



HAL
open science

Rupture et vibration de films granulaires

Nabil Retailleau

► **To cite this version:**

Nabil Retailleau. Rupture et vibration de films granulaires. Chimie-Physique [physics.chem-ph]. Université Gustave Eiffel, 2023. Français. NNT : 2023UEFL2053 . tel-04500989

HAL Id: tel-04500989

<https://theses.hal.science/tel-04500989>

Submitted on 12 Mar 2024

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

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



THÈSE DE DOCTORAT

Université Gustave Eiffel

École doctorale N° 531 : Sciences, Ingénierie et Environnement

Laboratoire Navier

Thèse pour obtenir le grade de
Docteur de l'Université Gustave Eiffel

Spécialité : Physique

Présentée par

Nabil Retailleau

soutenue le 07/11/2023

Rupture et vibration de films granulaires

Jury :

Présidente du jury

Mme Élise Lorenceau – Directrice de recherche CNRS, Université Grenoble Alpes

Rapportrices

Mme Florence Elias – Professeure, Université Paris Cité

Mme Marie Le Merrer – Chargée de recherche CNRS, Université Lyon I

Examineur

M. Pierre Jop – Chargé de recherche CNRS, Saint-Gobain Recherche

Encadrants

Mme Florence Rouyer – Professeure, Université Gustave Eiffel - directrice de thèse

M. Yacine Khidas – Maître de conférences, Université Gustave Eiffel - co-encadrant

Résumé

Les films liquides font l'objet de nombreuses études pour répondre à diverses problématiques industrielles telles que la conception de mousses de façon contrôlée pour des besoins dans les industries agro-alimentaire, minière ou du génie civil. Leur stabilité et leur vieillissement sont toujours des questions d'actualité. Il existe différents moyens de stabiliser un film liquide, il est possible d'utiliser des tensioactifs solubles, on parle de films de savon, ou des particules solides, on parle de films chargés en particules. On s'intéresse, ici, à des films de savon suspendu dans l'air dont les deux interfaces sont pontées par des grains solides non-colloïdaux, que l'on appelle films granulaires. Des études précédentes ont montré que la fraction surfacique de grains dans un tel film impactait leur mécanisme de rupture, et notamment que l'ouverture de ces films pouvaient être stoppée lorsque le film se rétractait et que la densité en particules augmentait. Le travail de cette thèse se concentre sur l'étude de l'influence des forces capillaires sur le comportement à la rupture et la réponse vibrationnelle d'un film granulaire très dense (les grains occupent 87 % de la surface du film). Nous avons conçu des dispositifs expérimentaux permettant de former des films granulaires et de contrôler la pression du liquide entre les particules afin d'observer leur réaction à une variation de cette pression, de sonder leur ouverture suite à une rupture provoquée et de caractériser leur mode vibratoire. Différents régimes d'ouverture ont pu être observés, dépendant de cette pression : pour des pressions liquides proches de la pression atmosphérique, le film granulaire dense éclate tel un film de savon, au-delà d'une dépression critique, l'ouverture du film est stoppée. L'influence de différents paramètres tels que la taille des grains, leur angle de contact avec la solution aqueuse ont pu être investigués et montrent que la pression critique est de l'ordre d'un tiers de la pression capillaire calculée à l'échelle d'un grain. Nous avons également adapté ce dispositif pour sonder les propriétés vibrationnelles de ces films granulaires horizontaux en le soumettant à des vibrations verticales de fréquences inférieures à 1 kHz. Ces premières études montrent pour des pressions liquides proches de la pression atmosphérique que les modes d'un film granulaire peuvent être décrits comme ceux d'une membrane tendue dont la tension est de l'ordre de deux fois la tension de surface des interfaces liquide-air.

Abstract

Liquid films are the subject of numerous studies aimed at addressing various industrial challenges, such as the controlled design of foams for use in the food, mining, or civil engineering industries. Their stability and aging remain relevant questions. There are various methods to stabilize a liquid film, including the use of soluble surfactants, referred to as soap films, or solid particles, known as particle-laden films. Here, we focus on soap films suspended in the air, with both interfaces bridged by non-colloidal solid grains, referred to as granular films. Previous studies have shown that the surface fraction of grains in such a film impacts their rupture mechanism, particularly that the opening of these films can be stopped when the film retracts and the particle density increases. This thesis work focuses on studying the influence of capillary forces on the rupture behavior and vibrational response of a very dense granular film (grains occupy 87% of the film's surface). We have designed experimental setups to create granular films and control the liquid pressure between the particles to observe their behavior to pressure variations, investigate their opening after induced rupture, and characterize their vibrational modes. Different opening regimes have been observed, depending on this pressure : for liquid pressures close to atmospheric pressure, the dense granular film bursts like a soap film ; beyond a critical depression, the film's opening is stopped. The influence of various parameters such as grain size and their contact angle with the aqueous solution has been investigated and shows that the critical pressure is on the order of one-third of the capillary pressure calculated at the scale of a grain. We have also adapted this setup to probe the vibrational properties of these horizontal granular films by subjecting them to vertical vibrations with frequencies below 1 kHz. These initial studies show that, for liquid pressures close to atmospheric pressure, the modes of a granular film can be described as those of a stretched membrane with a tension about twice the surface tension of the liquid-air interfaces.

Remerciements

J'ai eu la chance de passer un peu plus de trois années au laboratoire Navier au sein d'une équipe formidable. Une thèse est une aventure scientifique enrichissante mais également humaine et sans vous, dont nos chemins se sont croisés, elle n'aurait pas eu la même saveur.

Je tiens à remercier avant tout le jury pour l'intérêt qu'il a porté à mes travaux et pour les discussions qui en ont suivi. Merci à Élise Lorenceau, pour son rôle de présidente du jury, merci à Pierre Jop et merci à Florence Elias et Marie Le Merrer pour avoir accepté d'être les rapportrices de ce manuscrit et pour la pertinence de vos remarques.

Je remercie également Emmanuelle Rio et Jean-Noël Roux pour avoir fait partie de mon comité de suivi de thèse et pour votre intérêt et vos commentaires constructifs.

Je remercie Florence, ma directrice de thèse. Merci pour tes conseils, ton implication et ta bienveillance tout au long de cette thèse. J'ai beaucoup appris auprès d'une expérimentatrice chevronnée. Merci de m'avoir permis d'enseigner à l'Université et d'encadrer un stagiaire. Ces deux expériences m'ont aidé à prendre du recul sur mon travail. J'estime faire partie des chanceux qui t'ont eue en directrice de thèse, car tu as de très grandes qualités humaines. Ce fut un réel plaisir de travailler avec toi pendant ces trois ans et demi.

Merci Yacine, mon co-directeur de thèse. Tu as également été fortement impliqué dans ce travail, de par les simulations numériques que tu as réalisées et pour ton aide pour la partie vibration qui m'a donné beaucoup de fil à retordre ! Merci pour ta bienveillance et ton esprit critique qui m'a poussé à être le plus rigoureux possible, que ce soit dans les expériences ou dans le traitement des résultats. Les réunions scientifiques avec toi se suivaient souvent de remises en question nécessaires qui ont grandement contribué à l'avancée de ce travail. Tes entrées fulgurantes dans le bureau resteront dans les mémoires.

Cette thèse s'inscrit dans le projet ANR PhyGaMa dont je tiens également à remercier les membres au laboratoire Navier : Olivier, merci pour les discussions, tes conseils d'expert et tes questions pertinentes lors des réunions ; Vincent, merci pour ton implication sur la partie vibration ; Xavier, merci pour les quelques discussions théoriques qui m'ont fait comprendre qu'on ne comprenait pas grand-chose (et aussi pour tes entrées fulgurantes). Merci au meilleur stagiaire : Paul, tellement fort qu'ils n'ont pas voulu te libérer et te voilà thésard à ton tour. C'était un plaisir de travailler avec toi et d'en apprendre un peu plus sur la chimie.

Merci aux membres de l'équipe technique pour votre aide et votre disponibilité, vous avez été indispensables à la réalisation de ce projet. Merci David pour ton aide à la conception de la cellule de formation de film granulaire et contrôle de pression liquide, de nombreuses itérations ont été nécessaires avant la version finale. Merci Julien, le successeur pour tes beaux schémas que j'ai pu réutiliser. Merci Cédric pour la fabrication de toutes les itérations du montage, celle de mes schémas douteux et pour ton usinage des pastilles poreuses, tâche très complexe. Merci Christophe

pour la fabrication des boîtiers d'acquisition de mesures de pression. Merci Pascal pour ton aide sur l'interfaçage des différents appareils électroniques présents sur le montage de vibration. Merci Laurent et Jaime pour vos dépannages informatiques et prêts de matériel.

Je n'oublie pas les membres de l'équipe administrative qui nous facilitent le quotidien en s'occupant d'un bon nombre de papiers, merci à Ninon, Maëva, Céline et tout particulièrement à Virginia pour m'avoir accompagné dans toutes mes galères administratives pour des avenants de contrats.

Merci à nos collègues de l'ANR au laboratoire FAST à l'Université Paris-Saclay : merci Georges et Antoine, j'ai pu vous côtoyer en tant qu'étudiant en Licence et Master à Orsay, puis durant cette thèse lors de réunions. Merci pour votre accueil et pour les discussions constructives. Merci Jonathan, l'autre thésard de cette ANR désormais docteur, on a pu partager sur quelques-unes de nos galères expérimentales, mais aussi des moments conviviaux, notamment lors de démonstrations de tes talents de danseurs.

Merci à tous les permanents de l'équipe de m'avoir si bien accueilli au laboratoire, merci pour votre bienveillance et tous les moments conviviaux partagés autour d'un café ou en salle de manipulation. Un grand merci en particulier à Brice pour les discussions intéressantes autour d'un café (ou d'un thé), à Julie pour ta bienveillance et à Rahima pour tous ces moments passés à rire, à parler de tout et de rien et à se charrier.

Merci à tous les doctorants, post-doctorants et stagiaires dont j'ai pu faire la connaissance. Merci aux plus vieux qui m'ont si bien accueilli : Élie, Florian, Julia, Leila, Viera, Wenquiang.

Et aux un peu moins vieux de la fratrie Coussot : Anatole, la force tranquille, Élixa qui m'a accompagné dans des pauses à rallonge, Hicham le sudiste.

Dédicace aux autres membres du club des cinq : Franck le capitaine, docteur axiome, merci pour ces discussions football et les débats houleux ; Kassem le maître d'échecs ; Margaux ma sœur de mousse, merci pour ta bonne humeur, ce fut un plaisir de partager une salle de manip avec toi. Et comment oublier Antoine, mon frère de bureau (objectivement le meilleur du labo). Merci pour ton extrême gentillesse, les délires partagés dans le C442 et autour de cafés que l'on aime tant.

Merci aux plus "jeunes" et bon courage à vous pour la suite : Valentine, que l'on a tout de suite adoptée, merci pour toutes les pauses partagées et ta bonne humeur ; Ahmad, merci pour les discussions football (CR7 > Messi) et les blagues absurdes échangées ; Ali et Bob les inséparables ; Paul (encore toi), mon petit (?) frère de thèse, merci d'avoir supporté mes blagues parfois douteuses.

Je n'oublie pas non plus Adrien, Yuliang, Yashu, Jovialy, Luoyi, Van Truong, Charlotte, Maxime (dans les hall of fame des meilleurs stagiaires), Léonie, Youssef (Mr You), Cindy. Désolé à ceux que j'ai oublié de citer.

Merci aux camarades représentants des doctorants au conseil du labo : Élodie (félicitations), Jonas et Guillaume, ce fut un plaisir, je vous souhaite une bonne continuation ainsi qu'une bonne fin de thèse pour certains.

Merci à mes collègues du côté enseignement : merci Régis de m'avoir si bien accueilli et pour ta confiance en me proposant les TPs d'optique et de thermodynamique. Merci à Damien et Pierre pour votre aide précieuse à la préparation des TPs et leur bon déroulement. Merci aussi pour toutes nos discussions où j'ai pu tant apprendre sur des sujets si différents.

Je tiens en outre à remercier certaines personnes qui m'ont conforté dans mon choix d'effectuer

une thèse. Merci à Frédéric Restagno et Jean-François Van Cleef qui m'ont co-encadré lors de mon premier stage en laboratoire. Ce stage et la bonne ambiance régnant au sein de l'équipe MMOI du LPS à Orsay m'ont sûrement donné goût à la recherche. Merci Chi-Tuong Pham pour vos conseils lors de ma recherche de stage et de thèse. J'arbore également une pensée pour feu, Yves Couder dont je suis très reconnaissant pour nos discussions sur la Physique et qui m'a aiguillé vers la thèse.

Je remercie également tous mes amis qui m'ont soutenu durant cette aventure. J'ai une pensée particulière pour les futurs docteurs : Hilal, Lucas, Mihary et Miryam avec qui il a été si bon de se plaindre. Un grand merci aux frérots Ilyas, Bichy, Samy, Jul et Hilal (encore oit).

Enfin, je remercie ma famille et plus particulièrement mes parents. Merci pour votre soutien indéfectible et vos encouragements tout au long de cette thèse. Merci du fond du cœur pour tout ce que vous avez fait pour moi, ma réussite n'est que le fruit de votre amour et de vos encouragements.

Table des matières

Introduction	11
1 Interfaces, films liquides et grains	13
1.1 Généralités sur les interfaces	15
1.1.1 Tension de surface	15
1.1.2 Loi de Laplace	16
1.1.3 Angle de contact	17
1.1.4 Les tensioactifs	19
1.1.5 La capillarité	21
1.2 Films liquides	22
1.3 Généralités sur les milieux granulaires	23
1.3.1 Empilements de grains	23
1.3.2 Milieux cohésifs	25
1.3.3 Rupture d'un empilement granulaire humide : théorie de Mohr-Coulomb	25
1.4 Particules dans des films et aux interfaces	27
2 Matériel et méthodes	33
2.1 Matériel	35
2.1.1 Solution liquide	35
2.1.2 Particules solides	35
2.1.3 Dispositif expérimental de formation de film granulaire permettant le contrôle de la pression liquide	36
2.1.4 Dispositif d'étude vibratoire de films granulaires	40
2.2 Méthodes	42
2.2.1 Silanisation des particules	42
2.2.2 Mesure d'angle de contact liquide-particule	43
2.2.3 Génération de films granulaires	44
2.2.4 Mesure et contrôle de la pression liquide	44
2.2.5 Mesure de la densité surfacique de particules	46
2.2.6 Mesure de la courbure d'un film granulaire	47
2.2.7 Orchestration des expériences de vibration	50
2.2.8 Simulations numériques	52
3 Observation de film granulaire à pression liquide imposée	55
3.1 Comparaison de la stabilité d'un film liquide et d'un film granulaire	57
3.2 Mesure de compacité d'un film granulaire	57
3.3 Déplacements de grains lors de variation de pression liquide	61
3.4 Évolution d'un film granulaire au cours d'une variation de pression liquide	62

TABLE DES MATIÈRES

3.5	Variation de pression de gaz sous un film, courbure et fracture d'un film granulaire .	64
3.6	Rupture spontanée d'un film liquide	70
4	Rupture de films granulaires à pression liquide contrôlée	73
4.1	Protocole de conditionnement d'un film granulaire à l'étude de sa rupture	75
4.2	Comportement d'ouverture après une rupture déclenchée	75
4.3	Influence de la pression liquide sur l'ouverture d'un film granulaire	77
4.4	Influence de l'angle de contact liquide-grain	81
4.5	Influence de la taille des grains	83
4.6	Courbes de transition adimensionnées et interprétation	86
4.7	Dynamique d'ouverture d'un film granulaire	87
4.8	Application du critère de Mohr-Coulomb à un film granulaire	89
4.9	Films granulaires bidisperses	94
5	Étude vibratoire de films granulaires	103
5.1	Membrane tendue en vibration, film de savon et radeau granulaire	105
5.2	Préparation d'un film granulaire et vérification des hypothèses du modèle de vibration d'une membrane tendue	107
5.3	Sollicitation de vibration	111
5.4	Représentation 3D d'un film granulaire en vibration	112
5.5	Modes propres et déduction d'une tension effective d'un film granulaire	115
5.6	Limites de notre étude expérimentale	119
	Conclusion	120
	Table des annexes	124
A	Protocole de silanisation	125
B	Limite de la pression liquide	126
C	Article en préparation	127
	Bibliographie	145

Introduction

Les matériaux aérés voient leur utilisation s'accroître dans des domaines variés pour les améliorations que les inclusions d'air peuvent apporter aux propriétés des matériaux. Nous pouvons noter des applications en génie civil (mousses de ciment, de béton, de plastique ...) pour les propriétés d'isolation acoustique ou thermique et également dans les industries agro-alimentaires (mousse au chocolat) pour leur texture et propriétés rhéologiques, cosmétiques et minières. Un matériau aéré a pour avantage d'être léger et isolant, mais ses propriétés rhéologiques et mécaniques sont fortement impactées par les inclusions d'air. De par leur large utilisation, de nombreuses études ont été menées sur les matériaux aérés afin d'améliorer notre compréhension de leurs propriétés physiques. On sait par exemple que des inclusions d'air dans un liquide permettent de changer de comportement rhéologique en adoptant un seuil critique d'écoulement : une mousse au chocolat ne s'écoule pas sans action mécanique de notre part. De la même manière, des inclusions d'air dans un milieu solide impactent fortement les propriétés mécaniques : un béton moussé a une plus faible résistance à la compression qu'un béton classique, mais arbore une meilleure résistivité thermique. Les industries de construction et du génie civil sont responsables de près d'un tiers des émissions de gaz à effet de serre dans le monde. L'utilisation de matériaux aérés dans ces industries permet d'utiliser moins de matières premières et ainsi de diminuer l'empreinte carbone des matériaux de construction.

Néanmoins, les industriels souhaitant utiliser ces matériaux font face à plusieurs défis concernant leur fabrication et leur stabilité. Une mousse même solide est formée dans un état liquide avant de durcir. C'est à l'état liquide que l'on peut former une mousse et que son volume d'air est fixé. Une mousse liquide consiste en un empilement de bulles, objets fragiles qui peuvent être stabilisés par des tensioactifs (savons, détergents, protéines, particules) qui améliorent leur stabilité et leur confèrent une plus longue durée de vie. Des mécanismes de vieillissement sont inévitables pour une mousse et peuvent finir par la faire disparaître si toutes les bulles éclatent. Ces mécanismes ont été étudiés dans de nombreux travaux et ont permis une meilleure compréhension du vieillissement, donnant des pistes pour former une mousse plus résistante. Si les mécanismes d'ouverture de films liquides et de bulles ont pu être étudiés et caractérisés pour différents types de fluides, ce n'est pas le cas des films chargés en particules stabilisantes. Les mousses incluant des particules tels que des granulats, déchets ou encore métaux font l'objet d'intérêt de la part de nombreux industriels. La présence de particules solides dans ces mousses altère leur comportement, ce sont des systèmes triphasiques complexes, à chemin entre les mousses liquides et les matériaux granulaire en fonction de la quantité de solide.

Quelques travaux ont pu apporter des éléments de réponse concernant la stabilité de radeaux de particules ou de films chargés en grains (ou films granulaires), discernant les particules hydrophiles : dans le liquide et hydrophobe : situées aux interfaces liquide-gaz. Ces systèmes voient leurs propriétés surfaciques altérées par des particules et peuvent admettre un comportement fluide ou encore de solide tendu ou élastique. Des études ont été menées sur les mécanismes de vieillissement de films chargés en particules et l'influence de la fraction solide sur leur comportement à la rupture. Toutefois, l'influence des forces capillaires sur les propriétés de surfaces telles que la tension ou

l'élasticité de ces films n'ont pas été investiguées.

Afin d'apporter des éléments de réponse à ces problématiques, un projet de recherche a vu le jour : l'ANR PhyGaMa. Ce projet est constitué de deux thèses qui se proposent d'étudier différentes propriétés de films chargés en grains à différentes échelles. Cette thèse menée au laboratoire Navier sous les tutelles de l'École des Ponts ParisTech, de l'Université Gustave Eiffel et du CNRS a pour but de fournir une étude à l'échelle mésoscopique de films granulaires. Elle se focalise sur l'étude de l'influence des forces capillaires, des tailles de particules et de leur propriété de mouillage sur le mécanisme de rupture et les propriétés de surface telle que la tension sur les films granulaires. Ces problématiques sont abordées de façon expérimentale consistant à isoler certains paramètres et phénomènes afin de les comprendre.

Ce manuscrit de thèse se divise en cinq chapitres. Le premier chapitre est consacré à une définition de notions essentielles telles que la tension de surface, la capillarité ou la cohésion dans les milieux granulaires. Il y est également abordé une revue de l'état actuel des connaissances sur les systèmes admettant des particules aux interfaces.

Le deuxième chapitre présente les matériaux utilisés et les dispositifs expérimentaux développés durant cette thèse afin de former des films granulaires et de faire varier certains paramètres clé. Il y est également inscrit différents protocoles expérimentaux employés durant notre étude.

Le troisième chapitre est dédié à la présentation en détail des films granulaires, des mécanismes intervenant après leur formation, de la caractérisation de leur proportion de grains solide et de leur comportement lorsqu'ils sont soumis à des variations de pression capillaire.

Le quatrième chapitre présente les résultats obtenus lors d'expériences de ruptures déclenchées de films granulaires en fonction de différents paramètres tels que la taille des grains utilisés, leur angle de contact avec la solution liquide et la pression capillaire dans le film. Les résultats expérimentaux sont également discutés et comparés avec des simulations numériques.

Le cinquième chapitre est dédié à la mise en place de protocole d'étude des propriétés vibratoires des films granulaires. Il y est présenté le comportement de ces objets soumis à des ondes stationnaires ainsi que la méthode employée pour mesurer leur tension de surface effective.

Chapitre 1

Interfaces, films liquides et grains

Le présent chapitre a pour objectif de présenter les notions clé pour la compréhension de ce travail ainsi que le contexte scientifique dans lequel il s'inscrit. Ce travail se situe au croisement de différentes disciplines : physique des interfaces, des milieux granulaires, mécanique ... Nous commencerons par exposer des fondements théoriques de ces différentes disciplines et exposerons les théories et modèles couramment utilisés pour décrire les propriétés des interfaces gaz-liquide et interfaces triples : gaz-liquide-solide. Nous aborderons ensuite les études des films liquides, leurs propriétés physiques et comportements dynamiques. Ce travail fait suite à des travaux précurseurs sur les films granulaires ainsi que les vibrations de films de savon que nous passerons en revue dans le dernier chapitre.

1.1 Généralités sur les interfaces

1.1.1 Tension de surface

Une interface est une couche de discontinuité entre deux phases distinctes. Elle est caractérisée par des propriétés physiques telles que la tension de surface ou l'angle de contact au point de rencontre entre trois phases. Ces propriétés sont dépendantes des deux phases qui entrent en contact ainsi que d'autres paramètres tels que la température ou la pression. La formation d'une interface entre deux phases a un coût énergétique. En effet, les atomes, molécules ou ions à la surface de chaque phase subissent des modifications de leur environnement physico-chimique. Prenons l'exemple d'un fluide, ses molécules sont liées les unes aux autres par des interactions intermoléculaires attractives, telles que les forces de Van der Waals, les forces électrostatiques ou les liaisons hydrogène. La discontinuité causée par l'interface altère ces forces, ce qui modifie l'agencement des molécules de ce fluide conduisant à une augmentation de l'énergie du système comme représenté en Figure 1.1. En effet, alors que les molécules dans le liquide ont toutes leurs interactions attractives (c'est-à-dire dans toutes les directions de l'espace), les molécules à la surface perdent la moitié de ces interactions attractives.

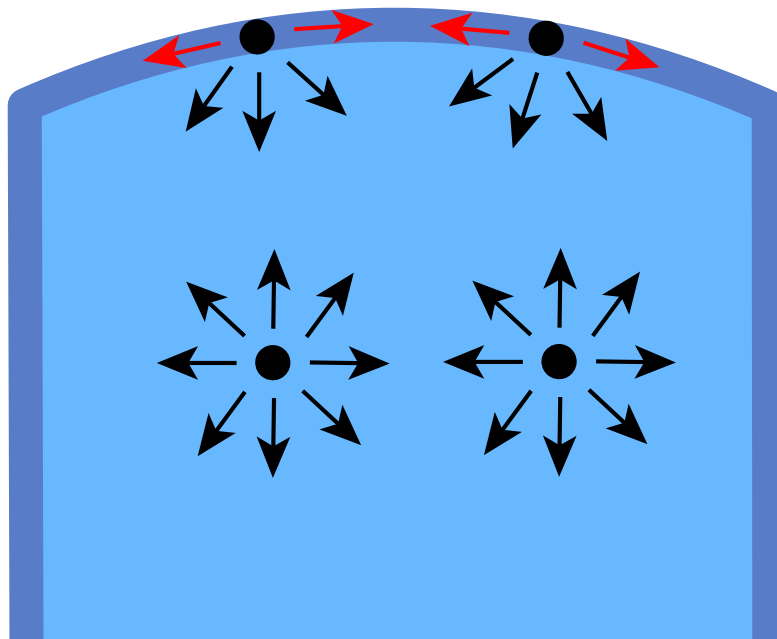


FIGURE 1.1 – Schéma illustrant un liquide en contact avec un gaz. Des molécules du liquide sont dans le volume (bleu clair) et d'autres molécules en surface (bleu foncé), ces dernières perdent la moitié de leurs interactions attractives.

La tension de surface ou tension superficielle (notée γ) est le nom donné à l'énergie nécessaire à apporter à un système pour étendre sa surface d'interface d'une unité. On l'exprime généralement en énergie par unité (J/m^2) de surface ou encore en force par unité de longueur (N/m) qui est tangente à l'interface.

Prenons l'exemple d'une goutte de liquide. Sa surface est une membrane tendue caractérisée par une tension de surface. Cette tension s'oppose aux déformations qu'elle pourrait subir. Dans un liquide, les molécules sont dans une configuration minimisant l'énergie libre totale. Ce phénomène est à l'origine de la forme des gouttes qui, pour minimiser leur énergie, prennent la forme d'une sphère. La minimisation de leur énergie passe par la minimisation de leur surface à cause de

1.1. GÉNÉRALITÉS SUR LES INTERFACES

l'expression de l'énergie de l'interface :

$$E_s = \gamma_{LG} \times S_{LG} \quad (1.1)$$

Avec E_s l'énergie de la surface libre S_{LG} : interface entre le liquide et le gaz environnant et γ_{LG} la tension de surface entre le liquide et le gaz.

Aux petites échelles, ces forces de tension aux interfaces ne peuvent souvent plus être négligées devant les autres forces telle que la gravité par exemple dans le cas d'une goutte de liquide. Ce sont elles qui expliquent comment les gerridés (aussi appelées araignées d'eau ou punaises d'eau) que l'on peut voir sur la Figure 1.2 marchent sur l'eau.



FIGURE 1.2 – Gerridés du Japon marchant sur l'eau, photographie de Yoji Isaka [22].

Ce phénomène nous permet de considérer l'interface comme une membrane élastique déformable.

1.1.2 Loi de Laplace

Une conséquence directe de l'existence d'une tension superficielle à une interface courbée est l'existence d'une différence de pression de part et d'autre de celle-ci. Les contraintes s'exerçant sur une telle surface ont une composante normale non-nulle qui est compensée par une pression plus forte du côté intérieur de la courbure que du côté extérieur. C'est ainsi que la pression au sein d'une bulle est plus élevée que celle du fluide qui l'entoure. La pression de Laplace représente la différence de pression de part et d'autre d'une interface courbe séparant deux phases immiscibles au repos et sans transfert de matière. On note la pression de Laplace :

1.1. GÉNÉRALITÉS SUR LES INTERFACES

$$P_{int} - P_{ext} = \Delta P = \gamma \cdot \left(\frac{1}{r_1} + \frac{1}{r_2} \right) \quad (1.2)$$

avec :

- P_{int} : la pression à l'intérieur
- P_{ext} : la pression à l'extérieur
- r_1 et r_2 : les rayons de courbure selon deux directions principales de la surface

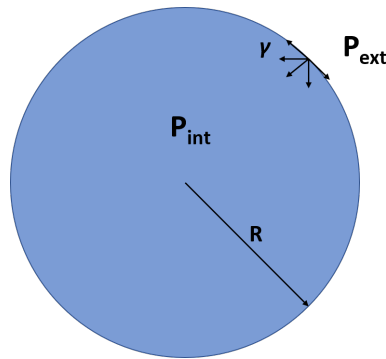


FIGURE 1.3 – Différence de pression à l'interface liquide-gaz d'une goutte de liquide.

Pour le cas d'une goutte sphérique de liquide dans un gaz représenté sur la Figure 1.3, les rayons de courbure sont égaux pour une sphère, on note la loi de Laplace :

$$\Delta P = 2 \cdot \frac{\gamma}{R} \quad (1.3)$$

Toutefois, il est important de rappeler que dans le cas des bulles de savon, la tension superficielle agit des deux côtés de l'interface du film liquide enfermant le gaz interne. Nous avons représenté de façon schématique une bulle de savon sur la Figure 1.4. Une bulle comporte deux interfaces liquide-gaz : une avec le gaz à l'intérieur de la bulle et l'autre avec le gaz extérieur, ainsi un facteur 2 vient s'ajouter et la loi devient : $\Delta P = 4 \cdot \frac{\gamma}{R}$.

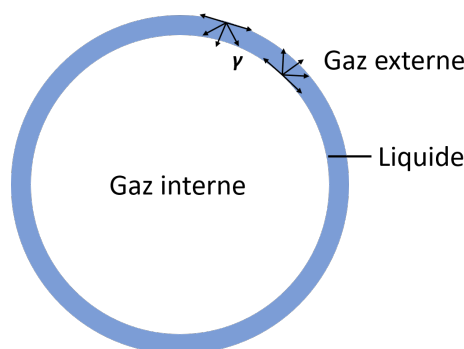


FIGURE 1.4 – Schéma d'une bulle de savon mettant en évidence les deux interfaces liquide-gaz.

1.1.3 Angle de contact

La tension de surface régit la forme des gouttes suspendues, qui, en l'absence de gravité, prennent une forme sphérique pour minimiser leur énergie. C'est la surface minimale d'une interface pour un volume de liquide donné. En déposant une goutte de liquide sur un solide, celle-ci sous

1.1. GÉNÉRALITÉS SUR LES INTERFACES

l'effet de la gravité se déforme. De plus, la tension de surface joue un rôle dans la forme que prend un volume de liquide au contact d'un solide. Elle définit l'angle de contact entre le liquide et le solide.

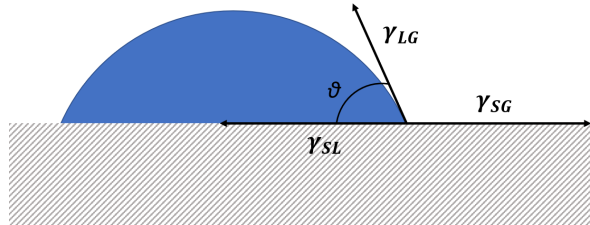


FIGURE 1.5 – Goutte de liquide au contact d'un gaz, déposée sur une surface solide. θ : angle de contact liquide-solide.

La Figure 1.5 représente l'angle de contact θ entre trois phases distinctes d'un système : gaz (G), liquide (L) et solide (S). L'angle de contact est mesuré à travers le liquide où une interface liquide-gaz rencontre une surface solide. Cet angle statique quantifie la mouillabilité d'une surface solide par un liquide via la loi d'Young-Dupré :

$$\cos(\theta) = \frac{\gamma_{SG} - \gamma_{SL}}{\gamma_{LG}} \quad (1.4)$$

Avec γ les tensions superficielles entre deux états de la matière, on note SG pour l'interface solide-gaz.

La mesure de l'angle de contact est une estimation de la capacité d'un liquide à mouiller une surface. Nous avons représenté sur la Figure 1.5 différentes formes que peut prendre une goutte déposée sur une surface solide plane pour différents angles de contact. Plus l'angle de contact entre un solide et un liquide est grand, moins le liquide mouille le solide. On dit qu'un liquide mouille une surface quand la goutte prend une forme aplatie (la goutte s'étale) : la surface de contact entre le liquide et le solide est grande. Dans la limite où l'angle de contact est nul, on dit que le mouillage est total. Au contraire, une surface est qualifiée d'hydrophobe lorsque l'angle de contact est grand (généralement pour $90^\circ < \theta_C < 150^\circ$), lorsque le liquide tend vers la forme d'une goutte sphérique. Dans le cas limite où le liquide est une goutte parfaitement sphérique, on mesure $\theta_C = 180^\circ$. On parle de surface superhydrophobe pour $150^\circ < \theta_C < 180^\circ$,

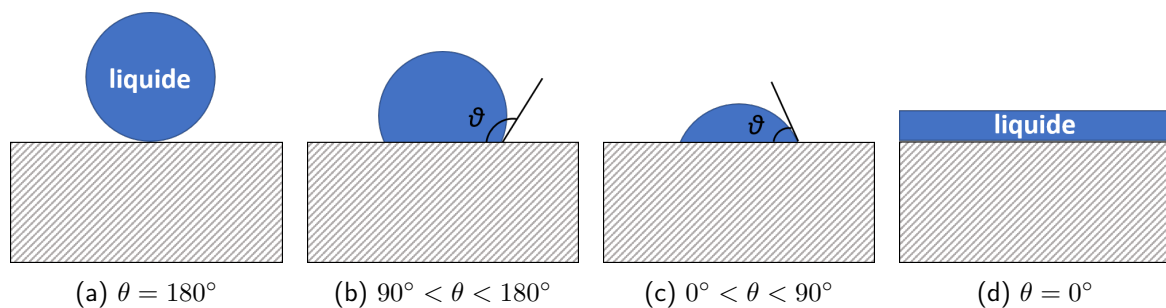


FIGURE 1.6 – Schémas des différentes formes que peut prendre une goutte déposée sur une surface solide en fonction de l'angle de contact θ entre le liquide et le solide.

Nous avons exposé ce qu'était un angle de contact entre un liquide et un solide dans le cas d'une surface solide sans préciser si le liquide est déposé (mouille) sur la surface solide ou s'il est retiré (démouille) de la surface. Par exemple, pour une surface inclinée, la gravité induit une différence

1.1. GÉNÉRALITÉS SUR LES INTERFACES

d'angle de contact θ . Nous avons représenté cette situation sur la Figure 1.7, on se retrouve avec deux angles de contact : θ_A et θ_R , respectivement l'angle d'avancée et l'angle de reculée. On dit que la goutte "avance" à l'aide de la gravité sur la surface et forme ainsi l'angle de contact θ_A tandis qu'elle recule en démoillant la surface avec l'angle de contact θ_R . On peut témoigner de cette différence d'angle de contact en observant de près des gouttes de pluie sur un pare-brise.

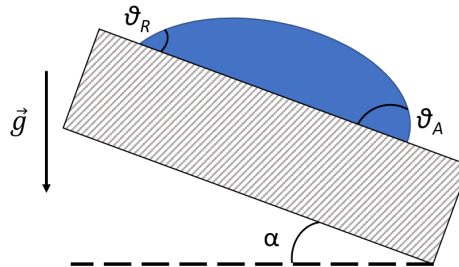


FIGURE 1.7 – Goutte de liquide dans un volume de gaz déposée sur une surface solide inclinée d'un angle α par rapport à la normale à \vec{g} .

Si $\theta_R \leq \theta \leq \theta_A$ alors la goutte restera accrochée immobile sur la surface inclinée alors que la gravité aurait tendance à la faire glisser. La goutte sera bombée à l'avant et affinée à l'arrière. On a donc une hystérèse d'angle de contact.

1.1.4 Les tensioactifs

Diminuer la tension de surface entre deux phases facilite la création d'une interface. En effet, diminuer la tension de surface entre deux fluides rend moins coûteux énergétiquement l'agrandissement ou la création d'une interface entre ces deux fluides. Comme évoqué précédemment, la tension de surface entre deux phases est une propriété qui leur est propre. Elle dépend de la nature de ces phases ainsi que des conditions du milieu dans lequel elles se rencontrent comme la pression ou la température. Toutefois, il est possible de modifier cette tension de surface en altérant ces phases ou l'une de ces phases. Sur un solide, il est possible de traiter la surface afin d'y déposer un revêtement qui la rendra hydrophobe. Ces techniques sont très courantes dans l'industrie, on retrouve ces traitements sur des verres de lunettes ou des pare-brise, ce qui donne l'effet déperlant sur ces surfaces. Certaines surfaces sont par exemple traitées avec un fin revêtement en silicone ou en céramique ou téflon (poêles de cuisson) ou encore en silane. Quand du liquide est versé sur une surface traitée, l'angle de contact est supérieur à 90° , il se forme alors des gouttes qui seront plus facilement évacuées.

Pour ce qui est des liquides, lorsque l'on souhaite nettoyer une surface à l'eau par exemple, il est courant d'y ajouter un détergent. Cela peut être du savon ou un autre type d'agent de surface. Ces agents de surface sont appelés tensioactifs. Nous discuterons seulement des tensioactifs solubles : qui se diluent ou se dissolvent dans la phase où ils sont ajoutés. Ce sont des molécules permettant d'abaisser la tension de surface d'un liquide, favorisant la formation et stabilisant les interfaces entre deux phases non-miscibles pouvant aller jusqu'à les solubiliser. C'est de cette façon que l'on peut former un mélange stable entre une phase aqueuse et un corps gras : une émulsion. L'une des émulsions les plus célèbres est la mayonnaise, elle est stabilisée grâce au jaune d'œuf contenant de la lécithine, faisant office de tensioactif. Ces molécules sont très largement utilisées dans notre quotidien et par des industries : savon, cosmétique, agroalimentaire, tensioactifs pulmonaires, etc. Elles constituent tout un domaine d'étude, en chimie comme en physique, notamment en rhéologie des interfaces. Les molécules tensioactives sont dites amphiphiles. Elles présentent à la fois une partie hydrophile (tête), généralement un groupe ionique et une partie hydrophobe (queue) qui est

1.1. GÉNÉRALITÉS SUR LES INTERFACES

généralement une chaîne carbonée. Lorsque ces molécules (solubles) sont intégrées à un liquide, elles vont chercher à s'adsorber à l'interface de ce liquide, la tête hydrophile dans l'eau et la queue hydrophobe dans l'autre phase.

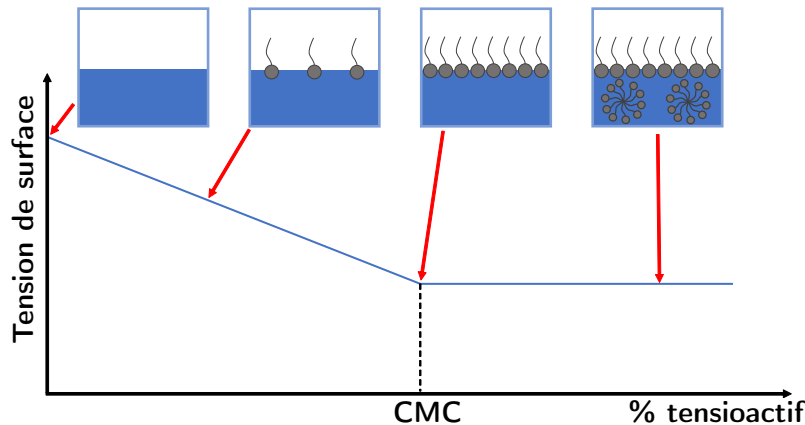


FIGURE 1.8 – Schéma explicatif du placement des molécules de tensioactif à une interface air-liquide et de l'évolution de la tension de surface en fonction de la concentration en tensioactif dans la solution liquide.

Sur la figure 1.8, nous avons représenté l'évolution de la tension de surface entre un liquide et un gaz en fonction de la concentration en tensioactif du liquide. Les tensioactifs sont représentés à l'interface gaz-liquide, on voit que la partie hydrophile, également appelée tête, représentée par un cercle gris s'oriente au contact du liquide, pendant que la partie hydrophobe (queue) est hors du liquide. Ainsi, en augmentant la concentration en tensioactif, les molécules vont peupler l'interface jusqu'à la saturer, au fur et à mesure que l'interface se peuple en tensioactif, la tension de surface diminue. La concentration en tensioactif telle que la surface est saturée est qualifiée de concentration micellaire critique (CMC). La CMC est la concentration pour laquelle les molécules de tensioactif vont commencer à former des micelles : des agrégats de molécules de tensioactif dans le volume du liquide n'ayant pu s'adsorber à l'interface. La tension de surface diminue jusqu'à la CMC.

La présence de tensioactif fait également varier d'autres propriétés de l'interface telles que son élasticité, sa viscosité ou sa visco-élasticité. L'élasticité de l'interface décrit comme pour un solide sa capacité à se déformer et à reprendre sa forme initiale quand elle est soumise à une déformation. Elle tire son origine des interactions intermoléculaires à l'interface. Cette grandeur a été définie par J. W. Gibbs en 1878 pour des films de savon. On note l'élasticité de Gibbs :

$$E_G = 2A \frac{\partial \gamma}{\partial A} \quad (1.5)$$

Avec E_G l'élasticité de Gibbs, γ la tension de surface entre le gaz et le liquide et A l'aire de l'interface. On note la présence d'un facteur 2 car un film de savon suspendu compte 2 interfaces gaz-liquide.

Les tensioactifs modifient les interactions moléculaires aux interfaces et changent par conséquent l'élasticité de surface et l'élasticité de Gibbs d'une interface.

Une autre grandeur altérée par les tensioactifs est la viscosité interfaciale. La viscosité est une grandeur physique quantifiant la résistance au mouvement d'un fluide dans un volume. Il peut y avoir des écoulements de liquide à une interface entre deux fluides, on parle alors d'écoulement interfacial. Les molécules de tensioactif à l'interface ont donc une influence importante sur la viscosité d'une interface. Ils peuvent réduire ou augmenter la viscosité en réduisant ou augmentant (respectivement) les interactions moléculaires à l'interface. Un domaine d'étude s'intéresse à ces

1.1. GÉNÉRALITÉS SUR LES INTERFACES

propriétés : la rhéologie des interfaces. Les interfaces stabilisées par des tensioactifs présentent à la fois des propriétés élastiques et visqueuses, ces interfaces ont un comportement viscoélastique. Elles ont un comportement intermédiaire entre celui d'un solide élastique et d'un fluide newtonien visqueux.

1.1.5 La capillarité

La surface d'un liquide en contact avec un solide est soumise à différentes forces : cohésion, forces intermoléculaires au sein du liquide et l'adhésion entre le liquide et le solide. La force de cohésion est issue d'une liaison entre les molécules des deux phases. Ces forces influencent le comportement des liquides, en déterminant leur capacité à mouiller ou à ne pas mouiller une surface, ainsi que leur capacité à s'élever dans des canaux capillaires étroits.

La loi de Jurin a été établie et permet par exemple de connaître la hauteur d'ascension ou la chute d'un fluide dans un tube capillaire. Cette hauteur est dépendante des caractéristiques du fluide et de ses interactions avec les parois d'un tube capillaire.

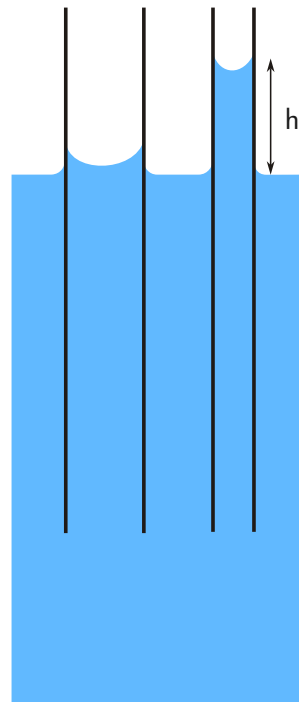


FIGURE 1.9 – Ascension d'un liquide dans des tubes capillaires de diamètre différent.

Nous avons représenté sur la Figure 1.9 l'ascension d'un liquide dans un capillaire. La hauteur h de cette ascension s'exprime de par la loi de Jurin comme :

$$h = \frac{2\gamma \cos \theta}{r\rho g} \quad (1.6)$$

Elle dépend de γ la tension de surface du liquide, θ l'angle de contact entre le liquide et la paroi du tube capillaire (si $\theta < 90^\circ$ le liquide monte dans le tube, sinon il descend), r le rayon du tube capillaire, ρ la masse volumique du liquide, g la pesanteur.

1.2 Films liquides

Dans cette partie, nous définissons ce qu'est un film liquide et expliciterons quelques propriétés nécessaires à la compréhension de nos systèmes étudiés.

Un film liquide est une couche mince de liquide ayant deux interfaces avec d'autres phases. Un film liquide peut être déposé à la surface d'un solide et être au contact d'un gaz, dans ce cas le film aura une interface avec le solide et une seconde avec le gaz. On peut également suspendre un film liquide avec un cadre afin qu'il ait deux interfaces avec un gaz ou former un film en mettant en contact deux fluides non-miscibles.

Les films liquides sont présents dans la nature et notre vie quotidienne. Des films lacrymaux lubrifient nos yeux, des films de mucus protègent nos voies respiratoires, des films liquides lubrifient nos articulations, etc. Ils sont étudiés dans de nombreuses disciplines telles que la physique des fluides pour comprendre les phénomènes de mouillage ou thermodynamiques de ces films. En biologie et en chimie également afin de comprendre la stabilisation de ces films par des molécules ainsi que leur formation dans des milieux tels que le corps humain. En science des matériaux, les mousses trouvent de nombreuses applications : amortisseurs, isolants, des mousses solides qui étaient liquides à l'origine (mousses de géopolymères ou de ciment par exemple) étaient alors constituées de films liquides. Leurs propriétés leur confèrent de nombreuses utilités dans l'industrie : ils sont utilisés dans les revêtements minces pour protéger les surfaces contre la corrosion, l'usure ou les rayures.

Les paramètres tels que la tension de surface, la viscosité et les interactions moléculaires ont un impact sur ces films liquides. Leur compréhension et leur maîtrise sont cruciales pour l'optimisation de processus technologiques tels que les revêtements minces, les lubrifiants, les encres d'imprimerie ou encore les matériaux aérés.

Dans la suite, nous parlerons de films suspendus maintenus plans par un cadre et ayant donc deux interfaces liquide/gaz. À leur création, ils peuvent avoir une épaisseur de plusieurs dizaines voire centaine de microns. Ces films vieillissent et tendent à s'amincir sous l'effet de l'évaporation et/ou du drainage capillaire du fait de la dépression du liquide dans les ménisques au bord du cadre. Un film de liquide pur est donc amené à disparaître, on dit qu'il est instable. En présence de tensioactifs, les interactions entre les interfaces peuvent créer une pression appelée pression de disjonction qui s'opposent au drainage. Néanmoins, un film de savon est éphémère et finit par rompre car sensible à des perturbations extérieures telles que de la poussière, un courant d'air, ou encore l'évaporation. Nous ne détaillerons pas ici les raisons de la rupture, mais précisons la dynamique d'ouverture d'un film de savon suite à la ponction en un point du film.

De nombreuses études ont été menées afin de caractériser l'ouverture de films et de bulles de savon. Le moteur de l'ouverture de ces systèmes est la tension de surface.

La vitesse de rétraction d'un film a été caractérisée par Taylor [46], puis corrigée par Culick [14]. Cette vitesse a été caractérisée en considérant la conservation de la quantité de mouvement au niveau du front d'ouverture. Ainsi, la vitesse d'ouverture dépend de la tension de surface entre la phase liquide et gazeuse γ_{LG} , la masse volumique du liquide ρ et l'épaisseur du film e et s'écrit.

$$v = \sqrt{\frac{2\gamma_{LG}}{\rho e}} \quad (1.7)$$

Cette équation a pu être vérifiée expérimentalement et son expression a été adaptée aux films visqueux par Debrégeas *et al.* [15] et aux films à grande élasticité de surface par Petit *et al.* [35].

1.3 Généralités sur les milieux granulaires

Un milieu granulaire est un milieu formé par un assemblage de grains. Les grains sont des particules solides macroscopiques que l'on qualifie d'athermique : ils ne sont pas sensibles à l'agitation thermique. Leur énergie thermique est faible devant l'énergie potentielle d'un déplacement vertical d'une taille de particule : $E_{th} = k_b T \ll mgd = E_p$. On peut aussi parler de particules ou de grains non-browniens. Les milieux ou matériaux granulaires se retrouvent dans de nombreux secteurs industriels ou dans la nature. Dans l'industrie, les principaux secteurs faisant usage de ces milieux sont l'industrie du bâtiment et du génie civil, minière, chimique, pharmaceutique et agro-alimentaire. Tous ces secteurs font face à des problèmes d'extraction, de stockage et de transports de grains. Dans la nature, les milieux granulaires sont surtout présents dans le sol qui est un milieu formé de grains, on peut penser aux dunes de sable et aux avalanches et glissements de terrains. La compréhension de ces milieux peut permettre de prédire des catastrophes telles que les avalanches et glissements de terrain et également de comprendre les écoulements de ces grains ou dans ces milieux pour la dépollution des sols ou l'extraction de ressources telles que les hydrocarbures.

La présence d'un grand nombre de particules dans ces matériaux est une difficulté à la compréhension et à la constitution de théories, de modèles décrivant les différents comportements des matériaux granulaires. Pour cette même raison, il est difficile de simuler des comportements d'un milieu granulaire à différentes échelles. L'une des principales interactions dans les milieux granulaires est le contact entre les particules. Ces contacts mettent en jeu des phénomènes complexes tels que la déformation des grains, la friction, l'élasticité des chocs qui font l'objet de nombreuses recherches pour comprendre ces phénomènes [2].

On peut discriminer différents états de milieux granulaires qui imposent une variété de comportements [23]. En fonction de la densité de particules et de l'état de contraintes dans un volume, les grains peuvent en effet se comporter différemment. Ils peuvent se déplacer en bloc statique tel un solide et sous d'autres paramètres de contraintes et de densité, un milieu granulaire peut entrer en écoulement tel un liquide, on peut penser aux sabliers. Sous une plus forte agitation voir ses grains se heurter à l'instar des molécules ou atomes d'un gaz. Le comportement de ces milieux peut également changer lorsque les grains sont en suspension dans un liquide ou s'il y a présence de ponts capillaires liant des grains entre eux.

Nous aborderons plus en détails les notions de compacité (fraction surfacique, volumique d'une suspension granulaire) et l'influence de la fraction en liquide dans une suspension granulaire ainsi qu'une théorie décrivant la rupture d'un milieu granulaire soumis à un effort. Ces notions sont abordées plus en détail dans le livre Les milieux granulaires : Entre fluide et solide [2] sur lequel nous nous appuyons pour expliciter ces éléments.

