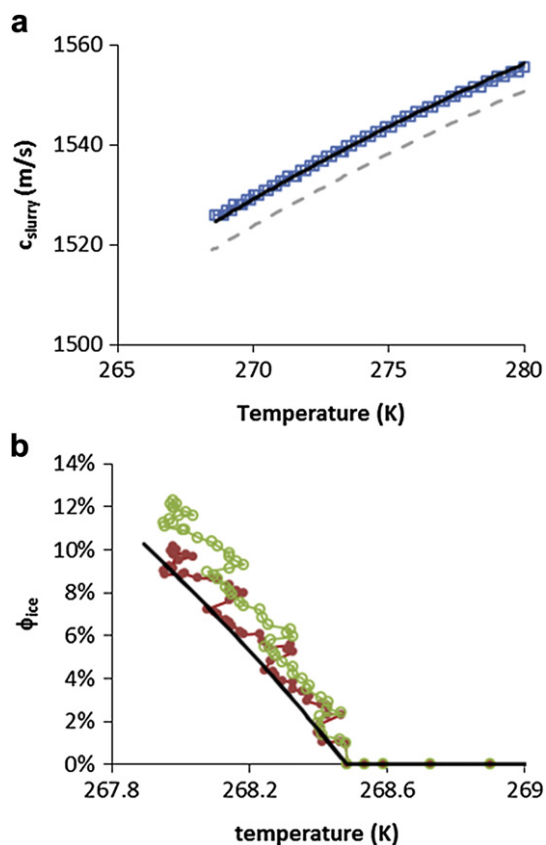


Fig. 9 – (a) Comparison between our experimental data (empty square in blue) and the results extrapolated from the [Zafarani Moattar et al., 2004] (dashed curve) in the PPG/water mixture in the liquid state. For a better fit with our data (solid curve), the density ρ_f is corrected by a pre-factor. (b) Comparison between the ice mass fraction deduced from sound velocity with X_{PPG} variable (filled circles in red) or constant (empty circles in green) in the inverse procedure, and the ice mass fraction from the binary diagram $\phi_{\text{ice}}^{\text{Diag}}$ (solid curve). (For interpretation of the references to colour in this figure legend, the reader is referred to the web version of this article.)

$\phi_{\text{ice}}^{\text{Diag}} = (X_{\text{PPG}}(\theta_2) - X_i)/X_{\text{PPG}}(\theta_2)$ [Atkins and de Paula, 1986]. Here the mass fraction of the PPG in the suspending liquid, X_{PPG} , can be determined by the intersection of the horizontal line (crossing the temperature axis at θ_2) with the liquidus curve, as shown in Fig. 8.

As shown in Fig. 9a, the variation of our measured sound velocity versus temperature in the liquid state for $\theta > \theta_i$ is in good agreement with the previous work [Zafarani-Moattar et al., 2004], conducted in the same kind of mixture for the higher temperature ranging from 283.15 K to 313.15 K (dashed curve). The slight discrepancy may be corrected by a modified density ρ_f of the liquid mixture with a pre-factor (solid curve).

In order to extract the particle concentration in the ice slurry from the sound velocity (Eq. (6)), we need to know the evolutions of the bulk modulus and density of both particles (κ_p, ρ_p) and suspending liquid (κ_f, ρ_f) as a function of temperature. For the ice particles, we can find the necessary information

from the previous works [Marion and Jakubowski, 2004]. However, for the water-PPG mixture, the situation is more complicated since the associated acoustic properties depend not only on the temperature θ but also on the mass fraction of PPG in the suspending liquid $X_{\text{PPG}}(\theta)$ [Zafarani-Moattar et al., 2004]. This latter can be obtained from the binary phase diagram presented in Fig. 8. By a parabolic extrapolation, we may extend the evolutions of the bulk modulus and density of the aqueous PPG solution for the temperature range below θ_i from 267 K to 293 K. We compare in Fig. 9b the mass fraction of ice deduced from the sound velocity (Eq. (6)) with that predicted by the binary phase diagram (Fig. 8). The agreement between the results obtained by the two methods is fairly good, confirming the applicability of our ultrasonic method for determining the particle concentration in ice slurries. Furthermore, it appears clear that considering the variation of the PPG mass fraction X_{PPG} during the ice formation provides more consistent results than assuming a constant X_{PPG} .

4. Conclusion

In summary, we have verified the applicability of the long-wavelength sound propagation to determine the particle concentration in two model non-Brownian suspensions via the sound velocity. In the suspension of the PE beads dispersed in the nearly iso-dense Vaseline oil, little sound attenuation is detected due to the negligible inertia-viscous dissipation. However, the attenuation due to scattering is observed when the wavelength is comparable to the size of certain heterogeneity, e.g., associated with the aggregate formation. This latter affects slightly the sound velocity, but significantly the attenuation thus allowing us to infer the structural properties of suspensions.

On the other hand, our acoustic method is also applied to measure the particle concentration in ice slurry as a function of temperature. The mass fraction of the ice particles deduced from the measured sound velocity agrees well with the value obtained from the conventional binary phase diagram. This inverse method via ultrasonic measurements can be further improved if one accounts for more accurately the mass fraction change in binary aqueous solution during the ice crystal formation. Our results reveal the possibility to develop the adequate ultrasonic method for on-line measurement of the ice particle fraction and of the structure of ice slurry under different operating factors such as temperature and flow rate.

Acknowledgments

This study is supported by the Energy Program of the French CNRS. We thank P. Mills for the helpful discussions on the sedimentation, H. Sizun and R. Hunlede for the technical assistances on the experimental set-up.

REFERENCES

Atkins, P., de Paula, J., 1986. Physical Chemistry. Oxford University Press, Oxford, pp. 182.

- Atkinson, C.M., Kytömaa, H.K., 1992. Acoustic wave speed and attenuation in suspensions. *Int. J. Multiphase Flow* 18, 577–592.
- Bellas, I., Tassou, S.A., 2005. Present and future applications of ice slurries. *Int. J. Refrigeration*. 28, 115–121.
- Davies, T.W., 2005. Slurry ice as a heat transfer fluid with a large number of application domains. *Int. J. Refrigeration*. 28, 108–114.
- Delahaye, A., Fournaison, L., Guilpart, J., 2010. Characterisation of ice and THF hydrate slurry crystal size distribution by microscopic observation method. *Int. J. Refrigeration* 33, 1639–1647.
- Guazzelli, E., 2001. Evolution of particle-velocity correlations in sedimentation. *Phys. Fluids* 13, 1537–1540.
- Guilpart, J., Stamatiou, E., Delahaye, A., Fournaison, L., 2006. Comparison of the performance of different ice slurry types depending on the application temperature. *Int. J. Refrigeration*. 29, 781–788.
- Haider, L., Snabre, P., Boynard, M., 2000. Rheo-acoustical study of the shear disruption of reversible aggregates. *Ultrasound scattering from concentrated suspensions of red cell aggregates*. *J. Acoust. Soc. Am.* 107, 1715–1726.
- Harker, A.H., Temple, J.A.G., 1988. Velocity and attenuation of ultrasound in suspensions of particles in fluids. *J. Phys. D: Appl. Phys.* 21, 1576–1588.
- Hibberd, D.J., Robinson, B.H., Robins, M.M., 1999. Ultrasonic characterisation of colloidal dispersions: detection of flocculation and adsorbed layers. *Colloids Surf. B. Biointerfaces* 12, 359–371.
- Holmes, K.A., Challis, E.R., Wedlock, D.J., 1993. A wide bandwidth study of ultrasound velocity and attenuation in suspension: comparison of theory with experimental measurement. *J. Colloid Interface Sci.* 156, 261–268.
- Hoyos, M., Bacri, J.C., Martin, J., Salin, D., 1994. A study of the sedimentation of noncolloidal bidisperse, concentrated suspensions by an acoustic technique. *Phys. Fluids* 6, 3809–3817.
- Kauffeld, M., Wang, M.J., Goldstein, V., Kasza, K.E., 2010. Ice slurry applications. *Int. J. Refrigeration*. 33, 1491–1505.
- Kytömaa, H.K., 1995. Theory of sound propagation in suspensions: a guide to particle size and concentration characterization. *Powder Technol.* 82, 115–121.
- Lee, R.J., Teja, A.S., 1990. Viscosities of polyethylene glycols. *J. Chem. Eng. Data* 35, 385–387.
- Marion, G.M., Jakubowski, S.D., 2004. The compressibility of ice to 2.0 kbar. *Cold Regions Sci. Technol.* 38, 211–218.
- McClements, D., Dickinson, E., Dungan, R.S., Kinsela, E.J., Povey, M.J.W., 1993. Effect of emulsifier type on the crystallization of oil-in-water emulsions containing a mixture of solid and liquid droplets. *J. Colloid Interface Sci.* 160, 279–293.
- Segrè, P.N., Herbolzheimer, E., Chaikin, P.M., 1997. Long-range correlations in sedimentation. *Phys. Rev. Lett.* 79, 2574.
- Zafarani-Moattar, M.T., Samadi, F., Sadeghi, R., 2004. Volumetric and ultrasonic studies of the system (water + polypropylene glycol 400) at temperatures from (283.15 to 313.15) K. *J. Chem. Thermodyn.* 36, 871–875.