1.3.1 Empilements de grains

Un milieu granulaire est caractérisé par son empilement et la quantité de grains dans un volume donné pour un milieu granulaire à trois dimensions ou la quantité en surface pour un milieu à deux dimensions. Ces quantités sont souvent exprimées par des grandeurs sans dimensions appelées fraction volumique ou surfacique (ou encore compacité) que l'on note ϕ ou φ . Ce sont les rapports du volume (ou de la surface) occupé par les grains et du volume (surface) total occupé par l'empilement. Cette grandeur a pour limite théorique 1 si tous les grains remplissent le volume tel un empilement de cube en contact et que la porosité ϵ , grandeur utilisée dans la physique des milieux poreux est telle que $\epsilon = 1 - \phi$, elle mesure la fraction volumique des pores, des espaces vides, non occupés par les grains dans l'empilement qui peuvent être comblés par un fluide. Suivant la valeur de ce ratio, on peut qualifier un empilement comme étant dilué, lâche ou compact. Un milieu dilué se comporte tel un gaz, les grains ne sont pas en contact les uns avec les autres et on peut à

l'instar des gaz faire collisionner des grains qui ont alors un libre parcours moyen supérieur à leur taille. Dans un milieu lâche, la fraction de grains dans le volume augmente et peut s'ordonner de différentes façons. Le milieu peut être désordonné ou présenter un arrangement de grains ordonné tel un cristal. Il est aussi possible d'avoir un arrangement mixte avec des phases ordonnées et désordonnées. La compacité peut évoluer en imposant une contrainte à un empilement ou en l'excitant par vibrations. Faire vibrer un empilement granulaire peut le compacter [2], cette technique est utilisée par exemple pour densifier un sol ce qui entre autres réduit le tassement des fondations d'un bâtiment et diminue la perméabilité du sol [6].

Il existe différents régimes pour ces empilements granulaires, notamment les empilements aléatoires (*random packing*) ou arrangés (*regular arrangement* ou *regular packing*). On abordera ici seulement les cas des empilements granulaires de sphères monodisperses, chaque film granulaire étant un objet formé d'une seule taille de grain sphérique. De précédentes études sont venues à discriminer les empilements aléatoires entre eux. On parle d'empilement aléatoire (ou désordonné) lâche (*random loose packing* ou *RLP*) et d'empilement désordonné compact (*random close packing* ou *RCP*). Les définitions de ces empilements dépendent du type de milieu granulaire et ne sont pas triviales [20].

Pour un milieu granulaire à trois dimensions constitué de sphères monodisperses, les valeurs de *RCP* ont pu être mesurées expérimentalement et numériquement [42], il a été défini que $\phi_{RCP} \simeq 0,6366$. La géométrie et la taille du contenant influent sur la valeur de ϕ_{RCP} , expérimentalement, on peut mesurer cette fraction volumique en faisant vibrer un empilement sphères monodisperses dans une colonne cylindrique. La configuration d'empilement désordonné lâche est quant à elle plus compliquée à définir et à obtenir. Il a été convenu pour les systèmes à trois dimensions que cet empilement correspondait à la fraction volumique des billes monodisperses versées dans un contenant sans agitation. La caractérisation de ces empilements a été plus fastidieuse et finalement mesurée à $\phi_{RLP} = 0,555$ bien plus tard [33].

Pour ce qui est d'un milieu granulaire à deux dimensions, prenons l'exemple d'un empilement de cercles monodisperses. Un film granulaire peut être considéré comme un milieu granulaire à deux dimensions. On distingue également différentes valeurs de compacité (surfactive cette fois) critiques pour ces empilements de cercles monodisperses.

Nous pouvons voir deux cas d'empilements ordonnés représentés sur la Figure 1.10. Le plus compact étant l'empilement triangulaire ou hexagonal avec $\varphi_{hex} = \frac{\pi}{2\sqrt{3}} \simeq 0,9069$ et pour l'empilement carré $\varphi_{carré} = \frac{\pi}{4} \simeq 0,7854$.

Il est plus fastidieux de définir et de calculer une valeur de φ_{RLP} et φ_{RCP} pour des milieux granulaires à deux dimensions. Des études ont débuté à ce sujet il a 60 ans [45] où les questions de définition d'un empilement aléatoire à 2D et de la mesure de sa compacité se posaient déjà. Depuis, aucun consensus n'a été trouvé et des travaux reposant sur la géométrie et des simulations numériques. Les travaux les plus récents ont pu donner des valeurs de $\varphi_{RCP} \simeq 0,852$ [8] et $\varphi_{RCP} \simeq 0,886$ [56]. Les films granulaires que nous étudions peuvent être considérés comme des matériaux à deux dimensions du fait de leur faible épaisseur comparée au diamètre du film. La compacité d'un film peut alors être comparée aux compacités de cercles dans des plans à deux dimensions. La taille finie d'un film granulaire et sa géométrie circulaire complexifie également le problème, en effet, les empilements d'un certain nombre de cercles dans un cercle de taille finie ne sont pas résolus [26, 57]. Une fraction surfactive fondamentale pour notre étude des films granulaires est celle de *jamming*. Il a été montré qu'il existe une relation entre la fraction surfactive de particules dans un film granulaire et sa viscosité effective. On parle de viscosité effective, car le film a été considéré comme un fluide. En effet, une étude dynamique sur l'ouverture de films granulaires met en évidence que leur viscosité effective diverge pour une valeur critique de la fraction de surface $\varphi_c = 0,84$ [49].

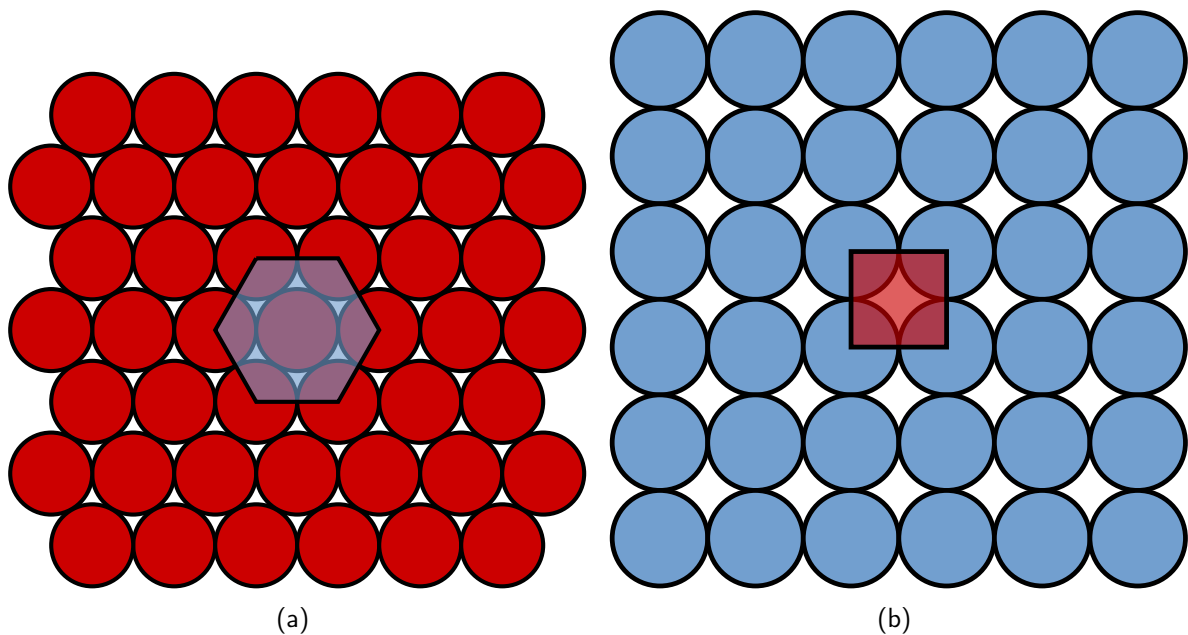


FIGURE 1.10 – Schémas en vue de dessus d'empilements de cercles monodisperses ordonnés. (a) empilement hexagonal ou triangulaire; (b) empilement carré.

À cette valeur φ_c , la divergence de la viscosité effective se traduit par un blocage de l'ouverture d'un film, on parle alors de *jamming regime* pour ce milieu granulaire. Cette étude a pu montrer qu'il existe une transition de comportement entre un régime d'écoulement et un régime de blocage pour les films granulaires en faisant varier leur fraction surfacique.

1.3.2 Milieux cohésifs

Un milieu granulaire est dit "humide" lorsqu'une faible quantité liquide est mélangée aux grains. Ce milieu est cohésif du fait de ponts capillaires entre les grains et possède une résistance intrinsèque à des efforts extérieurs. Nous aborderons le cas de la cohésion d'origine capillaire dans ce paragraphe. Un château de sable peut résister à un effort normal et à un cisaillement jusqu'à un certain point. À l'instar des solides, on peut décrire différents comportements de ces matériaux granulaires soumis à des déformations. Pour de petites déformations, on peut trouver un comportement élastique, puis plastique jusqu'à la rupture. Si ces domaines sont décrits et prédictibles pour des matériaux solides, la tâche est plus complexe pour les matériaux granulaires. En effet, en théorie, il est possible de modéliser la déformation d'un empilement périodique parfait de sphères (ou de cercles) monodisperses et identiques, mais pour un matériau réel avec des sphères pas parfaitement identiques ni lisses, la tâche s'avère bien plus complexe.

1.3.3 Rupture d'un empilement granulaire humide : théorie de Mohr-Coulomb

La théorie de Mohr-Coulomb est un modèle mathématique permettant de décrire le comportement d'un solide à la rupture et est souvent utilisée pour des milieux granulaires notamment en géotechnique. Elle décrit la résistance à la rupture de milieux granulaires soumis à un effort. Ces milieux sont décrits comme des milieux frottants ayant un critère de rupture, il y aura alors glissement de l'empilement granulaire. La théorie de Mohr-Coulomb repose sur une description tensorielle du problème, prenant en compte le tenseur des efforts extérieurs ainsi que le coefficient de frottement interne du matériau. On appelle critère de Mohr-Coulomb la relation au point de rupture entre

1.3. GÉNÉRALITÉS SUR LES MILIEUX GRANULAIRES

la contrainte de cisaillement τ , le coefficient de frottement interne μ (avec $\mu = \tan(\delta)$, δ étant l'angle de frottement) et σ la composante normale du tenseur de contrainte, ainsi que c parfois appelé cohésion rend compte des contraintes internes au milieu granulaire cohésif.

$$|\tau| = \mu \cdot \sigma + c \quad (1.8)$$

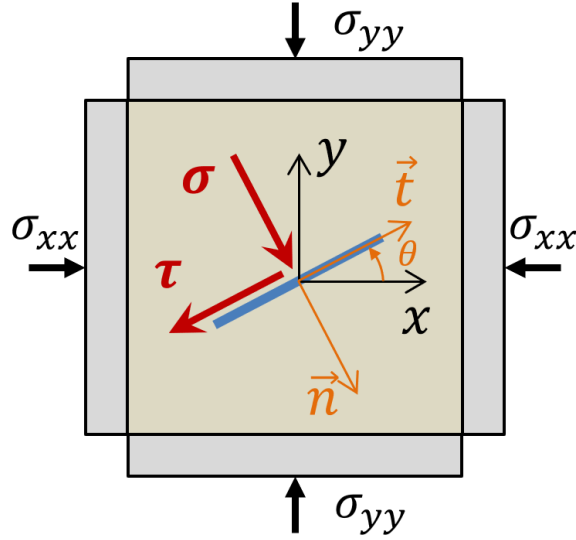


FIGURE 1.11 – Test biaxial : un milieu granulaire est soumis aux contraintes de confinement σ_{xx} et σ_{yy} . Représentation des contraintes normales (σ) et tangentielles (τ) sur une facette quelconque orientée d'un angle θ par rapport à l'horizontale (xx).

Afin d'illustrer l'utilisation de ce critère, on considère un milieu granulaire schématisé sur la Figure 1.11 qui consiste en un assemblage de grains sphériques de diamètre d en contact. Pour faciliter la lecture de l'état de contrainte, nous pouvons tracer un diagramme (σ, τ) et y dessiner le cercle de Mohr. Ce cercle représente l'état de contrainte d'une plaque de taille infinitésimale orientée d'un angle θ' avec la direction de contrainte principale (on choisit ici de l'appeler y) et θ avec la direction de contrainte secondaire (on choisit ici de l'appeler x). Nous avons représenté une plaquette sur la Figure 1.11. Dans le cas d'un essai biaxial 2D (x,y) le tenseur des contraintes

$\bar{\sigma}$ est diagonal et on note σ_{xx} et σ_{yy} ses valeurs non nulles. On écrit : $\bar{\sigma} = \begin{pmatrix} \sigma_{xx} & 0 & 0 \\ 0 & \sigma_{yy} & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix}$. Afin

de trouver la contrainte normale σ et tangentielle τ appliquée à cette plaquette, il faut projeter les contraintes appliquées au matériau selon l'angle d'inclinaison de cette plaquette.

La force appliquée sur la plaquette unitaire est donnée par : $\bar{f} = \bar{\sigma} \cdot \bar{n}$:

$$\begin{cases} f_x = \sigma_{xx} \sin\theta \\ f_y = -\sigma_{yy} \cos\theta \end{cases} \quad (1.9)$$

Par convention, τ est positif si elle fait tourner la plaquette dans le sens horaire et σ est positif en compression.

On a alors :

$$\begin{aligned} \sigma &= f_x \sin\theta - f_y \cos\theta \\ \tau &= f_x \cos\theta + f_y \sin\theta \end{aligned} \quad (1.10)$$

Finalement, en substituant les expressions de f_x et f_y de (1.9) dans (1.10), on obtient :

$$\begin{aligned}\sigma &= \sigma_0 + R\cos(2\theta) \\ \tau &= -R\sin(2\theta)\end{aligned}\tag{1.11}$$

avec :

$$\sigma_0 = \frac{1}{2}(\sigma_{xx} + \sigma_{yy}) ; R = \frac{1}{2}(\sigma_{yy} - \sigma_{xx})\tag{1.12}$$

σ_0 et R représentent respectivement le centre et le rayon du cercle de Mohr tracé dans le diagramme (σ, τ) .

Sur un même diagramme (Figure 1.12), on peut représenter le critère de Mohr-Coulomb (droites rouges) et différents cercles de Mohr (en vert) pour une même valeur de σ_{xx} et des valeurs croissantes de σ_{yy} . Tous ces cercles passent par le point $(\sigma_{xx}, 0)$ et leur diamètre augmentent avec σ_{yy} .

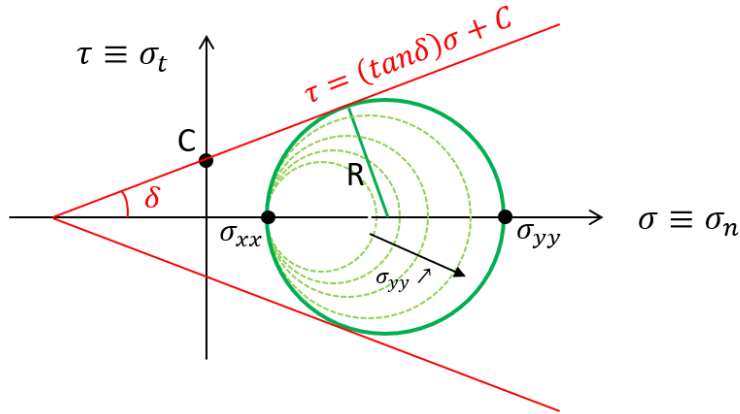


FIGURE 1.12 – Diagramme de contraintes dans le plan de Mohr (σ, τ) du milieu granulaire. Le critère de rupture est la droite affine tracée en rouge, les cercles de Mohr sont représentés en vert.

Les cercles situés sous la droite correspondent à des systèmes à l'équilibre car $\tau < \mu \cdot \sigma + c$. Quand le cercle de Mohr devient tangent à la droite d'équation 1.8, le point tangent nous donne la contrainte à la rupture du matériau.

1.4 Particules dans des films et aux interfaces

Il existe différents systèmes composés de fluide(s) et de particules de différentes tailles : colloïdale ou non. Les propriétés stabilisantes de certains grains ont également été utilisées dans la fabrication de mousse. Les particules peuvent se positionner de différentes façon en fonction de leur propriété de mouillage avec le liquide de la mousse. Des particules hydrophiles se trouveront dans les films liquides de la mousse tandis que des particules partiellement hydrophobes se situent aux interfaces liquide-gaz.

La présence de particules hydrophiles dans une mousse liquide a un effet stabilisant du fait du ralentissement du drainage [19] et modifie les propriétés mécaniques [17, 18]. Ces particules hydrophiles sont présentes dans le réseau des bords de Plateau, mais pas dans les films. Le fait qu'elles ne soient pas présentes dans les film liquide d'une mousse est la cause du phénomène de drainage. La mousse voit ses films liquides s'amincir. Cet amincissement de films liquides provoque un écoulement de centre d'un film vers les bords de Plateau. Cet écoulement emporte du liquide

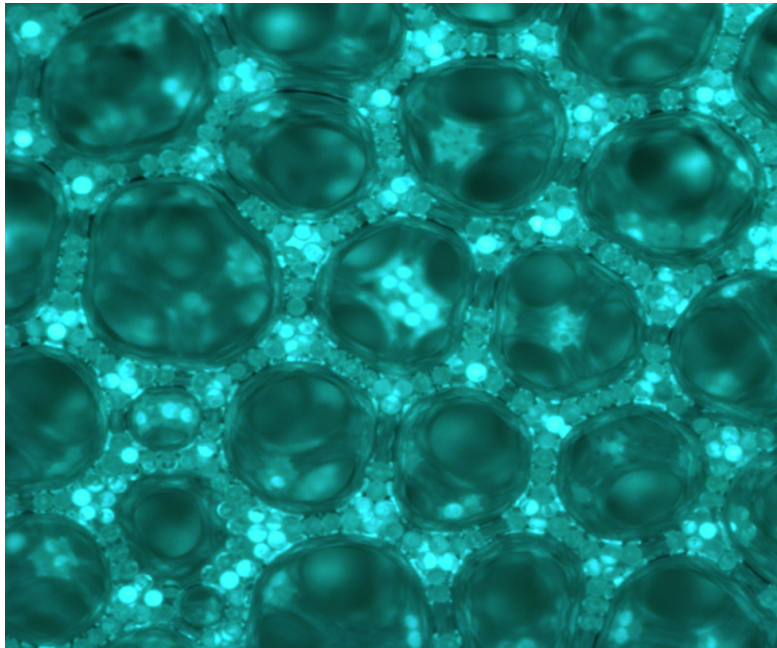


FIGURE 1.13 – Mousse chargée en particules hydrophiles, tiré de [24].

ainsi que les particules qui étaient dans le liquide du film. En atteignant la pression de disjonction, un film liquide va s'ouvrir et les particules hydrophiles sont définitivement expulsées vers les bords de Plateau et les nœuds de la mousse. Nous pouvons voir sur la Figure 1.13 une mousse formée avec des particules hydrophiles. Une fois que des films liquides des bulles se sont ouverts, les billes ont bien été expulsées dans les veines de liquide. Aussi, quand la mousse "durcit", les films cassent et les mousses présentent des cellules ouvertes.

Nous nous intéressons dans cette thèse au cas des particules incluses dans une mince couche de liquide (un film) ou aux interfaces entre deux fluides. Ces systèmes sont utilisés notamment pour les propriétés stabilisantes de particules dans un film ou aux interfaces entre deux fluides. Ils sont étudiés depuis le début du XX^e siècle avec les travaux pionniers de Pickering [36] au sujet de la stabilisation des interfaces eau-huile par des particules. Les systèmes admettant des particules aux interfaces sont également étudiés pour répondre à différentes problématiques telles que la flottation pour le traitement des micro-plastiques dans les océans, l'extraction de minerais ou la fabrication de matériaux isolants.

La compréhension des propriétés de surface est une problématique majeure des études sur les surfaces chargées en particules. En fonction du nombre de particules et de leur taille, des propriétés telles que la rhéologie de surface, la tension de surface effective ou l'élasticité sont définies. Des études ont été menées sur les radeaux de particules : des particules partiellement hydrophobes à l'interface entre deux fluides pour déterminer le comportement d'une interface soumise à la variation de la compacité des grains en surface ou encore sa réaction à un effort mécanique. Il a été montré que les radeaux de particules adoptent un comportement granulaire [12] en plus d'une élasticité de surface qui a pu être sondée expérimentalement en exposant un radeau de particules hydrophobes à des ondes capillaires [37]. Les propriétés conférées aux interfaces par des particules hydrophobes les peuplant ont pu ouvrir la voie à la découverte d'objets nouveaux : les billes liquides ou *liquid marbles* [4]. Ces matériaux représentés sur la Figure 1.14 consistent en un volume de liquide encapsulé par des particules recouvrant l'interface entre le liquide encapsulé et un second fluide qui peut être un gaz ou un autre liquide miscible ou non avec le premier. Elles restent stables déposées sur un

substrat ou en étant immergées dans un fluide. Ces objets sont un moyen d'encapsuler un volume de fluide et de le transporter sans perdre (ou presque) de liquide, leurs propriétés mécaniques et d'évaporation ont pu être étudiées à cet effet [53, 5]. Ces billes liquides sont capables de supporter des déformations et le liquide encapsulé s'évapore d'autant moins vite que la coque constituée de particules est épaisse [27].

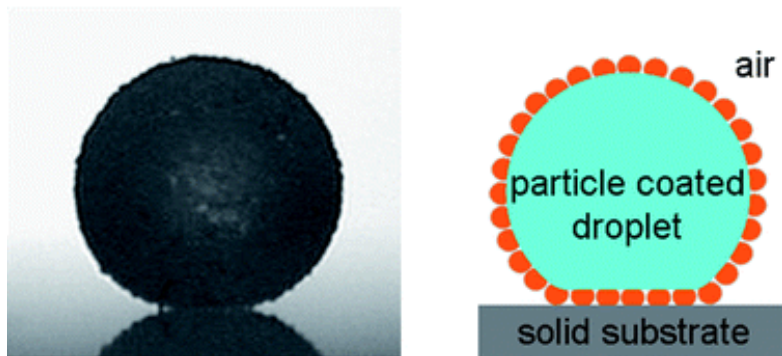


FIGURE 1.14 – Photo et représentation schématique d'une bille de liquide ou *liquid marble*, tiré de [28].

L'effet stabilisant des particules (partiellement) hydrophobes sur une interface a été également sondé à des fins de stabilisation d'une mousse de particules. Pour une mousse formée avec des particules hydrophiles, les films de celle-ci s'ouvrent et les grains se trouvent expulsés dans les bords de Plateau et veines liquides. Qu'en est-il des mousses formées avec des particules (partiellement) hydrophobes ? Les études menées sur les radeaux ont montré que des particules impactent fortement les propriétés de l'interface, elle se comporte tel un matériau granulaire 2D qui a une tension effective et une élasticité de surface. Les mousses étant constituées de films, des études ont été menées sur les films chargés en particules afin de comprendre leurs propriétés rhéologiques et mécaniques. Y. Timounay a durant sa thèse étudié les propriétés de ces films chargés en monocouche de particules non-colloïdales pontant les deux interfaces liquide-gaz du film. Elle s'est intéressée notamment à la stabilité de ces films représentés sur la Figure 1.15, leurs propriétés rhéologiques et les mécanismes de rupture [48]. Les films granulaires sont des objets triphasiques en prenant compte de l'air environnant, une étude rhéologique a pu permettre de déterminer une fraction surfacique de grain pour laquelle les films voient leur viscosité effective diverger à la manière d'un milieu granulaire. De plus, la présence de particules aux interfaces améliore la stabilité du film et peut mener un film à adopter un mécanisme de rétraction radicalement différent de celui des films liquides.

Y. Timounay a investigué durant sa thèse le mécanisme de rupture d'un film granulaire plan en provoquant sa rupture en fonction de sa fraction surfacique de grains et a exposé un régime d'ouverture saccadé des films granulaires. Les particules agissent en tant que frein au mécanisme d'ouverture, plus la proportion de grains est élevée et plus la viscosité surfacique effective d'un film granulaire augmente jusqu'à diverger pour un $\varphi_c \simeq 0,84$ où l'ouverture d'un film est inhibée.

Une mousse constituée de particules partiellement hydrophobes aurait alors des films plus stables et leur ouverture pourrait se voir inhibée pour une quantité de grains suffisante. Ces mousses garderaient plus d'inclusions d'air, ce qui pourrait améliorer leurs propriétés isolantes.

Y. Timounay a poursuivi son étude sur des matériaux similaires : les billes de gaz (*gas marbles*) représentées sur la Figure 1.16. Elles consistent en un matériau contenant du gaz encapsulé dans une membrane : un film granulaire. Les billes de gaz ont une haute fraction volumique de gaz, une faible fraction volumique de solide (phase dispersée) et une très faible fraction volumique de liquide. Ils se rapprochent d'autres matériaux triphasiques comme les matériaux granulaires humides (non

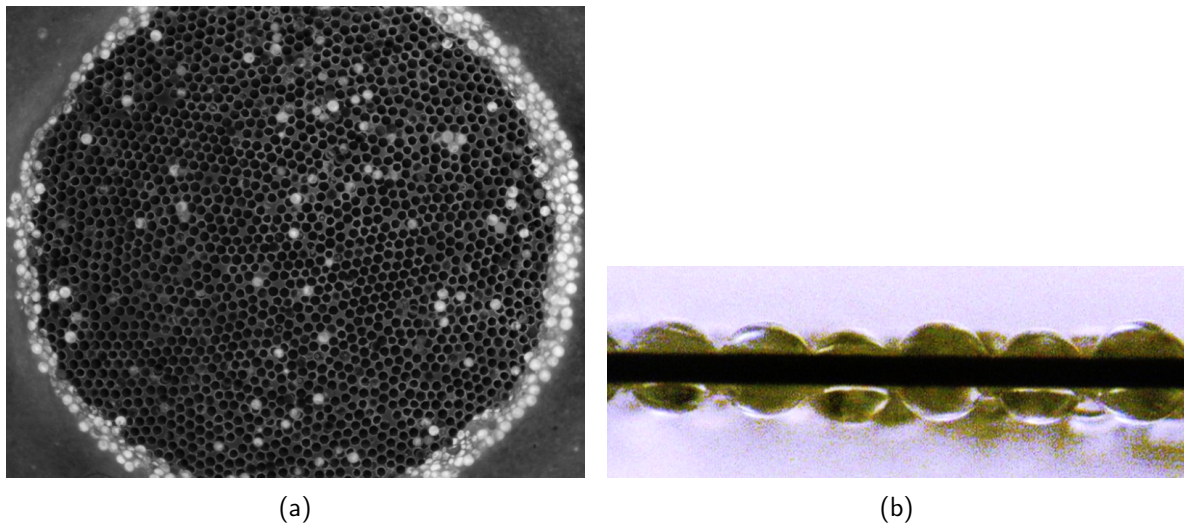


FIGURE 1.15 – Film granulaire constitué de billes de 250 μm de diamètre. (a) vue du dessus, les particules apparaissent en noir ; (b) vue de côté, tirée de [48].

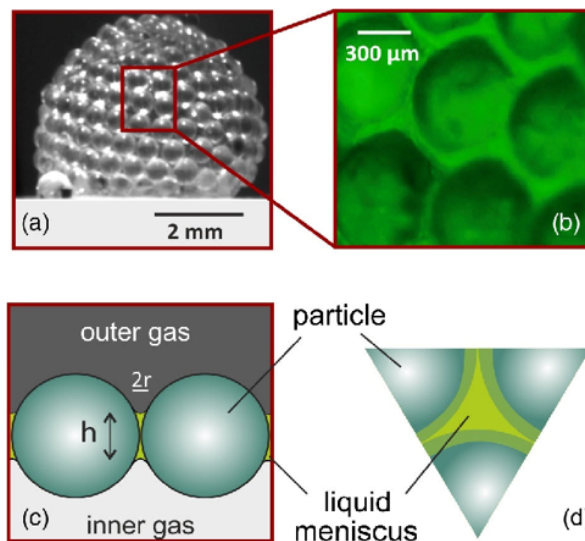


FIGURE 1.16 – Bille de gaz, tiré de [51]. (a) Photo d'une bille de gaz. (b) Film granulaire : la phase liquide observable par les interfaces liquide-gaz courbées au contact de chaque particule. (c) Schéma d'une section de la couche protectrice mettant en évidence la structure du film granulaire. (d) Schéma d'un ménisque connectant trois particules.

saturés), les mousses de Pickering et les mousses granulaires. Il a été montré que les billes de gaz résistent à des changements de pression en conservant un volume de gaz constant : elles résistent à une pression 10 fois supérieure à la pression de Laplace d'une bulle de savon classique de même taille [51].

Des simulations numériques de films granulaires constitués de particules partiellement hydrophobes ont également été menées. Ces simulations ont pour but d'apporter une meilleure compréhension des phénomènes et des paramètres qui entrent en jeu. L'influence de paramètres tels que la fraction surfacique de grains, leur taille, leur angle de contact et la pression du liquide sur la stabilité

de films granulaires ont été étudiés [29, 31, 30]. Il en résulte qu'une monocouche de grains pontant deux interfaces liquide-gaz peut augmenter la stabilité d'un film et augmenter leur résistance aux variations de pression capillaire. Lors de ces études par simulations numériques, des pressions capillaires critiques ont été calculées pour différentes fractions surfaciques et différents angles de contact entre les grains et la solution liquide. Elles correspondent à la pression d'un film liquide entre des billes lorsque son épaisseur est nulle. Cette pression a été considérée comme étant une pression de rupture d'un film local, entraînant la rupture totale d'un film granulaire. Cette interprétation est néanmoins en opposition avec les expériences réalisées par Y. Timounay qui toutefois ne contrôlait pas la pression du liquide des films entre les particules. Aucune étude expérimentale à ce jour n'a permis d'étudier l'influence de ces paramètres, c'est pourquoi nous avons développé des moyens expérimentaux pour étudier l'influence de la taille des billes, leur angle de contact avec la solution liquide et la pression capillaire dans des films granulaires sur leurs mécanismes de rupture.

Chapitre 2

Matériel et méthodes

Nous décrivons dans ce chapitre le matériel et les méthodologies employées lors de l'étude des films granulaires. Un objectif de cette thèse étant la première réalisation d'un dispositif expérimental pour former des films granulaires en contrôlant la pression du liquide. Nous décrivons également des paramètres propres aux matériaux constituant les films, un soin particulier sera apporté à leur description ainsi qu'à la description des dispositifs expérimentaux mis en œuvre lors de cette thèse.

2.1 Matériel

Nous décrivons dans ce sous-chapitre les différents matériaux, solide comme liquide, utilisés dans ces travaux. Notre intérêt est porté sur différents paramètres tels que la taille des particules, leur angle de contact avec la solution liquide, leur fraction surfacique occupée dans un film et l'évolution de la pression du liquide dans un film. Nous souhaitons contrôler ces paramètres et pour cela nous avons choisi et mis au point différents protocoles de préparation pour ces matériaux.

2.1.1 Solution liquide

La solution liquide utilisée consiste en un mélange d'eau déionisée, d'un tensioactif : le bromure de tetradecyltrimethylammonium (TTAB, CAS No. 1119-97-7) et de fluorescéinate de sodium (*fluorescein sodium*, CAS No. 518-47-8) : un colorant réagissant à l'UV et qui fluoresce dans le visible qui fut par exemple utilisé pour colorer la rivière Chicago en vert pour la fête de la Saint-Patrick. Il améliore la visualisation des interfaces entre les particules et le film. Nous n'utilisons pas le laurylsulfate de sodium (SDS) comme Y. Timounay a pu le faire durant ses études sur les films chargés en particules, car ce dernier se dégrade en quelques jours après sa mise en solution alors que le TTAB qui est un tensioactif de la famille des C_n TAB qui ne se dégradent pas au cours du temps.

La solution moussante a une concentration à 10 g/L de TTAB, ce qui correspond à une concentration bien au-delà de la CMC (environ 1,5 g/L à température ambiante d'après le fabricant) pour avoir des films de savon les plus stable possible. Une propriété du TTAB commercial est que sa CMC évolue avec la température et qu'une fois mis en solution, la tension de surface du liquide peut varier. Pour s'affranchir de ces problématiques, nous le solubilisons à des concentrations bien au-delà de la CMC. On y ajoute 200 mg/L de fluorescéinate de sodium, ce qui donne une teinte jaune (variable selon la concentration choisie) à notre liquide quand il est exposé à de la lumière blanche.

Les films granulaires seront par la suite éclairés avec une lampe émettant de la lumière bleue (et un peu d'ultraviolet) comme sur la Figure 2.1 ce qui facilitera la différenciation entre la phase liquide et la phase solide de chaque échantillon. En discernant les particules solides du liquide, nous pourrons mesurer la densité surfacique de particules pour chaque film. On remarque également sur la Figure 2.1 que bien que n'ayant éclairé majoritairement loin des ménisques entre le liquide et le bord du récipient, ceux-ci émettent plus de lumière que les parties non éclairées loin du bord. Nous l'avons également remarqué en éclairant le bain à la lumière blanche. Nous pourrions alors témoigner de la présence de ménisques, de courbures de liquide dans nos films granulaires.

La masse volumique de notre solution faiblement concentrée est celle de l'eau, soit $\rho_l = 1,0 \text{ kg.m}^{-3}$ à température ambiante.

Souhaitant connaître la tension de surface entre l'air et notre solution liquide, nous la mesurons avec un tensiomètre Teclis et relevons la tension de surface $\gamma_{LG} = 34 \text{ mN/m}$. Cette tension de surface est environ deux fois plus faible que celle de l'eau pure comme on peut le lire sur la Table 2.1. Avec cette solution, il est plus simple de former des films de savon qui sont plus stables et le sont d'autant plus en y ajoutant des particules partiellement mouillantes comme nous le montrerons par la suite.

2.1.2 Particules solides

La phase solide des films granulaires est constituée par des particules sphériques de polystyrène. Ce sont des particules commerciales de dénomination Dinoseeds[®] fabriquées par Microbeads. Ces particules ont une densité volumique $\rho_{PS} = 1,05 \text{ kg.m}^{-3}$, les rendant légèrement plus denses

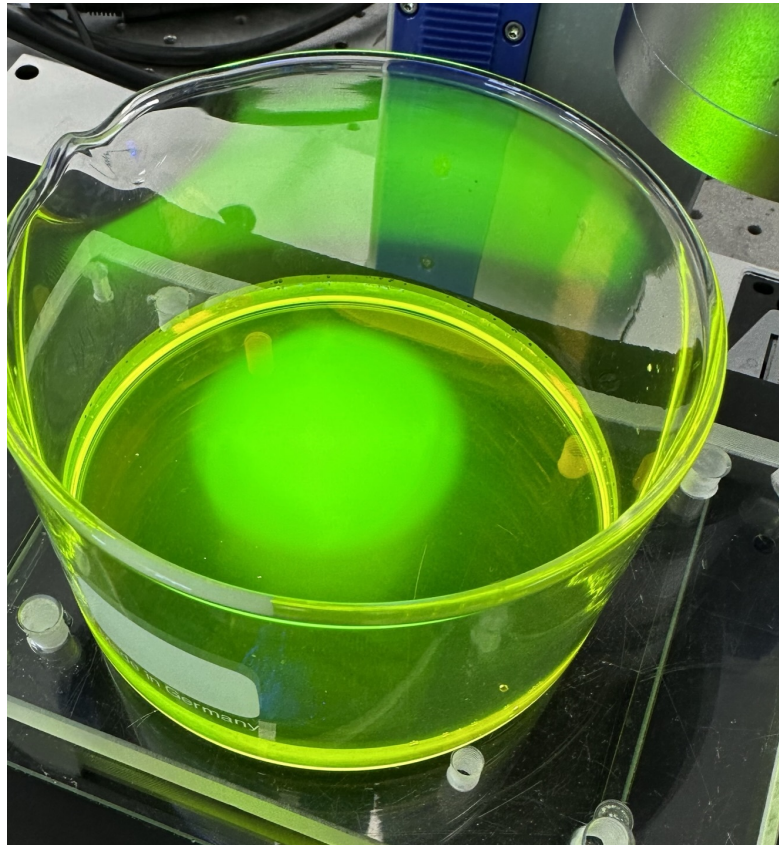


FIGURE 2.1 – Récipient contenant la solution moussante éclairée à la lumière bleue en incidence normale.

que notre solution moussante. Nous avons utilisé des particules de différentes tailles, les tailles commerciales suivantes étaient annoncées : 80, 140, 250 et 500 μm . Nous avons remarqué que la distribution en taille des particules d'un même lot n'était pas satisfaisante. Ainsi, nous avons passé les billes à travers des tamis pour nous assurer de la distribution en taille pour chaque lot. Les tamis utilisés délimitent ainsi le diamètre réel de nos particules. Même une fois tamisées, certaines billes peuvent admettre des défauts ou avoir un écart de taille dû aux tamis utilisés comme on peut le voir sur la Figure 2.2.

Les diamètres D_p réels obtenus sont alors compris dans les intervalles renseignés dans la Table 2.2.

2.1.3 Dispositif expérimental de formation de film granulaire permettant le contrôle de la pression liquide

Notre étude sur la rupture de films granulaires s'intéresse à différents paramètres : la taille des billes, leur angle de contact avec la solution moussante et la pression du liquide dans le film. Nous avons donc besoin d'un dispositif nous permettant de former des films comparables quels que soient ces paramètres. Ce dispositif doit également nous permettre de contrôler et de suivre la pression au cours de nos expériences. Nous avons par conséquent développé ce dispositif expérimental nous permettant de contrôler et de mesurer un certain nombre de variables. Lors de mon arrivée au laboratoire, un premier prototype de ce dispositif était présent. Nous l'avons fait évoluer à maintes reprises en corrigeant des défauts et en simplifiant son utilisation au fil des expériences. Le modèle

2.1. MATÉRIEL

TABLE 2.1 – Tension de surface de la solution moussante comparée à celle de l'eau déionisée à différentes températures [44].

Liquide	Température [°C]	Tension superficielle [mN/m]
Eau	20	73
Eau	25	72
Solution moussante	23	34

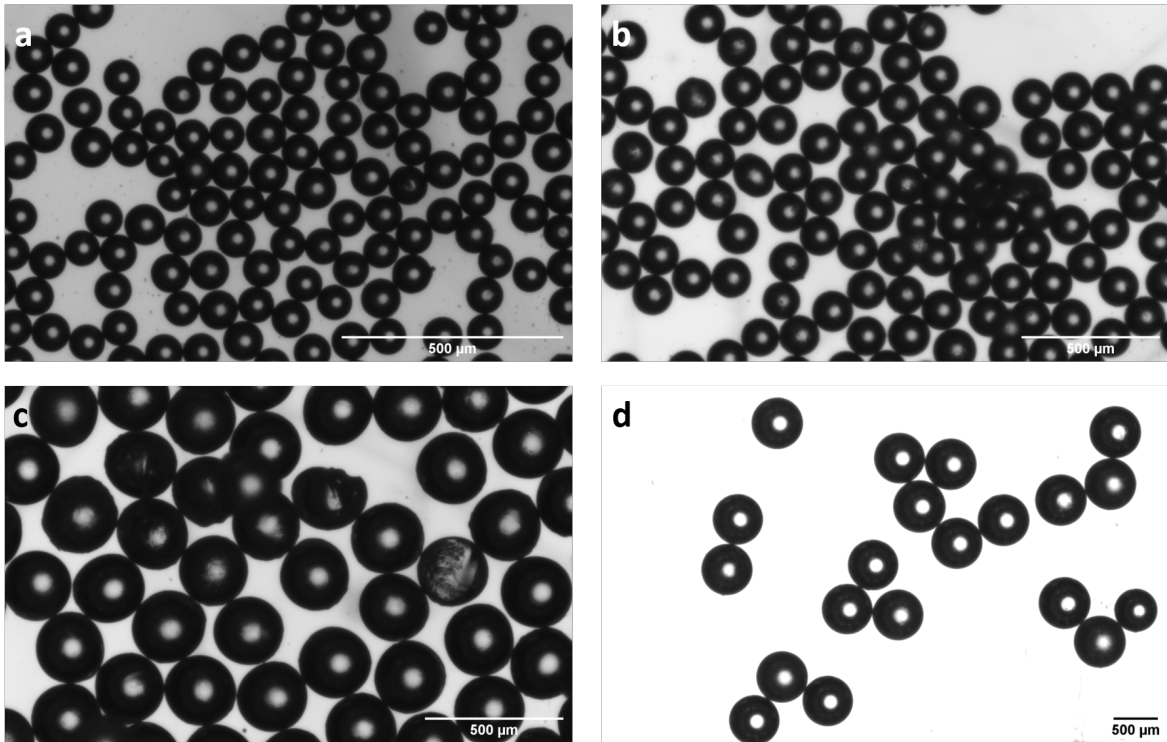


FIGURE 2.2 – Billes de différentes tailles en vue du dessus. (a) : 80 μm ; (b) : 141 μm ; (c) : 250 μm ; (d) : 590 μm .

TABLE 2.2 – Taille des particules utilisées mesurée par granulométrie. D_p : diamètre moyen ; δD_p : écart-type adimensionné par rapport au diamètre moyen des particules ; θ : angle de contact d'une particule avec la solution moussante ; $\delta\theta$: écart-type de la mesure.

D_p [μm]	δD_p [%]
80	10
141	12
143	29
250	12
590	10

présenté est la dernière version du dispositif expérimental avec lequel tous les résultats exposés dans la suite du manuscrit ont été obtenus.

Ce dispositif est inspiré de la balance à film (*thin film liquid-pressure balance*) qui consiste en un film circulaire accroché au trou d'une pastille poreuse saturée d'une solution moussante. Les balances à film ont été mises au point par Mysels et Sheludko [32, 43]. Ces balances sont utilisées

2.1. MATÉRIEL

pour former des films liquides de diamètre submillimétrique. Elles permettent entre autres d'étudier le drainage et l'épaisseur à l'équilibre de films liquide pour différentes pressions de gaz appliquées sur le film. Il est alors possible d'obtenir des mesures de pressions de disjonction du film pour différentes solutions, ce qui a notamment permis de cataloguer et de caractériser les propriétés de résistance au drainage qu'apportent différents tensioactifs. Dans notre cas, les films granulaires sont de taille centimétrique et nous nous aidons d'une pastille poreuse pour maintenir un film granulaire et faire varier la pression de son liquide.

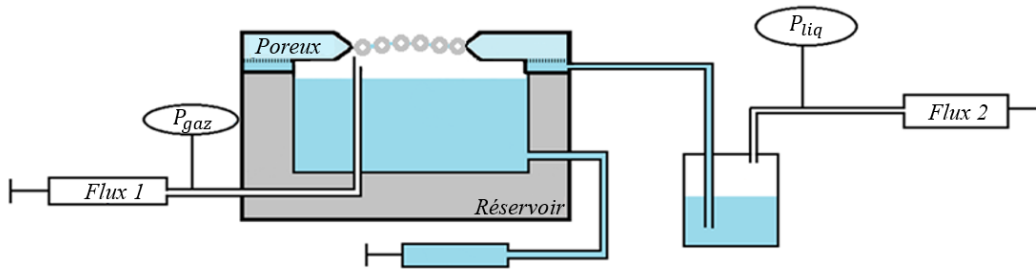


FIGURE 2.3 – Schéma du dispositif expérimental permettant d'élaborer des films granulaires et de faire varier la pression liquide de ces films.

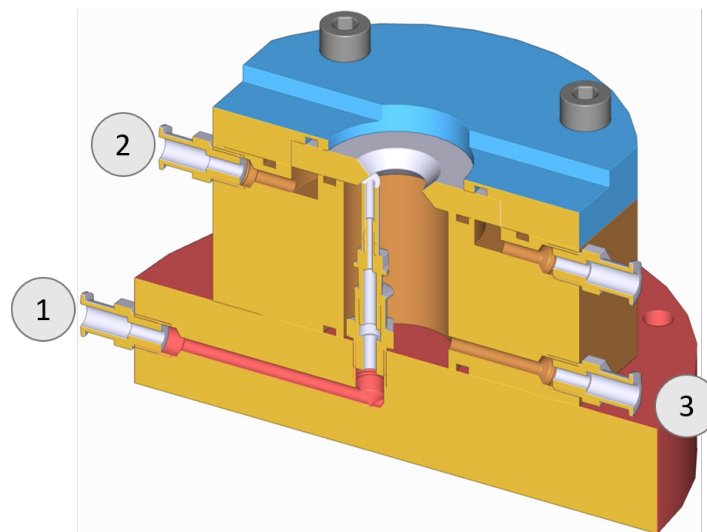


FIGURE 2.4 – Vue de coupe de la dernière version en date du montage expérimental. Les différents modules sont vissés. En haut : le capot ; au milieu : la cellule ; en bas : le socle ;
1 : conduite d'air qui permet de former une bulle ;
2 : rigole qui permet de faire varier la quantité de liquide dans le poreux (et par extension dans le film formé) ;
3 : conduite par laquelle on remplit la cellule de la solution.

La Figure 2.3 est le schéma du dispositif expérimental mis au point. Il consiste en l'assemblage par des vis de trois modules qui contrôlent tous un paramètre de la formation d'un film granulaire. Le module central que nous appelons "cellule" consiste en un cylindre creux (en gris sur le

2.1. MATÉRIEL

schéma Figure 2.3) qui peut contenir un volume de la solution moussante. Il est relié aux deux autres modules par des vis. Nous pouvons faire varier le niveau de liquide en son sein avec une seringue faisant office de second réservoir de liquide. Elle permet de contrôler précisément le niveau du liquide dans le réservoir en le faisant varier à la main.

Le module inférieur permet un contrôle d'un débit d'air via la seringue portant la mention "flux 1". Ce flux d'air est contrôlé par un pousse-seringue programmable Harvard Apparatus PHD ULTRA™. L'air traverse la conduite et finit par sortir du tuyau immergé dans le module central. C'est un tuyau d'environ 400 μm de diamètre intérieur, coupé en biseau à environ 45° et fixé à un raccord fileté vissé à la base de la cellule. L'air expulsé par ce tuyau nous permettra de former une bulle à la surface du bain de solution moussante puis le film granulaire.

Le module supérieur comprend deux éléments : une pastille poreuse et une rigole sur laquelle repose la pastille.

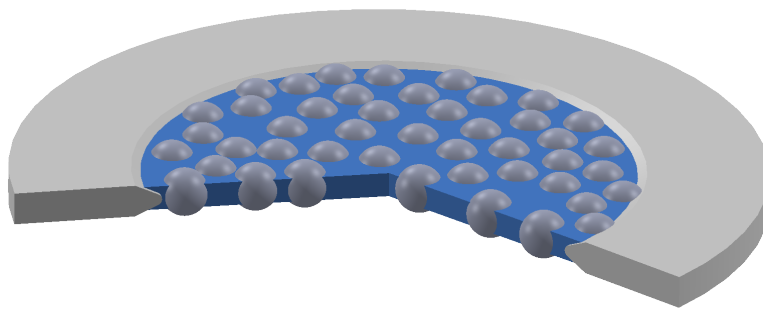


FIGURE 2.5 – Dessin de coupe de la pastille poreuse sur laquelle repose un film granulaire.

Il s'agit d'une pastille poreuse (Pyrex sintered disc 40MM POR3) qui est un fritté de verre borosilicate de 40 mm de diamètre extérieur dont la taille des pores est comprise entre 16 et 40 μm . Un trou de 12 mm de diamètre environ est percé en son centre avec une forme bicônique qui est plus simple à percer et car la ligne d'accroche du film granulaire sur le poreux est mieux définie grâce à cette forme. Nous avons représenté un schéma de cette pastille à la Figure 2.5. La pastille est saturée avec la solution moussante et est en contact avec la rigole remplie par cette même solution. Ce réservoir sous le poreux est alimenté en liquide via un système un peu plus complexe : il est relié via un tuyau flexible à un autre réservoir de liquide contenu dans une bouteille dont la pression est variée par variation du volume d'air au-dessus via une seringue posée sur un second pousse-seringue (modèle identique au premier) nous permettant de pomper ou d'injecter de l'air. Ce système est symbolisé par le "flux 2" sur la Figure 2.3. En faisant varier la pression de l'air dans cette bouteille, on exerce une pression qui va pousser ou tirer le liquide et varier la pression liquide du réservoir sous le poreux et par extension celle du liquide dans le poreux puisqu'ils sont connectés. Une fois formé, le film granulaire s'accroche au milieu poreux et sa phase liquide est connecté au liquide dans le milieu poreux. Ainsi, la pression liquide au sein du film est identique (à l'équilibre) à celle du poreux. Faire varier la pression de liquide dans le poreux revient donc à

2.1. MATÉRIEL

faire varier la pression du liquide du film granulaire. C'est de la sorte que l'on est capable de faire varier la pression liquide au sein d'un film : en injectant de l'air via le pousse-seringue, on augmente de manière indirecte la pression liquide du film granulaire et en pompant l'air, on diminue cette pression.

Le montage expérimental final comprend des éléments supplémentaires à ce dispositif. Nous capturons des images des films granulaires formés. Pour la visualisation, nous disposons d'une caméra vissée sur une loupe binoculaire (ZEISS SteREO Discovery.V8) reliée à un ordinateur nous permettant l'acquisition d'image. La source lumineuse de ce microscope est une lampe à vapeur de mercure telle qu'un film granulaire est éclairé à la lumière bleue en incidence normale. La lumière, dans son chemin optique vers le dispositif, passe par un miroir semi-réfléchissant qui ne conserve que la lumière bleue et UV de la lampe. La présence de fluorescéine dans le liquide nous permet d'avoir des images à bon contraste entre le liquide et les particules comme expliqué dans le paragraphe 2.1.1. Les photos de film granulaire nous font apparaître le liquide en vert et les particules seront très sombres, presque noires comme montrées sur la Figure 2.6. Nous pouvons remarquer certaines billes blanches qui sont soit des billes poreuses (défaut de fabrication) soit des billes en dehors du plan médian du film. Le film granulaire est tenu par sa périphérie par la pastille poreuse qu'on peut voir sur les bords de l'image.

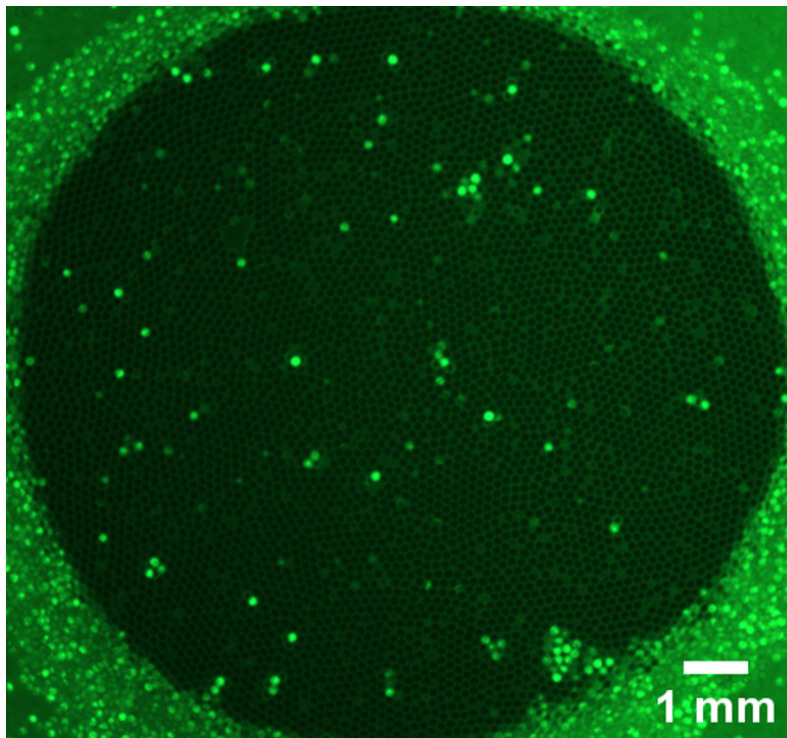


FIGURE 2.6 – Photo d'un film granulaire vu du dessus. Les particules sont ici en noir ($140\ \mu\text{m}$ de diamètre) et le film liquide en vert.