Elastic weakening of a dense granular pack by acoustic fluidization: Slipping, compaction, and aging

X. Jia,^{*} Th. Brunet,[†] and J. Laurent

Université Paris-Est, Laboratoire de Physique des Milieux Divisés et Interfaces, CNRS FRE 3300, 5 Boulevard Descartes, F-77454 Marne-la-Vallée, France

(Received 25 January 2011; revised manuscript received 23 July 2011; published xxxxx)

Sound velocity measurements in dense glass bead packs reveal significant softening effect at large amplitudes, due to the frictional nonlinearity at the grain contacts. Beyond a certain amplitude, the sound-matter interaction becomes irreversible, leaving the medium in a weakened and slightly compacted state. A slow recovery of the initial elastic modulus is observed after acoustic perturbation, revealing the plastic creep growth of microcontacts. The cross-correlation function of configuration-specific acoustic speckles highlights the relationship between the macroscopic elastic weakening and the local change of the contact networks, induced by strong sound vibration, in the absence of appreciable grain motion.

DOI: [10.1103/PhysRevE.00.000300](https://doi.org/10.1103/PhysRevE.00.000300)

PACS number(s): 45.70.-n, 43.35.+d, 91.30.-f

I. INTRODUCTION

A granular medium is an assembly of discrete macroscopic solid grains that interact with each other by dissipative contact forces. Unlike the ordinary solids and liquids, a dense granular medium exhibits multiple metastable configurations and may undergo a transition between solid state to liquid state when a large enough mechanical force is applied by shear or vibration [1–4].

A shaking experiment allows investigation of the complex behavior of driven, athermal granular systems such as compaction, segregation, and pattern formation [1]. In a granular system fluidized by continuous strong vibration where collisions dominate (acceleration normalized with the gravity $\Gamma > 1$), it has been shown [3] that an effective viscosity and effective temperature can be defined in such a granular liquid. By decreasing the amplitude of vibration $\Gamma < 1$, the driven granular medium evolves into an amorphous state [3].

On the opposite side of the liquid-to-solid transition, the jammed granular state is determined by the inhomogeneous contact force networks [1]. A granular solid exhibits very nonlinear dynamics during shearing, accompanied by strong spatial and temporal variations in the contact distribution. In a weakly vibrated granular column, large force variations have been observed on the bottom boundary in the absence of appreciable grain motion, indicating a strong nonlinear and glassy dynamics of the force network [4].

Sound waves propagating through the contact force network provide a natural way to probe accurately and nondestructively the viscoelastic properties of a jammed granular state [5–10]. At large amplitude of vibration, sound waves may serve as controlled perturbation to explore the glassy dynamics of a granular solid [6,7]. Liu and Nagel found previously that sound transmission at $\Gamma \sim 1$ in a glass bead pack under gravity exhibits large temporal fluctuations [6]. Unlike the shaking experiment, such structural relaxation, referred to here as “acoustic fluidization [11],” occurs nevertheless surprisingly where no visible rearrangement of the beads was observed. At

moderate vibration ($\Gamma < 0.1$), both a strong hysteretic behavior on the amplitude measurement [6] and a significant modulus softening in the resonance experiment [12] were also observed, but the underlying physics responsible for these nonlinear dynamics still remains unclear on the level of the contacts.

In this paper, we examine quantitatively the hysteretic characteristics of the sound velocity in jammed granular media via pulsed ultrasonic waves. We focus our attention on the irreversible sound-matter interaction in a regime where the grain motion is visibly absent. The resultant rearrangement of the force network is, however, evidenced by the configuration-specific scattered waves. Compared to the previous resonance method (~ 150 s), the velocity measurement reported here (~ 10 s) is much faster, thus providing an adequate method for highlighting the slow dynamic behavior. All combined measurements, including the packing density, reveal the crucial role of frictional nonlinearity at the grain contact in the elastic weakening and the structural change induced by the acoustic fluidization, and would be helpful for understanding the unjamming or landsliding triggering process [12].

II. EXPERIMENTS

Our granular materials consist of dry polydisperse glass beads of diameter $d = 0.6$ – 0.8 mm confined in a oedometer cell of 60 mm diam which is filled to a height $H = 20$ mm, with a packing density ≈ 0.61 . This type of apparatus allows us to apply a constant uniaxial load P_0 on the bead pack from 85 to 340 kPa. A large longitudinal transducer of 30 mm diam is used as a plane-wave source, transmitting a ten-cycle tone burst centered at low frequency, 50 kHz. The corresponding wavelength λ is ≈ 15 mm, which is much larger than the bead size d , and the coherent wave propagation is detected by another large transducer at the bottom (inset of Fig. 1). To examine the nonlinear response, we vary the input voltage V_{input} from 10 to 250 V, corresponding to a vibration displacement $U \approx 2$ – 50 nm.

Figure 1(a) shows typical ultrasound transmissions through the bead pack under $P_0 = 340$ kPa for increasing input amplitudes. The absolute value of sound speed c_0 can be measured by the time-of-flight T_0 as $c_0 \approx 770$ m/s. As the input amplitude is increased, we observe that the total transmitted ultrasound is delayed progressively up to $\sim 2\%$

^{*}Corresponding author: jia@univ-mlv.fr

[†]Present address: Université Bordeaux 1, CNRS UMR 5295, F-33405 Talence cedex, France.

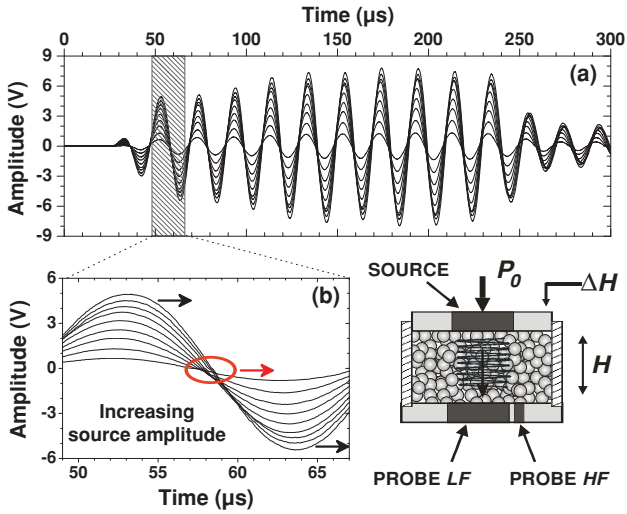


FIG. 1. (Color online) (a) Transmitted ultrasonic wave trains through a glass bead pack under $P_0 = 340$ kPa excited by increasing V_{input} . (b) Progressive delay (closeup). Inset: experimental setup including the source transducer and probes of coherent (LF) and scattered (HF) waves.

[Fig. 1(b)]. Such *softening* effect of sound velocity appears basically different from the usual waveform distortion caused by anharmonicity.

The main investigation is focused on the reversibility of the sound-matter interaction for increasing sound amplitude (Fig. 2); we check if there is any change in the material property and structure after the sound transmission. To do so,

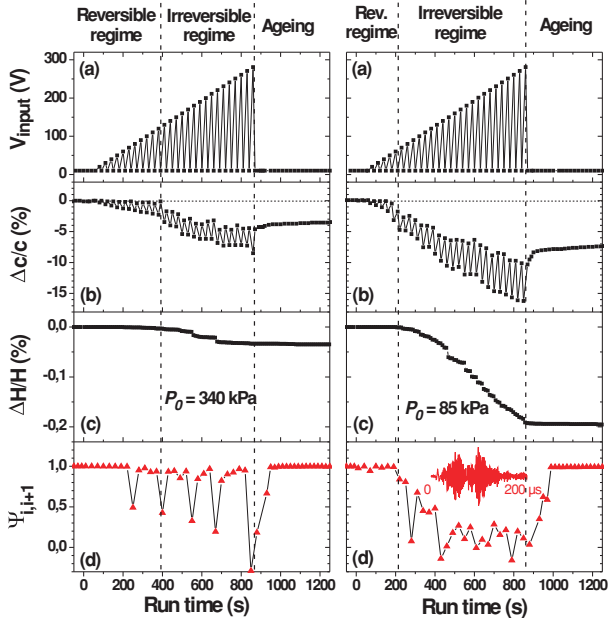


FIG. 2. (Color online) Reversible and irreversible interactions between sound waves and granular packs under $P_0 = 340$ kPa (left) and $P_0 = 85$ kPa (right) versus sound amplitude. (a) Excitation protocol; (b) sound velocity change; (c) packing height variation; (d) resemblance parameter between two successive acoustic speckles. Inset of (d) shows a typical acoustic speckle.

measurements of the wave velocity and the packing density are carried out repeatedly at the lowest input amplitude ($V_{\text{input}} = 10$ V) as a nondisturbing probe, before going up to the next increased amplitude [Figs. 2(a)–2(c)]. In order to monitor the possibly induced rearrangements inside the force networks, we also employ low-amplitude ($V_{\text{input}} = 30$ V), high-frequency ($f = 500$ kHz), multiply scattered waves probed by a pinducer [insets of Figs. 1 and 2(d)]. The structure changes may be evaluated by these configuration-specific acoustic speckles, via the resemblance parameter $\Psi_{i,i+1} = C_{i,i+1}(\tau = 0) / [C_{i,i}(0)C_{i+1,i+1}(0)]^{1/2}$ that was used previously [13]. Here $C_{i,i+1}(\tau)$ with the time lag τ is the cross-correlation function between two successive speckle signals $S_i(t)$ and $S_{i+1}(t)$ recorded every 30 s, before and after the high-amplitude sound transient at low frequency ($f = 50$ kHz).