2.1.4 Dispositif d'étude vibratoire de films granulaires

La seconde expérience majeure de cette thèse a pour but d'étudier les propriétés vibratoires des films granulaires soumis à des ondes stationnaires. Cette étude expérimentale nécessite le dispositif de formation de film, de matériel nous permettant de mettre un film en vibration et d'instrument de mesure pour étudier les déformations du film soumis à des vibrations.

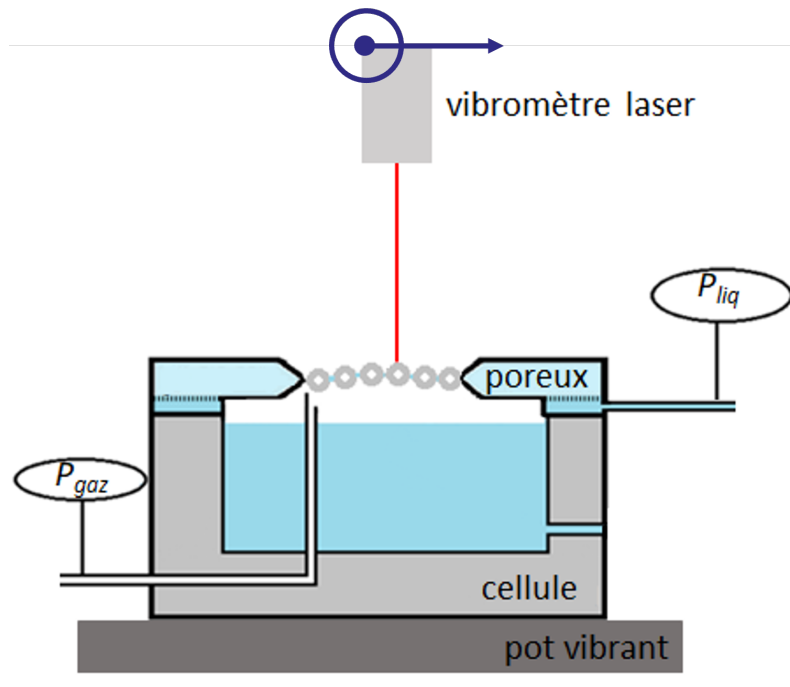


FIGURE 2.7 – Schéma du montage expérimental utilisé lors de l'étude des propriétés vibratoires de films granulaires.

Le dispositif expérimental illustré sur la Figure 2.7 nous permet de former un film granulaire reposant sur un milieu poreux, d'en contrôler et d'enregistrer la pression liquide comme présenté dans la section précédente.

Pour piloter les vibrations, nous avons utilisé un oscilloscope numérique piloté par ordinateur faisant également office de générateur basse fréquence : le PicoScope 5442B. Cet oscilloscope permet de générer et d'enregistrer des signaux de différentes formes, d'appliquer des filtres numériques et est fourni avec un logiciel permettant de générer un signal, le visualiser en temps réel et l'enregistrer. Nous pouvons générer un courant avec l'oscilloscope et l'amplifier en le faisant passer par un amplificateur de puissance Brüel & Kjær® Power Amplifier Type 2719 branché sur l'oscilloscope. Les branchements sont représentés sur le schéma de la Figure 2.8.

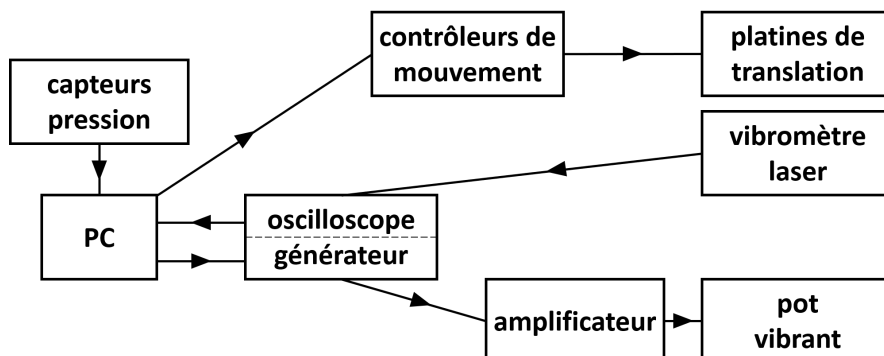


FIGURE 2.8 – Schéma de la partie électronique du montage expérimental utilisé lors de l'étude des propriétés vibratoires de films granulaires.

Cet amplificateur a été spécialement conçu pour piloter des pots vibrants à faible amplitude

d'oscillation, particulièrement le pot vibrant que nous avons utilisé : le Brüel & Kjær® Vibration Exciter Type 4808 que nous relierons à l'amplificateur. Le pot vibrant admet à vide une plage optimale d'utilisation comprise entre 300 Hz et 4 kHz à vide dans laquelle l'accélération du plateau mouvant est garantie constante. Cette plage de fréquence est amenée à changer en fonction de la masse de l'objet fixé sur le plateau mouvant étant donné que la force nécessaire à faire bouger le plateau avec une masse ajoutée est différente. Le pot nous garantit également un mouvement exclusivement vertical. Nous mesurons la vitesse de vibration d'un film avec un vibromètre laser : le Polytec VibroGo® VGO-200. Le vibromètre est placé au-dessus du film granulaire, il est fixé sur une potence, elle-même fixée à la paillasse qui lui assure une stabilité. Cet appareil mesure les vibrations sans contact avec son faisceau laser. Il fonctionne par interférométrie. Le faisceau laser est pointé sur un objet vibrant et est renvoyé par celui-ci. Le diamètre du spot laser dépend de la distance entre l'objet étudié et l'appareil. Dans notre cas, la largeur du spot laser sur un film granulaire est comprise entre 23 et 30 μm . La vitesse de déplacement de l'objet génère une modulation de fréquence ou de phase de la lumière laser dû à l'effet Doppler.

L'appareil convertit ensuite le décalage entre le signal émit et le signal reçu en une tension et à l'aide d'une table de conversion fournie par le constructeur, nous pouvons la convertir en une vitesse de déplacement ou d'oscillation. Le vibromètre laser est branché sur l'oscilloscope qui lit et enregistre son signal.

Il est possible de connaître le profil vertical du déplacement du film en un point en intégrant sa vitesse sur ce même point. Pour avoir un profil complet d'un film, il suffit alors déplacer le film ou le vibromètre laser. Afin de réduire les incertitudes de mesures notamment celles induites par le bruit, tous nos relevés sont effectués à partir de moyennes sur une dizaine de périodes du signal du vibromètre.

Pour des questions de stabilité recherchée et de la masse du pot vibrant, nous avons choisi de faire déplacer le vibromètre. Pour ce faire, nous avons installé le vibromètre sur deux platines de translation qui permettent de bouger dans deux directions perpendiculaires représentées sur le schéma de Figure 2.7. Nous déplaçons les platines motorisées (Newport® MICRO-CONTROLE) avec un contrôleur de mouvement (Newport® Motion Controller - SMC 100 Series). Les platines sont reliées au contrôleur de mouvement qui les alimente et nous permet de les piloter en branchant le contrôleur à un port COM d'un ordinateur. Nous avons deux modèles de platines différents n'offrant pas la même vitesse de déplacement possible, les vitesses de déplacement des platines sont de 10 et 20 mm/s, soit un ordre de grandeur inférieur à leurs vitesses maximales d'utilisation. Le plus petit déplacement possible que ces platines peuvent effectuer est de 10 μm . Avec ce matériel, le temps nécessaire pour acquérir des mesures de vitesse de vibration sur un film avec un maillage carré dans le plan du film $dx = dy = 200 \mu\text{m}$ est d'environ une heure.

Les expériences ont été réalisées en plaçant tout le dispositif (sauf le vibromètre et ses platines) dans une boîte à gants garantissant une humidité relative aux alentours de 65%.

2.2 Méthodes

2.2.1 Silanisation des particules

Les particules de polystyrène sont naturellement hydrophobes dans l'eau. Notre solution moussante a une tension de surface plus faible que celle de l'eau et les particules ne sont pas hydrophobes dans cette solution. Nous jouons donc sur deux paramètres qui entrent en conflit : plus la tension de surface de notre solution est basse, moins l'angle de contact entre le liquide et les particules est grand. Un angle de contact liquide-particule tendant vers zéro implique que les particules seront

immergées dans le liquide. Notre but étant de placer les particules entre les deux interfaces d'un film liquide suspendu dans l'air (deux lignes triples de contact) à partir d'un radeau de particules, il est préférable d'avoir un angle de contact le plus grand possible. Il faut toutefois que cet angle de contact ne dépasse pas les 90° avec la solution liquide, auquel cas les films granulaires ne seraient pas stables. On cherche donc à avoir un angle de contact le plus proche possible de 90° tout en y restant inférieur.

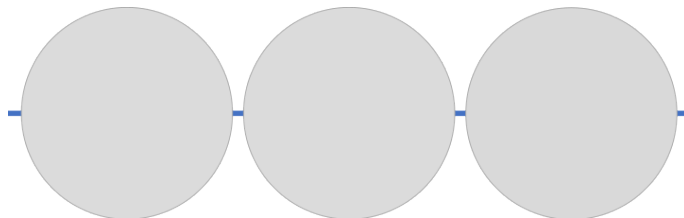


FIGURE 2.9 – Schéma d'une vue de coupe d'un film montrant un angle de contact tendant vers 90° entre le liquide et les particules. La ligne médiane représente le liquide reliant les particules (cercles gris) dans le film. Elle a été volontairement épaissie pour des questions de visualisation.

En outre, avec notre dispositif expérimental, il s'est révélé plus simple de former des films granulaires avec un angle de contact liquide-particule tendant vers 90° . Nous avons donc décidé de traiter chimiquement la surface des billes pour les rendre partiellement non-mouillantes avec la solution moussante. La silanisation est un processus chimique permettant d'appliquer un revêtement d'organo-alkoxysilane. Nous avons traité les particules avec un organosilane et plus précisément avec 1H,1H,2H,2H-perfluorododecyltrichlorosilane (Sigma-Aldrich CAS No. 102488-49-3). Nous avons silanisé chaque lot de particules suivant un protocole identique quel que soit leur diamètre (voir Annexe A).

2.2.2 Mesure d'angle de contact liquide-particule

Une fois les particules silanisées, nous souhaitons connaître leur angle de contact avec la solution moussante. Cet angle de contact est un paramètre clé de notre étude, que nous fixons. Nous avons employé le même procédé de mesure d'angle de contact liquide-particule quel que soit le lot de billes. Cet angle a été mesuré en amenant une particule sous l'interface d'une goutte pendante de la solution de TTAB. Cette particule s'accroche à la goutte et est entraînée vers sa partie inférieure du fait de la gravité comme le présente la Figure 2.10.

L'angle de contact liquide-particule θ a été obtenu en analysant des photos prises comme celle de la Figure 2.10.a à l'aide du logiciel ImageJ [41]. Nous ajustons un cercle à la particule et un autre au bas de la goutte. ImageJ nous donne des coordonnées de points dans un repère et nous permet d'obtenir les positions des centres et les diamètres des deux cercles. On calcule par la suite avec les équations des deux cercles, l'angle entre les tangentes aux deux intersections entre ces cercles à gauche et à droite de la ligne triple (ligne où les trois phases se rencontrent). L'angle entre la tangente de la particule et celle de la goutte à la ligne triple correspond à l'angle de contact θ comme le montre la Figure 2.10.b.

Pour chaque taille de particule, la valeur de l'angle de contact θ est obtenue en répétant cette expérience une dizaine de fois et en calculant les deux angles formés à gauche et à droite de la photo. En procédant ainsi nous obtenons les angles de contact présentés dans la Table 2.3 pour chaque lot de particules.

2.2. MÉTHODES

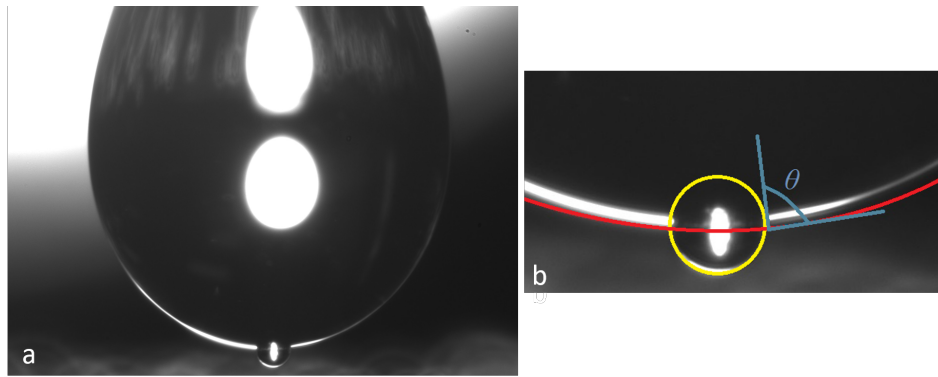


FIGURE 2.10 – a : Photographie à contre-jour d'une bille de polystyrène de $140\ \mu\text{m}$ de diamètre sous une goutte de solution moussante. b : Grossissement de cette photo autour de la zone d'intérêt pour la mesure, la goutte est délimitée par un cercle rouge (qui se prolonge hors image), la particule par un cercle jaune et l'angle de contact θ est représenté en bleu.

TABLE 2.3 – Caractéristiques des particules utilisées. D_p : diamètre moyen ; δD_p : écart-type adimensionné par rapport au diamètre moyen des particules ; θ : angle de contact d'une particule avec la solution moussante ; $\delta\theta$: écart-type de la mesure.

D_p [μm]	δD_p [%]	θ [°]	$\delta\theta$ [°]
80	10	74	2
141	12	45	5
143	29	80	3
250	12	81	4
590	10	70	3

2.2.3 Génération de films granulaires

La formation du film granulaire grâce à ce dispositif s'effectue selon le même protocole pour tous les lots de particules. Tout d'abord, nous nous assurons que la pastille poreuse est saturée en solution liquide. On remplit ensuite le réservoir de la cellule de telle sorte que le niveau du liquide soit juste en-dessous de la sortie du tuyau d'arrivée de gaz. On disperse par la suite les particules de la taille souhaitée de façon à former un radeau de particules qui va flotter en surface. On s'assure que la surface du liquide dans la cellule est saturée en particules (Figure 2.11.a). On insuffle de l'air à débit contrôlé (Figure 2.11.b-c) à $Q_{air} = 10\ \text{mL/min}$ à l'aide du pousse-seringue de flux d'air (flux 1 de la figure 2.3) tout en élevant le niveau de liquide à la main. De cette façon, nous formons une bulle contenant les particules en surface qui s'accroche au poreux. Enfin, on abaisse lentement le niveau de liquide dans la cellule jusqu'à ce que le film granulaire ainsi formé devienne plan et que le liquide du module central ne communique pas avec la pastille poreuse (Figure 2.11.d). Le film est fin prêt pour être étudié, nous pouvons faire varier la pression du liquide d'un film en injectant ou en pompant de l'air via le pousse-seringue du flux 2.

2.2.4 Mesure et contrôle de la pression liquide

Comme il a été annoncé précédemment, un paramètre clé de notre étude sur les films granulaires est la pression du liquide dans un film qui est une signature des forces de cohésion entre les particules du film. Nous avons donc installé un manomètre numérique assemblé par nous même à

2.2. MÉTHODES

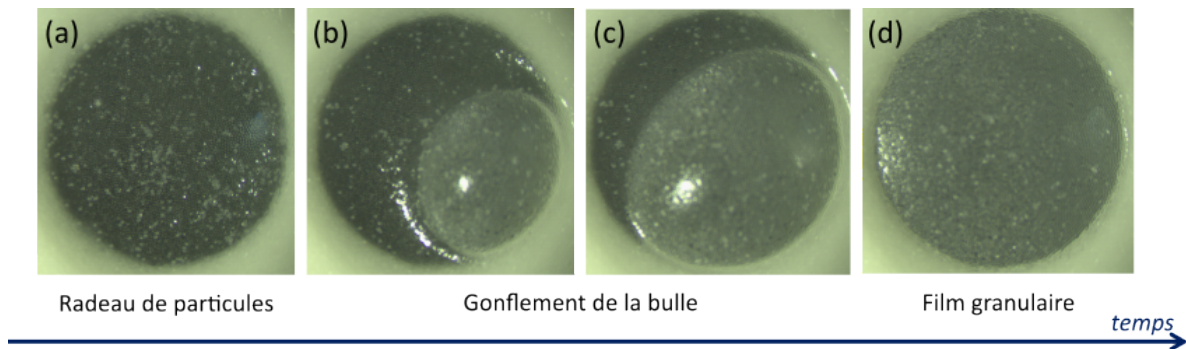


FIGURE 2.11 – Photos illustrant par une vue de dessus les étapes de formation d'un film granulaire à partir d'un radeau de particules.

l'aide d'un microcontrôleur programmable : une carte Arduino Mega et d'un capteur de pression différentiel (NXP MPX5010DP) branché sur la carte. Le capteur de pression a deux bornes qui communiquent des valeurs de tension au microcontrôleur que nous pouvons convertir en pression avec la documentation du constructeur. Une borne mesure la pression de l'air dans la pièce (borne de référence) et l'autre est reliée à la conduite de gaz, donc mesure la pression de l'air dans la conduite. Un script Arduino repris de blogs de programmation pour interfacer ce capteur a été adapté à notre besoin et communique une valeur de pression qui est la soustraction entre la pression dans la conduite et la pression référentielle. Nous mesurons ainsi l'écart de pression entre la pression de référence et la pression dans la conduite de gaz du module supérieur entre la bouteille de liquide et la seringue. Le circuit étant fermé et hermétique, une variation de pression de gaz dans la bouteille induit une même variation de pression au liquide qui est relié au film granulaire. Faire varier la pression de gaz dans la bouteille implique que l'on varie la pression de liquide dans le film granulaire de cette même valeur de pression. Nous avons également développé un script avec le langage de programmation Python qui nous permet en branchant la carte Arduino de lire (Figure 2.12) et d'enregistrer en temps réel les valeurs de pression que le capteur transmet à la carte. Cette lecture nous octroie la capacité de contrôler en temps réel la pression de liquide d'un film granulaire. La carte communique plus de 200 mesures de pression par seconde à l'ordinateur ce qui nous permet en moyennant ces mesures à une par seconde d'avoir une valeur de pression précise au Pascal près.

Pour faire varier cette pression, nous nous aidons de la seringue de flux 2 reliée à la bouteille contenant du gaz et du liquide et faisons varier la pression de gaz. En augmentant la pression du gaz dans la bouteille, on pousse du liquide dans le film et en diminuant la pression du gaz dans la bouteille, on tire ainsi du liquide du film granulaire. La pression de liquide admet les mêmes écarts de variation de pression que ceux du gaz que nous mesurons à l'aide des capteurs. Nous imposons des variations de pression en régime quasi-statique : nous nous assurons qu'il n'y ait pas d'inertie lors des variations de pression liquide pilotées. Nous souhaitons nous affranchir de toute question de dynamique d'écoulements du liquide qui pourrait complexifier notre étude. La pression liquide varie dans nos expériences selon un débit $\Delta\dot{P}_{liq} \simeq \pm 0,5 - 1 \text{ Pa}\cdot\text{s}^{-1}$.

La précision de ces capteurs nous permet de mesurer des variations de température de la salle. Cela induit quelques fois une variation de la pression mesurée qui peut s'avérer être semblable à celle d'une légère fuite dans le montage. Avec un simple calcul d'ordre de grandeur de l'influence de la variation de la température de la pièce sur la pression, nous pouvons comprendre ce phénomène. En gardant à l'esprit qu'une des deux sondes du capteur est reliée à un tuyau d'une certaine épaisseur, on peut penser que la température ne sera pas immédiatement égale de part et d'autre du capteur. En considérant l'air de la pièce et de la bouteille comme un gaz parfait, on peut écrire :

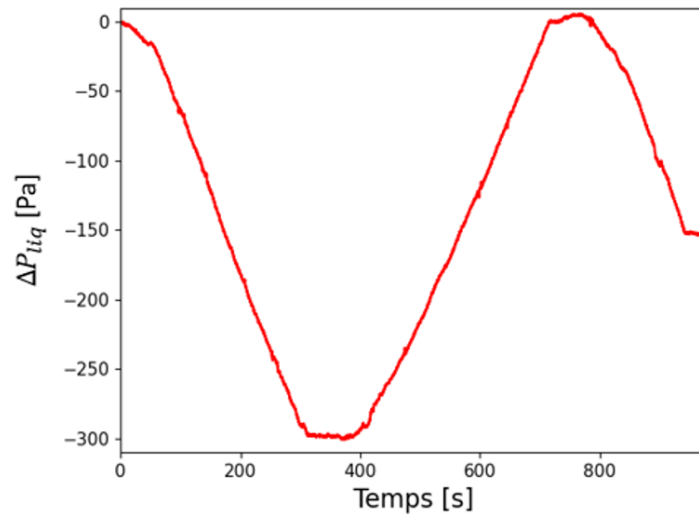


FIGURE 2.12 – Graphique des données tirées du capteur montrant l'évolution de la pression du liquide dans un film granulaire en fonction du temps. On note $\Delta P_{liq} = P_{liq} - (P_{atm} + \rho gh)$ la différence entre la pression liquide mesurée et la pression liquide initiale lors de la formation du film. P_{liq} : pression du liquide d'un film granulaire ; P_{atm} : pression de l'air de la pièce ; ρ : masse volumique de la solution liquide ; g : gravité ; h : hauteur de colonne liquide entre la bouteille et le réservoir de liquide sous le poreux.

$$\frac{\Delta P}{P} = \frac{\Delta T}{T}$$

En prenant une température de pièce à $23^\circ\text{C} = 296,15 \text{ K}$ (température fixée par le thermostat dans la salle) et une pression de référence de 10^5 Pa . Pour une variation de $0,1^\circ\text{C}$ dans la pièce, on a :

$$\Delta P = \frac{0,1}{296,15} \cdot 10^5 \simeq 34 \text{ Pa.}$$

On voit bien avec ce calcul (certes avec une hypothèse forte et sans prendre en compte l'humidité de la pièce) que de faibles variations de température peuvent entraîner des variations de pression observables sur les capteurs qui peuvent être interprétées comme des fuites. Les expériences de rupture de films granulaires peuvent durer entre la minute pour les plus courtes et l'heure pour les plus longues. Au cours d'une expérience, nous surveillons la température et l'humidité de la pièce et ne relevons pas de variation significative sur nos mesures.

2.2.5 Mesure de la densité surfacique de particules

Les films granulaires sont comme leur nom l'indique des matériaux granulaires. Un paramètre important qui régit l'état d'un matériau granulaire est sa compacité : le rapport entre le volume de grains et le volume total occupé par le matériau (ou un rapport de surfaces en 2D). Nous souhaitons mesurer la densité (fraction surfacique dans notre cas puisqu'on considère un film granulaire 2D) de particules dans nos matériaux. Nous avons précédemment évoqué (paragraphe 1.3.1) que la fraction de *jamming* d'un film granulaire valait : $\varphi_c = 0,84$ [50].

À cette valeur φ_c , la divergence de la viscosité effective se traduit par un blocage de l'ouverture d'un film. Nous souhaitons travailler à une fraction surfacique comparable pour tous les films granulaires et étudier l'influence de la pression liquide dans un film sur son comportement à la rupture. Il est donc primordial de mesurer cette fraction surfacique, tâche que nous avons effectué et dont les méthodes et résultats sont explicités au paragraphe 3.2.

2.2.6 Mesure de la courbure d'un film granulaire

Afin de mesurer l'éventuelle courbure du film granulaire, nous avons fait quelques ajouts au montage expérimental. Nous avons gardé le même dispositif nous permettant de former un film et de contrôler sa pression liquide et de gaz. Il est placé sous la loupe binoculaire sur laquelle est fixée une caméra qui peut capturer des images en vue de dessus. À ces éléments, nous avons ajouté un laser ainsi qu'une lentille cylindrique de telle sorte à ce que le faisceau soit réfléchi sur une ligne plutôt qu'un seul point focal. Nous nous assurons que cette nappe laser soit inclinée par rapport à l'horizontale d'un angle proche de 45° et passe par un diamètre d'un film granulaire grâce aux images capturées par la caméra et pouvons ainsi fixer le tout pour poursuivre notre étude.

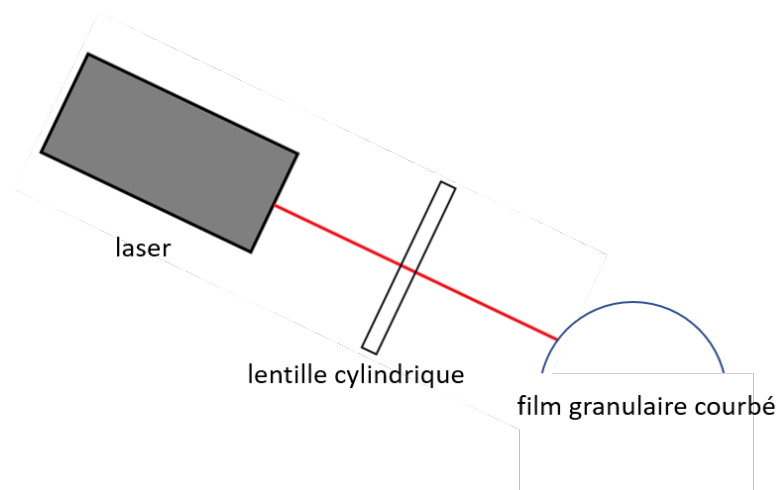


FIGURE 2.13 – Schéma de principe du faisceau laser passant par une lentille cylindrique dessinant une ligne focalisée.

En courbant un film peu importe le sens, on modifie sa hauteur et donc la ligne laser est réfléchie à une position différente que pour un film plan. Sur la Figure 2.13 on représente un film granulaire gonflé et le laser incliné pointant vers un diamètre du film granulaire quand celui-ci est dans le plan horizontal. En étalonnant cette déviation de la position de réflexion du laser grâce à des marches d'escalier de la Figure 2.14 dont nous connaissons la hauteur, on associe une valeur de hauteur à une déviation du faisceau dans le plan horizontal. Nous capturons les images lors d'une expérience avec la caméra et pouvons ainsi mesurer la courbure de l'interface pour une variation de pression de gaz.

Sur la Figure 2.15 on peut voir une photo vue du dessus d'un film granulaire. La trace du laser sur le film est visible en gris clair. Elle s'étale sur une épaisseur non négligeable à cause de la diffusion des particules dans le film. Nous avons aussi dessiné le contour du film et le diamètre par lequel passe le laser quand le film est à plat en bleu.

Le contraste de l'image nous aide à différencier le film du laser. Grâce à la technique d'étalonnage illustrée en Figure 2.14, nous connaissons la relation entre une variation de hauteur et le déplacement induit du faisceau sur l'image. Un script ImageJ va ensuite détecter le faisceau laser qu'il va réduire en la ligne la plus fine possible au plus proche du centre de la tache. Il va ensuite mesurer la distance minimale entre chaque point du faisceau et le diamètre tracé, ce qui nous donne la déviation du faisceau. Nous relierons ensuite la déviation du faisceau à une hauteur. Cette hauteur mesurée est celle d'une calotte sphérique et nous pouvons à partir de cette hauteur mesurer le rayon d'une calotte sphérique équivalente qui est le rayon de courbure recherché.

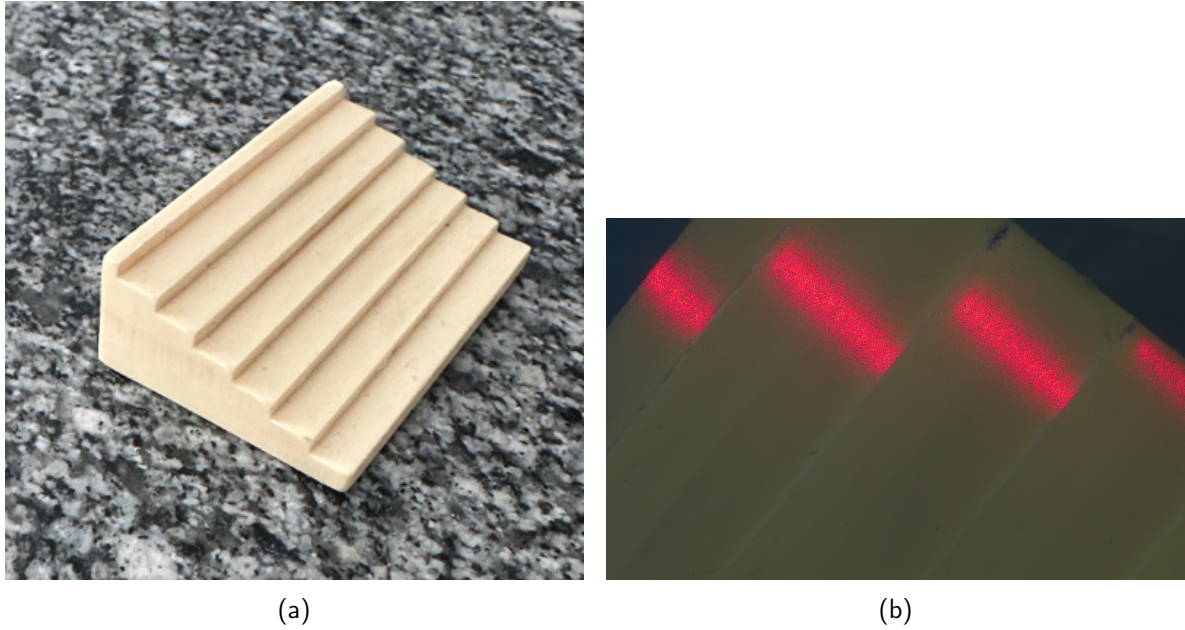


FIGURE 2.14 – Escalier étalon permettant d'associer une déviation de la ligne laser avec une variation de hauteur.

Aidons-nous des schémas représentés en Figure 2.16 pour expliquer notre démarche plus clairement. En vue du dessus (schéma 2.16a) nous avons dessiné le laser dévié en orange. On note l la longueur de cette déviation par rapport au centre du film. R est le rayon du film, c'est aussi le rayon de la calotte sphérique que l'on a représenté en vue de côté sur le schéma 2.16b. On appelle R_c le rayon de courbure du film granulaire, h_{max} la distance entre le positionnement horizontal et l'apogée du film, h la hauteur de la nappe laser par rapport au plan horizontal et H la hauteur entre le centre de la calotte sphérique et le plan horizontal du film. On peut obtenir la courbure du film de cette façon :

$$R_c^2 = H^2 + R^2 = (H + h)^2 + l^2$$

$$\text{D'où : } H^2 + 2Hh + h^2 + l^2 = H^2 + R^2$$

$$H = \frac{R^2 - h^2 - l^2}{2h}$$

$$\text{On en déduit : } R_c^2 = \left(\frac{R^2 - h^2 - l^2}{2h} + h \right)^2 + l^2$$

$$R_c^2 = \left(\frac{R^2 + h^2 - l^2}{2h} \right)^2 + l^2$$

Or $h = l \tan(\theta)$ avec θ l'angle entre l'horizontale et la nappe laser que nous pouvons déterminer grâce à une image de la nappe laser sur les marches de l'escalier sur la Figure 2.14b. On relève $\theta = 60^\circ$. On relève aisément la longueur l avec une image de film granulaire en vue du dessus comme on peut le voir sur le schéma 2.16a.

$$\text{Finalement : } R_c = \sqrt{\left(\frac{R^2 + l^2(\tan^2(\theta) - 1)}{2l \tan(\theta)} \right)^2 + l^2} \quad (2.1)$$

On remarque que pour $l = 0$, R_c est infini, on a alors un film plan. Notre script ImageJ nous

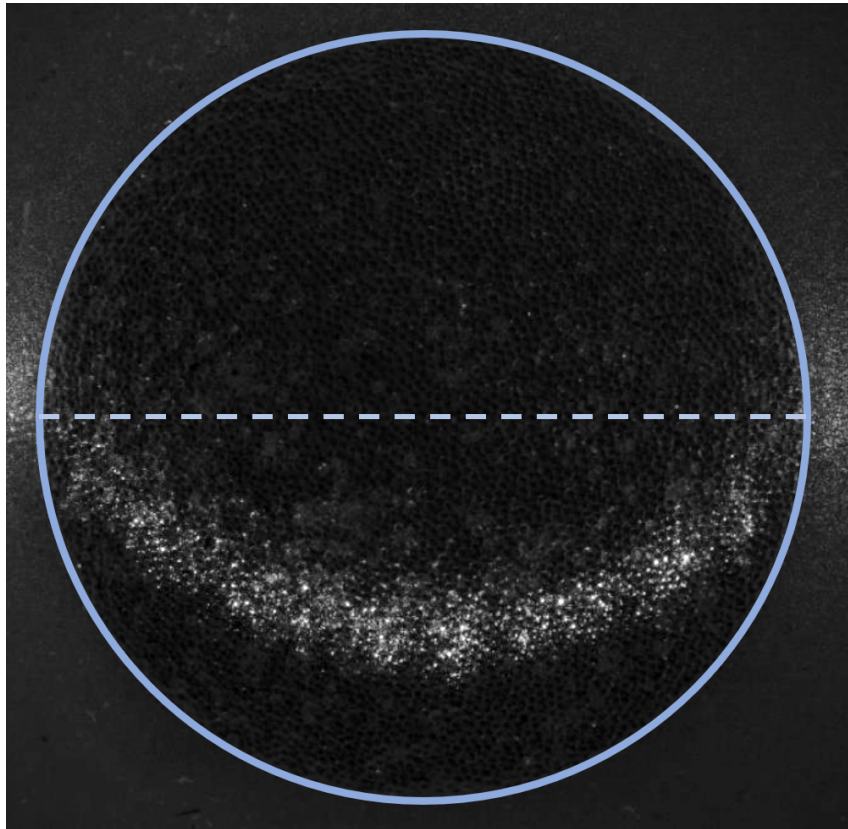


FIGURE 2.15 – Photo vue du dessus d'un film granulaire gonflé. Le faisceau laser dévié est visible en gris clair, un cercle bleu entoure le film granulaire et son diamètre est tracé en pointillés.

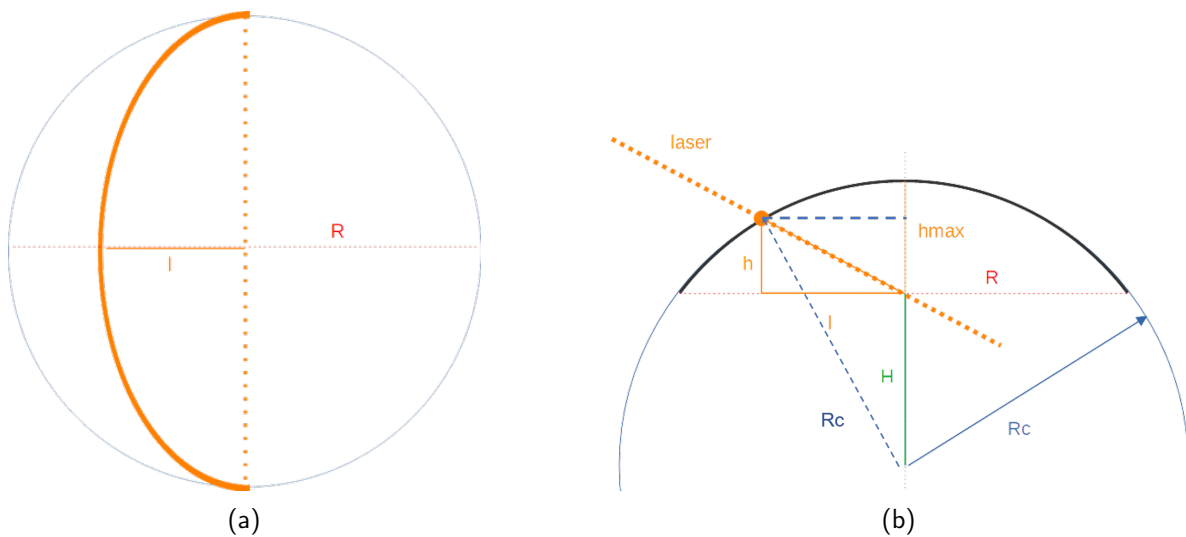


FIGURE 2.16 – Schéma du laser sur un film granulaire (une calotte sphérique). (a) vue du dessus ; (b) vue de côté.

permet de connaître la déviation du laser en plusieurs points et nous pouvons réaliser une adaptation de l'application numérique de l'équation 2.1 pour obtenir la valeur de R_c d'un film en tout point.

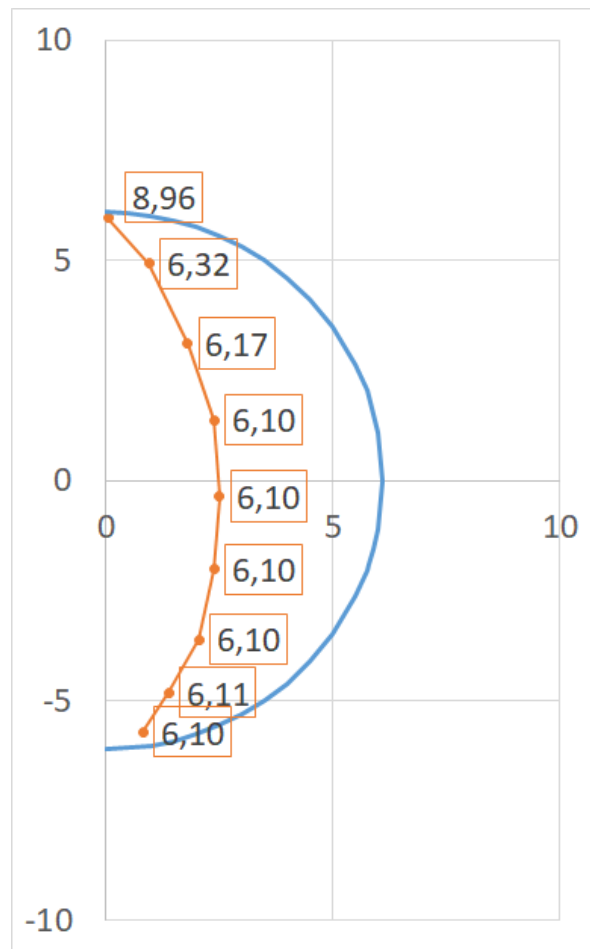


FIGURE 2.17 – Tracé de la position de la nappe laser dans un repère cartésien (x,y) : points orange. Les nombres associés sont la valeur de R_c relevée en un point. En bleu, un tracé de la position du bord du film.

Nous avons représenté un exemple de ce que nous pouvons tracer à partir des coordonnées données par ce script sur la Figure 2.17 ainsi que le rayon de courbure calculé à chaque point. Nous pouvons ensuite en déduire un rayon de courbure moyen.

2.2.7 Orchestration des expériences de vibration

Nous disposons d'un montage expérimental comprenant les éléments décrits dans le paragraphe 2.1.4 et formons toujours les films granulaires selon le procédé décrit au paragraphe 2.2.3. Nous pouvons toujours contrôler et surveiller la pression du film liquide en temps réel tout au long des expériences. Nous souhaitons soumettre un film formé à la perturbation d'onde stationnaire. Il est possible de générer une onde sinusoïdale d'amplitude (on parle ici de tension) et de fréquence que l'on définit à partir du logiciel PicoScope fourni par le constructeur de l'oscilloscope. Le pot vibrant est piloté en force, ce qui signifie que donner une amplitude d'oscillation (tension) constante revient à appliquer un forçage à accélération constante sur le pot. Si nous souhaitons travailler à amplitude de déplacement ou à vitesse d'oscillation constante quelle que soit la fréquence d'oscillation, il faut changer la tension générée par l'oscilloscope.

Plaçons-nous en un point du film granulaire, prenons par exemple son centre dans le plan

perpendiculaire à la verticale. Nous souhaitons sonder la réponse vibratoire de ce film en ce point pour un intervalle de fréquence donné. On fait varier la fréquence d'oscillations du pot et on enregistre le signal envoyé par le vibromètre à l'oscilloscope. Imaginons maintenant que l'on souhaite sonder un autre point de ce film. Nous disposons de tout le matériel nécessaire pour réaliser ces actions, mais le logiciel PicoScope n'offre pas une grande possibilité de programmation de routines. Pour ces raisons, nous avons opté pour le développement d'un script Python qui permet d'orchestrer les expériences.

Nous souhaitons piloter deux composantes du montage expérimental : l'oscilloscope (générer un signal, capturer et enregistrer la réponse du vibromètre ...) et piloter les moteurs des axes de déplacement du vibromètre.

PicoScope fournit un kit de développement logiciel (SDK) avec les fonctionnalités de l'oscilloscope, il est possible de le piloter en C en utilisant les bonnes fonctions. Un emballage (*wrapper*) Python de ce kit a été développé (une traduction des fonctions programmées en C) ce qui nous permet de piloter l'oscilloscope avec un script Python. L'installation des bibliothèques Python a été fastidieuse notamment à cause d'incompatibilités avec un premier ordinateur trop ancien (et autres péripéties) ce qui a retardé l'avancée de notre projet. À partir d'un guide de programmation recensant le nom des fonctions pilotant l'oscilloscope et de quelques exemples succincts trouvés en ligne, nous avons pu développer un script nous permettant de piloter les expériences. Notre script est interactif, un utilisateur peut choisir l'amplitude et la fréquence (ou la gamme de fréquence) à sonder sur un point (ou des intervalles de points selon les deux directions) qui est également choisi. Il enregistre ensuite des données telles que l'amplitude mesurée par le vibromètre en un point du film pour une fréquence donnée et la phase du signal. Le vibromètre laser nécessite un calibrage : il a plusieurs gammes de vitesses optimales de fonctionnement. Il est important de se placer dans le bon calibre de mesure pour ne pas dépasser la borne supérieure de mesure de vitesse tout en ayant une résolution la plus grande possible.

Avec le signal alimentant le pot vibrant, il force une accélération qui donne une équation de déformation d'un film de la forme :

$$A(\vec{r}, t) = z(\vec{r}) \cdot \cos(\omega t + \phi) \quad (2.2)$$

où \vec{r} est la position d'un point dans le plan du film, z le déplacement vertical, $\omega = \frac{2\pi}{f}$ la pulsation d'onde et ϕ la phase du signal. Le vibromètre laser nous donne une vitesse de vibration d'un point dans la direction z .

Nous pouvons grâce à un facteur de conversion (qui a pour unité le mm/s/V) donné par le vibromètre convertir cette tension en une vitesse de vibration. Il est également possible (une fois la conversion faite) d'intégrer le signal de la vitesse de vibration du point dans la direction z pour obtenir la valeur du déplacement vertical du film en ce point. Ainsi, une opération simplifiée nous permet d'écrire les équations des profils de déplacement, de vitesse et d'accélération verticales en un point :

$$\begin{cases} \ddot{z}(\omega, t) = a_0 \sin(\omega t + \phi) & a_0 : \text{accélération imposée par le pot vibrant au film,} \\ \dot{z}(\omega, t) = -\frac{a_0}{\omega} \cos(\omega t + \phi) & \text{exprimée en } m/s^2. \\ z(\omega, t) = -\frac{a_0}{\omega^2} \sin(\omega t + \phi) \end{cases} \quad (2.3)$$

Ces opérations ne sont pas tout à fait exactes en pratique à cause d'une fonction de transfert de l'amplificateur vers le pot vibrant. Nous avons tout de même apporté une correction en $\frac{1}{\omega}$ ou $\frac{1}{\omega^2}$ lorsque nous souhaitons travailler à vitesse ou à amplitude de déplacement constant de la plaque du pot vibrant. Si on souhaite sonder une gamme de fréquence en un point, on fait varier la fréquence

du signal émis et si on travaille à déplacement ou à vitesse imposée. On corrige la tension délivrée au pot vibrant selon les équations comme sur les équations 2.3 pour garder les valeurs constantes.

Les mesures sont prises par un déclenchement automatique après une détection d'un maxima d'amplitude du signal sur le vibromètre et nous enregistrons dix périodes de ce signal pour calculer l'amplitude du signal du vibromètre. On enregistre pour chaque fréquence sondée, l'amplitude du signal du vibromètre ainsi que sa phase. Toutes ces valeurs ainsi que les coordonnées du point sondé sont enregistrées dans un fichier qui nous permettra de rechercher les modes propres d'un film par la suite. Lors de nos expériences, nous relevons également un point de référence. Ce point est pris sur la pastille poreuse qui sera l'équivalent d'un point pris directement sur le plateau oscillant du pot vibrant. Cette référence nous permet de comparer le déplacement (ou la vitesse ou l'accélération) d'un film granulaire à celui du pot vibrant.

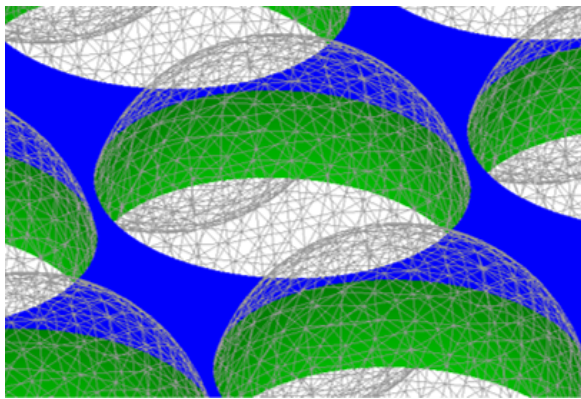
2.2.8 Simulations numériques

Des simulations numériques de nos films ont été effectuées par Yacine Khidas. Il a utilisé le logiciel Surface Evolver développé par Ken Brakke [10]. C'est un logiciel interactif créé dans le but d'étudier des surfaces de différentes formes modelées par une tension de surface, une énergie ou d'autres types de contraintes.

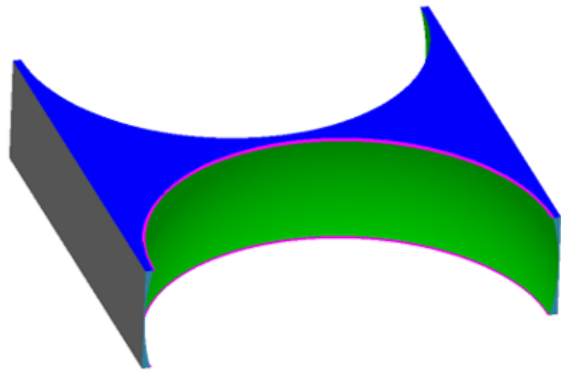
Le but du logiciel est de minimiser l'énergie de surface de la géométrie définie en prenant compte des contraintes.

Dans un premier temps, on dessine une géométrie qui sera amenée à être modifiée au fil des itérations de minimisation d'énergie. Le point de départ est de définir des points par des coordonnées dans un espace cartésien. On peut ensuite relier ces points en définissant des segments et former des surfaces qui délimitent des objets dont le volume ou la pression peut être fixé. Il est possible d'attribuer des conditions aux limites telles que des conditions de raccordement ou des angles de contact par exemple aux segments et aux surfaces définies tout comme il est possible de leur définir des énergies ou des forces. Surface Evolver est capable de diviser une surface en un nombre de facettes triangulaires que l'utilisateur peut choisir pour ensuite lancer un algorithme de convergence ayant pour but de minimiser l'énergie d'une surface. L'énergie d'une surface peut être définie par une tension de surface ou une énergie potentielle de pesanteur par exemple, la minimisation de l'énergie d'une surface se fait en respectant les contraintes auxquelles nous la soumettons elle et ses segments.

Il est possible d'écrire un programme itératif pour lequel une grandeur physique (pression, longueur, volume ...) est incrémentée à chaque pas. L'algorithme de minimisation d'énergie est effectué à chaque étape et permet de suivre l'évolution de la géométrie du film liquide et ainsi de calculer les forces capillaires en fonction de ce paramètre. Y. Khidas a dessiné des régions de film granulaire : des particules disposées suivant un arrangement régulier qui pontent les interfaces d'un film liquide comme représentées sur la figure 2.18 pour une pression liquide égale à la pression atmosphérique. Suivre l'évolution des forces capillaires dans le système dessiné est un atout supplémentaire nous permettant de mieux comprendre et de comparer nos résultats expérimentaux avec des simulations.



(a)



(b)

FIGURE 2.18 – Visualisations de résultats Surface Evolver d'un film granulaire. (a) Deux billes représentées par des sphères hachurées liées par du liquide ; (b) : visualisation du liquide seul.

Chapitre 3

Observation de film granulaire à pression liquide imposée

Dans ce chapitre, nous évoquons différentes observations et mesures effectuées sur les films granulaires formés à l'aide de notre dispositif. Notre intérêt se porte notamment sur la durabilité d'un film granulaire que nous comparons à celle d'un film liquide formé avec le même dispositif. Les toutes premières expériences réalisées avaient pour but de découvrir et d'observer certaines propriétés du film granulaire. Nous nous sommes en particulier intéressés à leur résistance à des variations de pression liquide. Ces expériences préliminaires ont entre autres eu pour but de confirmer visuellement qu'un film granulaire formé à l'aide du dispositif (section 2.1.3) selon notre protocole (section 2.2.3) était plus résistant qu'un film fait avec notre solution moussante.

3.1 Comparaison de la stabilité d'un film liquide et d'un film granulaire

Les premières formations de films avec notre dispositif nous ont permis d'observer qualitativement que les films de solution moussante sans particules étaient bien plus fragiles que ceux avec particules. En effet, il n'est pas rare de constater que les films de savon éclatent sans intervention de notre part lors de leur formation. Nous n'avons pas réussi à maintenir stable plus de quelques minutes un film de savon de la taille de l'orifice de 1 cm au centre du disque poreux initialement saturé en liquide, bien que la solution de TTAB soit bien plus concentrée que la CMC. Au contraire, les films granulaires qui s'ils sont entièrement chargés de grains (pas de film de savon visible à l'œil), peuvent être stable plusieurs heures voire jours. Nous avons également testé la résistance de ces films à des variations de pression liquide. En augmentant la pression de liquide dans le film, il est possible de faire éclater un film granulaire.

Augmenter la pression de liquide dans le film se fait en courbant les interfaces et en ajoutant du liquide dans le film granulaire. Il va voir son épaisseur augmenter et va également se courber (augmentation de sa surface). Nous n'avons pas réussi à atteindre d'équilibre pour ces films granulaires avec une pression liquide plus grande que la pression atmosphérique. Pour toutes les expériences réalisées, le film granulaire s'est déstabilisé et a éclaté tel un film de savon. Nous avons remarqué que les films de savon étaient une fois de plus bien moins résistants que les films granulaires aux augmentations de pression liquide. De plus, ces derniers sont d'autant plus résistants qu'il y a de particules, ils peuvent résister à plusieurs dizaines de Pascal. Un film peu chargé en particules éclatera pour de plus faibles valeurs de surpression appliquées. Aussi, la rupture se forme là où il y a le moins de particules, sur une zone où un grand film liquide est présent. De plus, nous avons pu voir que les films contenant une grande quantité de particules se chevauchent hors du plan médian (on appellera ces arrangements "bicouches") sont plus résistants que ceux contenant uniquement une monocouche de particules. Il est complexe de mesurer quantitativement la proportion de bicouches dans un film. De plus, l'impact de ces particules sur le comportement d'un film granulaire est complexe à définir. Elles ne sont pas dans le plan médian, ce sont des structures hors plan et sont des masses ajoutées à un échantillon. Nous ne savons pas comment ces billes peuvent être reliées aux autres qui figurent dans le plan. Cela peut être par empilement 3D du même type qu'un empilement d'orange sur un étal de marché comme sur la Figure 3.1.a ou dans des cas plus rares, deux billes superposées comme illustré sur la Figure 3.1.b. Le premier empilement dessiné est stable car la particule repose dans un creux entre plusieurs billes, n'oublions pas que la bille du dessus ne repose pas que sur une rangée car dans la réalité, le film est peuplé par d'autres rangées de billes dans le plan perpendiculaire au schéma. Le second empilement schématisé peut être à l'équilibre, mais sera peu stable, on peut imaginer qu'il soit stable dans certains cas où nous pensons qu'un ménisque relierait la bille du dessus à une bille en dessous. Si tel est le cas, ce ménisque est alors relié au reste du liquide du film granulaire et assure la stabilité de la bille au-dessus des autres dans un film.

3.2 Mesure de compacité d'un film granulaire

Nous avons précédemment abordé au paragraphe 2.2.5 l'importance de la mesure de la compacité d'un film granulaire. Les précédentes études [50, 52] ont montré des conditions que doivent respecter les particules dans un film pour inhiber son ouverture. Elles doivent "ponter" les deux interfaces liquide-air (au-dessus et en dessous du film) du film et être en nombre suffisant, tel qu'elles occupent $\varphi \geq \varphi_c = 84\%$ de la surface d'un film.

Il nous fallait donc mesurer avec des techniques d'analyse d'images la fraction surfacique des

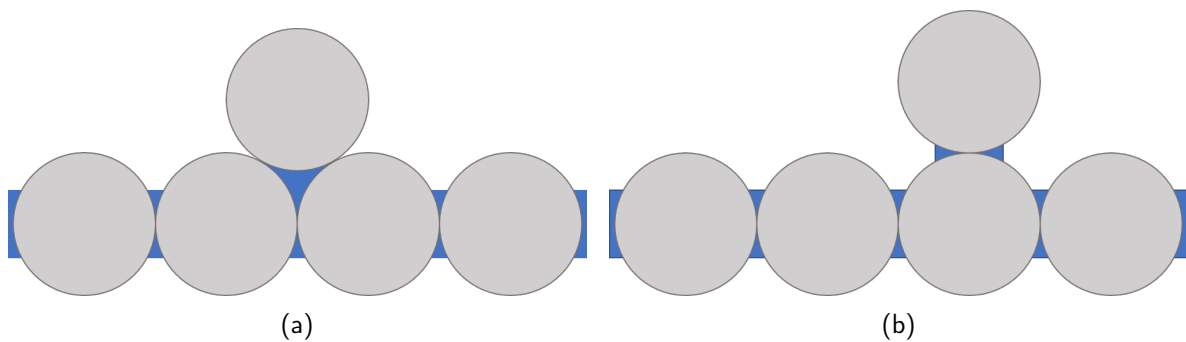


FIGURE 3.1 – Schémas d'empilement de billes sur un film en vue de profil. (a) : empilement compact ; (b) : empilement lâche.

films que nous avons formés.

Nous capturons des images de notre matériau par vue du dessus (Figure 2.6) et pouvons discerner à l'œil les particules du liquide. Afin de mesurer la fraction surfacique, il nous faut connaître la surface totale du film granulaire. Les films que nous formons ont une répartition assez homogène en particules. Nous choisissons ainsi de découper légèrement un film granulaire en sélectionnant un cercle de diamètre légèrement inférieur (de quelques tailles de billes) afin de nous faciliter la mesure de ce que nous appelons surface du film ou surface totale. Il nous reste à mesurer la surface totale occupée par les particules dans le plan médian du film. Nous considérons que notre film granulaire est un objet à deux dimensions, en réalité, le liquide a bien évidemment une épaisseur non nulle. Cela signifie que pour une photo en vue du dessus, la taille des particules est légèrement tronquée par le liquide qui est accroché au-dessus de l'équateur des billes. La surface d'une bille sur une photo est donc inférieure à la surface d'une bille dans le plan médian.

Une piste d'analyse d'image aurait été de détecter des particules grâce au contraste avec le liquide et de compter la surface totale en pixels des particules. On pourrait ensuite la diviser par la surface totale du film. Cela n'a pas été possible pour plusieurs raisons : des particules au-dessus des autres sont éclairées en blanc, ce seraient des zones à exclure et enfin comme évoqué précédemment, la taille apparente des particules est faussée par la ligne d'accroche du liquide sur les billes.

En outre, de nombreuses personnes utilisent les fonctionnalités d'ImageJ (ou Fiji [40], version étendue d'ImageJ) pour l'analyse d'images. Nous avons commencé par nous servir de ce logiciel, mais avons rencontré plusieurs difficultés. Si à l'œil nous discernons facilement les billes (en grossissant les images), il aurait été (très) fastidieux de compter les quelques milliers de billes de chaque image. Aussi, un ordinateur est moins performant que l'œil humain dans l'exercice. Nous devons ainsi passer par plusieurs traitements pour qu'il soit possible par une machine de dénombrer les particules. Avant de trouver un traitement qui sied à la majorité de nos images, nous avons dû passer un temps non négligeable à expérimenter les nombreuses techniques de traitement d'images à notre disposition. Nous avons multiplié ces essais sur une image et les avons comparés en gagnant du temps en écrivant ces traitements sur un script Python. Nous avons utilisé principalement la bibliothèque scikit-image [54] qui implémente de très nombreuses techniques de traitement d'images, dont celles disponibles sur Fiji.

Après avoir essayé différents traitements, nous sommes arrivés à un moyen de développer un script. Il permet à partir d'une image à faible contraste de détecter, dénombrer et de calculer une fraction surfacique en faisant l'hypothèse que les billes sont parfaitement sphériques, avec un diamètre égal au diamètre moyen et dans le plan médian. En post-traitement, on dessine des cercles autour de la position de chaque bille dénombrée. Les informations nécessaires au script

3.2. MESURE DE COMPACITÉ D'UN FILM GRANULAIRE

sont : la taille en pixels des particules que nous convertissons à partir de leur taille et d'une mire d'étalonnage ; les coordonnées de la zone d'intérêt afin de recadrer l'image (nous l'expliquerons dans la suite) ; une distance de sécurité que nous donnons à l'algorithme afin qu'il ne détecte pas de multiples particules. Cette distance est nécessaire car il est possible pour la machine de dénombrer plusieurs particules au lieu d'une seule. Nous pouvons dès à présent énumérer les différentes étapes de traitement subies par une image.

Notons que les images que nous prenons en vue de dessus sont rectangulaires, nous capturons presque la totalité d'un film granulaire circulaire. De par la résolution de la caméra (1920x1200 p), nous obtenons des images rectangulaires et capturons ainsi une partie de la pastille poreuse.

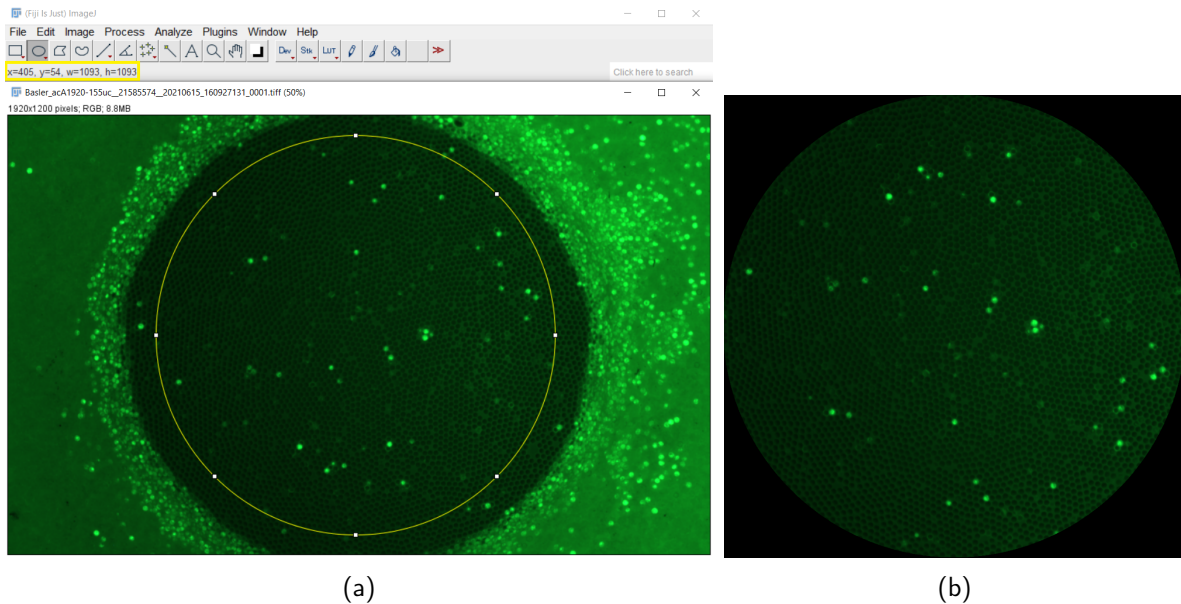


FIGURE 3.2 – Première étape du traitement d'image : recadrer pour masquer le poreux. (a) Image capturée par la caméra lue sur ImageJ ; (b) même image recadrée grâce aux coordonnées données par ImageJ.

Comme on peut le voir sur la Figure 3.2a, elle apparaît très claire sur les photos, nous souhaitons donc avant toute chose recadrer cette image. Pour ce faire, nous nous aidons d'ImageJ, on ouvre une image et dessine un cercle qui exclut la pastille poreuse et environ trois à cinq diamètres de billes les plus proches de celle-ci. Nous notons ensuite les coordonnées données par le logiciel ainsi que le centre et le diamètre du cercle. Nous appliquons un masque écrit dans notre script Python sur cette image et gardons l'intérieur de ce cercle. On peut voir le résultat sur la Figure 3.2b.

Les films étant (presque) tous positionnés aux mêmes coordonnées sous la caméra, nous pouvons conserver ces coordonnées pour tous les films dont nous allons mesurer la compacité.

La seconde étape de notre traitement est une égalisation adaptative d'histogramme par limitation de contraste (*Contrast Limited Adaptive histogram equalization* [13], abrégée CLAHE sur ImageJ). Cette technique de traitement d'image a pour but d'améliorer le contraste d'une image en limitant l'ajout de bruit numérique. Nous augmentons donc le contraste entre les particules et le film liquide.

Avec le changement de contraste illustré en Figure 3.3, il est plus facile pour la machine de discerner les particules toujours sombres du liquide bien plus lumineux. On voit également que les particules illuminées le sont davantage et seront un frein à une analyse parfaite d'un film granulaire. Notre méthode se basant sur les gradients de contraste entre particules et liquide, ces billes ne pourront pas être reconnues comme telles et fausseront légèrement nos mesures. Nous avons tenté

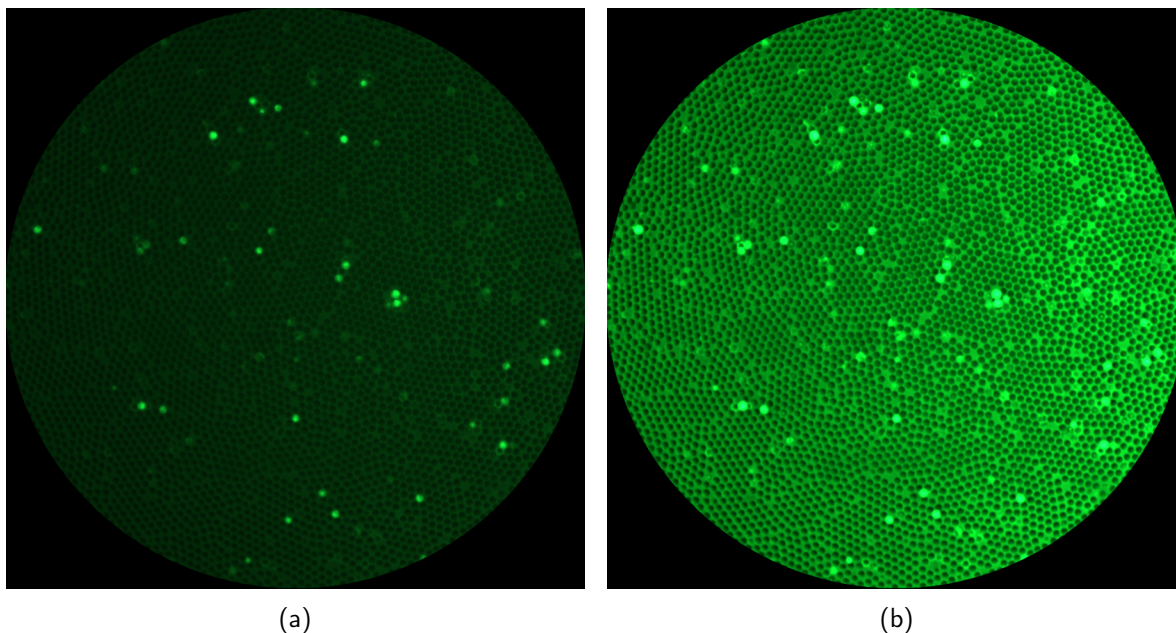


FIGURE 3.3 – (a) Avant et (b) après modification du contraste de l'image.

de les dissimuler en vain, cela était plus néfaste qu'autre chose. En les cachant, nous avons obstrué les particules autour d'elles.

Cette différence de luminosité entre les billes et les particules nous permettent de seuiller notre image. Un seuillage nous permet de discerner le fond d'une image de ses objets. Nous allons donc utiliser un algorithme implémenté dans scikit-image pour seuiller notre image : la méthode d'Otsu [34]. Nous appliquons cette méthode localement, c'est-à-dire que nous découpons l'image en un certain nombre de carrés et la segmentons. Nous n'avons pas pu effectuer un traitement global de l'image à cause d'un gradient de luminosité venant de l'éclairage. Ce gradient de luminosité a été amplifié par l'augmentation de contraste, sur la Figure 3.3b on remarque plus facilement que le côté gauche est moins éclairé que le côté droit de l'image. Cette contrainte expérimentale nous vient de la loupe binoculaire que nous utilisons, changer l'ampoule n'a pas résolu cette complication. Le critère de notre seuillage change donc et s'adapte à la région de l'image découpée. La méthode d'Otsu locale sépare donc avec plus de facilité le liquide des particules.

Une fois ce seuillage effectué, nous utilisons une autre méthode qui permet de détecter des contours de formes. Le filtre de Canny [11] opère différentes étapes sur une image afin de détecter des contours d'objets. Le filtre réduit le bruit de l'image en appliquant un filtre Gaussien ce qui permet de mieux définir les contours présents sur une image. Ensuite, le filtre calcule les gradients d'intensité sur l'image et n'en conserve que les valeurs maximales afin de n'en garder qu'une ligne d'épaisseur d'1 pixel.

Enfin, nous utilisons un dernier outil : la transformée de Hough [21], plus particulièrement un algorithme qui est une de ses déclinaisons spécialisées dans la reconnaissance d'ellipses [55]. Cet algorithme opère sur l'espace obtenu par le filtre de Canny. Nous lui précisons que les objets recherchés sont des cercles et en lui donnant leurs rayons apparents en pixels. En effet, nous avons remarqué que le filtre de Canny nous renvoie des cercles d'un rayon allant de 5 à 8 pixels. L'image que nous donnons change de repère et passe dans l'espace des paramètres de Hough qui recense des cercles qu'il détecte et donne leur position. Nous effectuons ensuite un filtrage qui nous permet d'éviter les détections multiples : on définit une distance minimale à respecter entre deux cercles qui est d'un rayon de particule. Théoriquement, on devrait pouvoir inscrire un rayon d'exclusion égal à

3.3. DÉPLACEMENTS DE GRAINS LORS DE VARIATION DE PRESSION LIQUIDE

un diamètre de particule, mais pour des raisons qui nous échappent, de nombreuses particules ne sont pas détectées pour un tel rayon d'exclusion. Notre condition d'exclusion offre un compromis très satisfaisant nous permettant d'écarter presque toutes les détections multiples.

Après avoir relevé le nombre de particules que nous renvoie la transformée de Hough et connaissant leur diamètre moyen référencé sur la Table 2.3, nous pouvons calculer la fraction surfacique d'un film.

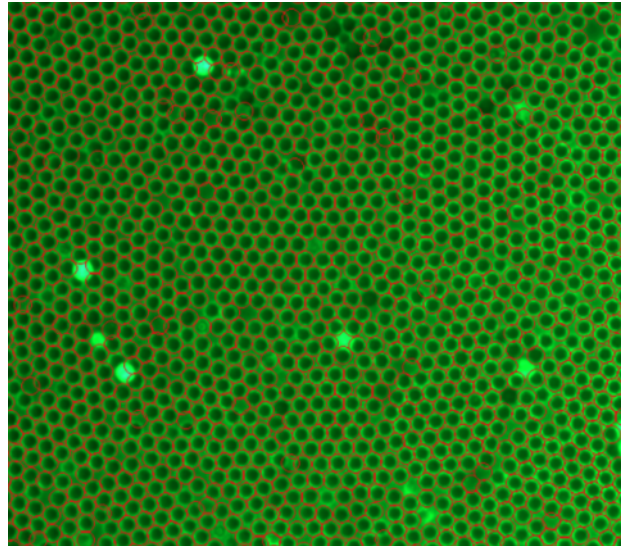


FIGURE 3.4 – Focus sur une région d'un film granulaires (billes de 141 μm), l'algorithme de détection de particule encercle en rouge les billes qu'il a détecté en plus de nous révéler la compacité du film.

Une fois toutes les étapes accomplies, nous pouvons demander à notre algorithme de dessiner les contours des particules qu'il a détectées comme sur la Figure 3.4 afin de s'assurer de la qualité de la détection. En observant cette image, nous constatons que quelques particules ne sont pas détectées par l'algorithme malgré toutes les étapes effectuées pour améliorer le contraste. Les particules en blanc sont très rarement comptabilisées bien que cachant souvent une particule si elles sont au-dessus du film (schéma de bicouche en Figure 3.1) et peuvent également obstruer la détection de leurs voisines.

Pour les films analysés nous mesurons une fraction surfacique φ systématiquement supérieure à φ_c . Nous mesurons une fraction surfacique moyenne $\varphi \simeq 0,87 \pm 0,01 > \varphi_c = 0,84$. Ainsi, tous les films granulaires que nous formons sont dans un état de blocage (*jamming regime*).

3.3 Déplacements de grains lors de variation de pression liquide

Lors de la formation d'un film granulaire, nous avons constaté qu'il existait une dynamique du réseau granulaire. En effet, nous avons pu observer à quelques secondes après la formation complète du film que des grains étaient en mouvement même en gardant la pression liquide constante. On parle alors de réarrangements de grains. Ces réarrangements sont souvent dus à des transferts de particules entre des zones plus concentrées, souvent des zones où on trouve des bicouches de particules. Nous rencontrons également ce phénomène en faisant varier la pression liquide d'un film, certaines particules parviennent à se frayer un chemin dans le plan. Il est possible d'empêcher l'apparition de zones non saturées lors de la formation du film en versant suffisamment de billes de

3.4. ÉVOLUTION D'UN FILM GRANULAIRE AU COURS D'UNE VARIATION DE PRESSION LIQUIDE

telle sorte à ce que le radeau de particules soit localement constitué de bicouches. La superposition de billes et les lacunes dans le réseau entraînent des réarrangements : les billes occupent le plus d'espace possible dans le réseau. Les particules des films s'organisent en des réseaux hexagonaux en 2 dimensions quand une région occupée est saturée.

Cet agencement de billes est ordonné. Nous pouvons en témoigner visuellement, certaines régions d'un film granulaire admettent des réseaux triangulaires. Nous formons des films granulaires à fraction surfacique supérieure à celle d'un agencement aléatoire : $\varphi > \varphi_{RCP} \simeq 0,85$ [8].

En plus d'avoir une fraction surfacique supérieure à la limite basse d'un milieu granulaire 2D de cercles désordonné (*RCP*), celle-ci est supérieure à celle de blocage (*jamming*) d'après nos mesures décrites au paragraphe 3.2. Nous avons suivi l'évolution de la compacité des films granulaires et n'avons pas relevé un changement significatif de la densité en particules avec les réarrangements. Les films sont suffisamment compacts dès leurs premiers instants, peu de particules peuvent trouver place dans le plan.

3.4 Évolution d'un film granulaire au cours d'une variation de pression liquide

Au-delà des réarrangements du réseau de grains que nous avons abordé précédemment, une variation de pression liquide dans un film est à l'origine d'autres changements perceptibles. Pour rappel, une caméra capture des photos du film granulaire placé sous une loupe binoculaire. En éclairant en bleu, nous obtenons un bon contraste entre les particules qui apparaissent noires et le liquide qui apparaît vert sur les photos.

On peut voir sur la Figure 3.5 des régions du film plus ou moins compactes. Les particules dans le plan apparaissent en noir, une particule hors plan apparaît en blanc, mais cela n'est pas toujours le cas et la réciproque est fautive : toute particule blanche n'est pas nécessairement en dehors du plan médian. Les billes ne sont pas toutes des sphères parfaites, elles peuvent avoir des défauts de fabrication ou avoir été abîmées lors des différentes étapes de sélection ou de traitement qu'elles ont subies. Ces billes différentes sont celles qui apparaissent en une couleur différente tout en ayant l'air d'être inscrites dans le plan, elles peuvent être déformées, cassées ou poreuses. Chaque image correspond à une valeur de pression liquide ΔP qui est pour rappel la différence entre la pression du liquide qu'on lui applique avec notre dispositif expérimental et la pression du film à sa formation (pression atmosphérique). La diminution de pression liquide par rapport à la pression initiale conduit à l'apparition d'auréoles, de cercles lumineux autour des particules d'un film granulaire. La présence de ces auréoles nous rappelle l'intensité lumineuse plus élevée sur le ménisque visible sur les bords d'un récipient contenant notre solution moussante illustré en Figure 2.1. La fluorescéine est excitée par les photons ayant une longueur d'onde tendant vers celle de l'UV. Par déformation d'une interface, de la lumière peut être piégée dans un ménisque : elle peut être réfléchi plusieurs fois avant d'être réémise. L'augmentation de l'intensité lumineuse autour des billes du film est donc la signature d'une courbure de l'interface liquide-gaz proche des billes.

Un indicateur de présence des ménisques et de la formation d'un film liquide entre les particules peut donc être la moyenne de l'intensité d'une photo. Prenons le niveau de gris moyen (ou intensité lumineuse moyenne) d'une photo d'un film granulaire et suivons son évolution en fonction de la variation de pression qu'on associe à ce film. On trace cette information sur le graphe en Figure 3.6. L'axe des ordonnées est compris entre 0 et 255, les valeurs de niveau de gris codés en 8 bits, 0 étant le noir et 255 le blanc. Tous les échantillons sondés donnent une courbe de la même allure. On peut obtenir une plage de pression pour laquelle l'intensité moyenne est maximale, sur les échantillons sondés, on relève l'intervalle de pression : $\Delta P_{I_{max}} = [-150, -200]$ Pa pour des

3.4. ÉVOLUTION D'UN FILM GRANULAIRE AU COURS D'UNE VARIATION DE PRESSION LIQUIDE

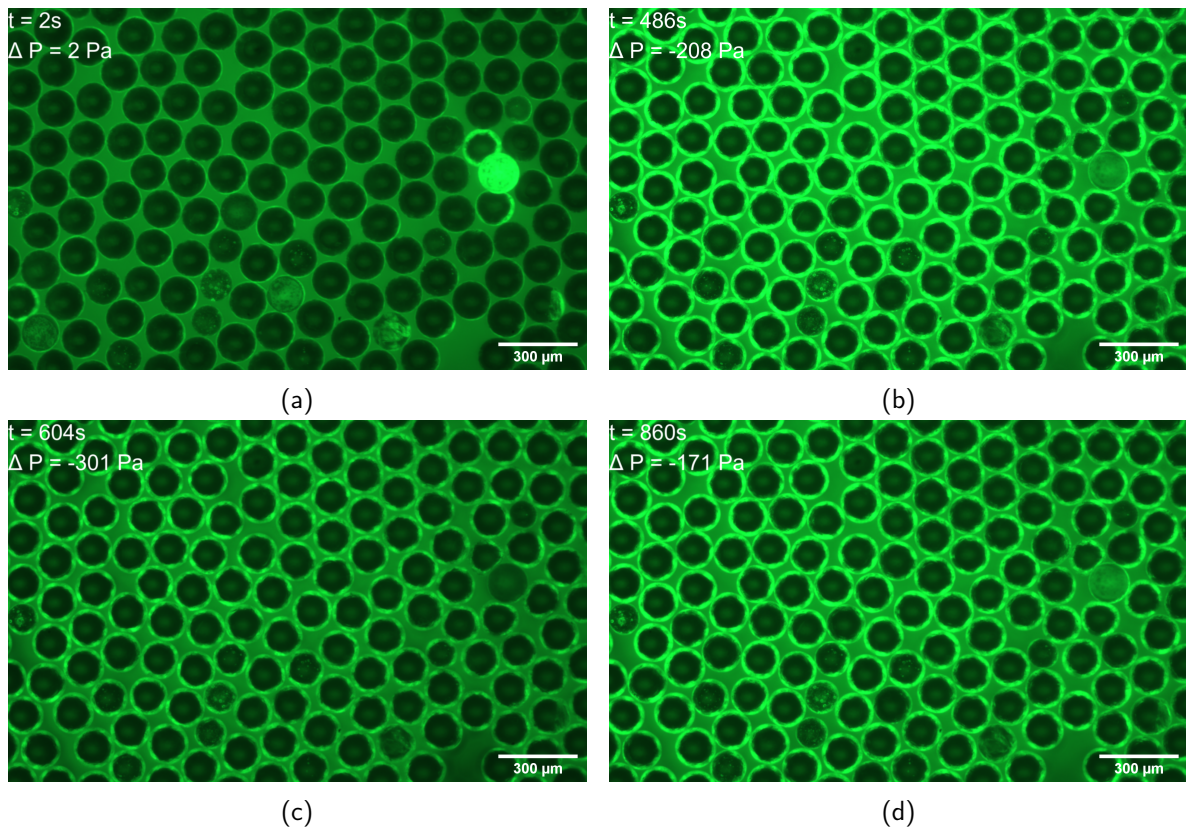


FIGURE 3.5 – Photos vue du dessus d'un même film granulaire (billes de $141 \mu\text{m}$ de diamètre) prises à différentes variations de pression liquide (ΔP) par une loupe binoculaire, a) $\Delta P = -2 \text{ Pa}$, b) $\Delta P = -208 \text{ Pa}$, c) $\Delta P = -301 \text{ Pa}$, d) $\Delta P = -171 \text{ Pa}$.

particules de $143 \mu\text{m}$. On remarque la forme concave de la courbe tracée. En effet, l'intensité lumineuse moyenne augmente dans un premier temps avec l'apparition des ménisques autour des particules, puis cette intensité diminue avec l'amincissement du film liquide qui s'assombrit.

La fluorescéine nous informe que diminuer la pression liquide revient à courber les interfaces et également à faire varier l'épaisseur de liquide entre les grains. Nous pouvons donc comme sur la Figure 3.7 représenter deux particules d'un film granulaire reliées par un pont capillaire dans les cas où $\Delta P_{liq} = 0 \text{ Pa}$ et $\Delta P_{liq} < 0 \text{ Pa}$ de cette façon.

On peut le voir sur le coin inférieur droit des deux images Figure 3.5. La lacune du réseau granulaire est plus sombre pour une plus forte dépression du film (c) et donc pour une épaisseur de liquide plus fine.

Nous avons également tenté d'obtenir des informations concernant la position de la ligne de contact liquide-bille au cours des variations de pression dans un film. En formant un film avec nos particules les plus grandes, nous avons plus de chance de mieux les observer. Sur la Figure 3.8, nous avons trois images d'une même région d'un film granulaire prises à trois valeurs de pressions liquide différentes. À l'état initial ($t = 0 \text{ s}$) on voit des contours verts qui entourent les zones non immergées des particules (notons que cela n'était pas visible pour les particules plus petites à $\Delta P \simeq 0 \text{ Pa}$). Ces contours diminuent d'épaisseur avec la pression liquide comme on peut le voir sur les images suivantes : vue par projection dans le plan du film, la ligne de contact s'éloigne du centre des grains, le liquide semble ainsi démouiller les grains. De plus, on remarque sur ces images que ces contours dévient de la forme d'un cercle. Ainsi, ces contours se facettent d'autant plus que les particules sont proches les unes des autres et tendent vers la forme d'un hexagone du fait de

3.5. VARIATION DE PRESSION DE GAZ SOUS UN FILM, COURBURE ET FRACTURE D'UN FILM GRANULAIRE

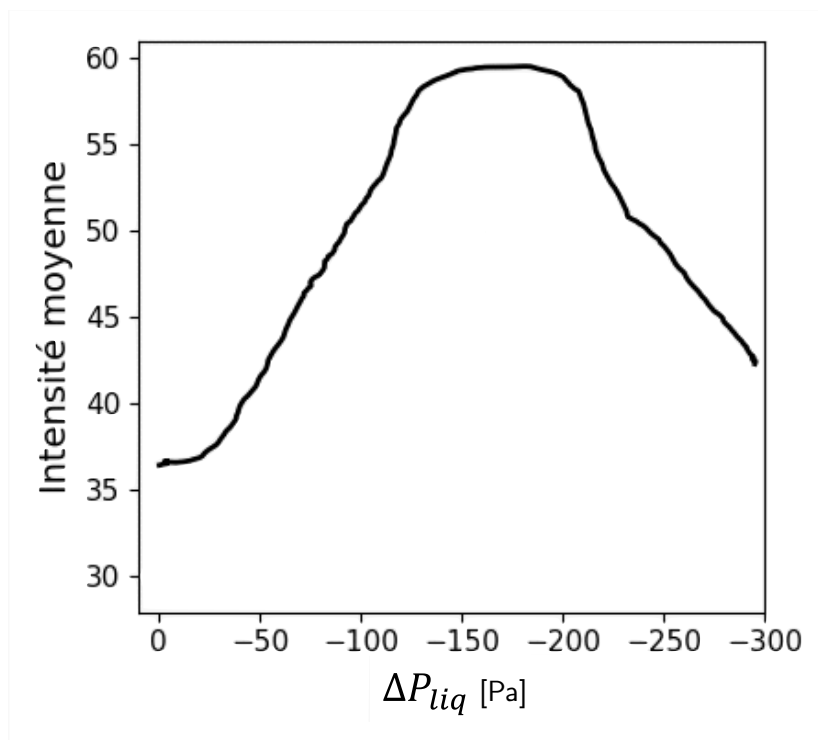


FIGURE 3.6 – Évolution de l'intensité lumineuse moyenne des images d'un film granulaire formé avec des particules de $140 \mu\text{m}$ en fonction de sa pression liquide relative.

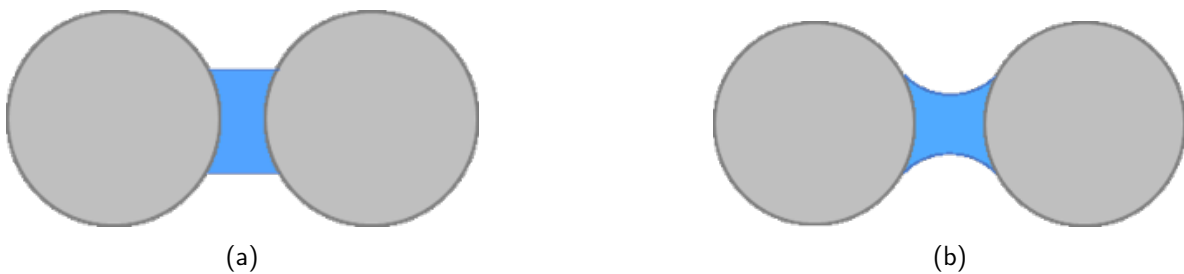


FIGURE 3.7 – Schémas en vue de côté de deux billes reliées par un pont capillaire, (a) : $\Delta P_{liq} = 0$ Pa et (b) : $\Delta P_{liq} < 0$ Pa.

l'arrangement hexagonal des grains. Ces images sont des vues du dessus du film, ces formes prises par la ligne de contact sont sûrement due à une variation de la hauteur de celle-ci comme cela est observé par les simulations numériques avec Surface Evolver sur la figure 3.9, mais que l'on ne peut pas observer expérimentalement en vue de côté avec notre dispositif expérimental.

3.5 Variation de pression de gaz sous un film, courbure et fracture d'un film granulaire

Notre dispositif expérimental nous permet de contrôler la pression du liquide dans le film ainsi que la pression du gaz sous le film. Lors de la formation du film, à l'étape où on gonfle une bulle, on insuffle de l'air pour la faire gonfler. Une fois que le film est formé, si on ne déconnecte pas

3.5. VARIATION DE PRESSION DE GAZ SOUS UN FILM, COURBURE ET FRACTURE D'UN FILM GRANULAIRE

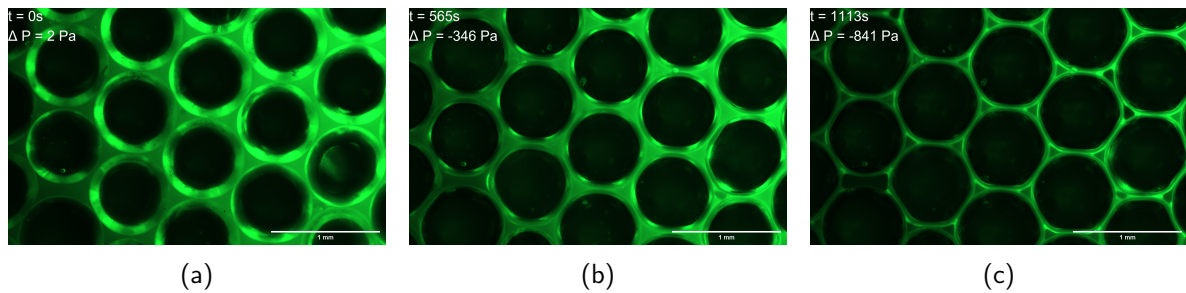


FIGURE 3.8 – Photos vue du dessus d'un même film granulaire (billes de 590 μm de diamètre) prises à différentes valeurs de pression liquide (ΔP) par une loupe binoculaire. a) $\Delta P = -2$ Pa, b) $\Delta P = -346$ Pa, c) $\Delta P = -301$ Pa, d) $\Delta P = -841$ Pa

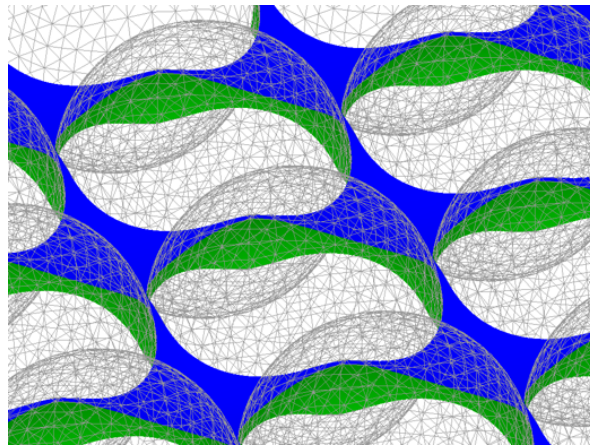


FIGURE 3.9 – Visualisation tirée d'une simulation Surface Evolver d'un film granulaire formé de particules en réseau carré, angle de contact liquide-solide $\theta = 75^\circ$ et interfaces liquide-air courbées.

la conduite de gaz, il nous est toujours possible d'insuffler ou de pomper de l'air dans le volume de gaz entre le dessous du film et le liquide du réservoir central. Nous pouvons aussi mesurer la pression du gaz sous le film grâce à un capteur identique à celui qui nous permet de mesurer la pression du liquide dans un film. Rappelons qu'une propriété intéressante des billes de gaz, dont la coque est un film granulaire refermé sur lui-même, est qu'elles résistent à une surpression (et aussi une dépression) interne environ dix fois supérieure à celle d'une bulle de savon classique de même taille sans se déformer [51]. Ce précédent résultat montre qu'une bille de gaz ne respecte pas la loi de Laplace 1.1.2 et laisse à penser qu'un film granulaire ne se comporte pas comme un simple film de savon et peut donc supporter sans se déformer des différences de pressions de gaz de part et d'autre de ses interfaces.

Afin de tester la résistance d'un film granulaire aux variations de pression de gaz, nous avons appliqué une surpression ou une dépression de gaz appliquée dans la poche d'air entre le liquide dans le module central et le film granulaire simultanément à la mesure de la courbure du film.

Nous avons mesuré des courbures de film granulaire dans les deux sens : vers le haut et vers le bas, à l'aide du dispositif et un script ImageJ que nous avons développé, nous permettant de calculer la courbure d'un film granulaire à partir du chemin tracé par le faisceau laser (voir 2.2.6). Nous avons également changé la courbure de deux manières : en variant la pression liquide du film granulaire et en variant seulement la pression de gaz à faible débit, inférieur à 0,1 mL/min pour une pression liquide fixe.

3.5. VARIATION DE PRESSION DE GAZ SOUS UN FILM, COURBURE ET FRACTURE D'UN FILM GRANULAIRE

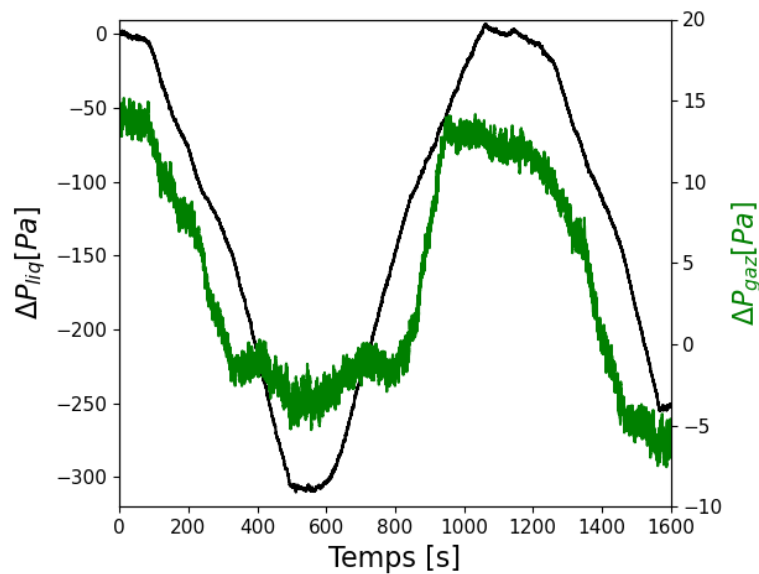


FIGURE 3.10 – Mesures de variations de pression liquide (en noir) et pression de gaz (en vert) associée au cours du temps.

En effet, nous avons remarqué qu'un film granulaire pouvait se courber du fait de la variation de sa pression liquide lorsque que la poche de gaz sous le film est fermée (la conduite de gaz reste connectée à la seringue et le réservoir sous le film n'est pas ouvert). Nous représentons sur le graphe de la Figure 3.10, la pression de gaz sous un film granulaire initialement courbé (bombé vers le haut) et dont la pression liquide subit un cycle de dépression entre 0 et -300 Pa. Il en résulte que la pression de gaz suit les cycles de pression liquide. Cette diminution de pression de gaz pourrait être directement causée par la diminution de volume de liquide dans le film qui entraînerait une variation de volume de gaz sous le film granulaire. Ce dernier augmente quand le volume de liquide diminue, ainsi la pression de gaz sous le film diminue ce qui pourrait expliquer que le film se courbe vers le bas.

Toutefois, est-ce réaliste compte tenu de la faible variation de volume de liquide? Faisons un calcul d'ordre de grandeur pour s'en rendre compte.

Nous établissons différentes hypothèses plus ou moins fortes pour estimer de combien la pression de gaz devrait varier si cette variation était causée uniquement par la variation du volume de liquide dans le film. Nous nous appuyons sur des résultats de simulations numériques réalisées sur Surface Evolver que l'on peut voir sur la Figure 3.11, estimant la variation de volume de liquide en fonction de la variation de pression imposée.

Avec cette hypothèse, la variation de volume de liquide est égale à la variation de volume de gaz que l'on note ΔV . La pression P^* représentée sur le graphe est la valeur de pression adimensionnée par $\frac{\gamma L_G}{R_p}$ (R_p étant le rayon d'une bille) un terme de pression prenant en compte la taille des particules. Pour des billes de 141 μm de diamètre, à $\Delta P = -300$ Pa, on a $P^* \simeq -\frac{2}{3}$. On lit alors sur le graphe la variation de volume $\Delta V^* = \Delta V/R_p^3 \simeq 0,25$. On fait une deuxième hypothèse : on considère que la variation de volume est homogène sur un cylindre de rayon $R = 1$ cm. C'est une taille deux fois plus grande que le film granulaire, mais en réalité, la variation de volume de liquide impacte également la pastille poreuse qui s'étend au-delà du film granulaire. On suppose également que la hauteur h du film est égal à un rayon de particule afin de ne considérer que la partie inférieure du film granulaire, *i.e* celle en contact avec le volume de gaz qui varie. On peut à présent donner l'estimation de ΔV :

3.5. VARIATION DE PRESSION DE GAZ SOUS UN FILM, COURBURE ET FRACTURE D'UN FILM GRANULAIRE

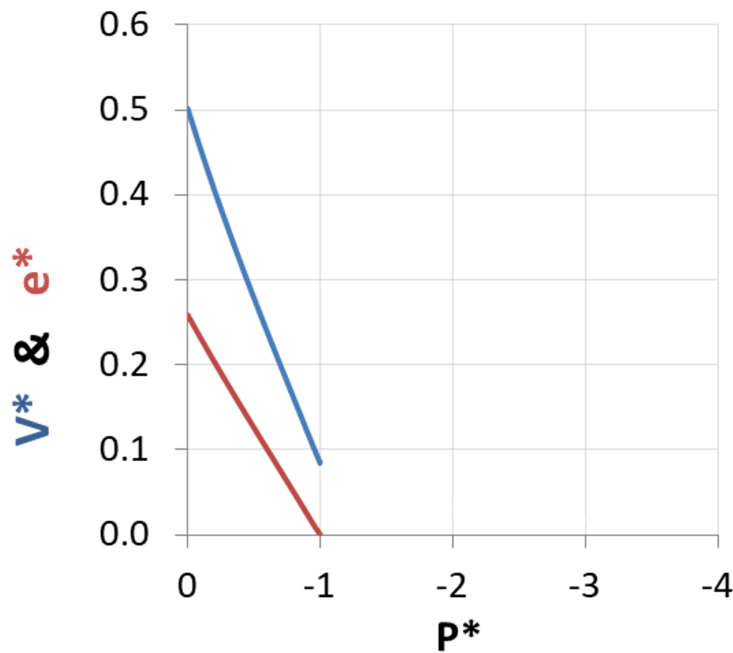


FIGURE 3.11 – Évolution du volume (V^*) et épaisseur (e^*) adimensionnés en fonction de la pression liquide imposée adimensionnée (P^*).

$$\Delta V = (V^*(P^* = 0) - V^*(P^* = -\frac{2}{3})) \cdot \pi R^2 h$$

$$\Delta V \simeq 6 \times 10^{-9} \text{ m}^3.$$

Nous postulons comme dernière hypothèse que l'air est un gaz parfait, ce qui nous permet d'écrire la relation suivante : $\frac{\Delta V}{V} = \frac{\Delta P}{P}$. Nous avons estimé le volume de gaz dans les conduites et sous un film granulaire à un volume $V = 4 \times 10^{-5} \text{ m}^3$. On prendra aussi $P = P_{atm} = 10^5 \text{ Pa}$. On a finalement :

$$\frac{\Delta V}{V} = \frac{\Delta P}{P}$$

$$\Delta P = P \times \frac{\Delta V}{V}$$

$$\Delta P \simeq 10^5 \times \frac{6 \times 10^{-9}}{4 \times 10^{-5}}$$

$$\Delta P \simeq 15 \text{ Pa}.$$

Nous avons fait quelques hypothèses plus ou moins fortes, mais il semblerait bien que la variation de pression de gaz soit bien induite par la variation de pression liquide, l'ordre de grandeur de ΔP coïncide avec nos mesures expérimentales.

On remarque également qu'à partir d'une valeur de pression liquide $\Delta P_{liq} \simeq -150 \text{ Pa}$, la pression de gaz ne varie plus. Cela pourrait être la signature de la résistance de coque recherchée.

Aussi, nous avons comparé la différence de pression du gaz de part et d'autre du film granulaire à la courbure du film granulaire R_c . Sur la figure 3.12.a, on remarque qu'une variation de pression même très faible (quelques dizaines de Pascal) génère une courbure du film mesurable par notre

3.5. VARIATION DE PRESSION DE GAZ SOUS UN FILM, COURBURE ET FRACTURE D'UN FILM GRANULAIRE

dispositif, et que la différence de pression est d'autant plus grande que la courbure est petite comme prédit par la loi de Laplace.

Afin de tester cette loi, nous considérons le film granulaire comme étant une bulle de savon, avec une tension de surface effective égale à celle de la solution liquide et nous faisons l'hypothèse qu'un film granulaire admet une symétrie sphérique et n'a ainsi que deux rayons de courbure de même valeur R_c . Nous calculons donc la valeur de la différence de pression de Laplace $\Delta P_{Laplace}$ pour chaque valeur moyenne de R_c relevées avec la nappe laser :

$$\Delta P_{Laplace} = \frac{4\gamma_{LG}}{R}$$

Nous représentons sur la figure 3.12.b, les valeurs de pression de gaz mesurées en fonction de la valeur de pression de gaz calculée correspondante à la même expérience. Les points s'alignent suivant une droite de pente 1 et passant par l'origine, indépendamment des modes de sollicitations du film (pré-cycle de variation de pression liquide exercé ou non et gonflement de la bulle ...). Il apparaît donc que les films granulaires suspendus sur un cadre poreux se comportent tel un film de savon classique et suivent la loi de Laplace.

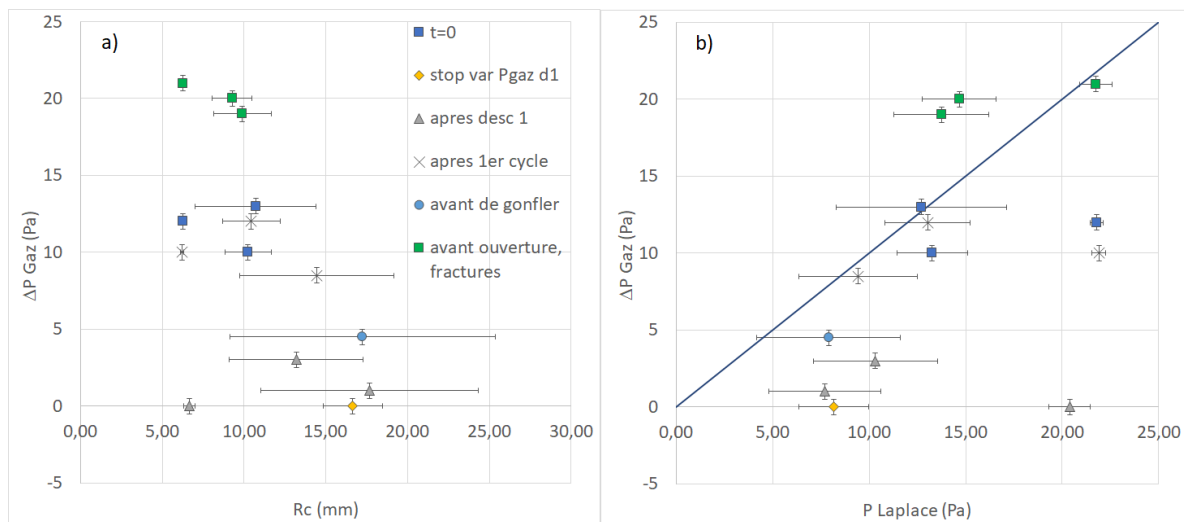


FIGURE 3.12 – (a) Différence de pression de gaz de part et d'autre d'un film granulaire en fonction de sa courbure. (b) Différence de pression de gaz mesurée en fonction de la valeur de pression de Laplace calculée à partir de R_c pour une bulle de savon.

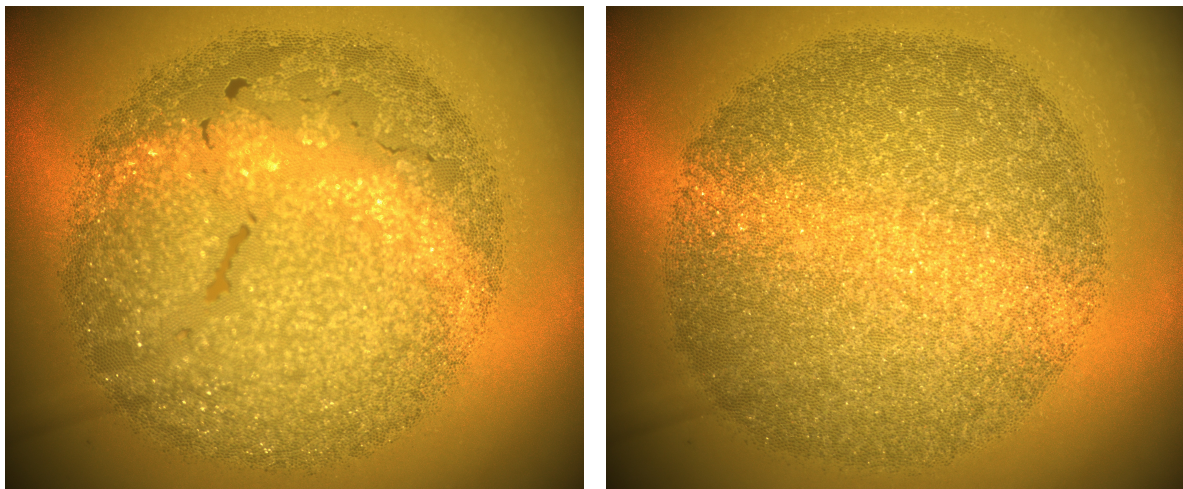
Nous observons cependant que lorsque le rayon de courbure R_c mesuré tend vers le rayon du trou de la pastille poreuse R , donc quand le film se courbe au point de devenir un hémisphère, des fractures dans le réseau de particules apparaissent. En courbant le film, nous augmentons sa surface et faisons baisser la fraction surfacique de particules. Cela fragilise ensuite le film et il finit par se rompre tel un film de savon.