Roughly, we identify two regimes of fast nonlinear dynamics versus V_{input} . In the first regime, the interaction between sound wave and granular medium is reversible: There is neither velocity change nor sample density variation after the wave passage and the force network remains nearly unchanged, i.e., $\Psi_{i,i+1} \approx 1$, except for a few rare events. In the second regime, however, beyond a certain amplitude threshold depending on the applied load, the sound-matter interaction becomes irreversible. Indeed, the wave velocity and corresponding elastic modulus remain weakened after the wave transient, and slight plastic deformation is also observed corresponding to a compaction of ~ 0.5 μm for one bead layer [Fig. 2(c)]. This characteristic scale associated with our sample compaction is negligibly small compared to those observed in shaking experiments where the rearrangement occurs on the length scale of the grain size d (≈ 0.7 mm). However, the resemblance parameter shows a significant intermittent change in the force networks induced by high-amplitude sound waves, which become much more pronounced and frequent under lower confining pressure [Fig. 2(d)] in conjunction with a more important velocity softening and material compaction [Figs. 2(b)–2(c)]. This finding highlights the relationship between the macroscopic elastic weakening and the local change of the contact network, induced by strong sound vibration in the absence of visible grain motion.

Moreover, we find that there exists a slow dynamics (i.e., aging) in the granular medium, left in a weakened state by the irreversible interaction. The sound velocity slowly returns to its initial value over a number of hours after strong sound transmission [Fig. 2(b)]. This slow recovery, roughly following a logarithmic law, is analogous to the stress relaxation in sheared and compressed granular systems [2] and the aging effect of load-bearing asperities between two rough solids [14] (see next section). During this aging process, the resemblance parameter is close to $\Psi_{i,i+1} \approx 1$, implying that the contact force network remains almost unchanged.

III. MODELING AND DISCUSSION

Let us interpret the sound velocity softening within the framework of the effective medium approach based on contact mechanics. For small-amplitude sound waves propagating in elastic sphere packs under isotropic compression, both compressional and shear velocities c_p and c_s can be derived from the incremental normal and tangential stiffness D_n and

D_t , $c_p \propto [Z(D_n + 2D_t/3)]^{1/2}$ and $c_s \propto [Z(D_n + 3D_t/2)]^{1/2}$ with Z the coordination number [15]. For large-amplitude sound propagation in the reversible regime $F_t < \mu F_0$, where F_0 and F_t are the normal and tangential forces at the contact and μ the coefficient of friction, two distinct kinds of nonlinear elasticity may come into play between two spheres at large-amplitude vibration [16].

We first consider the nonlinear effects related to the normal force-displacement response. If an oscillating force F_n is applied to two spheres of diameter d initially compressed by a static force F_0 , the oscillating displacement U_n can be related to F_n by $F_n \approx D_n U_n (1 + \beta U_n + \delta U_n^2 + \dots)$. Here D_n is the previously mentioned linear stiffness, $\beta = -1/(4U_0)$ (>0) and $\delta = -1/(24U_0^2)$ (<0) correspond to the quadratic and cubic nonlinear terms determined by the static compression $U_0 \sim F_0^{2/3}$ ($U_0 < 0$) [12,17]. Accordingly, at large amplitude, we have an associated normal stiffness over one cycle of oscillation $D_n^{NL} \approx D_n (1 + \delta U_n^2)$ and a resultant softening of sound velocity $\Delta c/c \sim \Delta D_n/D_n \sim \delta U_n^2$. Under a pressure $P_0 (= 4F_0/\pi d^2) \approx 100$ kPa, the static compression is $U_0 \approx -120$ nm (the static strain $\varepsilon_0 \sim U_0/d \approx -2 \times 10^{-4}$) and $\delta \approx -3 \times 10^{-6} \text{ nm}^{-2}$. For a sound wave of $U_n \approx 6$ nm (the acoustic strain $\varepsilon_a \sim U_n/d \approx 10^{-5}$), the velocity softening due to the Hertz nonlinearity would be only $\Delta c/c \sim -0.01\%$. This mechanism, suggested previously [12], is thus not responsible for the experimental finding ($\sim -2\%$).