Contrairement aux billes de gaz, nous n'avons pas observé de résistance du film granulaire face à une surpression comparé à un film de savon de même tension de surface et de même dimension. Des différences sont discernables entre les billes de gaz étudiées et les films granulaires. Ces derniers, contrairement aux billes de gaz ont un réservoir de liquide externe sur lequel ils reposent : la pastille poreuse. En effet, il a été plus avantageux énergétiquement pour le film de se déformer, et même de déplacer sa ligne de contact sur la pastille saturée en liquide que de résister à une déformation. En faisant tendre R_c vers R , si le film ne se rompt pas avant, la loi de Laplace s'applique et R_c

3.5. VARIATION DE PRESSION DE GAZ SOUS UN FILM, COURBURE ET FRACTURE D'UN FILM GRANULAIRE

diminue pour une augmentation de la pression sous la bulle afin de garder sa forme hémisphérique. Comme évoqué précédemment, courber un film granulaire au point de lui faire prendre la forme d'un hémisphère ($R_c = R$) augmente sa surface : on passe d'une surface d'un film plan : $S = \pi R^2$ à $S = 2\pi R^2$ ce qui naturellement fait diminuer la fraction surfacique en particules φ d'un facteur 2. On passerait alors de $\varphi \simeq 0,88$ à $\varphi \simeq 0,44$. Le système étudié est alors différent des films granulaires compacts et ordonnés que nous étudions. Les fractures dans le réseau de grains qui apparaissent en approchant R_c de R dénudent un film granulaire sur une épaisseur de quelques diamètres de billes et laissent apparaître seulement un film liquide. En continuant de gonfler (ou dégonfler) le film, nous déformons alors un film liquide qui ne supporte pas une déformation au-delà de la pression de Laplace et cela résulte en la rupture spontanée du film.

Ces fractures apparaissent généralement à proximité du sommet du film, ce qui semble être le plus approprié du point de vue de la gravité : le film se courbe et il est symétrique, il y a donc une pente et les particules comme le liquide vont descendre du haut de la calotte sphérique pour s'agglomérer sur sa base. On peut s'interroger sur la nature de ces fractures dans le réseau granulaire. Sont-elles réversibles ? Y a-t-il une analogie possible avec la déformation des solides : régime élastique, plastique ?



(a) Réseau de particules fracturé.

(b) Réseau de particules réparé.

FIGURE 3.13 – Photos vue du dessus d'un film granulaire ayant subi un cycle de déformation. Images focalisées à la ligne d'accroche sur la pastille poreuse.

Un moyen de répondre à ces interrogations est d'effectuer des cycles de déformation. Un cycle de déformation comme nous l'appelons consiste à déformer le film pour faire apparaître une fracture, puis le ramener à sa forme initiale. Nous avons répété ces opérations plusieurs fois sur plusieurs films différents, pour des tailles de particules différentes. À la première étape du cycle, des réarrangements de particules peuvent s'opérer : des particules qui étaient en dehors du plan peuvent se frayer une place du fait de l'augmentation de la surface du film. Une fois que plus aucun réarrangement ne survient, des fractures apparaissent. En ramenant le film à son état initial (parallèle au sol), ces fractures semblent s'être réparées comme on peut le voir sur la Figure 3.13b. En courbant une nouvelle fois le film, les fractures apparaissent au même endroit. C'est donc une déformation irréversible du réseau granulaire qui est responsable de la rupture du film granulaire.

3.6 Rupture spontanée d'un film liquide

Un film granulaire peut se rompre pour différentes raisons : à cause de déformations comme évoqué dans le paragraphe précédent, spontanément (rupture spontanée) ou manuellement (rupture provoquée). Intéressons-nous aux ruptures spontanées des films granulaires.

Si l'on diminue la pression de liquide au-delà d'une certaine valeur, une rupture spontanée du film mince entre des grains peut se produire. Il s'agit d'un événement très localisé, le trou se forme sur un film entre des particules beaucoup plus proches que ce que l'on a pu voir pour les fractures de réseau granulaire. À cette échelle, on ne parle pas de fracture d'un réseau granulaire. Les parties du film liquide qui peuvent éclater sont entre des particules plus espacées.

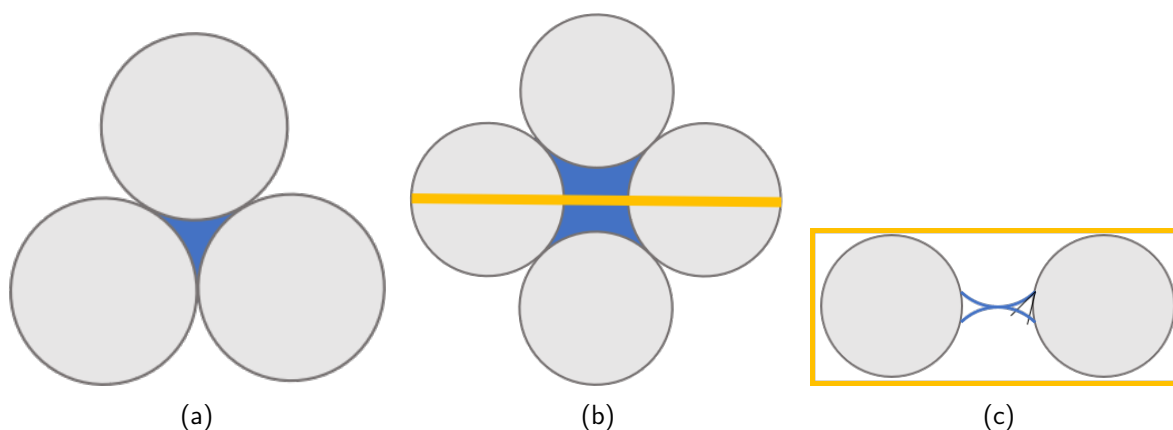


FIGURE 3.14 – Schémas d'agencements ordonnés observables de particules dans un film granulaire compact. (a) : réseau triangulaire (ou hexagonal) en vue du dessus; (b) : réseau carré en vue du dessus; (c) : billes traversées par la ligne jaune en vue de côté.

Nous avons à plusieurs reprises évoqué l'ordre du réseau granulaire ainsi que montré des images de films granulaires avec un fort grossissement (Figures 3.5, 3.8). Sur la Figure 3.14, nous avons dessiné deux agencements ordonnés possible de particules dans un film granulaire compact. L'arrangement le plus compact est le triangulaire qui prend la valeur de compacité maximale théorique pour un arrangement de cercles à deux dimensions. Nous avons évoqué dans la section 3.4 les changements pouvant avoir lieu dans un film granulaire en faisant diminuer la pression liquide. La faire diminuer revient à courber les interfaces et à amincir l'épaisseur du film liquide entre les particules. Sur les schémas de la Figure 3.14, on comprend que plus des particules sont éloignées, plus le film liquide les reliant sera long.

Il est également à noter que la ligne d'accroche du liquide sur une particule est dictée par l'angle de contact entre le liquide et la bille. Pour un angle de contact donné, plus on espace les billes, plus on amincit le film liquide entre deux particules. Le film est contraint de respecter l'angle de contact ainsi que la différence de pression entre l'air ambiant et la pression du liquide. Diminuer la pression liquide courbe l'interface air-liquide et amincit ainsi le film. Éloigner deux particules tend donc à amincir le film liquide. En somme, dans un réseau triangulaire, puisque l'espace entre les particules est plus petit que dans un réseau carré, un film au centre d'un carré de particules sera plus mince.

Notre solution moussante est de concentration en TTAB (aussi appelé $C_{14}TAB$) environ 7 fois supérieure à la CMC. Un film mince de notre solution liquide devrait être stable et supporter des dépressions élevées supérieures à des milliers de Pa [7] avant d'atteindre la pression de disjonction et de se rompre. Néanmoins, un film mince de savon ne dure jamais éternellement et des perturbations ambiantes peuvent être à l'origine de l'éclatement du film mince.

3.6. RUPTURE SPONTANÉE D'UN FILM LIQUIDE

Nous avons diminué la pression liquide dans le film jusqu'à témoigner de l'apparition de films noirs dans certaines régions.

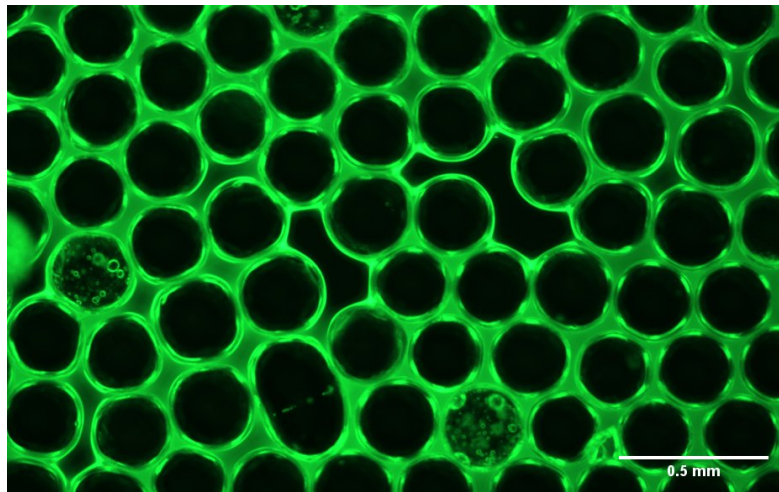


FIGURE 3.15 – Photo d'une région d'un film granulaire. Les particules sont les cercles noirs. On repère des lacunes dans le réseau granulaire où des films noirs apparaissent.

Sur la Figure 3.15, nous avons formé un film et diminué sa pression. En grossissant l'image avec la loupe binoculaire, nous visualisons mieux une région où ces films minces apparaissent. On remarque que comme décrit précédemment, les billes ne sont pas toutes parfaitement sphériques et la surface de certaines est différente. Elles ont peut-être été abîmées durant les traitements que nous leur avons fait subir. On remarque également les légères différences de taille pour ce lot de particules. On distingue les différents arrangements décrits précédemment dans cette zone du film. Une zone très compacte en bas à droite de la photo avec un agencement triangulaire (ou hexagonal) et des zones plus lâches en réseau carré voire des lacunes plus grandes au centre de la photo. Des disparités géométriques des billes dans leur forme ou leur taille suffisent à créer des décalages et des lacunes dans le réseau granulaire. Il y a plus de chance de trouver des films noirs à proximité d'une bille non sphérique qui a pu passer les tamis en s'orientant de la bonne manière comme c'est le cas ici. Les contours des billes sont une fois de plus mis en évidence grâce au chemin optique emprunté sur une courbure. Ces auréoles nous assurent en outre la présence des films noirs car elles entourent tout le périmètre des billes voisines des films minces.

En diminuant la pression jusqu'à la rupture pour plusieurs films granulaires et différentes tailles de particules d'angles de contact similaires, nous avons pu en tirer les pressions de rupture spontanée. Sur le graphe de la Figure 3.16, nous avons dessiné les valeurs de différences de pressions liquide de rupture $\Delta P_{rupture}$ appliquées à des films granulaires formés avec une taille de bille. On voit sur le graphe que la dépression nécessaire à provoquer une rupture spontanée d'un film granulaire décroît avec la taille des particules. Plus les particules sont grandes, moins il est nécessaire d'abaisser la pression de liquide pour observer une rupture spontanée.

Nous avons représenté en Figure 3.17 deux schémas en vue de côté de billes liées par un pont capillaire. Dans les deux cas, seule la taille des billes varie, l'angle de contact et la courbure du pont capillaire (donc la pression liquide) sont identiques et ces billes sont éloignées d'un rayon. Pour des particules disposées dans la même configuration géométrique et à une pression liquide imposée donnée, l'épaisseur minimale du pont capillaire est plus faible entre les deux particules de grande taille que celles de plus petite taille. C'est ce qui explique l'ouverture spontanée pour de plus petites diminutions de pression liquide pour des particules de plus grande taille.

3.6. RUPTURE SPONTANÉE D'UN FILM LIQUIDE

Il n'a pas été possible de sonder la rupture spontanée des films granulaires formés avec des billes de $85\ \mu\text{m}$. Nous avons été alors confrontés à une limite expérimentale car la pastille poreuse que nous utilisons a des pores de diamètre compris entre 16 et $40\ \mu\text{m}$ et désature avant l'observation de film noir entre les grains $80\ \mu\text{m}$ (voir Annexe B).

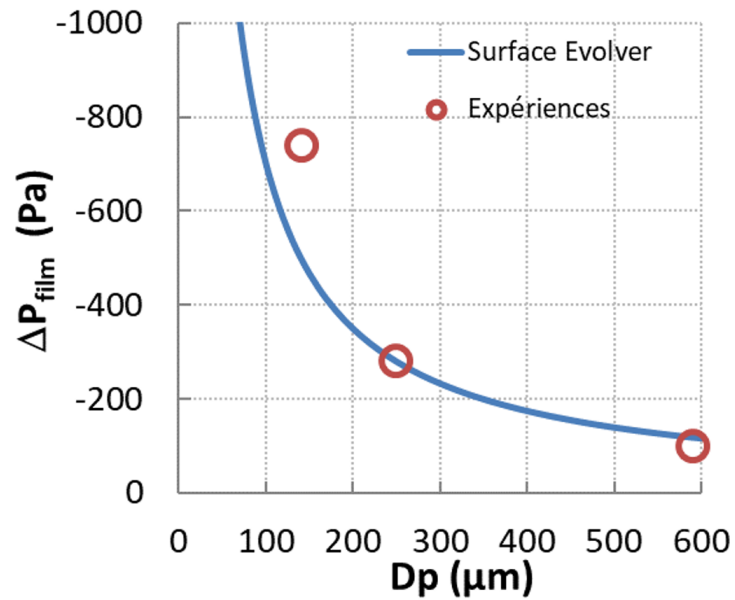


FIGURE 3.16 – Pression d'apparition de films à épaisseur nulle (courbe bleue) obtenue par simulation numérique Surface Evolver pour une configuration carrée et pression de rupture spontanée de films granulaire observée dans nos expériences.

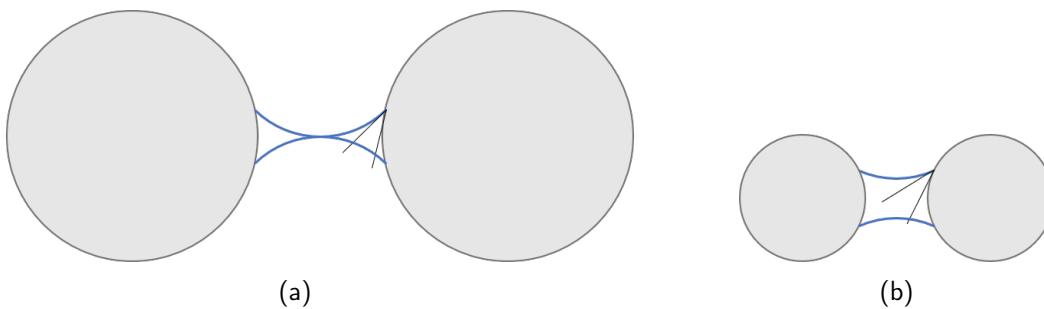


FIGURE 3.17 – Schéma en vue de côté de deux billes liées par un pont capillaire. L'angle de contact et la courbure du pont capillaire sont identiques sur les deux dessins. Les particules sont dans les deux cas éloignées d'un rayon de particule, (a) : grandes particules ; (b) : petites particules.

Chapitre 4

Rupture de films granulaires à pression liquide contrôlée

Ce chapitre est consacré à l'exposition et à l'analyse des résultats expérimentaux obtenus en déclenchant des ruptures de films granulaires. Des études statistiques ont été réalisées pour étudier l'influence de différents paramètres sur le comportement de rupture d'un film granulaire. Les films ont tous été formés de la même manière, ils sont horizontaux (parallèles au sol) et ont suivi des protocoles d'étude similaires. Nous avons en particulier étudié l'influence de l'angle de contact liquide-solide, de la taille des particules et de la pression liquide imposée à un film sur son comportement à la rupture. Ces études ont été réalisées avec des films monodisperses : une seule taille de bille a été utilisée pour les former. Il est également question ici de déterminer un critère nous permettant de prédire l'ouverture d'un film granulaire en fonction de ces différents paramètres, nous nous appuyerons sur nos résultats expérimentaux ainsi que des simulations numériques réalisées par Y. Khidas et du critère de Mohr-Coulomb dont le principe a été présenté au paragraphe 1.3.3. Enfin, nous présenterons des expériences de ruptures provoquées de films granulaires bidisperses : formés à partir de deux tailles de particules. Ces résultats ont été obtenus lors du stage de Paul Gauthier au printemps 2022.

4.1 Protocole de conditionnement d'un film granulaire à l'étude de sa rupture

Nous avons décrit (paragraphe 2.2.4) notre méthode pour former un film granulaire et comment notre dispositif expérimental nous permettait de contrôler la pression liquide. Nous savons que percer un film de savon provoque son ouverture de façon brutale. Comme évoquée précédemment, la situation est plus complexe pour un film granulaire à cause des particules qui composent le système. Timounay *et al.* [52] ont proposé d'étudier la rupture des films de savon en faisant varier la fraction surfacique de particules. Nous avons souhaité étudier la rétraction des films pour différentes forces de cohésion entre les particules dans le film pour une compacité choisie $\varphi > 0,84$ soit au-delà de la fraction surfacique de *jamming* pour un milieu granulaire 2D [50]. Nous avons pu constater visuellement (Figure 2.12) que diminuer la pression du liquide dans le film courbe les interfaces liquide-air autour des particules et augmente les forces de cohésion. À partir de la pression d'équilibre du film granulaire : $\Delta P_{liq} = 0 \text{ Pa}$, on diminue la pression à faible débit, de telle sorte à se placer dans un régime d'écoulement quasi-statique. Nous nous assurons de ce régime de variation de pression en arrêtant le pousse-seringue. Si la pression ne varie plus (presque) immédiatement après l'arrêt, nous considérons être dans un régime quasi-statique de variation de pression liquide. Pour rappel, cette variation est de l'ordre de $0,5 - 1 \text{ Pa.s}^{-1}$. Nous avons sondé la résistance du film à son ouverture pour différentes valeurs de pression liquide. Ainsi, une fois la valeur souhaitée atteinte, nous arrêtons le pousse-seringue et ouvrons le film granulaire. On perce manuellement le film en son centre (du moins le plus au centre possible) en formant un trou dans le réseau de particules de la taille de 3 à 5 particules de diamètre. Pour ce faire, nous utilisons une aiguille en acier inoxydable d'un rayon de 0,8 mm. Nous perçons ensuite le film liquide découvert de particules et on relève la façon dont le film s'ouvre.

Un autre protocole de préparation à l'ouverture a été suivi en parallèle de celui décrit ci-dessus. De la même manière qu'en rhéologie, lorsque l'on souhaite étudier les propriétés d'un fluide ou d'une suspension à l'aide d'un rhéomètre, les rhéologues ont pour habitude de faire subir un pré-cisaillement à leur échantillon. Ce pré-cisaillement a pour but de partir sur un même point pour tous les échantillons sondés. En effet, chaque échantillon est versé différemment par l'expérimentateur dans une géométrie, il est donc souhaitable de faire subir un pré-cisaillement identique pour tous les échantillons. Nos réserves sur la reproductibilité des films granulaires formés nous ont encouragés à ajouter une étape supplémentaire de préparation pour chaque échantillon. Nous avons appelé cette étape supplémentaire "pré-cycle". Il s'agit d'un cycle de variation de pression préalable à la variation de pression décrite précédant une ouverture déclenchée de film. On accomplit un pré-cycle dans les mêmes conditions que celles d'une variation de pression que nous avons évoqué. Nous verrons par la suite que des valeurs précises de pré-cycle ont été choisies et expliquerons nos choix.

4.2 Comportement d'ouverture après une rupture déclenchée

En témoignant plusieurs fois d'ouverture de films granulaires à différentes valeurs de pression liquide, on observe différents comportements de ruptures.

Nous considérons qu'un film s'ouvre lorsque le front d'ouverture touche localement ou entièrement la pastille poreuse. Nous avons identifié trois régimes que nous appelons : *éclatement*, *intermittent* et *blocage*.

Film qui éclate. Nous avons nommé régime d'éclatement une ouverture de film granulaire complète. La durée de l'ouverture ne nous permet pas de voir un front se propager à l'œil, à l'instar

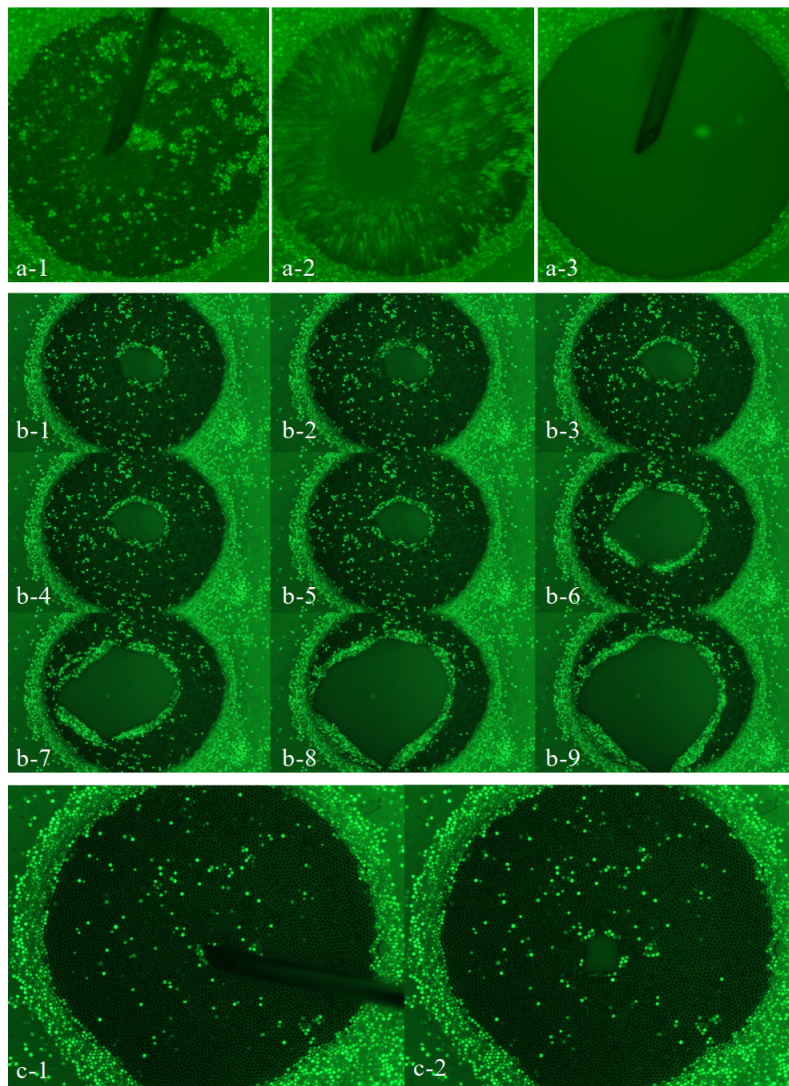


FIGURE 4.1 – Types d'ouverture de films granulaires formés de billes de $141 \mu\text{m}$ de diamètre en vue de dessus, les photos sont des images successives capturées à 20 ips (pour a et b) : (a) éclatement de film ; (b) ouverture intermittente ; (c) blocage.

d'un film liquide ou d'une membrane élastique sous tension. Nous avons enregistré ce type d'ouverture de film à 20 images par seconde (ips), un exemple de cette ouverture est illustré sur la Figure 4.1.a où les images se succèdent. Sur la première image, on voit l'aiguille positionnée pour percer le film granulaire. La deuxième image est floue sur tout le trou circulaire, ce qui signifie que le film granulaire est en train de s'ouvrir, puis sur la troisième image, on voit le trou sans aucune trace du film granulaire. L'aiguille est toujours en position, je n'ai pas eu le temps de la retirer du cadre de la caméra. La deuxième image n'est pas enregistrée pour tous les éclatements que nous avons effectués. Pour la plupart des expériences, seules deux images successives sont enregistrées avant et après l'éclatement. Les images capturées à 20 ips par la caméra nous montrent que le film s'ouvre en moins de temps que l'intervalle de capture entre deux images. Le temps d'ouverture est donc inférieur à 50 ms, ce qui correspond à une vitesse d'ouverture d'un film granulaire $v_{ouv} \geq 0,12 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$ que l'on estime tenant compte de la taille du trou de la pastille poreuse et du temps d'ouverture maximal estimé.

4.3. INFLUENCE DE LA PRESSION LIQUIDE SUR L'OUVERTURE D'UN FILM GRANULAIRE

Film bloqué. Nous avons qualifié l'ouverture d'un trou comme bloquée lorsque ce trou n'évolue pas (Figure 4.1.c), le front ne se propage pas plus loin que quelques billes proches du trou. Le film granulaire peut rester pendant des heures avec le trou en son centre. On considère que le temps de rétraction est infini. Une analogie pour expliquer ce comportement serait d'imaginer un trou fait au milieu d'une feuille de papier. C'est ce type d'ouverture dont nous témoignons lors des ouvertures spontanées de films granulaires décrites précédemment (section 3.6).

Ouverture intermittente d'un film. Nous avons également observé des films qui se rétractent pas à pas, c'est-à-dire que leur comportement alterne entre le régime d'éclatement et le régime de blocage jusqu'à ce qu'ils atteignent les bords du poreux (Figure 4.1.b). Nous observons que la rétraction est localisée à la périphérie du trou, sur le front d'ouverture. Une sorte de bord est visualisé par une zone brillante. Au début, le périmètre semble presque circulaire alors qu'à la fin, son périmètre peut être partiellement dessiné par des lignes droites. Une ouverture intermittente dure 1 à 10 s.

Nous souhaitons insister sur le fait que l'observation d'un comportement d'ouverture de type éclatement est étonnante. Nos films granulaires sont dans une configuration de *jamming* (compacité entre 0,83 et 0,91) donc nous nous attendions à avoir une ouverture saccadée voire à une inhibition totale de l'ouverture, comme ce qui a été relevé dans les études précédentes [52].

Ces différentes ouvertures n'ont pas été observées aléatoirement. La pression du liquide d'un film granulaire a une grande influence sur son type d'ouverture.

4.3 Influence de la pression liquide sur l'ouverture d'un film granulaire

Nous avons répertorié les différentes variétés d'ouverture de film granulaire rencontrées et avons appliqué les protocoles décrits précédemment pour de nombreux films. Nous avons tracé le relevé des ouvertures de films formés avec des particules de 141 μm de diamètre et de 80° d'angle de contact avec le liquide sur la Figure 4.2. Sur l'axe des abscisses est reportée la différence de pression liquide appliquée au film (par rapport à la pression lors de la formation) ΔP , tel que $\Delta P = P_{liq} - P_{atm}$ et nous avons reporté les types d'ouverture à différentes hauteurs sur les graphiques. Sur chaque graphe de la figure, on dénombre environ 50 expériences ayant une durée dépendant de la valeur de ΔP appliqué. Plus on diminue la pression liquide, plus une expérience est longue. Ainsi une expérience de rupture provoquée peut durer de la minute à l'heure.

Commençons par analyser le graphique de gauche, qui correspond au bilan des ouvertures de films granulaires sans pré-cycle. On délimite trois zones sur ce graphique. On découpe premier intervalle entre 0 Pa et -140 Pa où tous les films s'ouvrent en éclatant ou en régime intermittent. Aucune ouverture provoquée n'a été inhibée. Dans le second intervalle entre -140 Pa et -180 Pa, on voit une superposition de tous les états. Des films peuvent aussi bien s'ouvrir en éclatant, en régime intermittent ou voir leur ouverture inhibée. Enfin, sur le dernier intervalle, à partir de -180 Pa, la grande majorité des films voient leur ouverture être bloquée. Plus on diminue la pression, plus on tend vers un blocage de l'ouverture où le système tend à se comporter tel un solide.

Sur le graphique de droite, nous lisons toujours les trois régimes d'ouverture observés. Un pré-cycle a été effectué avant de diminuer la pression liquide à la valeur souhaitée pour sonder son ouverture. Le protocole de formation ainsi que le lot de particules utilisé pour former ces films ne

4.3. INFLUENCE DE LA PRESSION LIQUIDE SUR L'OUVERTURE D'UN FILM GRANULAIRE

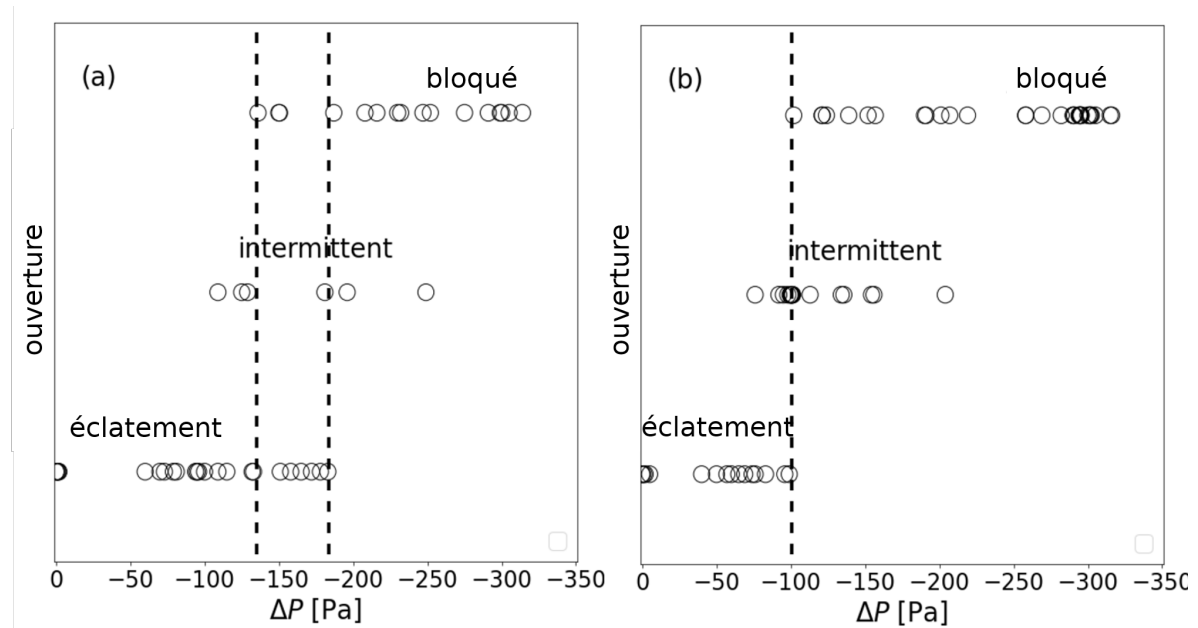


FIGURE 4.2 – Type d'ouverture observée en fonction de la variation de pression liquide imposée ΔP à l'ouverture, pour des films granulaires formés de billes de taille $D_p = 141 \mu\text{m}$: (a) films percés sans pré-cycle ; (b) après un pré-cycle de $\Delta P_{PC} = -300 \text{ Pa}$.

sont identiques que pour les films du graphe de gauche. Nous souhaitons choisir une valeur de pré-cycle où le film, si on était amené à l'ouvrir verrait son ouverture inhibée avec certitude. Nous avons donc choisi une valeur de pré-cycle $\Delta P_{PC} = -300 \text{ Pa}$. À cette valeur, nous avons observé que tous les films ont vu leur ouverture être bloquée comme on peut le lire sur la Figure 4.2a. Ainsi, toutes les ouvertures de film répertoriées en Figure 4.2b ont été effectuées avec un pré-cycle d'une valeur de -300 Pa au préalable. Cette fois, nous ne discernons que deux intervalles différents. Il n'y a plus de superposition de tous les types d'ouverture du film granulaire. Nous observons toujours une transition de comportement à la rupture entre l'éclatement et le blocage.

Nous avons mis en évidence un premier phénomène. Des films granulaires formés avec des particules semblables (même taille et même angle de contact avec la solution liquide) et de compacité similaires voient leur résistance à l'ouverture être altérée en faisant varier leur pression liquide.

Dans la suite du manuscrit, nous présenterons des graphiques semblables à ceux de la Figure 4.3. Dans l'optique d'une étude statistique quantitative, nous avons attribué une valeur numérique correspondant à la probabilité qu'a un film de voir son ouverture inhibée. Par conséquent, cette probabilité sera de 0 pour une ouverture totale du film (comportement d'éclatement comme un film de savon), 1 pour une ouverture partielle (régime bloqué) et 0,5 pour une ouverture saccadée du film qui est une succession de blocage et de progression du front d'ouverture. En vue d'alléger la lecture des graphes de transition, nous avons pris le parti de regrouper des intervalles de points et d'en faire des moyennes. Ces graphiques représentent la probabilité qu'à un film de stopper une ouverture provoquée en fonction de la pression liquide à laquelle il a été ouvert. Ils sont une version moyennée des graphes de la Figure 4.2. Les courbes en transparence reliant les points sont des fonctions erreur (fonction erf) ajustées manuellement. Elles font office de guide visuel pour la lecture de la transition. Chaque point sur un graphique représente une moyenne d'au moins cinq expériences dans un intervalle de pression liquide représenté par les barres horizontales autour de chaque point. Le point dessiné est donc une moyenne des expériences comprises dans cet intervalle. Ainsi, la position

4.3. INFLUENCE DE LA PRESSION LIQUIDE SUR L'OUVERTURE D'UN FILM GRANULAIRE

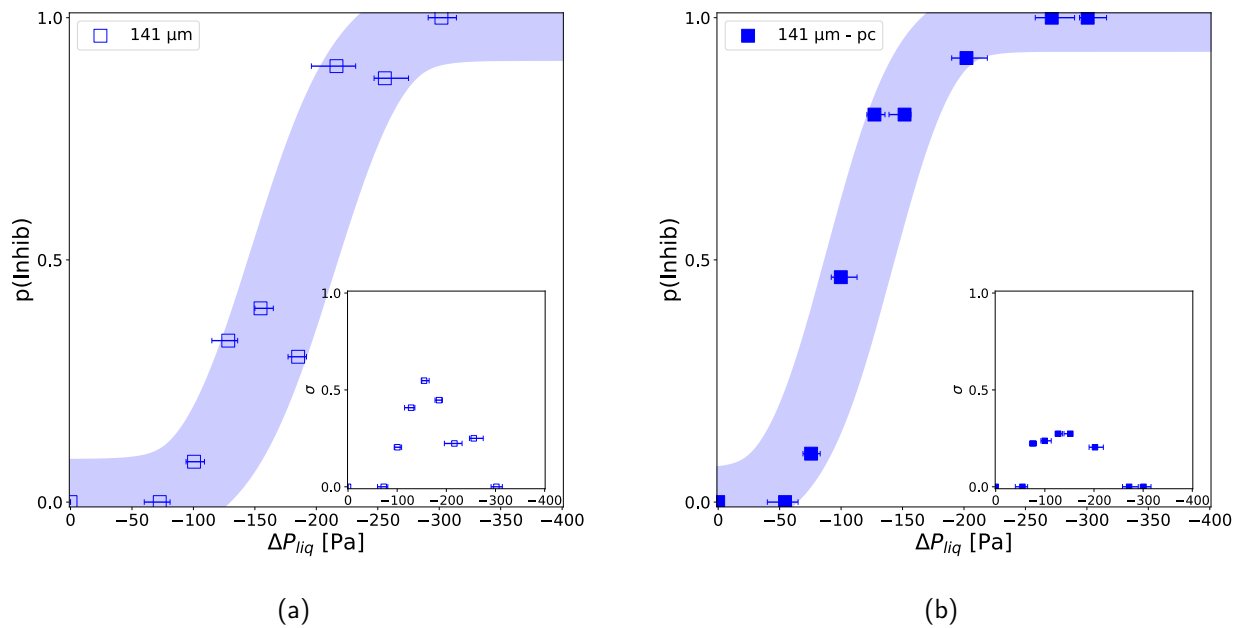


FIGURE 4.3 – Probabilité d’inhibition d’ouverture d’un film moyennée sur un intervalle selon la pression liquide du film granulaire. Expériences réalisées avec des billes de 141 μm de diamètre et de 80° d’angle de contact avec le liquide. (a) sans pré-cycle ; (b) avec pré-cycle.

d’un point sur l’axe des ordonnées est donnée par la moyenne des valeurs numériques attribuées à l’ouverture d’un film pour chaque expérience menée.

Pour être plus explicite, on prend l’exemple du point situé aux alentours de -100 Pa sur la graphe de gauche. Sur les cinq expériences, il y a eu quatre ouvertures totales et une saccadée. En traduisant ces ouvertures par leur probabilité d’inhibition associée, on obtient la moyenne d’ouverture suivante : $\frac{0+0+0+0+0,5}{5} = \frac{0,5}{5} = 0,1$. Ce point aura donc pour ordonnée 0,1.

Il est important de souligner que la courbe tracée est une fonction erreur dont les paramètres tels que le centre et l’étalement sont définis de façon arbitraire en fonction des points d’un graphe. Ces courbes ne servent que de guide visuel pour souligner la transition de comportement d’un film à l’ouverture avec la pression liquide d’un régime d’ouverture par éclatement à une inhibition de l’ouverture pour les plus fortes dépressions imposées.

Le fait d’avoir effectué un pré-cycle avant d’ouvrir un film rend les expériences plus reproductibles. On fait ce constat en comparant les deux graphes de la Figure 4.3. Nous avons choisi des intervalles de moyennage les plus similaires possible entre les deux méthodes afin de mieux les comparer. Sur le graphe 4.3a et en s’appuyant sur le graphe de la Figure 4.2, on voit que les résultats sont éparpillés. Il y a un grand écart-type de la probabilité d’inhibition de l’ouverture d’un film. Cet écart-type n’a pas été représenté en barres verticales sur les graphes moyennés car alourdisent leur lecture du fait de leur taille, mais sont représentées en insert. On constate que sans effectuer de pré-cycle, les résultats sont plus éparpillés et cela se reflète avec la transition non monotone vers une inhibition de l’ouverture pour les fortes dépressions que l’on peut voir sur le graphe 4.3a. En effectuant un pré-cycle, les résultats sont moins éparpillés. Nous pouvons lire une augmentation strictement monotone de la probabilité d’inhibition de l’ouverture d’un film percé avec sa mise en dépression.

Nous pouvons proposer une piste d’interprétation pour expliquer la différence entre ces deux protocoles. Un liquide mouille un solide selon un angle de contact θ qui varie selon si le liquide

4.3. INFLUENCE DE LA PRESSION LIQUIDE SUR L'OUVERTURE D'UN FILM GRANULAIRE

avance (θ_A) ou recule (θ_R) sur le solide. Il n'y a à priori pas de raison qu'il n'y ait pas d'hystérèse d'angle de contact dans nos expériences. Une différence entre θ_A et θ_R peut être à l'origine d'une dissymétrie entre les deux interfaces du film du fait de notre façon de former un film granulaire.

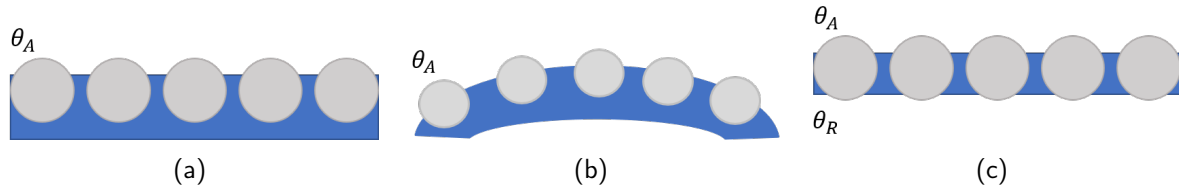


FIGURE 4.4 – Schémas en vue de côté des différentes étapes de formation du film granulaire et des angles entre le liquide et les particules. (a) : radeau de particules; (b) : inflation d'une bulle; (c) : film granulaire plan.

Nous allons nous appuyer de la Figure 4.4 où sont dessinées les différentes étapes de la formation d'un film granulaire et justifier les angles de contact liquide-solide à chaque interface. En suivant notre protocole décrit dans le paragraphe 2.2.3, nous commençons par verser des particules à la surface d'un bain de liquide. Les billes se positionnent comme sur la Figure 4.4a, elles ont avancé sur le liquide. Nous sommes dans le même cas que lorsque l'on a mesuré l'angle de contact entre elles et le liquide (paragraphe 2.2.2), on a donc un angle d'avancement $\theta_A = 80^\circ$. Dans l'étape suivante, nous soufflons une bulle sous le radeau de particules pour former un film granulaire. Le liquide poussé par l'air avance sur les particules à mesure que la bulle gonfle. Le liquide finit par démouiller partiellement les particules et l'angle de contact entre l'interface basse et les particules est l'angle de reculé θ_R . Nous avons donc une hystérèse sur l'angle de contact liquide-solide entraînant une dissymétrie entre le dessus et le dessous d'un film dépendant de notre façon de le former.

La réalisation d'un pré-cycle de dépression liquide, nous permet de diminuer cette dissymétrie et de réduire ainsi la dépendance de l'état du film avec son mode de préparation. Lors d'un pré-cycle, lorsque l'on diminue la pression liquide d'un film, on courbe les interfaces liquide-air et on amincit également les films liquides. La dissymétrie du film fait qu'un cycle de variation de pression liquide ne se déroule pas de la même façon sur les parties supérieure et inférieures d'un film. Nous décrivons ci-dessous différentes étapes de déplacement et déformation des interfaces.

Dans la partie supérieure du film :

1. On diminue la pression de liquide dans le film. Le liquide va se courber dans un premier temps sans déplacement de la ligne triple, puis va s'amincir. L'angle de contact de la partie supérieure va évoluer de θ_A vers θ_R .
2. Lorsque cet angle atteint θ_R , il ne peut alors plus évoluer. Cela cause alors un déplacement de la ligne triple qui descend le long des particules. Elle s'arrête de descendre lorsque l'on arrête de diminuer la pression liquide.
3. Une fois arrivée à ΔP_{PC} , on augmente la pression liquide, ce qui s'accompagne d'une élévation de la ligne triple le long des billes.
4. Lorsque le film liquide est remonté au même niveau qu'il était avant de changer d'angle de contact, il va alors réduire sa courbure pour repasser de θ_R à θ_A et d'avoir la hauteur de la ligne triple au même niveau qu'avant le pré-cycle.

Dans la partie inférieure du film :

1. Lors de la diminution de pression liquide, l'angle de contact de la partie inférieure ne peut pas évoluer car il vaut déjà θ_R . En descendant en pression, la hauteur de la ligne triple va directement évoluer de façon à remonter en direction de l'équateur des billes.

2. Une fois arrivé à ΔP_{PC} , la remontée en pression s'accompagne d'une augmentation de l'angle de contact jusqu'à atteindre θ_A .
3. Le film liquide descend ensuite jusqu'à un niveau où sa courbure est nulle (R_C infini).

Le pré-cycle a pour effet de changer l'angle de contact de l'interface basse de θ_R vers θ_A . Les films granulaires sont donc symétriques selon le plan médian des particules et on s'affranchit ainsi de la géométrie imposée pendant la création du film granulaire.

Pour un angle de contact mesuré $\theta_A = 80^\circ$, nous supposons une hystérèse de l'ordre de 30° d'après la littérature.

Nous avons également évoqué dans le paragraphe 3.3 les mouvements de particules peu de temps après la formation d'un film et également lors de variation de pression. Ces réarrangements de réseau de particules sont bien moins présents après un pré-cycle. Il semble alors au vu de ces résultats plus préférable d'étudier la rupture de films granulaires ayant subi un pré-cycle. Toutefois, il reste important de déterminer un critère de valeur de ce pré-cycle pour les différents films que nous avons formé, pour différents angles de contact et différentes tailles de billes.

4.4 Influence de l'angle de contact liquide-grain

Nous avons préparé deux lots de particules de 141 et 143 μm de diamètre ayant deux angles de contact liquide-solide distincts : le premier à $\theta = 45^\circ$ et le second à $\theta = 80^\circ$. Nous avons répété des expériences de rupture provoquée pour des films formés avec chaque lot de particules (avec et sans pré-cycle) et avons tracé une nouvelle fois le type d'ouverture observé en fonction de la pression liquide dans le film.

En lisant les courbes de la Figure 4.5 on remarque à nouveau une transition du comportement à l'ouverture d'un film lorsque l'on diminue sa pression liquide. Quel que soit l'angle de contact ou le protocole (avec ou sans pré-cycle), diminuer la pression liquide d'un film augmente sa probabilité d'inhiber une ouverture provoquée.

Sur la Figure 4.5a, nous avons tracé les probabilités d'inhibition d'ouverture en fonction de la variation de pression liquide pour des films composés de particules de 141 μm de diamètre et de 45° d'angle de contact avec la solution liquide. Nous pouvons comparer ce graphique avec celle de la Figure 4.5c qui représente cette probabilité d'inhibition pour des films formés avec des particules de même taille et de 80° d'angle de contact avec la solution liquide. Les points du graphe 4.5a sont plus éparpillés que ceux du graphe 4.5c, d'où sa courbe (guide visuel) en transparence plus épaisse. Les films ont également tendance à voir leur ouverture inhibée pour de plus faibles variation de pression liquide. En effet, le premier point qui quitte l'axe des abscisse est à $\Delta P \simeq -50$ Pa pour le graphe 4.5a et à $\Delta P \simeq -100$ Pa pour le graphe 4.5a. La zone de transition entre une probabilité d'inhibition nulle et la certitude d'inhiber l'ouverture est un intervalle de même taille (200 Pa) pour les deux lots de particules. Cet intervalle est seulement décalé, les particules de 45° d'angle de contact inhibent leur ouverture avec certitude pour une différence de pression de 50 Pa avant celles de 80° .

Pour ces deux lots de particules, on peut lire sur les graphes 4.5b et 4.5c que l'étape du pré-cycle a assuré une croissance strictement monotone de la probabilité d'inhiber l'ouverture d'un film en diminuant sa pression liquide. De plus, les résultats des expériences sont moins éparpillés. Les deux graphes sont presque identiques, les zones de transition ne sont presque plus décalées et sont de même taille. L'étape du pré-cycle en symétrisant les films granulaires efface (presque) la différence d'angle de contact entre les deux lots de particules.

Il est toutefois important d'avoir un angle de contact non nul entre les particules et le liquide pour pouvoir former des films sans mettre des particules en suspension. Les essais réalisés avec

4.4. INFLUENCE DE L'ANGLE DE CONTACT LIQUIDE-GRAIN

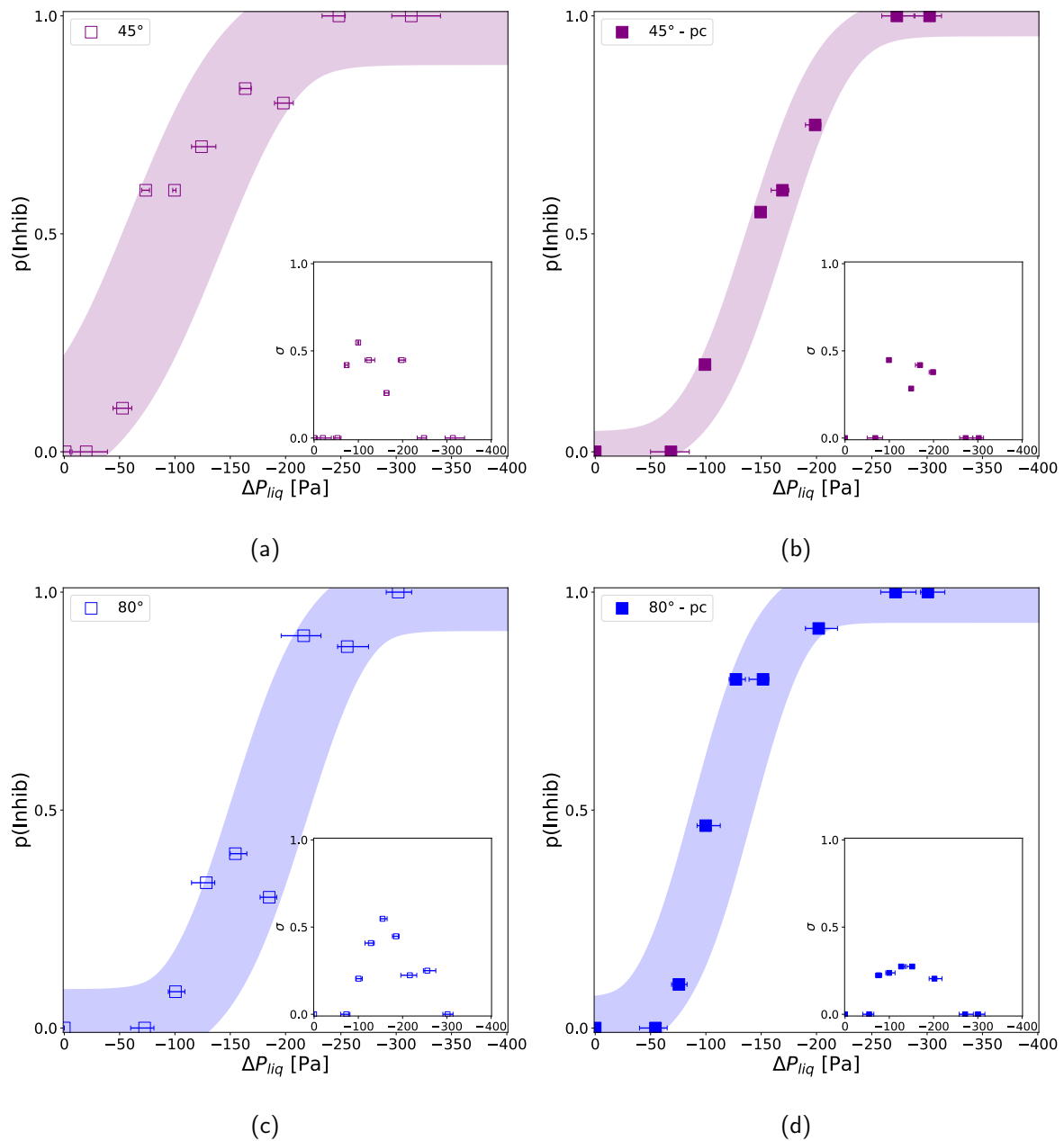


FIGURE 4.5 – Type d'ouverture observé en fonction du ΔP_{liq} à l'ouverture. Films granulaires de taille $D_p = 143 \mu\text{m}$ (a et b) et $141 \mu\text{m}$ (c et d), d'angles de contact 45° (a et b) et 80° (c et d), sans (a et c) et avec pré-cycle (b et d).

notre solution liquide et des particules n'ayant pas subi de traitement pour les rendre partiellement non-mouillantes ont montré qu'il était presque impossible de former un film stable. En suivant notre protocole, il faut parvenir à former un radeau de particules qui est la première difficulté, avec un angle de contact presque nul, il est très compliqué (voire impossible) de garder les billes à l'interface. De plus, à l'instar des films de savon formés avec notre dispositif, ces films granulaires éclataient sans action de notre part au bout de quelques secondes quand nous arrivions à en former.

En effet, un autre constat dressé et non lisible sur les graphes présentés est celui de la stabilité des films. Il est plus difficile de former des films granulaires avec des billes ayant un angle de

contact de 45° avec le liquide qu'avec des billes à $\theta = 80^\circ$ pour une même taille de particules et on remarque que les films sont également moins stables. Pour une lacune de quelques billes dans le réseau granulaire, les films formés avec des billes à $\theta = 80^\circ$ ont montré une meilleure stabilité à la rupture spontanée. En effet, des billes ayant un plus petit angle de contact avec le liquide ont plus de difficulté à rester à l'interface liquide-air. Il est plus compliqué de former un radeau : nous ne déposons pas les billes à la surface du liquide, mais nous les versons d'une certaine hauteur. Elles entrent en contact avec le liquide ayant une certaine inertie qui est suffisante pour que les billes à $\theta = 45^\circ$ coulent au fond du bain alors que les billes à $\theta = 80^\circ$ restent presque toutes accrochées à l'interface.

Finalement, l'angle de contact entre une particule et le liquide n'a qu'une faible influence sur le comportement à la rupture d'un film, du moins bien plus faible que la variation de pression liquide.