Let us now examine another mechanism of nonlinearity at the contact, i.e., the hysteretic friction. For two identical spheres, compressed by a constant normal force F_0 , an analytical relationship can be derived between the tangential displacement U_t and force F_t , before the sliding threshold (i.e., the Mindlin model) [16]. As depicted in Fig. 3(a), OA and OC represent, respectively, the normalized loading curves for small and large amplitude (U_t^*) of the transverse displacement; AB-BA and CD-DC correspond to the cyclic unloading-reloading curves. For large amplitude of vibration, unloading (U_t^-) and reloading (U_t^+) displacements form a significant hysteresis loop versus F_t (of amplitude F_t^*), implying both the dissipative and the nonlinear elastic features of solid friction. The average stiffness D_t^{NL} corresponds to the slope of the line connecting the end points C and D: $D_t^{NL} < D_t$ when increasing the amplitude U_t^* .

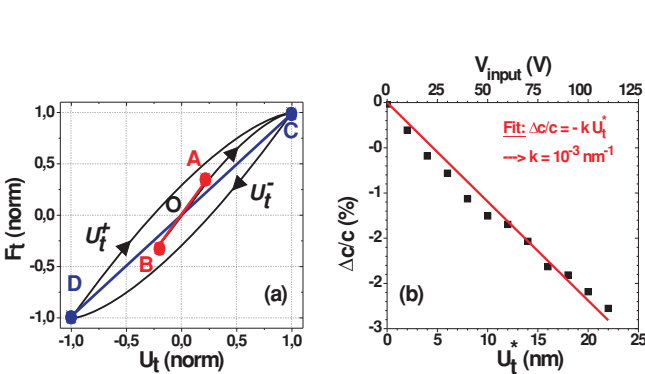


FIG. 3. (Color online) (a) Tangential loading-displacement hysteresis loop: F_t and U_t are normalized by μF_0 and U_t obtained at $F_t = \mu F_0$, respectively. (b) Comparison between measurements and predictions (solid line).

Such softening effect can also be deduced from the elastic response (U_t^E) and the dissipative counterpart (U_t^H) of the hysteretic behavior $U_t(F_t) = U_t^E(F_t) + S U_t^H(F_t)$, as in rocks [18]. Here $U_t^E = (U_t^+ + U_t^-)/2$, $U_t^H = (U_t^+ - U_t^-)/2$, and S is a sign function, $S = 1$ (-1) for F_t increasing (decreasing). For $F_t^* \ll \mu F_0$, we may derive from the Mindlin model (i.e., unloading-reloading) [16],

$$U_t^E(F_t) \approx (2U_0/3) (1 + F_t^*/6\mu F_0) (F_t/\mu F_0), \quad (1a)$$

$$U_t^H(F_t) \approx (U_0/18) [(F_t/\mu F_0)^2 - (F_t^*/\mu F_0)^2]. \quad (1b)$$

In this work, we are only concerned with the elastic response [Eq. (1a)]; the tangential stiffness is obtained by $D_t^{NL} = (dU_t^E/dF_t)^{-1} \approx D_t (1 - F_t^*/6\mu F_0)$ and consequently $\Delta c/c \sim \Delta D_t/D_t \approx -F_t^*/6\mu F_0 \approx -k U_t^* \sim -\varepsilon_a/\varepsilon_0$. Here $k = [2Ga/3(2 - \nu)\mu F_0]$; G and ν are the shear modulus and Poisson ratio of the spheres and a is the radius of the contact area. The experimental data obtained under $P_0 = 340$ kPa in the reversible regime agree well with such linear decrease of sound velocity [Fig. 3(b)]. Extracting k by the fit and considering the glass bead constants ($G = 28$ GPa, $\nu = 0.25$) allows us to obtain a friction coefficient $\mu \approx 1.1$, consistent with the previous measurement [10].

To understand the sound-matter interaction in the irreversible regime, we propose the following scenario. At a very large amplitude of vibration, the spheres may slide over each other at the contact when $F_t > \mu F_0$. In a disordered bead pack, such a process is accompanied by the loss of grain contacts, producing the grain rearrangement and significant compaction as in shaking experiments. Our findings on the elastic weakening [Fig. 2(b)] suggest that the irreversible interaction of sound with the granular pack can also take place on a much smaller length scale without the appreciable motion of grains. Indeed, the tiny compaction of tens of microns excludes the rearrangements on the scale of the bead size d . As illustrated in the inset of Fig. 4, the mechanism of sliding between two smooth spheres previously described may take place between the asperities via slipping at large amplitude. For the random height distribution of microasperities [14,16], such slipping may produce the rearrangements of the unstable contacts on the micrometric scale. This picture is consistent with the