4.5 Influence de la taille des grains

Nous avons exposé que la transition de comportement à l'ouverture de films constitués de particules de $141\ \mu\text{m}$ et $143\ \mu\text{m}$ de diamètre dépendait de la pression liquide. Nous avons poursuivi l'étude du comportement à la rupture des films pour différentes tailles de particules en suivant les mêmes protocoles pour différentes tailles de particules allant de $80\ \mu\text{m}$ à $590\ \mu\text{m}$. Pour cette étude, nous avons tenté d'avoir les angles de contact particule-liquide les plus proches possibles pour chaque taille de particule utilisée. En suivant le même protocole de silanisation décrit au paragraphe 2.2.1, nous obtenons des angles de contact légèrement différents. Ces angles sont dans l'intervalle : $I_\theta = [70; 81]^\circ$ comme on peut le lire sur la Table 2.3. Une partie des expériences a été réalisée par Paul Gauthier, stagiaire de M2 que j'ai co-encadré.

La Figure 4.6 présente le bilan des expériences d'ouverture de film pour toutes les tailles de particules sur deux graphiques : la Figure 4.6a pour les expériences suivant le protocole sans pré-cycle et la Figure 4.6b pour les expériences menées avec un pré-cycle. À l'instar de la Figure 4.5, chaque point de ces deux graphiques est une moyenne des résultats d'au moins cinq expériences et nous avons une nouvelle fois tracé des fonctions erreur ajustées pour chacune des tailles de particules dans le but de faciliter la lecture des transitions.

Les deux graphes mettent en évidence que quelle que soit la taille des particules constituant un film, abaisser la pression dans le film liquide conduit à inhiber son ouverture en passant par une phase d'ouverture intermittente comme nous l'avons vu pour les films de $141\ \mu\text{m}$.

Lisons le graphe 4.6a taille par taille, dans l'ordre croissant. Pour les particules de $80\ \mu\text{m}$ (ronds verts), la transition s'amorce entre -150 et $-225\ \text{Pa}$ où tous les films ne s'ouvrent plus en régime d'éclatement et se termine entre -300 et $-340\ \text{Pa}$, là où une ouverture provoquée est inhibée à chaque fois.

Pour les particules de $141\ \mu\text{m}$ (carrés bleus) cette transition commence entre -75 et $-100\ \text{Pa}$ et se termine entre -250 et $-300\ \text{Pa}$.

Pour les particules de $250\ \mu\text{m}$ (triangles rouges) cette transition s'effectue pour des pressions entre -50 à $-100\ \text{Pa}$.

Pour les particules de $590\ \mu\text{m}$ (étoiles noires), nous observons une différence majeure. Aucune transition n'est observée dans le comportement à la rupture spontanée pour cette taille de particules. Le régime de blocage est atteint même pour $\Delta P = 0\ \text{Pa}$.

Il apparaît un décalage de la transition de comportement à la rupture avec la taille des particules. En effet, plus les billes sont grandes, plus la transition s'effectue pour de faibles valeurs de dépression.

4.5. INFLUENCE DE LA TAILLE DES GRAINS

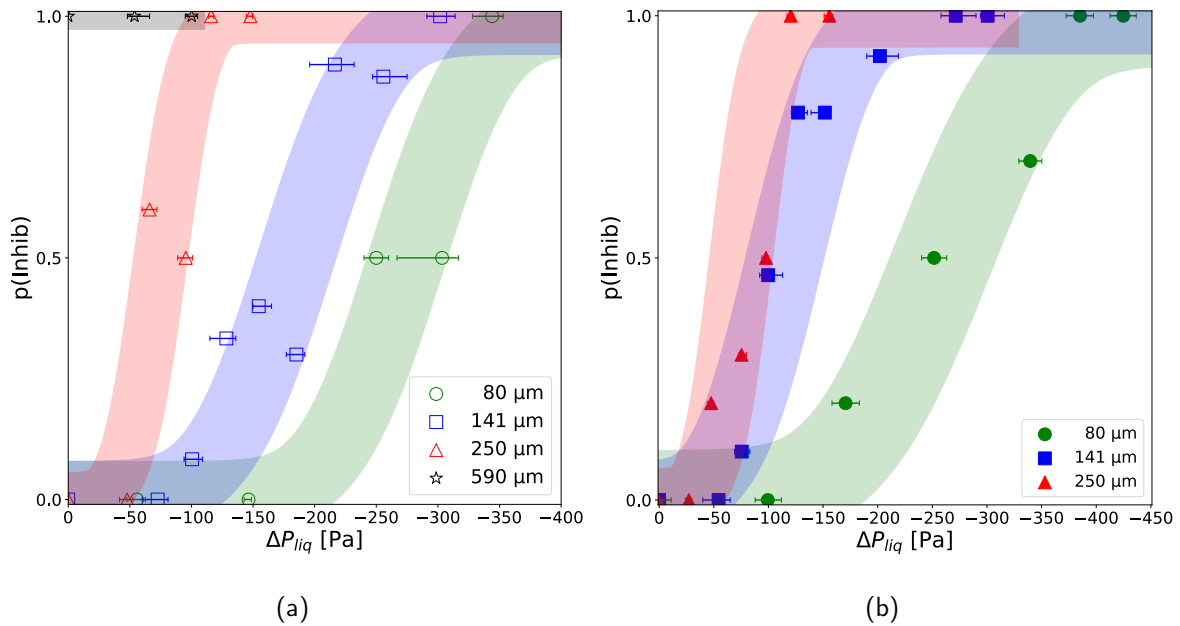


FIGURE 4.6 – Influence de la variation de pression liquide et de la taille des particules sur la probabilité d'inhibition d'ouverture de films granulaires sans (a) et avec (b) pré-cycle. En noir (étoiles) : particules de 565 μm , en rouge (triangles) : particules de 250 μm , en bleu (carrés) : particules de 141 μm et en vert (ronds) : particules de 80 μm .

Un cas limite est observé pour les films constitués de billes de 590 μm de diamètre qui n'ont montré que leur comportement d'ouverture bloquée. Pour inhiber l'ouverture d'un film granulaire, il faut donc d'autant plus diminuer la pression dans le film liquide que l'on utilise de petites particules.

Prenons une valeur de $\Delta P = -50$ Pa, on voit que pour cette valeur on a un comportement de type bloqué pour les particules de 590 μm et un comportement de type éclatement pour les particules de 80 μm .

Somme toute, nous pouvons dresser le schéma bilan en Figure 4.7 pour appuyer nos propos. Que ce soit avec ou sans pré-cycle, à une valeur ΔP donnée, la probabilité d'inhibition d'ouverture d'un film est une fonction croissante de la taille des particules le constituant. De plus, augmenter la taille des particules réduit la zone de transition entre le comportement de rupture totale et intermittente. Les ouvertures sont d'autant plus inhibées pour une valeur donnée de ΔP que les particules sont grandes. Inversement, comme abordé au paragraphe 3.6, les ouvertures spontanées de film liquide entre des particules intervient à une dépression liquide d'autant plus faible que les particules sont grandes.

Pour un même ΔP , les forces de cohésion entre les particules sont plus élevées pour des particules de plus grande taille ce qui serait l'origine de l'inhibition de l'ouverture des films à la rupture. En effet, ΔP définit un rayon de courbure et pour un même angle de contact, le film liquide n'aura pas la même morphologie suivant la taille des particules. Sur la figure 3.17, nous avons illustré un exemple de même ΔP appliqué à un film de particules de petite taille et de plus grande taille ayant le même angle de contact avec la solution liquide. En augmentant la taille des particules à un angle de contact donné, on augmente la longueur du film liquide entre deux particules voisines ce qui augmente ses chances de rompre. On pense qu'une diminution de ΔP résulte en une augmentation des forces de cohésion entre les particules dans le film qui freinent l'ouverture du film granulaire.

Nous pouvons nous attendre à observer un effet de la taille des grains sur le type d'ouverture

4.5. INFLUENCE DE LA TAILLE DES GRAINS

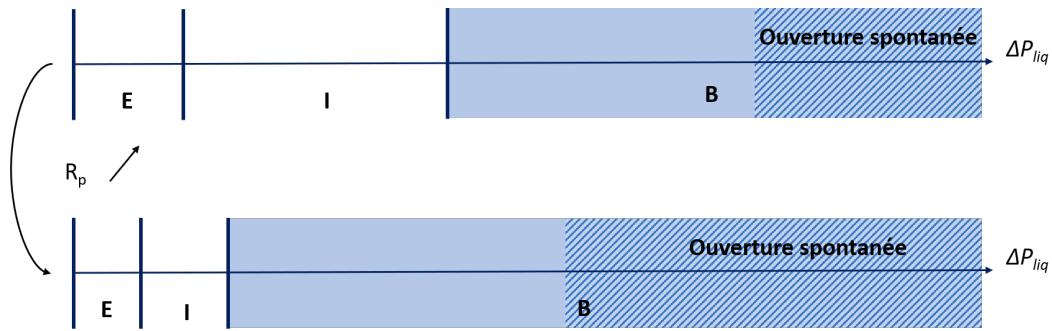


FIGURE 4.7 – Schéma de découpe en intervalles des différents types d'ouvertures rencontrés dans les expériences de rupture de films granulaires pour deux tailles de particules en fonction de ΔP_{liq} . E : régime d'éclatement ; I : intermittent ; B : blocage.

TABLE 4.1 – Valeurs de ΔP_{PC} pour chaque taille de particules étudiée.

D_p [μm]	ΔP_{PC} [Pa]
80	-560
141	-300
250	-180
590	-90

d'un film. En effet, l'étude de la pression d'apparition de rupture spontanée locale sur un film granulaire et en particulier le graphe de la Figure 3.16 souligne une dépendance de ces phénomènes avec la taille des grains constituant un film granulaire.

Nous avons vu précédemment que la réalisation d'un pré-cycle en pression liquide était de sonder les ouvertures pour les billes de 141 μm permettait de réduire la dispersion des modes d'ouverture pour un même ΔP et une évolution monotone de la probabilité d'inhibition d'ouverture des films granulaires avec ΔP . Rappelons que cette valeur de pression choisie pour effectuer le pré-cycle correspond à la première valeur de pression correspondant à une inhibition totale d'ouverture sans pré-cycle. La transition vers une ouverture bloquée dépendant de la taille des particules, prendre la même valeur ΔP_{PC141} pour toutes les tailles de particules ne semble pas être une bonne idée. De plus, des ouvertures spontanées sont observées aux alentours de $\Delta P = -300$ Pa pour les billes de 250 μm et dès $\Delta P = -100$ Pa pour des billes de 590 μm . Quelle valeur de pré-cycle choisir pour une taille de particules ? Nous avons donc cherché un coefficient reliant la taille des particules à la valeur de ΔP_{PC} . Écrivons le rapport entre ΔP_{PC141} et une pression capillaire : $\frac{2\gamma_{LG}}{D_p}$.

On obtient le coefficient k_{PC} :

$$k_{PC} = \frac{\Delta P_{PC141}}{\frac{2\gamma_{LG}}{D_p}} = \frac{-300}{\frac{2 \times 34.10^{-3}}{141.10^{-6}}} \simeq -\frac{2}{3}.$$

Ce coefficient nous sert ainsi de critère de détermination d'une valeur de pré-cycle pour toute taille de particule. On exprime ainsi pour chaque taille de particule :

$$\Delta P_{PC} = k_{PC} \cdot \frac{2\gamma_{LG}}{D_p}$$

Ainsi, les expériences réalisées avec un pré-cycle représentées sur le graphe en Figure 4.6b ont

leur valeur de pré-cycle listées dans la Table 4.1. Les points des expériences menées pour des billes de 590 μm n'ont pas été tracés sur cette courbe. Une nouvelle fois, les films voyaient leur ouverture bloquée pour toute valeur de pression. Une piste d'interprétation que nous pouvons donner à ces résultats est une nouvelle fois une question de taille de particules. En effet, un film granulaire a une taille d'environ 12 mm de diamètre, ce qui correspond au diamètre interne de la pastille poreuse. Percer en son centre un film formé avec des particules de 590 μm revient à avoir un milieu granulaire d'une longueur dans la direction radiale comparable à une dizaine de particules. Nous supposons que, pour cette taille de particules qui représente plus d'un dixième du rayon du film granulaire, des chaînes de forces du milieu granulaire pourraient empêcher l'ouverture du trou par effet de voûte.

Pour ce qui est des films formés à partir des autres lots de particules, sur le graphe de la Figure 4.6b, nous observons toujours une transition vers le régime de blocage d'ouverture en diminuant la pression liquide et que la transition intervient pour des dépressions d'autant plus importante que les particules sont petites. Les expériences menées ont été également plus reproductibles, en témoigne les transitions strictement monotones vers un état de blocage pour toutes les tailles sondées.

4.6 Courbes de transition adimensionnées et interprétation

Dans les paragraphes précédents, on a pu témoigner de l'importance de la variation de pression liquide et de la taille des particules d'un film sur sa résistance à une ouverture déclenchée. Si ces deux paramètres ont une importance de premier ordre sur l'ouverture des films, l'angle de contact entre le liquide et une particule quant à lui semble moins déterminant d'après notre étude. En se fiant aux résultats obtenus pour plusieurs tailles de particules répertoriés sur la Figure 4.6, nous nous demandons s'il est envisageable d'apprécier la probabilité d'un film à résister à une ouverture provoquée, quelle que soit la taille des particules le constituant. Cette estimation connaît toutefois une première limite : celle de taille d'un échantillon. En effet, comme abordé au paragraphe précédent, des billes ayant une taille telle qu'elles occupent environ un dixième du rayon d'un film constituent un squelette granulaire ayant des chaînes de forces empêchant l'ouverture d'un film.

Comment peut-on procéder afin de prédire le type d'ouverture d'un film granulaire? Nous présenterons une prédiction basée sur nos expériences. Elle sera de ce fait valable sous certaines conditions :

- L'angle de contact entre les particules et le liquide sera compris dans l'intervalle : $I_\theta = [70; 81]^\circ$.
- Les particules auront un diamètre compris dans l'intervalle : $I_{D_p} = [80; 250] \mu\text{m}$. Nous pourrions très certainement élargir ce diamètre mais ne savons pas à partir de quelle taille de billes les chaînes de forces dans le squelette granulaire sont trop importantes pour permettre à un film de s'ouvrir. En ce qui concerne les plus petites particules, nous pensons que notre prédiction est valable tant que nous nous plaçons au-delà de l'échelle colloïdale. Pour un diamètre minimal de l'ordre de la dizaine de microns, nos prédictions devraient être valables.
- Les films granulaires formés ont une compacité : $0,85 < \varphi < 0,89$.

Enfin, ces prédictions pourraient dépendre également de la réalisation ou non d'un pré-cycle de variation de pression.

Notre prédiction repose sur la comparaison entre la variation de pression liquide imposée à un film et une pression capillaire. On note cet adimensionnement : $\Delta\tilde{P} = \Delta P / (\frac{2\gamma}{D_p})$. Avec ΔP la variation de pression liquide, γ la tension de surface entre le liquide et l'air, D_p le diamètre des particules constituant le film.

Nous avons retracé les résultats des expériences menées pour différentes tailles de particules présentées de la Figure 4.6 et sur la Figure 4.8 les probabilités d'un film à inhiber son ouverture en fonction de $\Delta\tilde{P}$, la pression normalisée. Nous avons une nouvelle fois tracé les expériences sans

pré-cycle et avec pré-cycle. Nous avons relié les points des graphes par des pointillés qui mettent en évidence le caractère plus imprévisible des expériences menées sans pré-cycle. On y voit plus aisément la croissance de la probabilité d'un film à résister à son ouverture à mesure que $\Delta\tilde{P}$ diminue et notamment sa stricte monotonie pour les films ayant subi un pré-cycle. Cela témoigne pour rappel d'une meilleure reproductibilité des expériences.

L'adimensionnement de la pression liquide nous permet de constater que les points de chaque taille de particules convergent autour d'une seule courbe maîtresse. Dans le cas des expériences avec pré-cycle, pour $\Delta\tilde{P} \geq -0,2$, tous les films granulaires éclatent lorsqu'ils sont percés. Pour $\Delta\tilde{P} \leq -0,61$, tous les films granulaires voient leur ouverture totalement inhibée.

Ainsi, nous savons prédire les trois domaines de comportement d'un film granulaire à la rupture provoquée en connaissant leur angle de contact et leur taille. Nous sommes en mesure de former un film granulaire et de prédire la variation de pression liquide à imposer au film pour effectuer un pré-cycle et pour qu'il inhibe son ouverture, quelle que soit la taille des particules le constituant.

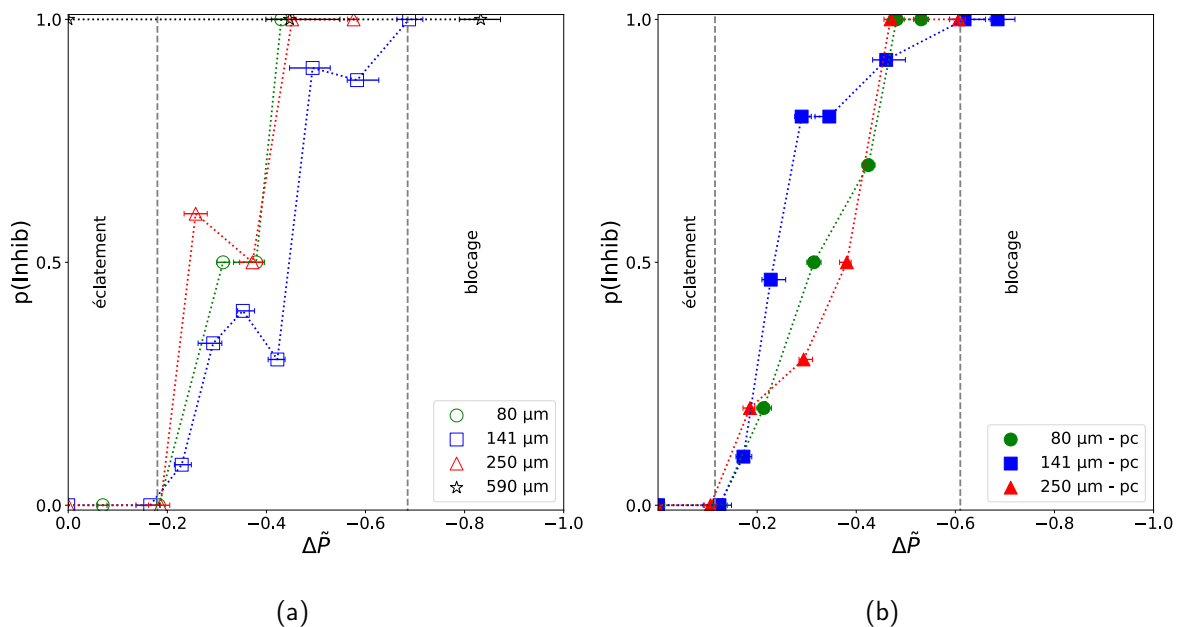


FIGURE 4.8 – Moyennes des probabilités d'inhibition d'ouverture de films granulaire en fonction de la variation de pression liquide normalisée par une pression capillaire pour différentes tailles de particules. (a) : sans pré-cycle; (b) : avec pré-cycle.

4.7 Dynamique d'ouverture d'un film granulaire

Nous avons observé et capturé les images d'un bon nombre d'ouvertures provoquées de film granulaires pour chaque régime d'ouverture. Des études préliminaires sur la phénoménologie d'ouverture de films granulaires ont déjà été menées par Timounay [48, 50]. Il a été vu que lors d'ouvertures provoquées de film granulaires en régime intermittent, la partie intacte du film voit sa densité surfacique en particules augmenter. La fraction surfacique augmente alors jusqu'au point où les particules ne parviennent plus à densifier le film tout en restant dans le plan. Il devient alors pour elles plus favorable de sortir du plan du film. Cela peut se faire sous deux formes.

Lors de l'ouverture d'un film granulaire, un front d'ouverture progresse dans le réseau de particules. Pour rappel, un film de savon classique que l'on perce a un front d'ouverture de forme

4.7. DYNAMIQUE D'OUVERTURE D'UN FILM GRANULAIRE

circulaire qui se propage dans la direction radiale, vers le bord du film. Pour un film granulaire dense, les particules solides ne permettent pas une telle forme de front d'ouverture. Il a été observé que le front d'ouverture d'un film granulaire est facetté, on a remarqué que ce front se propage grâce à des déchirures au niveau de veines de liquide entre des particules. La progression d'un front d'ouverture peut se lire sur l'avancée dans la direction radiale de ces déchirures de veines de liquide dans un film granulaire. Entre deux segments déchirés, les particules peuvent alors rester attachées au reste du film granulaire en sortant du plan et pendre vers le sol, soumises à la gravité tel un "drapeau".

L'autre cas observé pour une ouverture de film granulaire est que tel un film de savon classique, un "bourrelet" peut se former. Celui-ci consiste en une agglomération de particules à proximité du trou percé. À mesure que le front d'ouverture progresse, les particules sortent du plan et s'empilent en s'agglomérant sur la ligne de front d'ouverture. Plus le front d'ouverture progresse, plus il y a de particules agglomérées.

Pour une ouverture totale ou saccadée d'un film granulaire, nous n'avons pas pu déterminer un scénario de déplacement de particules privilégié. En effet, des formations en "drapeau" ou en "bourrelet" ont été observées pour ces deux phénoménologies d'ouverture. Nous nous demandons tout de même ce qui pousse un film à s'ouvrir d'une certaine manière et comment la pression liquide y joue un rôle.

Nous avons mis en évidence qu'abaisser la pression liquide d'un film granulaire tendait à augmenter sa résistance à une ouverture provoquée. Réfléchissons d'un point de vue mécanicien à cette question. Quelles forces s'appliquent sur les particules de notre système ?

Nous pensons aux forces suivantes :

- $F_{cap}^{\vec{}} = \vec{F}_p + \vec{F}_t$: force capillaire. La force capillaire qui s'applique sur les particules du film a deux contributions. \vec{F}_p est la contribution de la force de pression qui s'applique sur une particule, elle dépend de P_{liq} (donc elle varie avec ΔP dans notre cas) et de S_{l-s} la surface de contact entre le liquide et une bille. On peut noter : $\vec{F}_p \propto \Delta P \cdot S_{LS} \propto \Delta P \cdot D_p^2$, avec D_p le diamètre d'une particule. \vec{F}_t est la contribution de la tension de surface à la force capillaire. On peut noter : $\vec{F}_t \propto \gamma_{LG} \cdot L \propto \gamma_{LG} \cdot D_p$ avec L la longueur de la ligne triple, donc également proportionnelle à D_p .

Comme présenté au paragraphe 4.8, les simulations Surface Evolver permettent de calculer ces forces, à chaque contact dans une direction normale aux grains, suivant la ligne de contact entre 2 grains d'un réseau carré ou hexagonal.

- \vec{P} : le poids des billes. Pour un film non rompu, on n'observe pas de flexion du film à cause du poids des billes même en son centre à la caméra. On considère donc que cette force ne contribue pas significativement par rapport aux autres au début de l'ouverture. Néanmoins, cette force peut ne plus être négligeable et avoir un effet sur la dynamique d'ouverture quand on observe des drapeaux.
- \vec{F}_f : composante tangentielle de la force de contact entre les particules, on peut la considérer comme une force de frottement solide entre les particules. Elle dépend par conséquent du coefficient de friction entre les particules et de l'intensité de la composante normale de la force de contact.

Lors d'une variation de pression liquide, ΔP varie avec le volume de liquide dans le film. En diminuant le volume de liquide, on diminue l'épaisseur du film liquide ce qui peut déplacer la ligne de contact entre le liquide et les particules en plus de courber les interfaces liquide-gaz. Amincir un film liquide fait tendre à approcher la ligne triple de l'équateur des billes ce qui augmente la longueur de la ligne de contact L , mais diminue par la même occasion la surface de contact entre

4.8. APPLICATION DU CRITÈRE DE MOHR-COULOMB À UN FILM GRANULAIRE

le liquide et les billes S_{LS} . Nous avons ces deux phénomènes qui entrent donc en compétition lors d'une diminution de P_{liq} . Ces trois paramètres interviennent directement dans l'expression de la force capillaire d'un film granulaire. Durant une diminution de pression liquide, la norme de \vec{F}_p va ainsi changer sans pouvoir autant prédire de quelle manière, s'il est certain que P_{liq} diminue, à cause de déplacements de la ligne triple, nous ne pouvons pas affirmer que la surface va diminuer ou augmenter. Pour la norme de \vec{F}_t , nous pouvons nous attendre à une augmentation avec la diminution de P_{liq} puisque la ligne triple s'approche de l'équateur des particules. Nous ne nous attendons pas à un changement significatif de la contribution des autres forces qui s'appliquent aux billes avec une variation de pression liquide.

Un film granulaire plan est un système stable et encore plus après un pré-cycle : il n'y a que de très rares déplacements de particules au cours de variations de pression liquide. Les forces s'appliquant aux particules dans le film s'équilibrent entre elles. Le bilan des forces sur une bille dans ce cas serait donc nul. Percer un film granulaire revient à le déstabiliser, on rompt des contacts entre des particules. De par notre façon de percer un film, on amorce une force qui tire ses origines de la tension de surface et qui va se propager dans un premier temps de façon radiale comme pour un film de savon classique. Quand le front d'ouverture se heurte à des particules, elle rencontre une résistance causée entre autre par le frottement entre grains ou la dissipation visqueuse qui peuvent être responsable de la dynamique intermittente observée. Néanmoins, aucun modèle à ce jour ne permet de décrire cette dynamique observée pour des dépressions liquide intermédiaires.

Dans le cas de dépression liquide faible, l'ouverture est très rapide, on a dit que le film granulaire avait un comportement "liquide" tel un film de savon. Afin de vérifier cette affirmation, des expériences ont été réalisées en visualisant l'ouverture du film avec une caméra rapide. Ce travail a été réalisé à la fin du stage de Paul que j'ai encadré et fait l'objet de la préparation d'un article (voir Annexe C).

Les mesures de vitesses d'ouverture d'éclatement montrent plusieurs régimes d'ouverture au cours du temps : 1- une ouverture circulaire et rapide sur une distance de quelques grains ; 2- un ralentissement, pendant lequel l'ouverture se facette ; 3 - une vitesse finale plus rapide. La vitesse du régime rapide reste plus lente que celle attendue par le modèle de Taylor-Culick environ 20%.

4.8 Application du critère de Mohr-Coulomb à un film granulaire

Comme abordé précédemment, un film granulaire est un milieu granulaire humide à deux dimensions. Différents modèles permettent de décrire la rupture de films granulaires soumis à une contrainte, notamment la théorie de Mohr-Coulomb que nous avons décrite au paragraphe 1.3.3. Essayons à partir de ce modèle accompagné de quelques hypothèses de constituer une prévision de la cohésion capillaire nécessaire à appliquer à un film afin d'inhiber son ouverture.

Un film granulaire peut être vu comme un assemblage de grains sphériques de diamètre d en contact, avec la présence d'une force capillaire F_{cap}^c à chaque contact. Ces forces capillaires peuvent être considérées comme équivalent à une contrainte de compression interne, σ_{int} , exercée sur les grains, et qui s'ajoute à la contrainte extérieure (également d'origine capillaire) appliquée à la périphérie du trou lors d'une rupture provoquée. On supposera que toutes les forces capillaires ont la même norme et s'exercent suivant l'axe joignant les centres de chaque paire de grains en contact. On utilisera la définition classique dans les études des matériaux granulaires pour définir la contrainte à partir des forces de contact, à deux dimensions cette contrainte s'écrit :

$$\sigma_{ij} = -\frac{1}{S} \sum_{c \in S} F_{cap,i}^c b_j^c \quad (4.1)$$

4.8. APPLICATION DU CRITÈRE DE MOHR-COULOMB À UN FILM GRANULAIRE

où la somme s'effectue sur tous les contacts c dans le plan d'un film de surface S et \vec{b}^c est le vecteur reliant les centres de 2 particules au contact c . i et j sont des indices tensoriels.

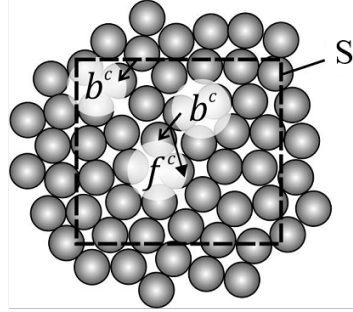


FIGURE 4.9 – Forces capillaires internes entre les particules du film, tiré de [2].

Nous avons représenté les forces internes entre les particules dues à la capillarité sur la Figure 4.9. Ces forces sont représentées sur une surface du film granulaire qui n'est pas en contact avec l'ouverture du film, on les qualifiera de forces ou contraintes internes. Les films étant des milieux granulaires à 2 dimensions et la contrainte interne s'appliquant dans l'axe de 2 particules, l'équation (4.1) s'écrit :

$$\sigma_{ii}^{cap} = \frac{1}{S} \sum_{c \in S} F_{cap,i}^c b_i^c \quad (4.2)$$

On note θ l'angle repérant l'orientation par rapport à i , de l'axe joignant les centres d'une paire de grains en contact. On peut alors noter :

$$\sigma_{ii}^{cap} = \frac{N_c}{S} \langle F_{cap}^c \cos \theta \cdot d \cdot \cos \theta \rangle_c \quad (4.3)$$

$$\sigma_{ii}^{cap} = \frac{N_c}{S} F_{cap}^c \cdot d \cdot \langle \cos^2 \theta \rangle_c \quad (4.4)$$

avec N_c le nombre total de contacts dans la surface définie.

En supposant que la distribution des contacts est isotrope dans le film granulaire, on a : $\langle \cos^2 \theta \rangle_c = \frac{1}{2\pi} \int_0^{2\pi} \cos^2 \theta \cdot d\theta = \frac{1}{2}$. On peut estimer le nombre de contacts N_c de la façon suivante :

$$N_c = N_{grains} \times \frac{Z}{2} = \frac{S_{grains}}{s_{grain}} \times \frac{Z}{2} = \frac{\varphi S}{\pi d^2/4} \times \frac{Z}{2} \quad (4.5)$$

On note : N_{grains} le nombre de grains dans la surface S , Z le nombre de contact par grains que l'on divise par 2 pour ne compter qu'une fois chaque contact entre 2 particules, S_{grains} la surface totale couverte par les grains, s_{grain} la surface d'un seul grain et φ la densité surfacique de grain sur la surface S . Dans le but d'alléger les notations, on pose : $\sigma_{ii}^{cap} = \sigma^{cap}$ pour la suite. En remplaçant N_c de l'équation (4.4) par son expression (4.5), on obtient :

$$\sigma^{cap,int} = \frac{\varphi Z F_{cap,int}^c}{\pi d} \quad (4.6)$$

Nous avons représenté sur la Figure 4.10 la contrainte s'appliquant à la périphérie d'un trou au centre d'un film granulaire après sa ponction. Cette contrainte s'exprime du centre de l'ouverture vers le bord d'un film et on choisit de l'aligner suivant un axe y , des coordonnées polaires seraient

4.8. APPLICATION DU CRITÈRE DE MOHR-COULOMB À UN FILM GRANULAIRE

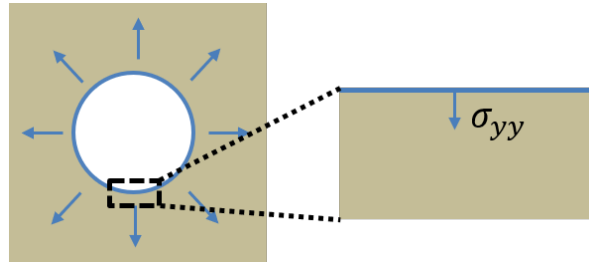


FIGURE 4.10 – Représentation schématique de la contrainte appliquée lors de la rupture d'un film granulaire.

plus adaptées, mais on fait l'hypothèse ici que la géométrie circulaire n'influence pas le comportement à l'ouverture du film granulaire. En considérant le système en deux dimensions, on peut écrire le tenseur des contraintes : $\bar{\sigma} = \begin{pmatrix} 0 & 0 \\ 0 & \sigma_{yy} \end{pmatrix}$, avec

$$\sigma_{yy} = \frac{F_{cap,bord}^c}{d} = \sigma^{cap,bord} \quad (4.7)$$

$F_{cap,bord}^c$ étant la force appliquée par le front de l'ouverture sur le bord du film.

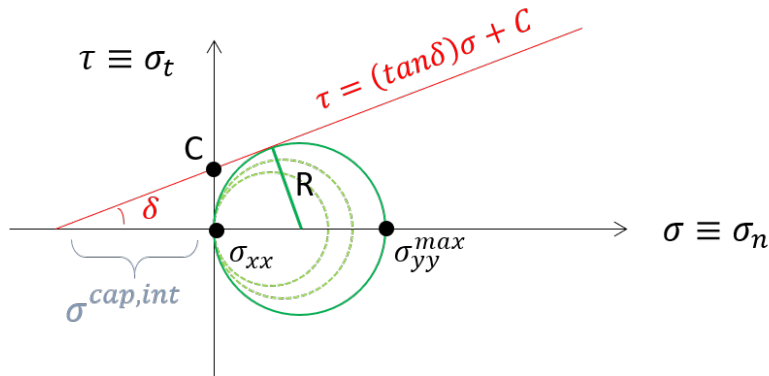


FIGURE 4.11 – Diagramme de contraintes d'un film granulaire percé dans le plan de Mohr (σ , τ). Le critère de rupture est représenté par la fonction affine tracée en rouge, les cercles de Mohr sont représentés en vert.

Nous avons représenté le diagramme des contraintes dans le plan de Mohr pour ce film granulaire percé sur la Figure 4.11. La cohésion C tire son origine des forces capillaires internes qui est une contrainte s'ajoutant à la contrainte d'ouverture du film. Puisque seule la composante σ_{yy} du tenseur des contraintes est non-nulle, le critère de Mohr-Coulomb nous donne directement $\sigma_{yy}^{max} = 2R$ où R est le rayon de cercle de Mohr à la rupture.

Cherchons à l'aide de ce diagramme à exprimer la condition de contrainte $\sigma^{cap,bord}$ pour laquelle un film granulaire serait amené à s'ouvrir soit lorsque $\sigma^{cap,bord} > \sigma_{yy}^{max}$. On a noté les contraintes internes au film granulaire dues à la capillarité $\sigma^{cap,int}$. Nous cherchons à exprimer σ_{yy}^{max} en fonction de $\sigma_{ii}^{cap,int}$ et des autres grandeurs de l'espace de Mohr afin de mieux apprécier la condition à l'ouverture d'un film.

Exprimons σ_{yy} avec d'autres paramètres du problème, on cherche une expression de R . Par trigonométrie, on a la relation : $\sin \delta = \frac{R}{\sigma^{cap,int} + R}$, ainsi, on exprime R :

4.8. APPLICATION DU CRITÈRE DE MOHR-COULOMB À UN FILM GRANULAIRE

$$R = \frac{\sin(\delta)\sigma_{ii}^{cap,int}}{1 - \sin(\delta)} \quad (4.8)$$

On obtient :

$$\sigma_{yy}^{max} = 2 \frac{\sin(\delta)\sigma^{cap,int}}{1 - \sin(\delta)} \quad (4.9)$$

En se rappelant de l'expression de $\sigma_{ii}^{cap,int}$ écrite à l'équation (4.6), on peut exprimer finalement la contrainte σ_{yy}^{max} que peut supporter un film granulaire sans se rompre en fonction des forces de cohésion dans le film :

$$\sigma_{yy}^{max} = 2 \frac{\sin(\delta)}{1 - \sin(\delta)} \frac{\varphi Z F_{cap,int}^c}{\pi d} \quad (4.10)$$

Donc, un film granulaire inhibe son ouverture si :

$$\sigma^{cap,bord} < 2 \frac{\sin(\delta)}{1 - \sin(\delta)} \frac{\varphi Z F_{cap,int}^c}{\pi d} = \sigma_{yy}^{max} \quad (4.11)$$

Surface Evolver nous a permis d'obtenir les informations des valeurs des forces dans un film granulaire que l'on ouvre en fonction de sa pression, que ce soit au bord de la zone de rupture du film ou dans loin du bord. Le logiciel travaille uniquement avec des valeurs adimensionnées.

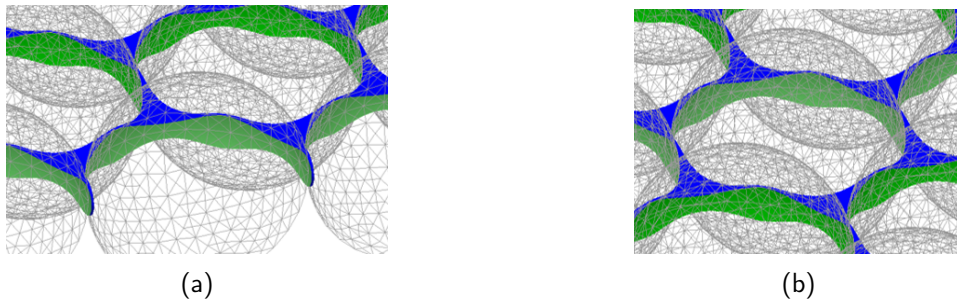


FIGURE 4.12 – Représentations graphiques de simulations Surface Evolver d'un film granulaire en réseau hexagonal. (a) : bord de l'ouverture du film ; (b) : région éloignée du bord.

Sur la Figure 4.12, nous avons représenté un film granulaire en réseau hexagonal (ou triangulaire). Les billes ont un angle de mouillage $\theta = 75^\circ$ avec le liquide. Sur la Figure 4.12a, les ponts liquides entre les grains prennent une forme particulière, les billes sur la gauche du dessin sont au voisinage d'un trou percé, on y calcule ici les forces capillaires issues du bord. Sur la Figure 4.12b, on a représenté un milieu supposé infini, c'est ici que l'on calcule les forces capillaires internes.

Nous avons représenté sur la Figure 4.13 les forces capillaires adimensionnées calculées par Surface Evolver pour le cas de grains au voisinage d'un film ouvert et de grains dans un film non ouvert. Il est mis en évidence que plus l'on diminue la pression du liquide dans un film, plus la force capillaire augmente, que ce soit au voisinage d'une ouverture ou loin de l'ouverture, dans le *bulk*. Ces forces ne nous permettent pas de conclure sur un critère de rupture d'un film granulaire. En prenant compte des résultats expérimentaux et en s'aidant du critère de Mohr-Coulomb, nous allons définir un critère de rupture (angle de frottement) prenant compte des forces de cohésion dans le *bulk* et au bord d'un trou pour deux angles de contact liquide-solide.

On remplace σ_{yy} par son expression tirée de (4.7), notre critère de résistance d'un film granulaire à l'ouverture exprimé à l'équation (4.10) peut se réécrire :

4.8. APPLICATION DU CRITÈRE DE MOHR-COULOMB À UN FILM GRANULAIRE

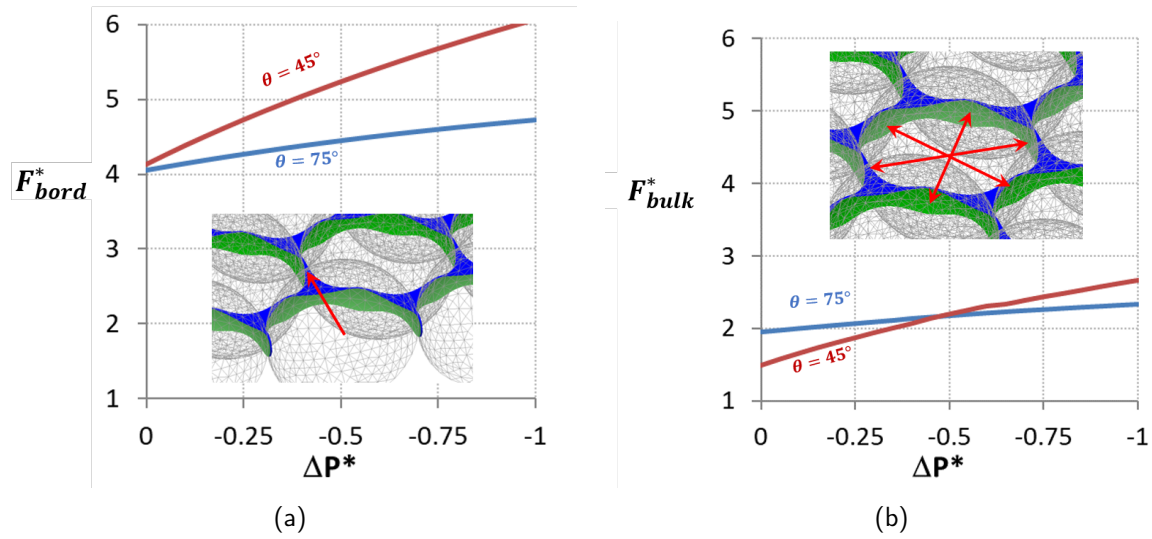


FIGURE 4.13 – Évolution des forces appliquées sur une particule d'un film granulaire dans un réseau hexagonal en fonction de la pression capillaire adimensionnée pour deux angles de contact. (a) : bord de l'ouverture du film, force projetée selon la direction perpendiculaire à l'ouverture ; (b) : région éloignée du bord, force calculée entre deux billes.

$$F_{cap,bord}^c / \left(2 \frac{\sin(\delta)}{1 - \sin(\delta)} \frac{\varphi Z F_{cap,int}^c}{\pi} \right) < 1 \quad (4.12)$$

Si ce critère est respecté, le film doit pouvoir inhiber son ouverture. Surface Evolver nous donne une mesure adimensionnée des forces capillaires internes et au bord de l'ouverture du film pour différentes valeurs de pression (également adimensionnées) imposées. Il est alors possible de faire le rapport de ces forces en fonction de $\Delta\tilde{P}$. Il nous reste à déterminer la valeur des autres paramètres constituant le pré-facteur devant $F_{cap,int}^c$ dans l'équation (4.12). On appellera ce préfacteur :

$$\alpha = 2 \frac{\sin(\delta)}{1 - \sin(\delta)} \frac{\varphi Z}{\pi} \quad (4.13)$$

En se rappelant que pour $\Delta\tilde{P} \simeq 0,3$ un film a une probabilité d'inhiber son ouverture de $\frac{1}{2}$ (Figure 4.8b), on trace en conséquence le rapport de ces deux forces en forçant $\frac{F_{cap,bord}^c}{\alpha F_{cap,int}^c}(\Delta\tilde{P} = -0,3) = 1$ sur le graphique tracé en Figure 4.14, on fixe le paramètre $\alpha \simeq 1,03$. Les simulations numériques ont été effectuées sur un système ayant un arrangement granulaire carré parfait et hexagonal. Chaque grain a 4 ou 6 voisins, donc $Z = 4$ ou 6 et la compacité vaut de ce fait $\varphi = \frac{\pi}{4}$ ou $\frac{\pi}{2\sqrt{3}}$, on détermine ainsi des valeurs de δ en fonction de la compacité et de l'angle de contact entre le liquide et les grains.

On lit sur les graphes de la Figure 4.14 une faible variation du ratio entre les deux forces avec $\Delta\tilde{P}$ pour les deux arrangements de grains étudiés. Le système est très sensible aux paramètres propres à la géométrie dessinée sur Surface Evolver. Expérimentalement, la densité surfacique de grains dans le film ainsi que le nombre de voisins par particule sont différents des simulations. De plus, en pratique, des grains peuvent se situer en dehors du plan horizontal et influencer sur le système surtout s'ils sont liés par des ponts capillaires. Ces simulations nous montrent que l'angle de contact liquide-solide a une faible influence sur le critère de rupture quelle que soit la géométrie choisie. On trouve un angle de frottement δ compris entre $21,8^\circ$ et $27,5^\circ$. Les milieux granulaires humides

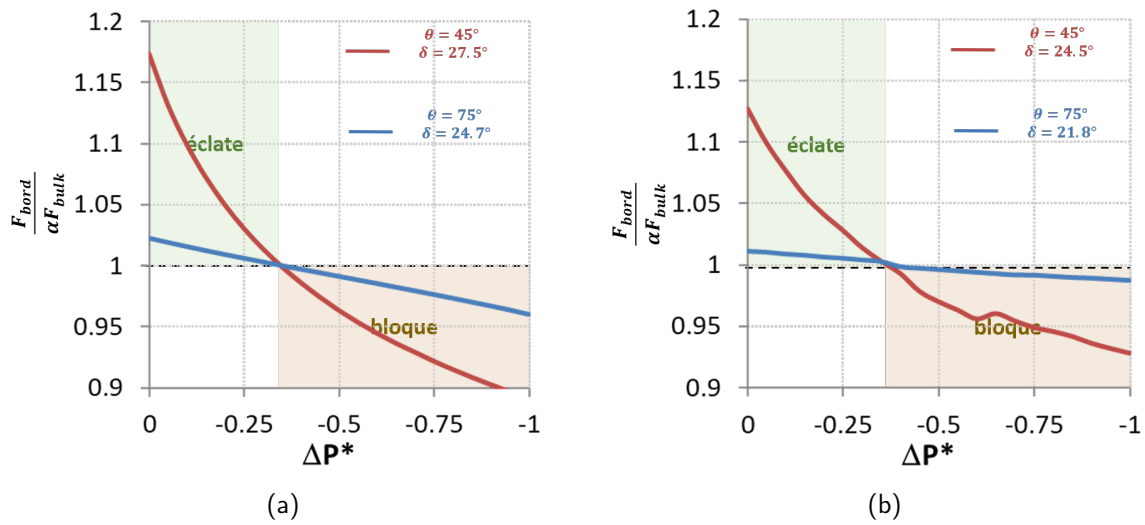


FIGURE 4.14 – Critère de résistance d'un film granulaire à l'ouverture en fonction de la pression adimensionnée suivant le critère de Mohr-Coulomb pour deux angles de contact liquide-grain. (a) réseau de grains carré ; (b) réseau hexagonal.

admettent en général un angle de frottement entre 20° et 30° , les valeurs numériques retrouvées sont cohérentes avec ce que l'on pouvait attendre pour un film granulaire. La détermination du critère de rupture numériquement se basant sur nos résultats expérimentaux permettraient de déterminer les valeurs de pression liquide à imposer pour inhiber l'ouverture d'un film granulaire pour une plus grande variété de taille de grains et d'angles de contact.

4.9 Films granulaires bidisperses

Jusqu'à présent, nous avons porté notre étude sur des films granulaires monodisperses : formés à partir d'une seule taille de particules. Durant ma thèse, j'ai co-encadré le stage de Paul Gauthier, stagiaire de M2. Lors de son stage, il a pu m'aider à finir de caractériser le comportement à la rupture de films granulaires. Nous est alors venu à l'idée de nous intéresser au cas de films bidisperses : formés à partir de deux tailles de particules différentes ayant un angle de contact similaire. Dans un film granulaire monodisperse, l'espace entre les particules dépend de leur taille et de leur arrangement dans l'espace. Dans nos films granulaires monodisperses observés jusqu'à présent, deux arrangements particuliers illustrés sur la figure 4.15 sont observés dans les régions sans lacune du réseau granulaire.

- Un arrangement triangulaire.
- Un arrangement carré.

L'intérêt d'utiliser deux tailles de particules serait de combler l'espace entre des particules de plus grande taille. On espère ainsi augmenter la compacité d'un film granulaire et changer sa résistance à la rupture en effectuant une nouvelle fois des expériences de rupture provoquées. Pour cela, on souhaite créer des films bidisperses constitués de deux tailles de particules, dont la taille de la plus petite particule doit s'insérer dans l'espace délimité par les grandes particules.

Dans le cas d'un arrangement carré, la distance H centre à centre entre ce que nous appelons les "seconds voisins" doit être égale à la somme du diamètre de la petite particule (d_c) et du diamètre des plus grandes particules (D). On trouve ce diamètre via le calcul suivant :

$$H^2 = D^2 + D^2 \Leftrightarrow H = D\sqrt{2} \quad (4.14)$$



FIGURE 4.15 – Images de régions d'un film granulaire constitué de billes de $141 \mu\text{m}$ de diamètre en arrangement triangulaire (a) et carré (b).

Comme H vaut également :

$$H = D + d_c \quad (4.15)$$

En remplaçant H par l'expression de l'équation 4.15 dans l'équation 4.14 on trouve alors d :

$$D\sqrt{2} = D + d \Leftrightarrow d = D(\sqrt{2} - 1) \quad (4.16)$$

En utilisant l'équation 4.16 on trouve que pour une particule de grande taille de $250 \mu\text{m}$ de diamètre, $d_c = 250 \times (\sqrt{2} - 1) = 103,5 \mu\text{m}$. On peut donc théoriquement insérer une particule de $103,5 \mu\text{m}$ de diamètre dans un réseau granulaire carré de billes de $250 \mu\text{m}$. Au vu des tailles de particules déjà étudiées, pour des grandes particules de $250 \mu\text{m}$, l'emploi de particule de $80 \mu\text{m}$ est tout indiqué.

Dans le cas d'un arrangement triangulaire, la hauteur h du triangle formé par les centres des particules de grande taille nous permet de déduire le diamètre maximum théorique de la petite particule (d_t). On trouve ce diamètre via le calcul suivant :

$$(D)^2 = h^2 + (D/2)^2 \Leftrightarrow h^2 = 3D^2/4 \Leftrightarrow h = D\sqrt{3}/2 \quad (4.17)$$

Le centre de la petite particule se trouve aux $\frac{2}{3}$ de la hauteur h , donc h vaut également :

$$\frac{2}{3}h = d/2 + D/2 \quad (4.18)$$

En remplaçant h par l'expression de l'équation 4.17 dans l'équation 4.18 on exprime alors d_t :

$$\frac{1}{3}D\sqrt{3} = d_t/2 + D/2 \Leftrightarrow d_t = \left(\frac{2}{\sqrt{3}} - 1\right)D \quad (4.19)$$

En utilisant l'équation 4.19 on trouve que pour une particule de grande taille valant $250 \mu\text{m}$ de diamètre, $d_t = \left(\frac{2}{\sqrt{3}} - 1\right) \times 125 \simeq 40 \mu\text{m}$. On peut donc théoriquement insérer une particule de $40 \mu\text{m}$ tout au plus dans cette configuration triangulaire. Au vu des tailles de particules déjà étudiées, pour des grandes particules de $250 \mu\text{m}$, en utilisant les plus petites particules de $80 \mu\text{m}$, celles-ci vont alors écarter les particules de $250 \mu\text{m}$ pour s'insérer entre elles.

En utilisant des plus grandes particules de $590 \mu\text{m}$ de diamètre et en réalisant une application numérique de l'équation 4.19, on trouve un diamètre de particules de petite tailles $d \simeq 91 \mu\text{m}$. Il

4.9. FILMS GRANULAIRES BIDISPERSÉS

serait alors possible de former un film granulaire bidisperse à partir de billes de 590 μm et de 80 μm . Toutefois, les films granulaires formés exclusivement avec des particules de 590 μm de diamètre ne voient pas d'évolution de leur façon de rompre avec la pression liquide. Nous trouvons alors plus intéressant d'étudier des films granulaires bidispersés formés à partir de particules de 250 μm et 80 μm .

P. Gauthier a ainsi mené des expériences consistant à former des films granulaires bidispersés dans le but de sonder leur résistance à l'ouverture en les perçant à la pression liquide souhaitée après avoir effectué un pré-cycle. Comme évoqué précédemment, la valeur ΔP_{PC} du pré-cycle dépend de la taille de la particule choisie, nous avons décidé d'effectuer le pré-cycle avec la valeur ΔP_{PC} des particules de 80 μm à savoir -560 Pa. Cette valeur de pré-cycle a deux objectifs :

1. Lever l'hystérèse d'angle de contact aussi bien sur les particules de 250 μm que sur celles de 80 μm dans le film bidisperse. Nous pensons que si l'on choisit la valeur de pré-cycle des particules de 250 μm nous ne levons cette hystérèse que pour les particules de 250 μm et nous aurions donc des résultats moins répétables et plus dispersés comme précédemment observé.
2. Vérifier que le film granulaire ne s'ouvrira pas de manière spontanée avant les -560 Pa puisque l'on rappelle que les films granulaires monodispersés de 250 μm peuvent s'ouvrir spontanément du fait de l'apparition de film liquide fin aux alentours de -300 Pa comme mis en évidence sur la Figure 3.16.

Les films bidispersés formés sont tous restés intacts durant le pré-cycle. L'incorporation de particules de plus petite tailles a permis d'augmenter la stabilité du film, là où un film granulaire monodisperse de 250 μm aurait pu se rompre spontanément. De plus, nous avons remarqué que comme pour les films monodispersés, nous avons des dispositions de particule triangulaires et en carré. La différence ici étant que ces dispositions sont moins compactes. En effet, dans la pratique la particule de 80 μm qui s'insère dans un espace entre des billes de 250 μm les écarte afin de pouvoir s'y insérer.



FIGURE 4.16 – Image d'un film granulaire bidisperse de billes de 80 μm et 250 μm de diamètre dans lequel on peut voir les particules de 250 μm se disposer de sorte à former un triangle (a) ou un carré (b) dans lequel une particule de 80 μm vient s'insérer.

La figure 4.16 montre des particules de 80 μm enchâssées dans les deux configurations.

En comparant les figures 4.15 et 4.16, on voit que comme nous l'avons prévu, une bille de 80 μm s'insère parfaitement dans un arrangement carré, mais écarte les particules de 250 μm afin de s'insérer dans l'arrangement triangulaire.

4.9. FILMS GRANULAIRES BIDISPERSÉS

Initialement nous voulions préparer des films granulaires bidispersés avec une fraction surfacique de particules de 250 μm égale à celle des 80 μm . Nous souhaitions que sur la surface des billes, 50% soit occupée par chaque taille de particules de sorte que cette fraction surfacique soit un paramètre fixé et que seule la pression d'ouverture varie. Dans ce but, nous avons préparé des contenants dans lesquels nous avons pesé au préalable la quantité de particules de chaque taille pour arriver à ces fractions surfaciques. Nous avons donc cherché un coefficient pour atteindre ce ratio entre la masses de particules de 80 μm pour une masse de particules de 250 μm donnée :

$$S_{80} = S_{250} \Leftrightarrow n_{p80} \times \pi \left(\frac{d_{80}}{2} \right)^2 = \pi \left(\frac{d_{250}}{2} \right)^2 \quad (4.20)$$

Avec n_{p80} le nombre de particules de 80 μm à avoir pour une particule de 250 μm pour égaler la surface d'une particule de 250 μm ; S_{80} et S_{250} respectivement les surfaces d'une particule de 80 μm et de 250 μm ; d_{80} et d_{250} les diamètres des particules de 80 μm et de 250 μm . En simplifiant la relation donnée par l'équation 4.20 pour trouver le n_{p80} on obtient :

$$n_{p80} = \left(\frac{d_{250}}{d_{80}} \right)^2 > 1 \quad (4.21)$$

En parallèle on pose que la masse totale à peser de particules 250 μm vaut :

$$M_{250} = N \times m_{250} = N \times \frac{4}{3} \pi \rho \times \left(\frac{d_{250}}{2} \right)^3 \quad (4.22)$$

Avec M_{250} la masse totale de particules de 250 μm à peser, N le nombre de particules de 250 μm contenue dans la masse totale, m_{250} la masse d'une bille et ρ la masse volumique d'une particule de polystyrène.

En procédant de la même façon on pose la masse totale de particule de 80 μm à peser :

$$M_{80} = n_{p80} \times N \times m_{80} = n_{p80} \times N \times \frac{4}{3} \pi \rho \times \left(\frac{d_{80}}{2} \right)^3 \quad (4.23)$$

Avec M_{80} la masse totale de particules de 80 μm à peser, N le nombre de particules de 250 μm contenue dans la masse totale, m_{80} la masse d'une particule de 80 μm . On obtient donc ainsi la masse des particules de 80 μm à peser en fonction de celle des 250 μm :

$$M_{80} = n_{p80} \times \frac{m_{80}}{m_{250}} \times M_{250} \quad (4.24)$$

On remplace n_{p80} par le rapport trouvé dans l'équation 4.21, la masse d'une particule de 80 μm par le volume d'une particule de 80 μm multiplié par la masse volumique d'une particule de 80 μm et la masse d'une particule de 250 μm par le volume d'une particule de 250 μm multiplié par la masse volumique d'une particule de 250 μm . On obtient alors l'équation suivante à partir de l'équation 4.24 :

$$M_{80} = \left(\frac{d_{250}}{d_{80}} \right)^2 \times \frac{\rho \times \frac{4}{3} \pi \left(\frac{d_{80}}{2} \right)^3}{\rho \times \frac{4}{3} \pi \left(\frac{d_{250}}{2} \right)^3} \times M_{250} \quad (4.25)$$

On simplifie ensuite cette équation ce qui nous donne l'expression de la masse totale de particules de 80 μm à peser selon la masse totale de billes de 250 μm pesée :

4.9. FILMS GRANULAIRES BIDISPERSÉS

$$M_{80} = \frac{d_{80}}{d_{250}} \times M_{250} \quad (4.26)$$

Pour avoir une fraction surfacique égale de particule de 250 μm et de 80 μm , il faut donc peser 3,125 g de particule de 250 μm pour 1 g de particule de 80 μm ce que nous avons fait lors de la préparation de nos contenants.

Bien qu'en théorie, nous devons avoir les fractions surfaciques égales, en pratique nous subissons un phénomène de ségrégation de taille lors de la manipulation du contenant. Les fractions surfaciques sont alors très variables : $4,5\% < \varphi_{250} < 63\%$ avec φ_{250} la fraction surfacique de particule de 250 μm présent dans le film bidisperse. Nous avons en conséquence modifié nos objectifs et avons décidé d'étudier l'influence de la fraction surfacique des particules de 250 μm sur le comportement d'ouverture de films granulaires pour une valeur de dépression fixe.

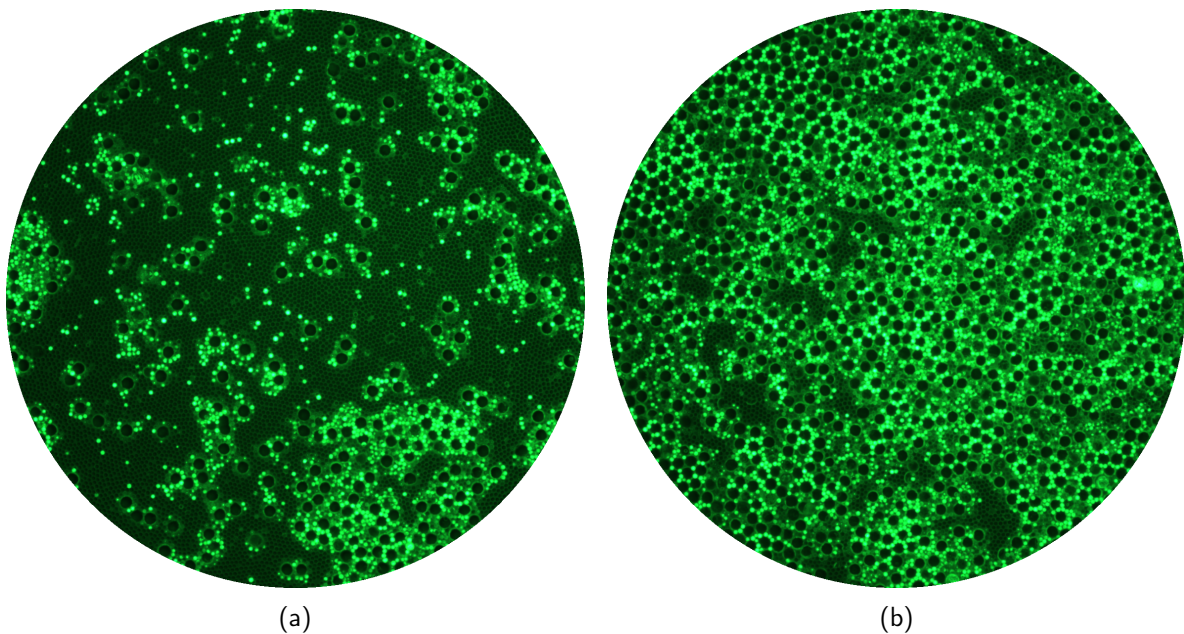


FIGURE 4.17 – Images de films granulaires bidispersés 80-250 μm à $\Delta P = 0$ Pa après un pré-cycle $\Delta P_{PC} = \Delta P_{PC80} = -560$ Pa ayant des fractions surfaciques de particule de 250 μm différentes : (a) 14,5% et (b) 46,3%. Les particules de 80 μm comme celles de 250 μm apparaissent en noir ou en vert très lumineux.

Sur la Figure 4.17 nous avons sélectionné deux films bidispersés pour exemple de φ_{250} différents. On remarque un nombre de points très lumineux important qui sont des particules de 80 μm . On en trouve un plus grand nombre au voisinage de billes de 250 μm .

La différence de taille des billes et la condition de raccordement de liquide à l'angle de contact liquide-solide font que certaines particules de 80 μm vont se retrouver en dehors du plan médian des particules de 250 μm .

Le schéma en Figure 4.18 peut aider à la compréhension. Notre protocole de préparation par dépôt des particules à la surface d'un radeau ne permet pas d'obtenir une symétrie haut-bas de la disposition des petites billes dans le film granulaire.

Les films granulaires étant tous percés à la même pression d'ouverture, il a été choisi d'ouvrir nos films à -120 Pa. En effet, comme le montre la figure 4.6b, à cette pression les films monodispersés de 80 μm ont un comportement d'éclatement (0,1 de probabilité d'inhiber l'ouverture, soit juste au début de la transition) tandis que les films monodispersés de 250 μm ont quand à eux un

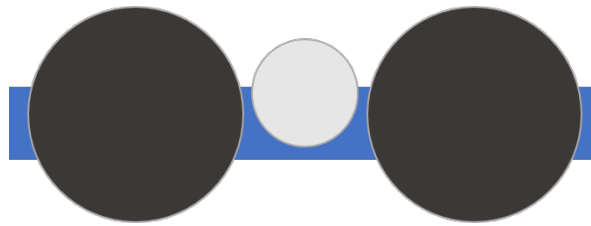


FIGURE 4.18 – Schéma en vue de côté de la disposition hypothétique d'une bille de 80 µm (gris clair) entre deux billes de 250 µm (noires) dans un film bidisperse pour des billes d'un même angle de contact à $\Delta P = 0$ Pa.

comportement de blocage (probabilité d'inhiber l'ouverture égale à 1).

Étant donné qu'il est fastidieux de compter pour chaque film granulaire le nombre de particules de 250 µm, nous avons une nouvelle fois eu recours à des techniques d'analyse d'image. Nous avons adapté notre algorithme de détection de particules pour relever la fraction surfacique de billes de 250 µm de diamètre dans un film. P. Gauthier a conçu une routine de traitement d'images en utilisant le logiciel ImageJ qui permet de compter les particules de 250 µm. Le script de traitement d'image par ImageJ exécute les étapes suivantes :

1. Importer l'image du film granulaire à étudier.
2. Appliquer un masque qui conserve uniquement l'intérieur du film granulaire. Ce masque sera le même pour tous les films traités (même position sur l'image et même taille S_{mask}).
3. Passer l'image en 8 bit (on aura alors l'image en nuance de gris).
4. Augmenter le contraste localement par blocs de 30 pixels (car une particule de 250 µm correspond à un peu plus de 20 pixels sur nos images).
5. Appliquer un flou gaussien de la taille caractéristique des petites particules afin de ne distinguer que les grandes.
6. Utiliser la fonction "*Threshold*" (seuillage) permettant de discriminer les contours des particules de 250 µm.
7. Utiliser la fonction "*analyze particles*" en excluant les cercles faisant moins de 5 pixels de diamètre (correspondant aux particules de 80 µm sur nos images) afin de récupérer dans un fichier texte les positions des centres des cercles délimitant les particules de 250 µm. Nous connaissons ainsi le nombre N_{250} de particules de 250 µm présentes sur la surface S_{mask} et calculons alors la fraction surfacique $\varphi_{250} = \frac{N_{250}\pi(d_{250}/2)^2}{S_{mask}}$.

Une fois ce traitement appliqué, un script python associe l'image du film granulaire avec le fichier contenant les positions des particules fourni par ImageJ et trace alors des cercles rouges autour de ces particules. Ces cercles nous permettent de contrôler visuellement la qualité de la détection de particules. Nous obtenons alors les figures présentées dans la figure 4.17.

Pour une même pression d'ouverture ($\Delta P = -120$ Pa) et en faisant varier φ_{250} sur plus d'une vingtaine d'expériences nous avons obtenu les résultats reportés dans la table 4.2 :

Ces résultats sont repris dans la Figure 4.19 sous la forme d'un graphique traçant l'influence de la fraction surfacique des particules de 250 µm sur le comportement d'ouverture du film granulaire bidisperse. Le point à 0% de fraction surfacique de particules de 250 µm correspond au comportement des films granulaires monodisperses de 80 µm à -120 Pa et le point à 91% au comportement des films granulaires monodisperses de 250 µm à -120 Pa (91% étant le maximum de compacité théorique comme dit dans la partie 1.3.1).

4.9. FILMS GRANULAIRES BIDISPÉRSES

TABLE 4.2 – Résultats des expériences d'ouverture de films bidisperses. Avec ϕ_{250} la fraction surfacique de billes de 250 μm dans un film.

ϕ_{250} interval	0% – 20%	20% – 40%	40% – 60%	60% – 64%
$\phi_{250\text{moy}}$ [%]	12	33	51	62
écart-type sur $\phi_{250\text{moy}}$ [%]	2,5	4	5	1,5
ouverture moyenne	0,3	0,42	0,64	1
écart-type sur ouverture	0,27	0,38	0,48	0

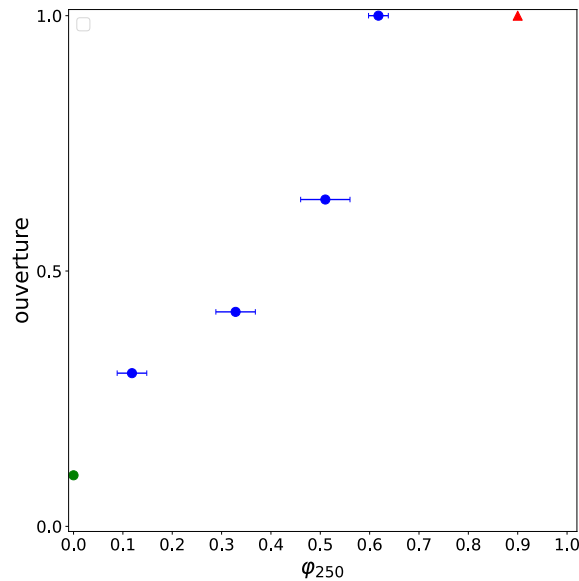


FIGURE 4.19 – Influence de la fraction surfacique des particules de 250 μm (ϕ_{250}) sur le comportement d'ouverture d'un film granulaire bidisperse 80-250 μm à $\Delta P = -120$ Pa.

Durant toutes les expériences effectuées avec un pré-cycle de -560 Pa, nous n'observons pas de rupture spontanée chez les films granulaires bidisperses 80-250 μm . Pour rappel (Figure 3.16), les films granulaires monodisperses formés avec des billes de 250 μm s'ouvrent de façon spontanée à partir d'une dépression $\Delta P_c = -300$ Pa. Ce constat nous permet déjà d'attester de la hausse de la stabilité du film granulaire monodisperse de 250 μm en y ajoutant des particules de 80 μm .

En analysant le graphe de la Figure 4.19, on remarque dans un premier temps qu'il y a une transition du comportement d'ouverture de l'éclatement vers le blocage lorsque l'on augmente ϕ_{250} . En augmentant ϕ_{250} on stabilise donc davantage le film granulaire à une même pression d'ouverture de -120 Pa.

Afin d'interpréter au mieux ces résultats, nous avons représenté les courbes bilan des expériences d'ouverture de film granulaire monodisperse de 80 et 250 μm de la Figure 4.6b. Ces deux courbes bilan sont représentées sur la Figure 4.20 avec une ligne verticale bleue se situant à la pression d'ouverture des films bidisperse : $\Delta P = -120$ Pa. En comparant les Figures 4.19 et 4.20, on se rend compte que dès $\phi_{250} = 10\%$, on se situe à une moyenne d'ouverture de 0,3 ce qui signifie que l'on a déjà commencé la transition. Pour la courbe verte (80 μm uniquement) à -120 Pa, la probabilité d'inhiber l'ouverture relevée est de 0,1. En moyenne, un film bidisperse a plus de chance d'inhiber une ouverture provoquée qu'un film monodisperse de 80 μm . De plus, à environ $\phi_{250} = 50\%$, on a une probabilité de blocage d'ouverture de 0,6. En regardant encore la courbe des films formés à partir de billes de 80 μm , on voit que pour atteindre la même probabilité d'inhibition

4.9. FILMS GRANULAIRES BIDISPERSÉS

d'ouverture, il faudrait descendre la pression 200 Pa plus bas. On tend donc plus rapidement vers des systèmes adoptant un comportement solide à la rupture en ayant un film granulaire bidisperse que pour un film monodisperse de particules de 80 μm .

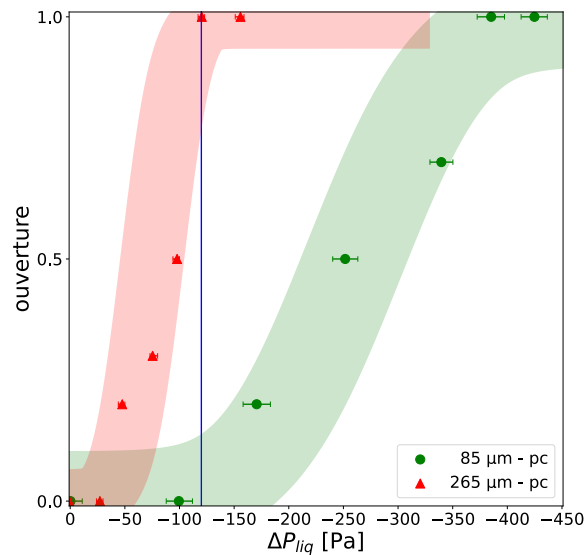


FIGURE 4.20 – Influence de la pression liquide et de la taille des particules avec un pré-cycle sur l'ouverture d'un film granulaire. En rouge (triangles) : particules de 250 μm et en vert (ronds) : particules de 80 μm . La ligne bleue est tracée à -120 Pa.

Pour résumer, les films granulaires bidispersés de 80-250 μm sont plus stables que leurs analogues monodispersés : ils offrent une meilleure résistance aux ouvertures spontanées tout en inhibant l'ouverture pour de plus faibles dépressions de liquide imposées. Nous n'avons pas pu quantifier la valeur de pression de l'ouverture spontanée de ces films. Nous nous sommes heurté à une limite expérimentale de la même manière que pour les films monodispersés de particules de 80 μm (le poreux désature avant d'atteindre la pression pour laquelle les ouvertures spontanées seraient observées). En outre, l'inhibition de l'ouverture de ces films augmente proportionnellement avec la fraction surfacique des particules de 250 μm . Utiliser deux tailles de particules permet donc d'étendre le domaine de stabilité, soit en décalant la zone de comportement d'ouverture partielle vers des dépressions moins importantes et en décalant l'apparition d'ouverture spontanée vers des dépressions plus importantes.

L'étude des films bidispersés a été menée pour une valeur de pression donnée. P. Gauthier a pu vérifier que les films bidispersés s'ouvrent totalement pour de petites valeurs de dépression liquide et bloquent leur ouverture pour de fortes valeurs. À partir de nos connaissances sur les films granulaires, nous avons projeté sur la Figure 4.21 un schéma bilan du comportement des films bidispersés.

La bidispersité tend à montrer que, comme pour les matériaux composites qui associent les avantages de deux types de matériaux, les avantages des deux tailles de particules sont associées dans les films granulaires. En effet ces films bidispersés ont à la fois l'avantage des films monodispersés de 80 μm de résister à de basses pressions dans le film liquide sans s'ouvrir de façon spontanée et à la fois l'avantage des films monodispersés de 250 μm de ne pas avoir à descendre très bas en pression liquide pour inhiber l'ouverture (par rapport à une rupture provoquée) et donc stabiliser le film granulaire.

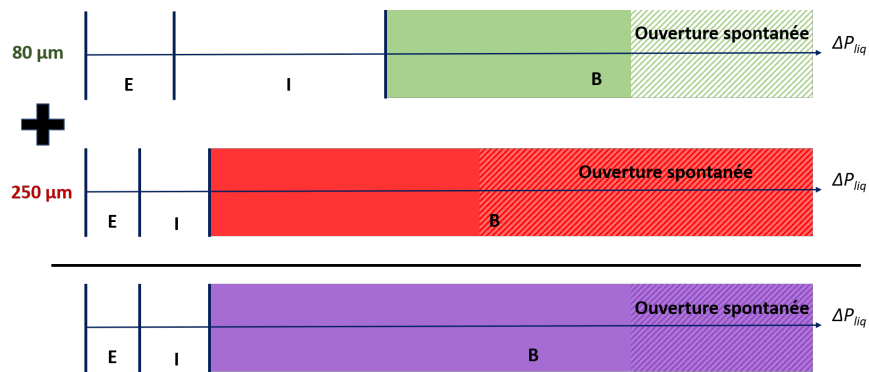


FIGURE 4.21 – Schéma de découpe en intervalles des différents types d'ouvertures rencontrés dans les expériences de rupture de films granulaires pour deux tailles de particules en fonction de ΔP_{liq} . E : régime d'éclatement ; I ; intermittent ; B : blocage. La somme représente la formation de film bidisperse (en violet) à partir de ces deux tailles.

Chapitre 5

Étude vibratoire de films granulaires

Après avoir caractérisé les régimes d'ouverture de films granulaires en fonction des forces capillaires dans le système, nous avons réalisé une nouvelle étude expérimentale visant à caractériser les propriétés vibratoires d'un film granulaire. Pour ce faire, nous avons utilisé le dispositif expérimental décrit au paragraphe 2.2.7 que nous avons développé. Une longue phase d'essai de ce dispositif et de recherche de protocole expérimental a été nécessaire avant d'acquérir des résultats exploitables. Nous allons décrire les protocoles expérimentaux mis en oeuvre pour étudier les propriétés vibratoires des films granulaires ainsi que nos motivations derrière les choix effectués.

5.1 Membrane tendue en vibration, film de savon et radeau granulaire

Les films granulaires que nous formons ont une faible épaisseur si on la compare avec leur diamètre. Ils sont également circulaires, ce qui leur donne des points communs au moins géométriques avec les membranes circulaires : des surfaces circulaires dont l'épaisseur est négligeable voire considérée comme nulle. Les propriétés vibratoires des membranes ont été largement étudiées et caractérisées dans le cas de membranes solides pour différents matériaux. Ces membranes sont étudiées depuis plusieurs siècles notamment pour la conception d'instruments de musique à percussion ou de haut-parleurs. Nous nous intéressons au cas des membranes circulaires soumises à des ondes stationnaires. Cela peut constituer un cas modèle pour l'étude des vibrations d'une membrane de tambour ou du tympan par exemple. De tels objets ont une épaisseur et une masse volumique (ou surfacique) uniforme et sont attachés à un cadre rigide (condition d'encastrement au bord). En soumettant une membrane circulaire à des ondes stationnaires transverses à certaines fréquences, on peut témoigner de modes de résonance (ou modes propres). Ces modes sont reconnaissables car une membrane prend une forme particulière lorsqu'excitée à ces fréquences propres. Il est possible de caractériser analytiquement la vibration d'une membrane en résolvant une équation d'onde à deux dimensions. Dans la suite du manuscrit, nous détaillerons les modèles mathématiques permettant de décrire une membrane circulaire mince. Les démonstrations sont tirées du livre de N.H. Asmar [3]. Ce cas particulier peut être résolu grâce aux fonctions de Bessel, découvertes par Daniel Bernoulli puis généralisées par Friedrich Bessel.

Ces fonctions existent sous deux formes : les fonctions de Bessel de première espèce qui sont définies en $x = 0$, elles sont notées J_n ; et les fonctions de seconde espèce dont les solutions ne sont pas définies en 0, elles sont notées Y_n . Pour les membranes circulaires soumises à des vibrations, leurs modes propres de vibration sont définis par des fonctions de Bessel de première espèce, des J_n .

L'équation qui définit la vibration d'une membrane sans dissipation s'écrit :

$$\frac{\partial^2 u}{\partial t^2} - c^2 \Delta u = 0 \quad \text{pour } (x, y) \in \Omega \quad (5.1)$$

Avec u le déplacement en un point de la membrane induit par la vibration et Ω la surface de la membrane.

De par la géométrie circulaire de la membrane de rayon a , on exprime u suivant les coordonnées cylindriques (r, θ, z) . De par la symétrie circulaire du système, u ne dépend pas de l'angle θ . L'équation 5.1 s'écrit alors :

$$\frac{\partial^2 u}{\partial t^2} = c^2 \left(\frac{\partial^2 u}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial u}{\partial r} \right) \quad \text{pour } 0 \leq r < a \quad (5.2)$$

Par séparation des variables, on écrit :

$$u(r, t) = R(r)T(t) \quad (5.3)$$

En substituant 5.3 dans 5.2, on obtient :

$$\frac{T''(t)}{c^2 T(t)} = \frac{1}{R(r)} \left(R''(r) + \frac{1}{r} R'(r) \right) \quad (5.4)$$

5.1. MEMBRANE TENDUE EN VIBRATION, FILM DE SAVON ET RADEAU GRANULAIRE

Le membre de gauche de l'équation 5.4 ne dépend pas de r et le membre de droite ne dépend pas de t . Ainsi, les deux composantes doivent être égales à une constante β . Ce qui nous permet d'écrire les équations :

$$T''(t) = c^2 \beta T(t) \quad (5.5)$$

$$\frac{R''(r)}{R(r)} + \frac{1}{r} \frac{R'(r)}{R(r)} = \beta \quad (5.6)$$

L'équation dépendant de t obtenue admet différents types de solutions en fonction de la valeur de β . Pour $\beta < 0$, les solutions de l'équation 5.5 sont périodiques, ce que nous recherchons puisque nous étudions une membrane en oscillation. En posant $\beta = -k^2$, $T(t)$ a pour expression : $T(t) = A \cos(ckt) + B \sin(ckt)$.

Pour l'équation dépendant de r , c'est un cas particulier de l'équation différentielle de Bessel et sa solution est une fonction de Bessel d'ordre 0, on note : $R(r) = J_0(kr)$.

Pour une membrane encastrée au bord, son déplacement au bord est identique à celui de son support. Pour simplifier la notation, nous considérons un support immobile (pas de forçage), ainsi, on écrit la condition limite suivante : $R(r = a) = J_0(ka) = 0$. Les fonctions de Bessel J_0 admettent un nombre infini de racines positives notées : χ_{0n} avec $n \in \mathbb{N}^*$. Sachant que $ka = \chi_{0n}$, on écrit : $R(r) = J_0\left(\frac{\chi_{0n}}{a}r\right)$.

Ici, c représente la célérité de la déformation transverse des ondes stationnaires sur la membrane. Pour une membrane ayant une tension surfacique (γ_{eff}) et une distribution massique surfacique (σ) uniforme, on note :

$$c = \sqrt{\frac{\gamma_{eff}}{\sigma}} \quad (5.7)$$

Les modes propres d'une membrane axisymétrique en oscillation apparaissent pour les pulsations propres $\omega_{0n} = k_{0n}c = \frac{\chi_{0n}}{a}c$. Elles apparaissent aux racines des fonctions de Bessel J_0 . Nous les avons représentés sur la Figure 5.1.

Les propriétés vibratoires de films de savon ont également été étudiées depuis la fin du XIX^e siècle notamment par J.W.S. Rayleigh [39] qui considérait les films de savon comme des membranes classiques. G.I. Taylor a par la suite au milieu du XX^e siècle montré expérimentalement l'existence de différents modes de vibration transverses sur un film de savon [47]. Les deux interfaces air-liquide de part et d'autre d'un film pouvaient vibrer de façon antisymétrique ou symétrique, particularité propre à ces objets. La vibration des films de savon s'avère plus complexe que celle des membranes solides de par la présence de ces deux interfaces. L'influence de l'épaisseur de liquide a été étudiée et des études ont montré qu'un film pouvait s'auto-adapter lorsque soumis à des vibrations et admettre une variation de son épaisseur entre ventres et nœuds [9]. Ce phénomène complexifie encore une fois le système qui peut être modélisé comme un milieu composé de masselottes reliées par des ressorts comme présenté par A. Boudaoud *et al.* [9].

En fonction de l'amplitude de vibration imposée à un film de savon, il est possible de le voir se rompre. W. Drenckhan *et al.* ont étudié ce phénomène [16] et ont montré qu'une rupture est la conséquence du phénomène d'auto-adaptation. Pour de fortes amplitudes, l'épaisseur du liquide aux ventres peut augmenter, diminuant la quantité de liquide aux nœuds jusqu'à former des gouttes.

Dans le but d'étudier l'atténuation des vibrations dans une mousse liquide, S.K. Acharige *et al.* ont étudié les propriétés vibratoires de films de savon [25, 1]. Ils ont notamment pu déterminer la relation de dispersion complexe d'un film de savon circulaire soumis à des ondes stationnaires transverses. Il a été montré que l'atténuation des déformations était due à la dissipation visqueuse

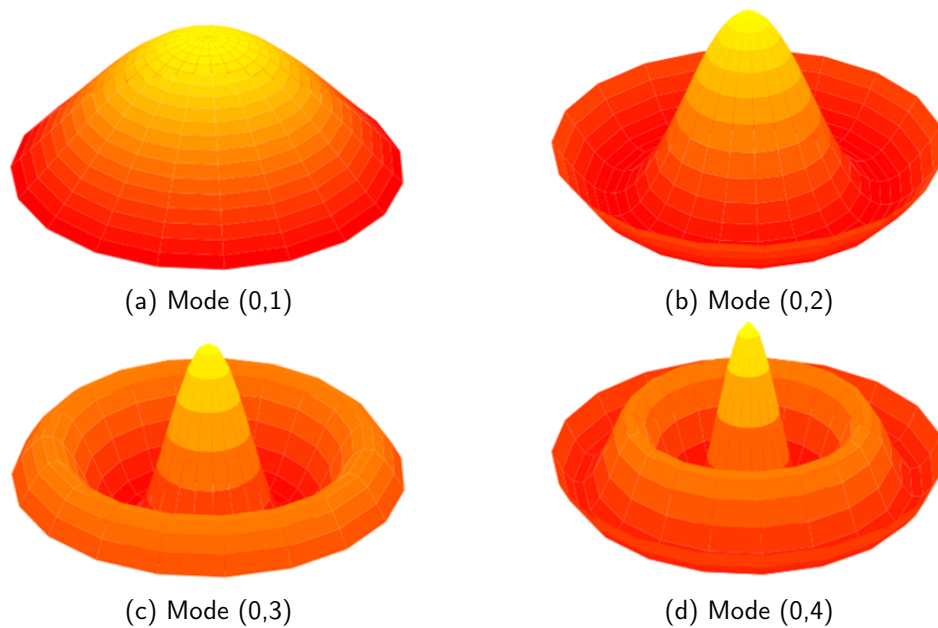


FIGURE 5.1 – Modes propres d'une membrane mince circulaire soumise à des ondes stationnaires.

causée par l'air environnant le film. Les méthodes expérimentales utilisées lors de leurs études nous ont inspirés pour réaliser l'étude des propriétés vibratoires de films granulaires.

Comme nous avons pu le voir précédemment, la présence de particules aux interfaces change le système. Les films granulaires ont une phénoménologie d'ouverture bien distincte des films de savon, ce sont des milieux granulaires humides à grande densité surfacique ($\varphi > \varphi_{RCP}$). Aucune étude expérimentale n'a été effectuée à ce jour sur les propriétés vibratoires de ces objets. Des études expérimentales ont été menées sur les propriétés vibratoires de radeaux de particules par C. Planchette *et al.* [38]. Elles ont montré que la présence de grains à l'interface à des fractions supérieures à φ_{RCP} affectaient fortement les propriétés de surface. En particulier, elles ont mesuré une diminution de la tension de surface effective, les grains jouent un rôle de tensioactifs solides. De plus, elles ont démontré expérimentalement que la présence de grains sur une interface diminuait son module d'élasticité indépendamment de la taille des particules ou de leur angle de contact avec la phase liquide. Également, la rigidité de flexion de l'interface augmente de par la présence de grains et d'autant plus que les grains sont grands.

Il serait possible de se reposer sur les résultats de ces études expérimentales afin de comparer les propriétés vibratoires des films granulaires avec celles de films de savon et de radeaux de particules.

5.2 Préparation d'un film granulaire et vérification des hypothèses du modèle de vibration d'une membrane tendue

De la même manière que nous avons effectué un pré-cycle de variation de pression liquide lors de notre étude sur l'ouverture des films granulaires, nous souhaitons avoir des objets similaires pour l'étude de leurs propriétés vibratoires. Nous débutons une nouvelle fois par un pré-cycle de variation de pression liquide à la valeur convenant à la taille de grains constituant un film. Les expériences de vibration ajoutent des difficultés et questions supplémentaires quant à la préparation et la méthode d'étude des échantillons. En rhéologie, il est d'usage d'effectuer un cisaillement afin de débiter les expériences dans un même état et de s'affranchir de la façon dont le fluide a été versé dans

5.2. PRÉPARATION D'UN FILM GRANULAIRE ET VÉRIFICATION DES HYPOTHÈSES DU MODÈLE DE VIBRATION D'UNE MEMBRANE TENDUE

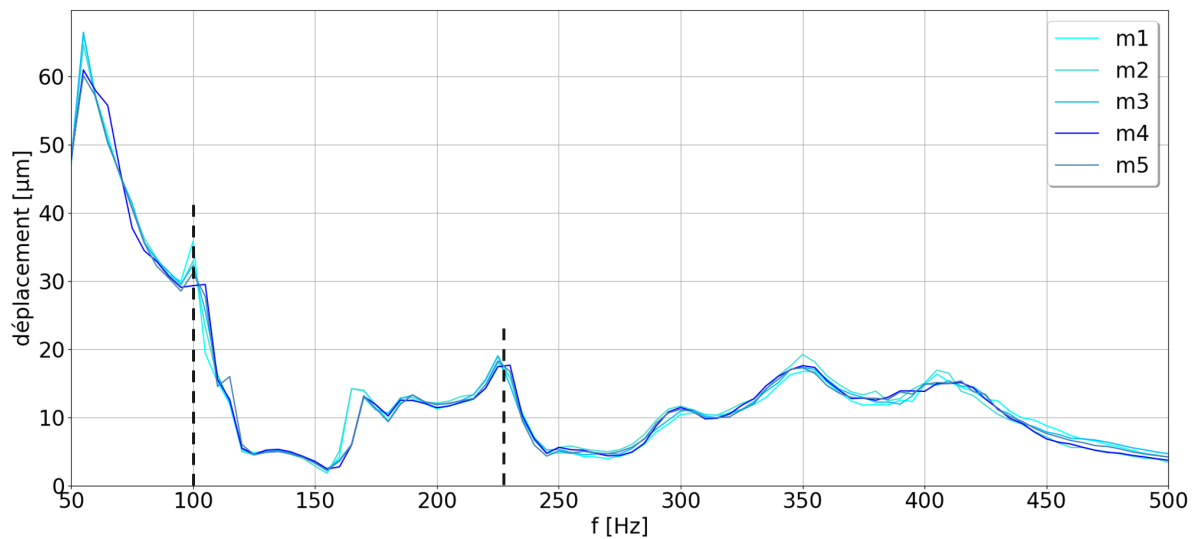


FIGURE 5.2 – Mesure de déplacement au centre du film pour différentes valeurs de fréquence d'excitation à accélération constante.

le récipient. Si les films granulaires que nous formons se ressemblent de par leur compacité, nous avons vu que lors de leurs formations, ils n'étaient pas symétriques par rapport à l'horizontale. Le pré-cycle permet de symétriser les lignes d'accroche en dessous et au-dessus d'un film. Faire vibrer un film pourrait également engendrer des déplacements de particules dans le film. Avant de faire nos mesures sur un film, il semble nécessaire de le solliciter par des vibrations pour limiter le plus possible ces déplacements incontrôlés ou non désirés lors de nos études.

En s'aidant d'une mire conçue sur mesure pour notre dispositif, nous pouvons repérer le centre géométrique d'un film granulaire et positionner le laser du vibromètre en ce point. Une fois un film granulaire formé, nous faisons déplacer le laser en ce centre et réalisons des premiers essais de balayages fréquentiels à accélération constante. On définit une amplitude sur le générateur et on alimente le pot vibrant qui vibrera en respectant une accélération (presque) constante peu importe la fréquence d'excitation imposée comme on peut le voir sur la Figure 5.3.

Sur la Figure 5.2 nous avons tracé le déplacement en μm au centre d'un film granulaire formé de grains de $143 \mu\text{m}$ de diamètre et 80° d'angle de contact avec la solution liquide. Le film granulaire était à pression atmosphérique ($\Delta P = 0 \text{ Pa}$) et un pré-cycle de pression à $\Delta P = -300 \text{ Pa}$ a été effectué avant l'essai. Durant tout le long de l'essai, nous avons contrôlé la pression liquide et nous nous sommes assurés qu'elle reste constante. Un tel balayage fréquentiel a une durée de l'ordre de cinq minutes. Nous avons imposé une accélération au pot vibrant (tension électrique constante durant l'étude) et fait varier la fréquence d'oscillation sur l'intervalle $[50; 500] \text{ s}^{-1}$ avec un pas $df = 1 \text{ s}^{-1}$. Nous avons fait varier la fréquence en l'augmentant pas à pas et avons acquis un signal de 10 périodes pour relever le déplacement de film. Le signal brut obtenu est celui du vibromètre laser qui mesure une vitesse, il suffit alors d'intégrer ce signal connaissant sa fréquence pour obtenir un déplacement. Chaque courbe tracée en nuance de bleu est associée à une légende : $m1$ à $m5$. Le m signifiant "montant" pour indiquer que le balayage fréquentiel a été réalisé en faisant croître la fréquence. Des maximums locaux sont identifiables, nous en avons indiqué deux pour l'exemple à l'aide de pointillés verticaux. L'allure des signaux au cours des différents balayages reste relativement similaire. Toutefois, nous notons un léger décalage des fréquences des pics de déplacement du film qui reste néanmoins de l'ordre du Hertz. De plus, certains de ces maximums locaux sont plus facilement identifiables que d'autres. Pour les plus hautes fréquences,

5.2. PRÉPARATION D'UN FILM GRANULAIRE ET VÉRIFICATION DES HYPOTHÈSES DU MODÈLE DE VIBRATION D'UNE MEMBRANE TENDUE

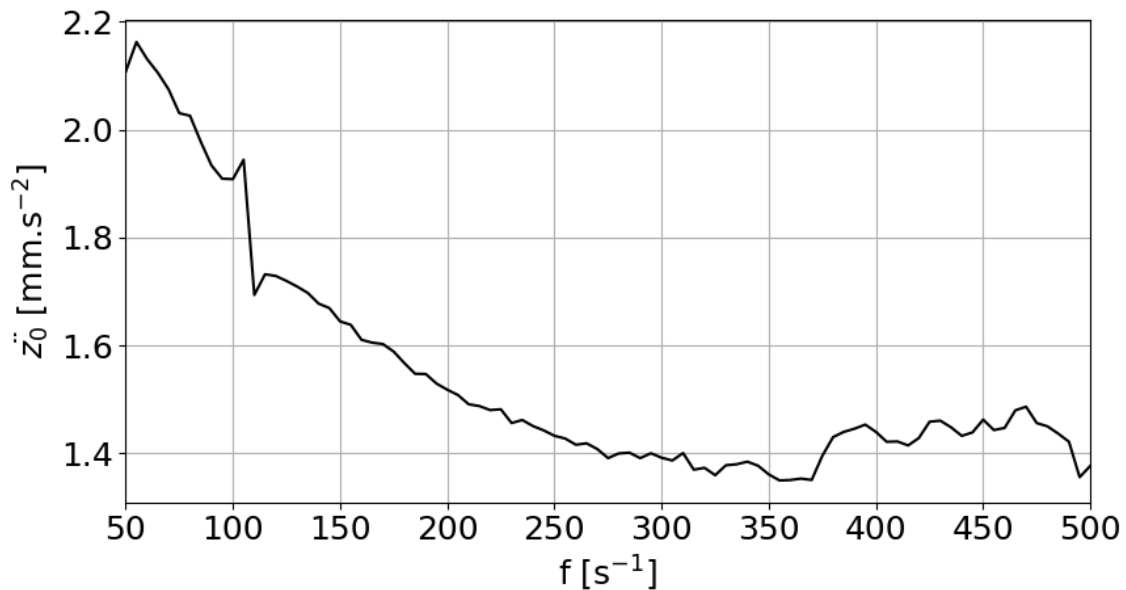


FIGURE 5.3 – Mesure de l'accélération sur la pastille poreuse \ddot{z}_0 pour différentes valeurs de fréquence d'excitation à accélération imposée constante.

le déplacement imposé au pot vibrant est plus faible afin de garder la condition sur l'accélération. Nous sommes confiants de nos mesures de par la résolution adaptative en direct de l'oscilloscope au cours de nos expériences qui nous assure une mesure fiable de la tension des différents éléments du montage. Notre limite expérimentale étant la vitesse à laquelle le film granulaire va osciller, le vibromètre laser ne nous permet pas de faire varier sa calibration en cours d'expérience. Nous avons donc choisi des paramètres de forçage adéquats pour rester dans une gamme de mesure satisfaisante d'après nos réglages de l'appareil.

Un balayage fréquentiel avec l'intensité de courant imposée ne donne pas en réalité une accélération constante sur tout le domaine de fréquence couvert par notre essai. Sur la Figure 5.3 nous avons représenté l'évolution de l'accélération relevée après dérivation du signal du vibromètre laser sur la pastille poreuse soutenant le film qui sert de référence pour le châssis. Nous pouvons voir qu'en réalité l'accélération varie avec la fréquence sur le domaine sondé. D'après la documentation du constructeur, à vide le pot vibrant admet une gamme de résonance électro-mécanique pour des excitations à des fréquences comprises entre 100 et 200 Hz comme indiqué sur la Figure 5.4. Cela pourrait expliquer le saut d'accélération relevé entre 50 et 60 Hz sur le milieu poreux. Cette accélération a tendance ensuite à diminuer avec la fréquence, mais en restant dans le même ordre de grandeur.

En sondant d'autres accélérations respectant le critère de déplacement vertical d'une bille au plus, nous n'avons pas repéré de changement de comportement ou de décalage des maximums locaux dépendant de l'accélération imposée au système.

Pour ce qu'il en est des contraintes que nous souhaitons respecter dans le but de comparer nos résultats expérimentaux au comportement d'une membrane tendue circulaire en vibration, nous devons nous assurer de plusieurs points. Nous devons nous assurer qu'un film granulaire peut être considéré comme un objet admettant une symétrie radiale. Le profil de déformation d'un film granulaire en vibration doit dépendre seulement de la distance à son centre.

Nous devons travailler à faible déformation, c'est-à-dire que le déplacement vertical du film gra-

5.2. PRÉPARATION D'UN FILM GRANULAIRE ET VÉRIFICATION DES HYPOTHÈSES DU MODÈLE DE VIBRATION D'UNE MEMBRANE TENDUE

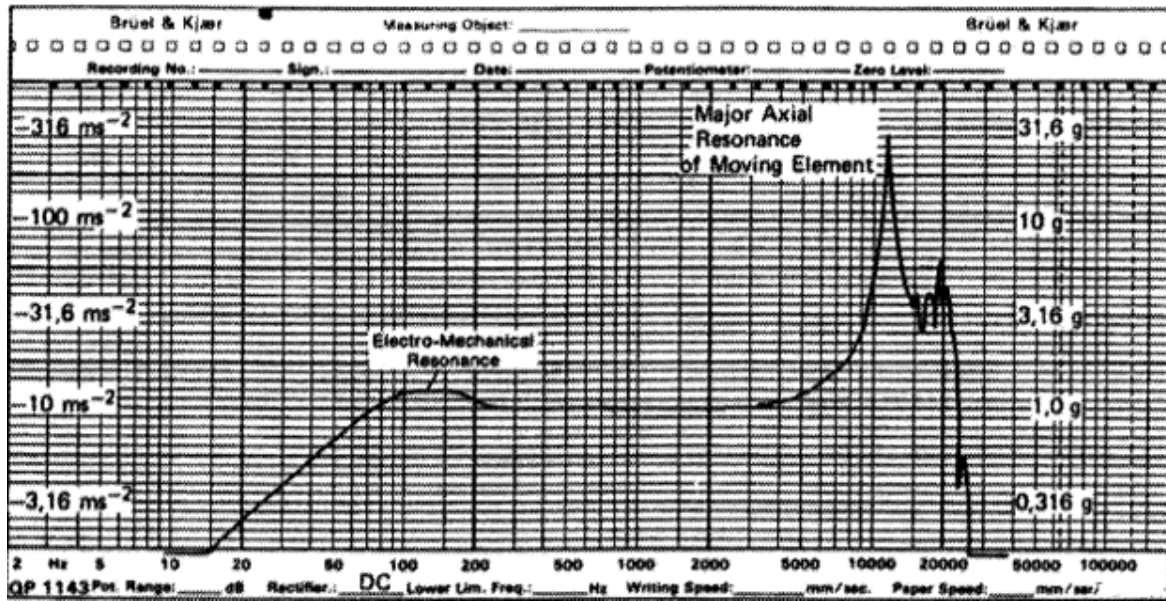


FIGURE 5.4 – Courbe constructeur de la réponse fréquentielle du pot vibrant en fonction de la fréquence d'excitation pour une tension d'alimentation constante.

nulaire doit être négligeable devant une longueur d'onde. Cette condition est dépendante de la taille des billes constituant le film. En effet, les limites de longueur d'onde observables expérimentalement sont définies par la taille d'un film et des billes le constituant.

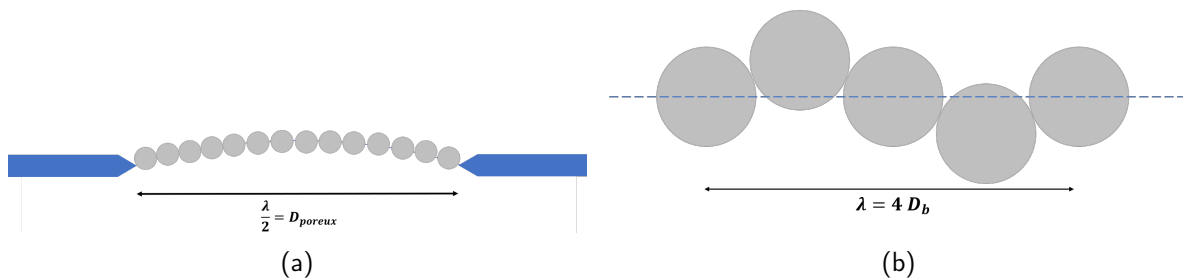


FIGURE 5.5 – Schémas en vue de coupe des cas limite de longueur d'onde d'un film granulaire en vibration. (a) Longueur d'onde la plus grande ; (b) la plus petite.

Nous nous assurons de vérifier cette hypothèse durant nos expériences, nous en discuterons dans un prochain paragraphe.

Les fluides en contact avec un film granulaire (l'air dans notre cas) doivent également être considérés comme incompressibles. Un fluide est considéré incompressible lorsque son volume demeure quasi-constant sous l'action de la vibration du film. Pour ce qui est de l'air au-dessus du film, le volume est celui de la salle d'expérimentation ce qui est suffisant pour assurer avec confiance son incompressibilité. Pour ce qui est de l'air sous le film, nous n'en sommes pas si sûrs. Les expériences ont été réalisées en déconnectant la conduite de gaz, l'air sous le film a ainsi pour volume celui de la pièce. Toutefois, le film en vibrant applique une pression sur l'air environnant et l'air sous le film est relié à celui de la pièce par une conduite de gaz ayant un diamètre interne de 400 μm qui pourrait induire des pertes de charge. Un moyen de vérifier si l'air peut circuler sous le film est de comparer des résultats d'expérience avec la conduite de gaz ouverte et fermée. Avec un circuit de

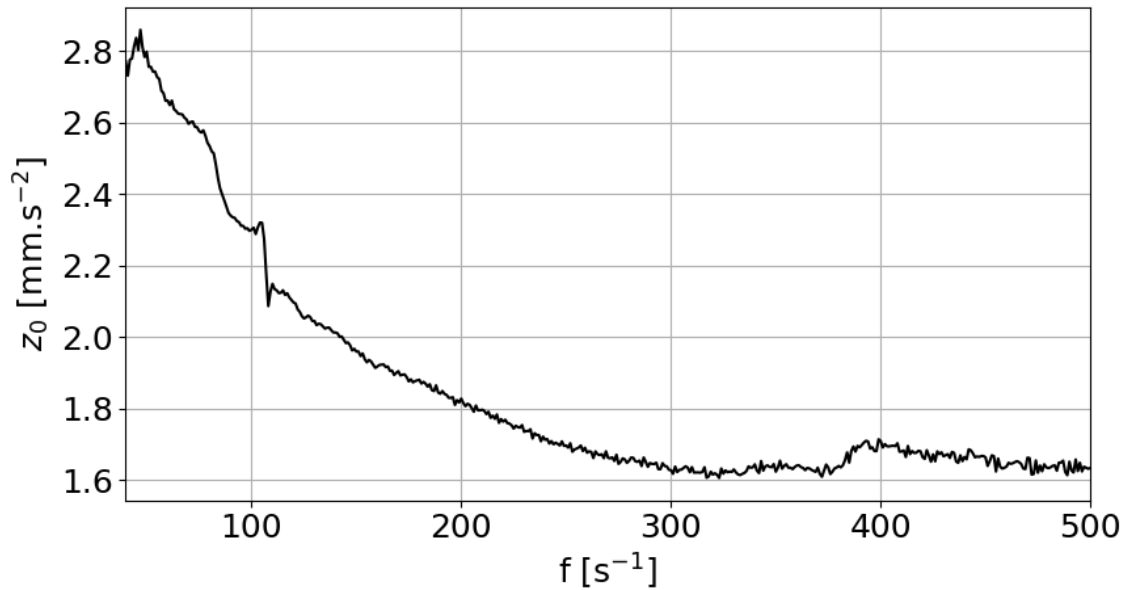


FIGURE 5.6 – Mesure du déplacement sur la pastille poreuse pour différentes valeurs de fréquence d’excitation à déplacement imposé.

gaz fermé, nous pourrions en plus avoir une information de variation de pression grâce au capteur. Nous avons ainsi effectué des expériences de vibration de film granulaire en modulant le volume d’air entre le bain liquide et le film granulaire dans la pièce centrale de la cellule. Nous n’avons pas remarqué d’effet significatif du volume d’air sous le film sur les fréquences associées aux maximums locaux de déplacement du film granulaire lorsque le volume de gaz sous le film était relié à l’air de la pièce.