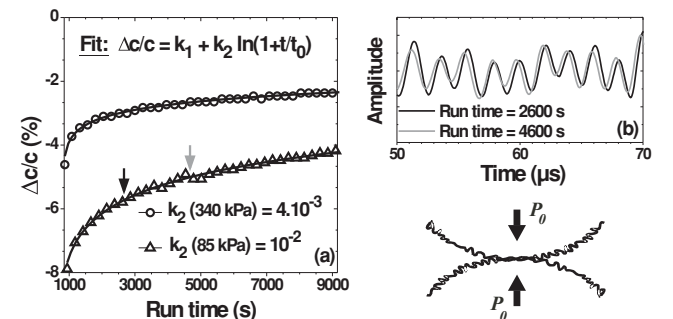


FIG. 4. (a) Slow recovery of sound velocity versus run (waiting) time after large-amplitude sound transmission under $P_0 = 340$ kPa (circles) and 85 kPa (triangles). Solid lines refer to the fits with the respective k_2 . (b) High-frequency acoustic speckles (closeup) recorded at two run times indicated in (a). Inset: squeezed asperities at the bead contact.

observed logarithmic recovery of sound velocity [Fig. 4(a)]. Indeed, as the stiffness D is proportional to the radius \bar{a} of the real contact area ($\Sigma_r \sim \pi \bar{a}^2$), the plastic creep growth of the microcontact $\Sigma_r(t) = \Sigma_{r0}[1 + m \ln(1 + t/t_0)]$ (with m an effective strain-rate sensitivity and t_0 a time constant), weakened or broken by strong vibration, would exhibit a slow recovery of the elastic modulus. The characteristic values $m \approx 4k_2 \sim 10^{-2}$ obtained by fit, are consistent with those found in the literature between rough solid contacts [14]. During this aging or healing regime, the multiply scattered sound waves undergo little modification [Fig. 4(b)], indicating that the spatial distribution of the force chains remains unchanged except for a global enhancement of contacts resulting in the sound velocity increase.

IV. CONCLUSION

We have measured an important softening of sound velocity at large vibration amplitude in jammed granular media (1%–10%). It stems from the nonlinear hysteretic friction at the grain contacts. The sound-matter interaction becomes irreversible

beyond a certain amplitude which is stress dependant, weakening the granular medium and causing a tiny compaction. This acoustic fluidization presumably originates from the vibration-induced slipping on the scale of microasperities. Probing simultaneously the contact network changes with the acoustic speckles allows us to evidence a relationship between the global elastic weakening and the local structure relaxation. In addition, we show that during the aging process of the force network, the logarithmic recovery of the elastic modulus is related to the plastic creep growth of broken or weakened contacts but without configuration changes. Our findings might be helpful to highlight the underlying physics of effective granular temperature and particularly the role of noise in the rheology of dense granular flow due to the elastic wave signals propagating away from flips or rearrangement events [19,20].

ACKNOWLEDGMENTS

We thank R. Guyer, P. Johnson, J. Léopoldès, and P. Mills for helpful discussions.

-
- [1] H. M. Jaeger *et al.*, *Rev. Mod. Phys.* **68**, 1259 (1996).
 - [2] R. R. Hartley and R. P. Behringer, *Nature* **421**, 928 (2003).
 - [3] G. D'Anna, P. Mayor, A. Barrat, V. Loreto, and F. Nori, *Nature* **424**, 909 (2003); G. D'Anna and G. Gremaud, *Nature (London)* **413**, 407 (2001).
 - [4] P. Umbanhowar and M. van Hecke, *Phys. Rev. E* **72**, 030301 (2005).
 - [5] J. D. Goddard, *Proc. R. Soc. London, Ser. A* **430**, 105 (1990).
 - [6] C. H. Liu and S. R. Nagel, *Phys. Rev. Lett.* **68**, 2301 (1992); *Phys. Rev. B* **48**, 15646 (1993).
 - [7] S. Sen *et al.*, *Phys. Rep.* **462**, 21 (2008); S. R. Hostler and C. E. Brennen, *Phys. Rev. E* **72**, 031303 (2005).
 - [8] X. Jia, C. Caroli, and B. Velicky, *Phys. Rev. Lett.* **82**, 1863 (1999); X. Jia, *ibid* **93**, 154303 (2004).
 - [9] H. A. Makse, N. Gland, D. L. Johnson, and L. Schwartz, *Phys. Rev. E* **70**, 061302 (2004); L. Bonneau, B. Andreotti, and E. Clement, **75**, 016602 (2007).
 - [10] Th. Brunet, X. Jia, and P. Mills, *Phys. Rev. Lett.* **101**, 138001 (2008).
 - [11] H. J. Melosh, *Nature* **379**, 601 (1996).
 - [12] P. Johnson and X. Jia, *Nature* **437**, 871 (2005).
 - [13] X. Jia and P. Mills, in *Powders and Grains* (Balkema, Rotterdam, 2001), p. 105; V. Tournat and V. E. Gusev, *Phys. Rev. E* **80**, 011306 (2009).
 - [14] T. Baumberger and C. Caroli, *Adv. Phys.* **55**, 279 (2006).
 - [15] K. W. Winkler, *Geophys. Res. Lett.* **10**, 1073 (1983).
 - [16] K. L. Johnson, *Contact Mechanics* (Cambridge University Press, Cambridge, 1985).
 - [17] A. N. Norris and D. L. Johnson, *J. Appl. Mech.* **64**, 39 (1997).
 - [18] R. A. Guyer, J. TenCate, and P. Johnson, *Phys. Rev. Lett.* **82**, 3280 (1999).
 - [19] K. Nichol, A. Zanin, R. Bastien, E. Wandersman, and M. van Hecke, *Phys. Rev. Lett.* **104**, 078302 (2010).
 - [20] A. Lemaître and C. Caroli, *Phys. Rev. Lett.* **103**, 065501 (2009).

Étude d'un matériau granulaire sec par ondes ultrasonores : effet non linéaire, atténuation et diffusion

Résumé : Cette thèse expérimentale porte sur les ondes ultrasonores se propageant dans un milieu granulaire sec sous contrainte. Dans une première partie, on s'intéresse à la propagation des ondes cohérentes de grande longueur d'onde. La mesure des vitesses de ces ondes en fonction de la contrainte et de la fréquence montre que les propriétés élastiques du milieu résultent du contact de type Hertz-Mindlin et que le milieu est non dispersif. La mesure d'atténuation indique un mécanisme dominant de type diffraction de Rayleigh. La propagation d'une onde de Biot à travers l'air dans un empilement sous gravité a aussi été mise en évidence. Dans une seconde partie, on s'est intéressé à la diffusion multiple d'onde acoustique. On en déduit le coefficient de diffusion et le temps d'absorption inélastique en fonction de la contrainte et de la fréquence d'excitation. Le libre parcours moyen de transport ℓ^* a été déterminé en fonction du rapport de la longueur d'onde sur la taille des grains, montrant deux régimes distincts à basse et à haute fréquence. La dernière partie porte sur le comportement non linéaire hystérétique d'un milieu granulaire par méthode de résonance. Les modes fondamentaux d'ondes cohérentes ont été étudiés en fonction de l'amplitude d'excitation et de la contrainte de confinement. Des ramollissements élastiques de 10% pour l'onde longitudinale et 20% pour l'onde transversale sont observés, ceci est en bon accord avec un modèle de milieu effectif basé sur la théorie de Mindlin. Les effets d'interaction irréversible son/matière ont été examinés, tels que la compaction intermittente et le processus de cicatrisation. Enfin, on observe une atténuation de l'onde transversale dépendant conjointement de l'amplitude d'excitation et de la fréquence.

Mots-clés : *Acoustique, matériaux granulaires, vitesses et atténuations, diffusion multiple ultrasonore, résonance, effet non linéaire.*

Abstract: This experimental work deals with the ultrasound propagation in a dry granular medium under stress. The first chapter of the thesis concerns the coherent wave propagation in the long-wavelength limit. The measurement of sound velocity as a function of the applied stress and wave frequency confirm that the nonlinear elasticity of the medium originates from the Hertz-Mindlin contact and show that the medium is free of velocity-dispersion. On the other hand, the amplitude measurement reveals that the dominant mechanism of attenuation is due to the Rayleigh-like scattering. Additionally, the airborne Biot wave is observed and investigated. The second chapter is devoted to the diffusively scattered ultrasound. We particularly determine the diffusion coefficient and the inelastic absorption time as a function of stress and frequency. The mean transport free path was investigated versus the ratio of the wavelength to the grain size, which shows two distinct behaviours at low and high frequencies, respectively. The third and last chapter is focused on the hysteretic nonlinear behaviour studied by the resonance method. The fundamental modes of coherent waves are investigated as a function of the applied stress and excitation amplitude. The softening of elastic modulus is observed and can rise to 10% for the longitudinal wave and 20% for the transversal wave, which are in good agreement with the model prediction based on the Mindlin friction theory. Furthermore, the irreversible sound/matter interaction is examined; the intermittent compaction and the slow healing process are observed. Finally, the attenuation of transversal waves is shown to depend simultaneously on wave amplitude and frequency.

Keywords: *Acoustics, granular media, sound velocity and attenuation, multiple scattering of ultrasound, resonance, nonlinear effect.*