5.3 Sollicitation de vibration

Nous avons remarqué une gamme de fréquence à laquelle un film en son centre admet des pics de déplacement. Ces pics pourraient correspondre à des fréquences associées à des modes propres de vibration. En restant dans l’intervalle de fréquence $I_f = [50; 500]s^{-1}$, nous avons sondé des films granulaires afin d’observer leur profil. Une problématique subsiste tout de même, il nous est possible naturellement de travailler à accélération imposée en alimentant le pot vibrant avec une tension électrique. Il nous est également possible de faire varier cette tension en fonction de la fréquence d’excitation imposée au pot vibrant afin de travailler à déplacement, vitesse ou accélération imposée. Sur la Figure 5.6, nous avons représenté l’évolution du déplacement de la pastille poreuse en fonction de la fréquence d’excitation imposée au pot vibrant. Nous avons visé un déplacement constant $z_0 = 2 \mu m$ et avons relevé ce déplacement à 40 % près. L’ordre de grandeur du déplacement que l’on souhaite imposer est, dans tous les cas, respecté ce qui nous satisfait.

Ayant la possibilité de travailler à déplacement ou à accélération imposée et (presque) constante sur le pot vibrant, nous avons effectué des expériences dans ces deux cas. En balayant le même intervalle de fréquence, nous avons cherché à comparer sur des films granulaires différents leurs réponse vibratoire en fonction du forçage imposé. Nous avons représenté une comparaison sur la Figure 5.7. Nous avons représenté le déplacement adimensionné qui est le rapport entre z le déplacement mesuré au centre d’un film et z_0 le déplacement mesuré sur la pastille poreuse. Les

amplitudes ne sont pas les mêmes, mais sont d'un ordre de grandeur similaire et nous observons la même signature de réponse aux vibrations pour ces deux films. Les valeurs des fréquences des maximums locaux ne sont pas plus ou moins décalées que celles de deux films granulaires distincts ayant subi le même forçage. Du moment que les déformations transverses imposées au film granulaire ne sont pas excessives (nous ne dépassons pas la dixième de la taille d'une particule dans notre étude), le choix de travailler à déplacement ou à accélération imposée n'influe en rien sur les résultats.

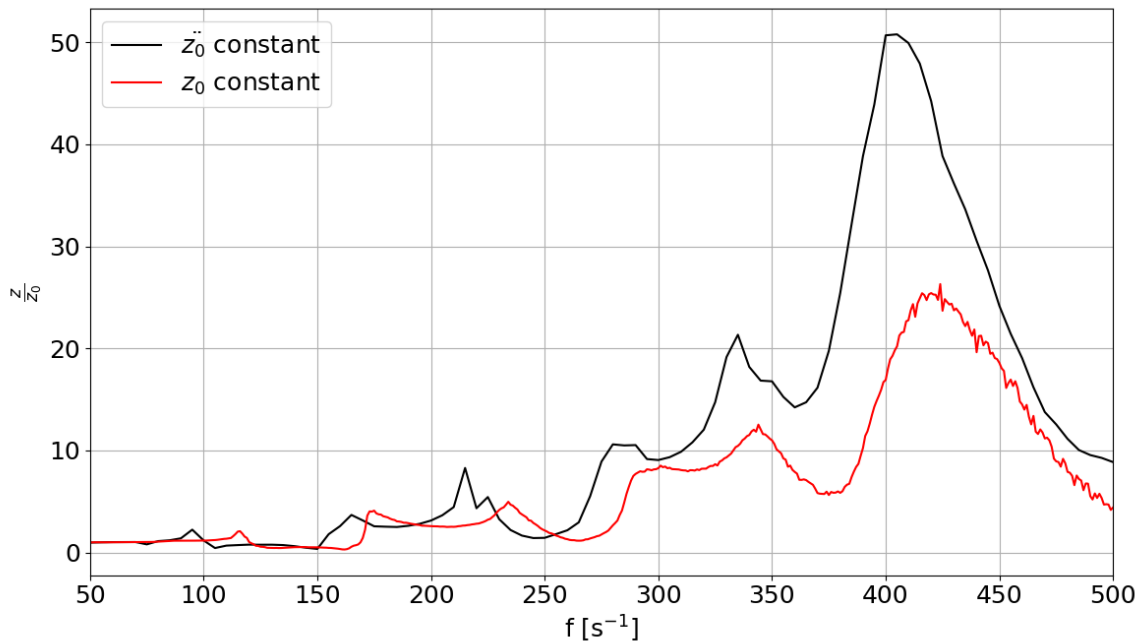


FIGURE 5.7 – Déplacement adimensionné au centre d'un film granulaire pour différentes valeurs de fréquence d'excitation.

5.4 Représentation 3D d'un film granulaire en vibration

Le vibromètre laser nous permet d'obtenir la vitesse d'oscillation du film en un point et les platines de translation permettent de déplacer le vibromètre sur le film. Nous avons donc cartographié un grand nombre de films granulaires formés selon le même protocole et les avons sondés pour différentes fréquences, en particulier celles où nous avons pu observer un maximum local de déplacement en leur centre. En chaque point sondé, nous capturons une dizaine de périodes afin d'en tirer l'amplitude brute du signal (en Volts) que nous convertissons en une vitesse de déplacement vertical que l'on peut intégrer pour connaître la valeur du déplacement.

Sur la Figure 5.8 nous avons représenté les mesures de déplacement vertical d'un film granulaire formé avec des billes de 141 μm de diamètre. À gauche, on peut observer un graphique colorimétrique relatant en chaque point $(x; y)$ de l'espace du film et $(0; 0)$ étant son centre la valeur de déplacement vertical Z en μm . Les couleurs allant du bleu au rouge, respectivement du déplacement le moins élevé au plus élevé. On a une représentation discrète du fait de la distance entre chaque point sondé. Sur cet exemple, en x , nous avons fait déplacer le vibromètre tous les $dx = 0,1$ mm et en y tous les $dy = 0,5$ mm. Le pas n'est pas le même du fait que les moteurs utilisés sont différents, les déplacements selon l'axe y ont été réalisés par un moteur ayant une

5.4. REPRÉSENTATION 3D D'UN FILM GRANULAIRE EN VIBRATION

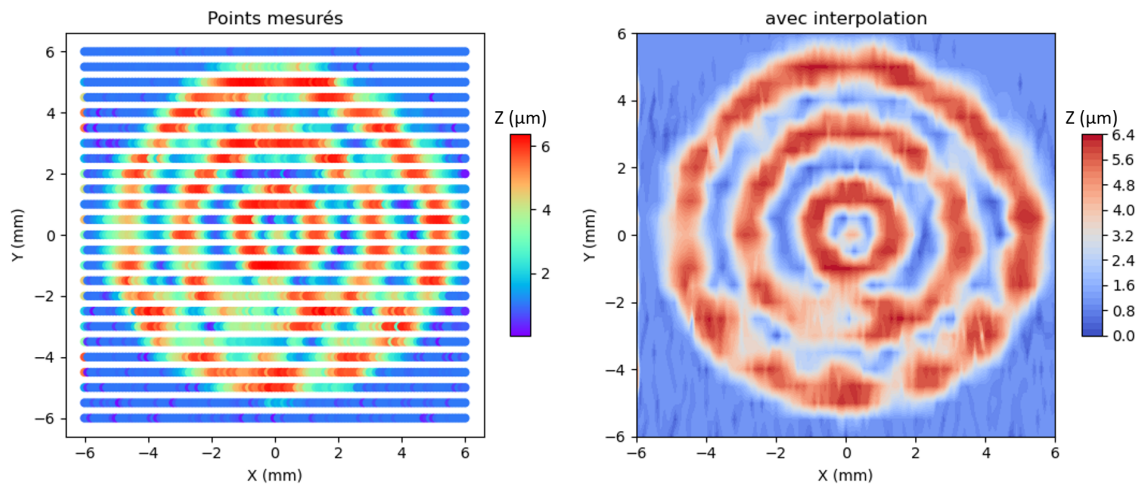


FIGURE 5.8 – Mesure du déplacement vertical en valeur absolue d'un film granulaire excité à $f = 370$ Hz, points expérimentaux et interpolation.

vitesse bien plus faible que le moteur déplaçant le vibromètre laser selon l'axe x . Sur la Figure 5.9 nous avons représenté à partir de nos points expérimentaux le déplacement (en valeur absolue) du film. Sur la droite de la Figure 5.8, nous avons effectué une interpolation de nos données expérimentales afin d'obtenir un diagramme plus lisible. On y repère des cercles centrés autour du centre du film marqué par un disque rouge. Le film granulaire semble admettre une symétrie de rotation relativement satisfaisante compte tenu qu'il n'est pas un milieu parfaitement homogène. On peut également vérifier ici l'hypothèse de faible déformation qui stipule que la déformation verticale doit être très petite devant sa longueur d'onde. Les déplacements verticaux du film sont exprimés en valeur absolue. En réalité, il y a une alternance entre positif et négatif. Pour avoir une idée de la longueur d'onde, nous devons prendre la distance séparant deux points ayant la même phase. Nous pouvons alors prendre la distance entre le centre du film et les points du deuxième cercle en rouge. La distance est de l'ordre de 3 mm alors que la déformation maximale relevée est de $6,4 \mu\text{m}$. Nous avons bien $z \ll \lambda$ vérifié dans cet exemple ainsi que dans le reste de nos expériences pour la gamme de fréquence sondée.

L'acquisition des signaux sur l'ensemble d'un film granulaire est une étape longue d'environ une heure. Au vu de la symétrie par rotation satisfaisante dont nous avons pu témoigner sur nos expériences en sondant les fréquences auxquelles le déplacement du film en son centre était maximal, nous avons décidé de cartographier un quart d'un film granulaire. Nous prenons une marge de sécurité et visons un peu plus large que le quart. Cela a considérablement raccourci la durée de nos expériences passant à environ 10 minutes. Nous avons par la même occasion modifié la résolution du maillage en prenant $dx = dy = 0,2$ mm pour pas de déplacement sur un film.

Nous représentons une nouvelle fois le déplacement absolu vertical sur un film granulaire sur les Figures 5.10 et 5.11. On peut constater sur la Figure 5.11 que les points sont relevés suivant un pas identique dans les deux directions de l'espace.

On voit aussi une atténuation du déplacement vertical à mesure que l'on s'éloigne du centre qui est le point avec le déplacement maximal. Sur les graphes de ces Figures 5.10 et 5.11, les points du film granulaire en contact avec le bord de la pastille poreuse ont un déplacement non nul et égal à 1 respectant la condition de raccordement : $z(R_{\text{poreux}}) = z_0$.

Nous avons un moyen de cartographier avec une résolution satisfaisante nos films granulaires. En excitant le système à différentes fréquences, nous avons pu relever des maximums locaux de déplacement au centre du film. Les figures de vibration d'un film à un maximum de fréquence donné

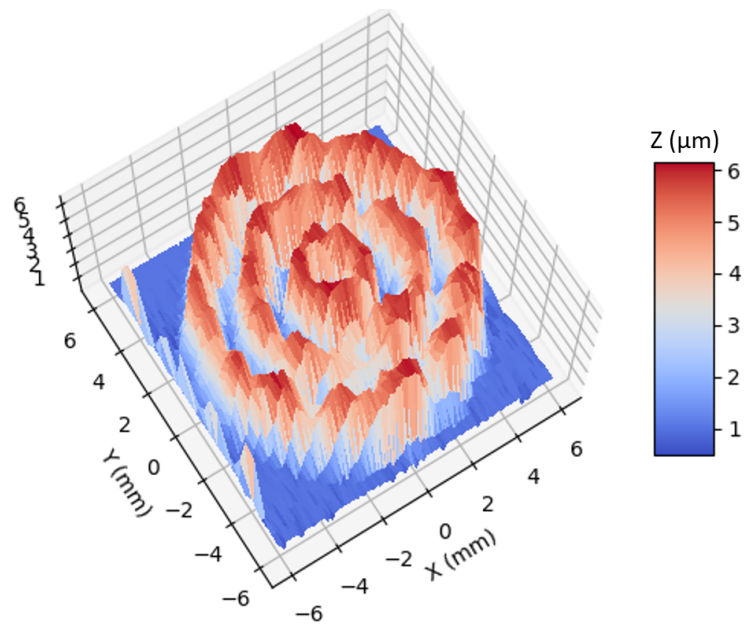


FIGURE 5.9 – Reconstitution à trois dimensions du déplacement en valeur absolue du film granulaire ($f = 370$ Hz).

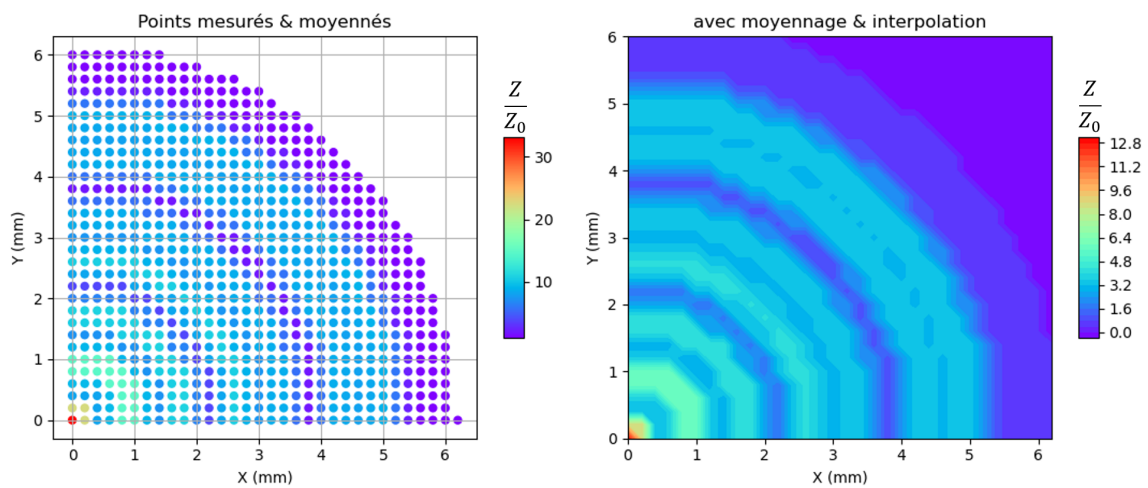


FIGURE 5.10 – Mesure du déplacement vertical adimensionné en valeur absolue d'un quart de film granulaire ($f = 350$ Hz), comparaison entre points expérimentaux et moyenne et interpolation.

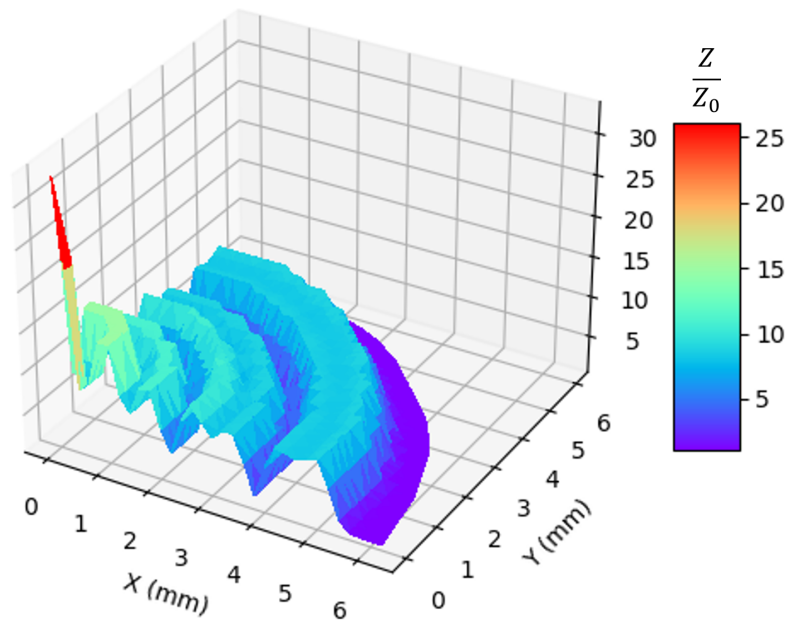


FIGURE 5.11 – Reconstitution à trois dimensions du déplacement adimensionné en valeur absolue d'un quart de film ($f = 350$ Hz), déplacement moyenné et interpolé.

sont reproductibles, nous avons donc décidé de sonder ces modes de vibrations.

5.5 Modes propres et déduction d'une tension effective d'un film granulaire

Il nous est possible de modéliser le déplacement vertical d'un film granulaire. Pour en apprendre plus sur le comportement vibratoire de ces matériaux, nous nous sommes intéressés à leurs modes propres de vibration. Une piste envisagée est que si l'on peut considérer un film granulaire comme une membrane sous tension effective circulaire soumise à des ondes stationnaires, nous pouvons deviner des figures de ces vibrations et en déduire une tension surfacique effective.

En appliquant un balayage fréquentiel au centre d'un film granulaire comme montré sur la Figure 5.12, nous extrayons les maximums locaux sur un film granulaire comme montré précédemment et nous leur donnons un numéro. L'allure de la courbe de la Figure 5.12 est similaire pour tous les films granulaires sondés. Toutefois, des différences subsistent d'un échantillon à un autre, notamment la valeur de la fréquence d'un maximum qui peut varier de quelques Hertz ou la prééminence d'un pic.

Nous avons par la suite numérisé leurs déplacements à ces maximums locaux. Sur la Figure 5.13 nous avons représenté quatre reconstitutions types à 3D des déplacements adimensionnés d'un même film granulaire formé de billes de $141 \mu\text{m}$ de diamètre à $\Delta P = 0$ Pa. Les numéros des pics sont renseignés en légende sous chaque figure. Pour tout film granulaire sondé, les figures de déplacement sont relativement similaires en un pic. Notre résolution de déplacement sur le film est de $200 \mu\text{m}$ dans les deux directions du plan (x, y). Elle est légèrement supérieure à une taille de grain. La précision de notre mesure est capable de souligner le fait que les films granulaires ne sont pas des membranes parfaites. On remarque en particulier sur les Figures 5.13c et 5.13d qu'après le pic central, certains sont moins définis, ne repassant pas par un minimum de déplacement aussi

5.5. MODES PROPRES ET DÉDUCTION D'UNE TENSION EFFECTIVE D'UN FILM GRANULAIRE

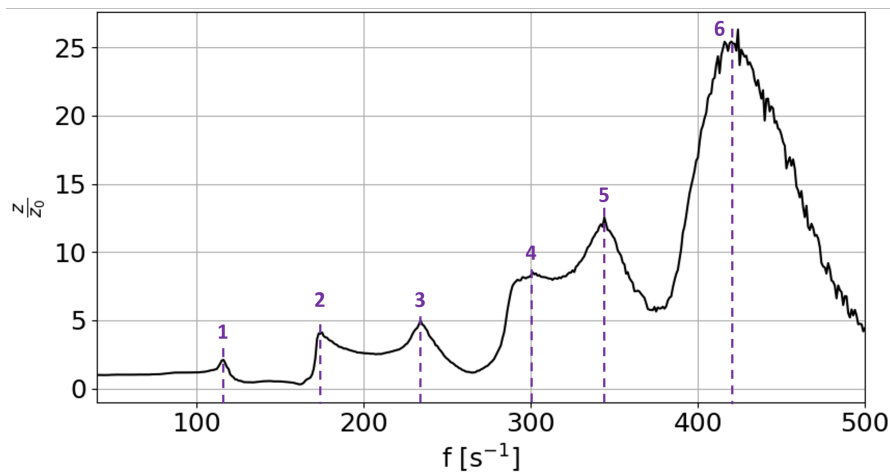


FIGURE 5.12 – Mesure du déplacement vertical adimensionné au centre d'un film granulaire à $\Delta P = 0$ Pa, points expérimentaux et interpolation. Les traits verticaux sont représentés pour mettre en évidence les maximums locaux.

prononcé que les autres. Un film granulaire est un système très complexe que l'on peut rapprocher à une grande quantité de masselottes indéformables reliées par des ressorts. Elles peuvent se déplacer verticalement, mais leur taille demeure un frein à l'apparition claire de tous les modes. Sur la Figure 5.13b, on s'attend en toute logique à observer un déplacement supplémentaire entre le pic central et le second bien visible. On remarque d'ailleurs qu'il existe une légère déformation du film entre ces deux ventres.

En traçant les valeurs absolues du déplacement aux modes propres J_{0n} d'une membrane mince axisymétrique sur la Figure 5.14, il est possible de les comparer avec représentations 3D d'un film granulaire de la Figure 5.13. En prenant compte de l'imperfection d'un film granulaire et en acceptant que les nœuds ne soient pas tous parfaitement définis comme expliqué précédemment. Il nous est possible d'assimiler les modes observés expérimentalement de la Figure 5.13 respectivement avec les modes théoriques de la Figure 5.14. Nous remarquons un décalage entre la numérotation des pics relevés expérimentalement et des indices des modes J_{0n} de Bessel, notamment pour les pics 5 et 6 qui correspondraient visuellement aux modes (0,6) et (0,7).

Cette correspondance avec les modes de Bessel va nous permettre de remonter à la tension effective d'un film granulaire. En effet, comme abordé au paragraphe 5.1, les modes propres d'une membrane axisymétrique sont les modes pour lesquels $\omega_n = 2\pi f_n = k_n c$.

La relation liant les racines de Bessel à leurs nombres d'onde est : $k_{0n} = \frac{\chi_{0n}}{a}$, avec a le rayon d'un film granulaire. On trace ensuite les points expérimentaux $k_{0n} = f(\omega_{0n})$ sur le graphe de la Figure 5.15. On en tire par régression linéaire la valeur de c qui est égale à l'inverse du coefficient directeur de la droite.

Comme évoqué au paragraphe 5.1, les modes propres d'une membrane axisymétrique sont les modes pour lesquels $\omega_n = \frac{\chi_{0n}}{a} c$, avec $c = \sqrt{\frac{\gamma_{eff}}{\sigma}}$.

Afin de déterminer γ_{eff} , il nous faut tout d'abord déterminer σ , la densité surfacique d'un film granulaire. Ils sont composés d'une phase solide et d'une phase liquide, on peut décomposer : $\sigma = \sigma_s + \sigma_l$. Afin d'estimer σ_s , la contribution de la phase solide de la densité surfacique, nous prenons en compte la masse volumique des billes ρ_s , leur rayon R_b et leur fraction surfacique φ .

On a alors :

$$\sigma_s = \varphi \rho_s \frac{V}{S} = \varphi \rho_s \frac{4\pi R_b^3}{3 \cdot \pi R_b^2} = \varphi \rho_s \frac{2}{3} D_b \quad (5.8)$$

5.5. MODES PROPRES ET DÉDUCTION D'UNE TENSION EFFECTIVE D'UN FILM GRANULAIRE

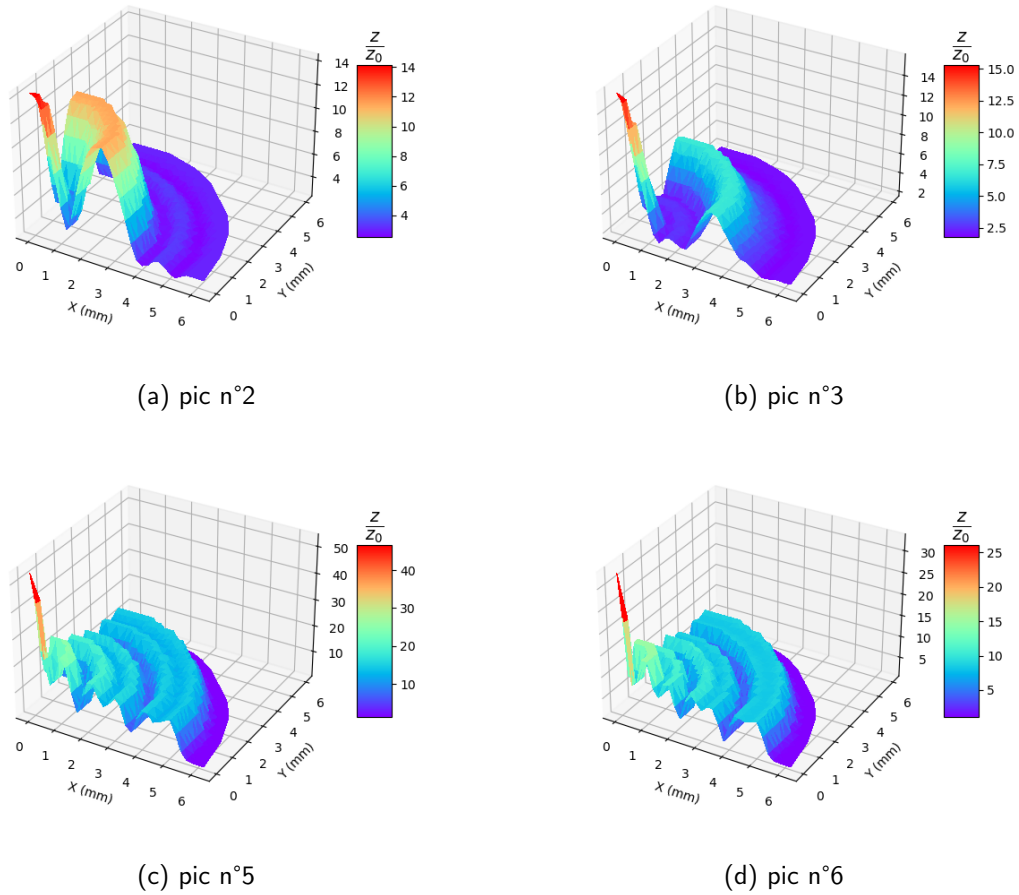


FIGURE 5.13 – Représentations à 3D du déplacement adimensionné en valeur absolue sur un film granulaire à différents pics.

On calcule ensuite σ_l en prenant compte l'angle de contact θ :

$$\sigma_l = (1 - \varphi)\rho_l 2R_b \tan\left(\frac{\pi}{2} - \theta\right) \quad (5.9)$$

Après application numérique, on calcule $\sigma_{eff} = \sigma_s + \sigma_l = 0,09 \pm 0,01 \text{ kg.m}^{-2}$.

Ces valeurs de c et σ_{eff} nous permettent enfin de déterminer γ_{eff} en nous servant de l'équation 5.7. On a :

$$\gamma_{eff} = c^2 \sigma_{eff} \quad (5.10)$$

Par application numérique, on relève sur l'exemple de film granulaire dont les résultats sont présentés en figure 5.15 : $\gamma_{eff} = 42 \text{ mN/m}$.

Sur l'ensemble des expériences réalisées sur les films granulaires formés avec des billes de $141 \mu\text{m}$ de diamètre à $\Delta P = 0 \text{ Pa}$, nous retrouvons une tension effective $\gamma_{eff} = 42 \pm 6 \text{ mN/m}$. Cette tension de surface effective est relativement proche de la tension de surface entre la solution liquide et l'air : $\gamma = 34 \text{ mN/m}$. Un film granulaire à une différence de pression liquide imposée $\Delta P = 0 \text{ Pa}$ admet un comportement proche à la rupture d'un film de savon classique. Les forces capillaires internes d'un tel film ne sont pas assez fortes pour freiner son ouverture. La tension effective d'un film dans cet état est proche de celle d'un film de savon classique, en diminuant la pression liquide ou en changeant la taille des grains, il se pourrait que l'on mesure une valeur différente pour la

5.5. MODES PROPRES ET DÉDUCTION D'UNE TENSION EFFECTIVE D'UN FILM GRANULAIRE

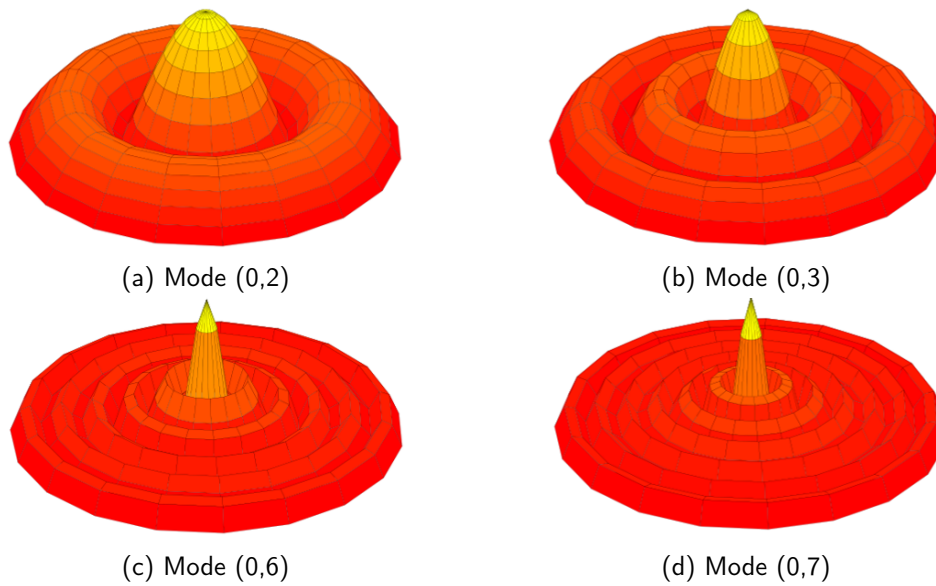


FIGURE 5.14 – Modes propres en valeur absolue d'une membrane mince circulaire soumise à des ondes stationnaires.

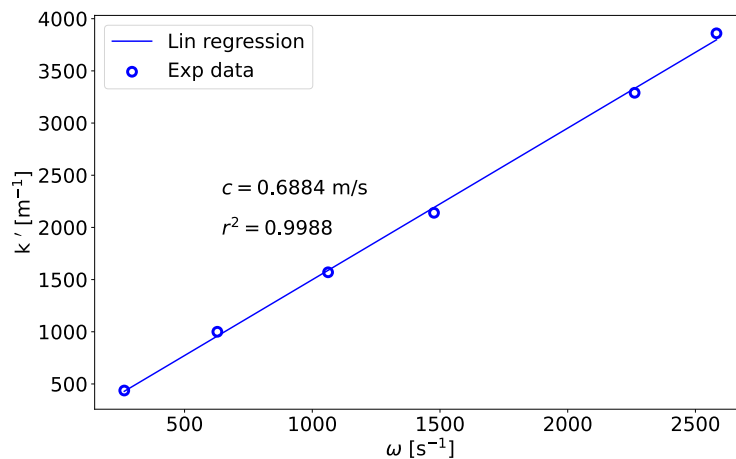


FIGURE 5.15 – Points expérimentaux des k_{0n} tracés en fonction des ω_{0n} et courbe de régression linéaire associée.

tension.

À l'aide de nos résultats expérimentaux, nous avons pu déterminer des maximums locaux d'excitation de films granulaires formés à partir de billes de $141 \mu m$ de diamètre à pression atmosphérique. Les reconstitutions 3D de ces films à ces fréquences nous ont permis de témoigner d'une similitude des déformations de ces films avec des modes de Bessel. Un film granulaire soumis à des ondes stationnaires vibre tel une membrane axisymétrique. En s'aidant de la résolution de l'équation d'onde pour une membrane axisymétrique, il nous est possible de déterminer la tension effective d'un film granulaire.

5.6 Limites de notre étude expérimentale

Nous avons avec le matériel décrit au paragraphe 2.1.4 pu développer un dispositif expérimental et un protocole de test afin de caractériser un film granulaire soumis à des ondes stationnaires. Nous pouvons toujours contrôler la pression et former des films dans les mêmes conditions que nos études précédentes. Un programme informatique interactif codé en python permet à un utilisateur de contrôler les différents éléments du dispositif expérimental et de forcer les vibrations qu'il désire sur un film granulaire. Il est également possible de définir une plage de déplacement spatiale avec le pas désiré pour acquérir du signal du vibromètre laser en plusieurs points et de cartographier les déplacements d'un film granulaire. La pression du liquide dans un film granulaire peut toujours être contrôlée et surveillée durant les expériences. La période de développement du programme informatique et de recherche de protocole expérimental d'étude a été très longue. En effet, une telle étude sur des films granulaires est sans précédent et de nombreuses vérifications ont dû être effectuées avant de pouvoir les étudier. Comme abordé précédemment, nous avons souhaité répondre à un certain nombre de problématiques avant de commencer notre étude. Entre autres, connaître l'influence d'une étude à déplacement imposé ou à accélération imposée de la plaque mouvante du pot vibrant ou encore quantifier et rechercher un effet de la cavité de gaz contenue sous un film granulaire. Nous avons tenté en vain de développer une autre forme de cellule où il aurait été possible de démonter le film granulaire de la pièce centrale du dispositif de formation d'un film granulaire ce qui nous aurait assuré d'avoir un même volume de gaz de part et d'autre du film. Finalement, les hypothèses vérifiées, nous avons pu obtenir pour de faibles déformations d'un film granulaire des profils de déformation similaires à des fréquences (presque) identiques. Nous avons pu mesurer la tension effective d'un film granulaire. Seulement, nous n'avons pas pu étudier l'effet de la pression liquide d'un film sur cette tension effective. Il aurait également été intéressant d'étudier l'effet de la taille des grains dans un film sur cette tension effective. Une comparaison aurait pu être faite entre une pression adimensionnée telle que présentée précédemment et une tension effective d'un film granulaire.

S. Acharige a durant sa thèse étudié les propriétés vibratoires de films de savon. Il a mené une étude expérimentale avec des équipements similaires aux nôtres. Il est parvenu à déterminer une relation de dispersion complexe d'une onde stationnaire dans un film et est parvenu à mesurer expérimentalement la dissipation d'un film de savon. Il a déterminé que la dissipation était causée par les mouvements de l'air au voisinage d'un film. Dans le cas d'un film granulaire, nous pouvons nous attendre à avoir un effet des grains sur cette dissipation. Nous avons pu retrouver expérimentalement une tension effective proche de la tension de surface entre notre solution liquide et l'air. En diminuant la pression du liquide dans le film, nous savons que le comportement d'un film granulaire évolue lorsque l'on provoque une rupture. Nous pouvons nous attendre à un effet de dissipation par frottement entre les grains d'autant plus présent que la pression dans le liquide est faible.

Conclusion

Au cours de cette thèse, nous nous sommes intéressés à certaines propriétés physiques de films granulaires. En particulier, ce travail s'est concentré sur le développement d'un dispositif expérimental permettant de former des films granulaires denses horizontaux de façon reproductible et de contrôler la pression du liquide dans le film et du gaz sous ce film. Ce dispositif nous a permis de mener une étude expérimentale sur le comportement à la rupture de ces films en fonction de différents paramètres tels que l'angle de contact grain-liquide, la taille des billes et de la pression liquide dans un film granulaire. Un dispositif et un protocole expérimental ont également été développés pour mener une étude dynamique de ces objets, en les soumettant à des ondes stationnaires par vibration verticale.

La compréhension et la caractérisation des films granulaires que nous avons formé est une étape primordiale pour l'analyse des résultats expérimentaux obtenus sur les expériences de ruptures provoquées. Nous avons observé avec attention le mécanisme de formation d'un film granulaire avec notre dispositif expérimental et étudié le placement des grains aux interfaces gaz-liquide. Les positions prises par les grains dans le plan horizontal d'un film granulaire dépendent de leur angle de contact avec la solution liquide ainsi que de leur nombre. Nous avons pu déterminer que lors de la formation d'un film granulaire, les grains prennent une position asymétrique dans le plan horizontal. Nous avons trouvé un moyen de symétriser les grains dans un film en imposant un cycle de variation de pression au film granulaire, effaçant ainsi cet artifice de formation à l'instar des pré-cisaillements employés par les rhéologues. Nous avons pu également observer que la variation de pression liquide dans un film se traduisait par la variation de l'épaisseur de liquide et de la courbure des interfaces liquide-air, signature d'une variation des forces capillaires dans le système. Les films granulaires sont des matériaux granulaires à deux dimensions. Il est ainsi primordial de connaître la fraction de l'espace occupée par les grains. En employant des méthodes optiques et en effectuant de la détection de particules, nous avons pu déterminer que les films granulaires étaient formés avec une fraction surfacique $\varphi \simeq 0,87 \pm 0,01$ qui est supérieure à la fraction critique (ou de *jamming*) $\varphi_c = 0,84$, caractérisée expérimentalement par Y. Timounay [52].

Nous avons réalisé une étude statistique nous permettant de déterminer la probabilité d'un film à inhiber son ouverture en fonction de la pression liquide imposée, de la taille des grains et de leur angle de contact avec la solution liquide. Nous avons observé trois modes d'ouverture distincts :

- l'ouverture totale : le front d'ouverture du film se propage jusqu'au bord en moins de 50 ms.
- l'ouverture intermittente : le front d'ouverture se propage par saccade, jusqu'à atteindre un bord, ce qui a pour effet de stopper la propagation du trou.
- blocage de l'ouverture : après provocation d'un rupture, le front ne se propage pas plus loin que quelques billes à proximité du trou.

Ces variétés d'ouverture apparaissent pour des forces capillaires données, dépendantes au premier ordre de la pression liquide imposée et de la taille des particules. Plus la taille des particules

est petite, plus il faut diminuer la pression liquide afin qu'un film granulaire inhibe son ouverture. À l'équilibre, dans un film granulaire non rompu, le système est à l'équilibre. En perçant un trou dans le film granulaire, un déséquilibre est créé et survient alors une compétition entre les forces capillaires au bord de l'ouverture et dans le reste du film. Si les forces au bord sont plus importantes que celles dans le reste du film, le film va s'ouvrir, sinon, l'ouverture se retrouvera bloquée. Nous avons interprété nos résultats grâce à des simulations numériques réalisées par Y. Khidas et en s'appuyant sur le modèle de Mohr-Coulomb décrivant la rupture de milieux granulaires cohésifs. La complexité du système que l'on peut voir comme un système discret de masselottes (grains) éparpillées et reliées par des ressorts (ponts capillaires) est sans doute à l'origine de la complexité de leur phénoménologie de rupture.

Des études expérimentales sur la rupture de films granulaires ont été menées par Y. Timounay durant sa thèse [48, 50]. Ces études ont montré que pour des films granulaires denses ($\varphi > \varphi_c = 0,84$), seules les ouvertures intermittentes et bloquées peuvent être observées. Il est en réalité surprenant qu'un film granulaire dense puisse voir son ouverture se propager au point de s'ouvrir en moins de 50 ms. Cette ouverture pourrait faire penser à ce qui a été observé sur l'ouverture des films liquides, mais des études préliminaires à la caméra rapide nous montrent que cette variété d'ouverture est plus complexe que cela. Les études précédentes menées par Y. Timounay ont porté leur intérêt sur la densité d'un film granulaire, sans pouvoir contrôler la pression liquide. Le dispositif expérimental que nous avons conçu nous permet de contrôler la pression liquide et nous pouvons aussi avancer que lors des leurs études, Y. Timounay *et al.* subissaient la pression du liquide dans un film granulaire sans pouvoir la contrôler. C'est pour cette raison qu'il n'a pas été possible d'observer toutes les variétés d'ouvertures que nous avons relevées pour leurs films granulaires. Dans notre étude, en contrôlant la pression liquide, il nous est possible à posteriori d'estimer grossièrement la pression liquide dans les films granulaires durant les études de Y. Timounay. Nous pouvons avancer que la pression du liquide était suffisamment inférieure à la pression atmosphérique, les empêchant d'observer des ouvertures totales pour des films granulaires denses.

Des études par simulation numérique ont précédemment été menées sur la rupture des films granulaires [29, 31, 30]. Il a été montré l'existence d'une pression critique à laquelle un film liquide entre des particules atteignait une épaisseur nulle, et dont la valeur est dépendante de l'arrangement des grains et de leur taille. Ces simulations faisaient l'hypothèse que cette pression critique correspondait à la rupture du film granulaire. Nous avons pu expérimentalement témoigner de l'existence d'une telle pression liquide critique par l'observation de films "noirs", relativement instables et susceptibles de rompre spontanément. Néanmoins, l'hypothèse de ces études numériques n'est pas vérifiée expérimentalement : la rupture spontanée d'un film liquide entre des grains n'entraîne pas la rupture totale d'un film granulaire. En effet, plus on diminue la pression liquide au sein d'un film granulaire, plus l'ouverture tend à s'inhiber. Il est ainsi tout à fait possible de diminuer la pression liquide au sein d'un film granulaire au point que surviennent des ruptures spontanées de films liquides à plusieurs endroits du film sans que ces ouvertures ne se propagent. Diminuer la pression liquide d'un film granulaire formé avec des grains partiellement hydrophobes augmente sa résistance à la rupture. Si l'on souhaite former une mousse composée de films granulaires, le phénomène de drainage est alors favorable à sa stabilisation, les films ne s'ouvriront pas entièrement, contrairement aux mousses liquides ou aux mousses formées avec des particules hydrophiles.

Avec l'aide de P. Gauthier durant son stage, nous avons également pu former des films granulaires à partir de deux tailles de particules : des films granulaires bidisperses. Ces films ont montré des propriétés intéressantes de résistance à la rupture. En effet, ils inhibent leur ouverture pour des valeurs de pression liquide proches de celles des films formés à partir de la plus grande taille de bille et ont une résistance aux ouvertures spontanées similaire à celle des films granulaires for-

més à partir de la petite taille de bille. Ces films tirent les avantages des deux tailles de billes utilisés.

La dernière étude expérimentale menée vise à étudier les propriétés vibratoires de films granulaires. Nous avons une nouvelle fois développé un dispositif expérimental nous permettant de sonder la réaction vibratoires d'un film granulaire plan soumis à des ondes stationnaires. Le développement de ce dispositif expérimental a été long, mais il permet à un utilisateur d'imposer une accélération ou un déplacement à un plateau vibrant et d'acquérir des mesures de vitesse de déplacement vertical en tout point d'un film pour des fréquences de vibration imposées. Le dispositif permet toujours de former un film et de contrôler sa pression liquide. Nous avons par la suite développé un protocole d'essai permettant d'étudier la réponse vibratoire de films granulaires dans les mêmes conditions. Nos premières études ont mis en évidence qu'il était possible d'associer un film granulaire à une membrane effective en tension. Les modes propres d'excitation d'un film granulaire sont semblables aux modes propres d'une fonction de Bessel de première espèce. Ce modèle théorique nous permet de mesurer une tension effective d'un film granulaire. Pour un film granulaire à pression liquide égale à la pression atmosphérique, nous mesurons une tension effective comparable à la tension de la solution liquide avec l'air. À cette valeur de pression, une rupture provoquée d'un film granulaire entraîne toujours une rupture totale.

Nous n'avons pas pu sonder l'effet de la pression liquide ou de la taille des grains sur la tension effective mesurée sur un film granulaire par notre dispositif expérimental. Il serait intéressant de déterminer l'influence de ces paramètres et de la présence des grains sur la dissipation des vibrations dans un film granulaire. En effet, des travaux ont été effectués sur les propriétés vibratoires d'un film de savon. En particulier, la relation de dispersion d'un tel objet a pu être déterminée expérimentalement par S. Acharige *et al.* [1], montrant que l'origine de la dissipation des vibrations d'un film est due à la viscosité de l'air.

Il serait également possible de sonder la réponse vibratoires d'un film granulaire dans la zone de transition entre ouverture totale et intermittente, et même d'étudier les propriétés vibratoires des films granulaires bidisperses. Les propriétés vibratoires des films granulaires, mousses granulaires et des billes de gaz restent encore à explorer.

Annexes

A Protocole de silanisation

Ce protocole est extrait du rapport de stage de Paul Gauthier que j'ai encadré au printemps 2022.

Nous décrivons dans cette section le protocole expérimental utilisé pour silaniser les particules de polystyrène avec lesquelles nous formons les films granulaires.

Nous débutons par énoncer quelques consignes de sécurité. Nous manipulons de l'octane, solvant pétrolier liquide à température ambiante, très volatile, inflammable, toxique en cas d'ingestion ou d'inhalation, irritant pour la peau et très toxique pour les organismes aquatiques. Nous manipulons également du silane dégageant du dichlore qui est un gaz très toxique. Il est alors important de prendre les précautions suivantes durant l'exécution de ce protocole :

- porter des gants, une blouse et manipuler exclusivement sous hotte.
- jeter l'octane, le silane et l'éthanol dans une poubelle préparée à cet effet et surtout pas dans les canalisations.

Tout d'abord, laver les billes à l'éthanol. Pour ce faire, remplir un bécher de particules et y verser l'éthanol. On mélange ensuite durant une quinzaine de minutes grâce à un agitateur magnétique et un barreau aimanté afin que toutes les particules soient en contact avec l'éthanol. On patiente ensuite jusqu'à ce que les billes sédimentent puis on vide l'éthanol du bécher dans une poubelle.

On verse ensuite le contenu du bécher, une sorte de pâte constituée de particules et d'éthanol, dans un cristalliseur que l'on place dans une étuve à 70°C durant une demi-heure pour faire évaporer de l'éthanol. Une fois les particules séchées, écraser les grumeaux potentiellement formés à l'aide d'une spatule afin que la silanisation s'effectue sur le plus de particules possible.

Durant le séchage des particules à l'étuve, on prépare la solution de silane. Cette solution comporte du silane à une concentration de 1 g.L⁻¹ dans l'octane. On pèse donc la quantité de silane souhaitée en fonction de la verrerie. Par exemple avec un bêcher de 800 mL on pèsera 0,8 g de silane et on y versera 800 mL d'octane. On mélange le silane et l'octane en écrasant les cristaux de silane dans le bécher puis en chauffant à 60 °C tout en agitant la solution via un barreau aimanté. Si lorsque l'on arrête l'agitation on n'aperçoit plus aucune suspension de silane alors la solution octane/silane est prête.

Après avoir récupéré les particules à l'étuve, on les verse dans un bécher auquel on ajoute une quantité de la solution d'octane/silane suffisante ($\frac{2}{3}$ de volume de solution pour $\frac{1}{3}$ de volume de particules) afin de traiter l'ensemble des particules. On mélange comme précédemment mais sans chauffer le mélange puis on laisse sédimenter durant trois quarts d'heure environ (durée variable en fonction de la taille des billes).

Une fois le temps écoulé, on verse le liquide dans la même poubelle que l'éthanol en prenant garde à ne pas y verser les billes. On effectue ensuite un rinçage à l'octane de sorte à éliminer l'excès de silane entourant les particules. Un rinçage consiste à verser l'octane dans le bécher, à mélanger durant cinq à dix minutes et à laisser sédimenter. On vide ensuite le solvant dans la même poubelle que précédemment en faisant attention à ne pas y verser les particules. Une fois fait on effectue plusieurs rinçage à l'éthanol avec le même protocole que pour le rinçage à l'octane. L'étape de rinçage à l'éthanol a pour objectif d'éliminer les restes d'octane. Au bout de 6 rinçages, on estime qu'il n'y a plus d'octane au contact des particules.

Enfin, on verse les particules rincées dans un cristalliseur que l'on place dans une étuve chauffée à 70°C durant trente minutes pour faire évaporer l'éthanol. Les particules sont silanisées. En disposant quelques billes sur une surface et en y versant de l'eau dessus, on peut observer qu'elles sont bien hydrophobes. Cette silanisation peut prendre jusqu'à une journée de travail en raison du temps d'attente entre chaque rinçages et évaporations.

B Limite de la pression liquide

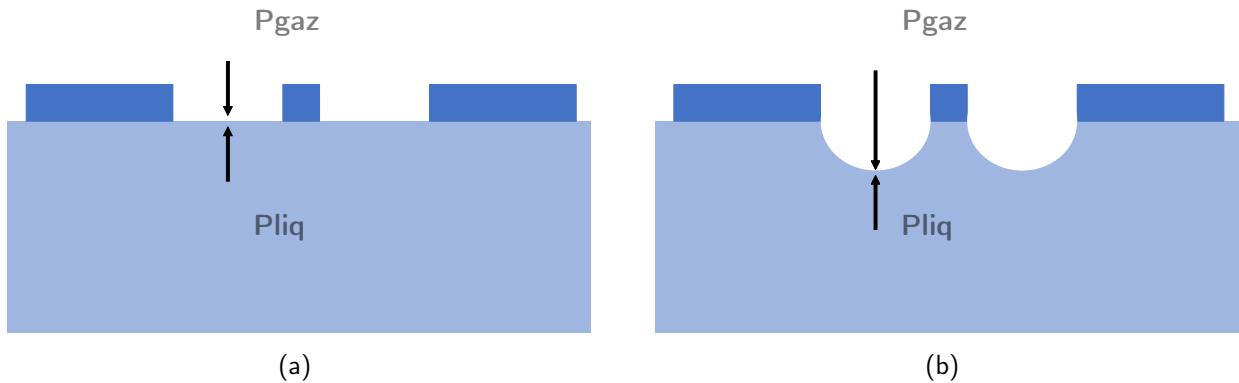


FIGURE B.1 – Schémas de l'interface air-liquide de la pastille poreuse (a) équilibre des pressions ; (b) déséquilibre, cas limite où l'air pénètre dans les pores.

De par la construction de notre dispositif expérimental, pour faire varier la pression liquide du film on fait varier la pression du liquide dans la pastille poreuse. Sur le schéma de la Figure B.1a, on a représenté la configuration où on a $\Delta P_{liq} = P_{liq} - P_{atm} = 0$. C'est la configuration à l'équilibre, les interfaces gaz-liquide sont horizontales. En diminuant la pression liquide, on courbe l'interface dans le sens des pores : la pression liquide est inférieure à la pression de gaz. Nous avons représenté une situation particulière sur le schéma B.1b : le rayon de courbure R_c d'une interface est égal au rayon d'un pore r_{pore} . Dans ce cas limite, où $R_c \geq r_{pore}$, de l'air va pénétrer dans les pores. La pastille poreuse ne peut plus courber davantage l'interface, elle va donc aspirer de l'air. Nous l'avons confirmé par observation, à partir d'une valeur de pression ΔP_{desat} , le milieu poreux se désature en liquide et on constate l'apparition de bulles d'air dans le réservoir de liquide sous la pastille. En relevant des valeurs de ΔP_{desat} , nous avons remarqué que les valeurs étaient du même ordre de grandeur mais tout de même assez éloignées de la pression de Laplace d'une interface sur un pore de rayon $r_{pore} = 20 \mu\text{m}$ qui était le plus favorable :

$$\Delta P_{crit} = \frac{2\gamma_{LG}}{r_{pore}} = \frac{2 \cdot 34 \cdot 10^{-3}}{20 \cdot 10^{-6}} = 3400 \text{ Pa}$$

Notre application numérique a été faite en considérant que le poreux était sans fractures et que la taille des pores donnée par le constructeur est respectée. Ce n'est peut-être pas le cas mais une autre hypothèse semble mieux expliquer la raison de cette limite expérimentale. Nous avons observé la présence de fines bulles dans le réservoir de liquide sous la pastille poreuse pour des variations de pression $\Delta P \simeq -1200 \text{ Pa}$. Ceci pourrait être la limite de ce que peut supporter nos joints censés garantir l'étanchéité de notre système de contrôle de pression liquide.

C Article en préparation

Dynamic of bursting of dense granular film at low liquid pressure

Paul Gauthier, Nabil Retailleau, Yacine Khidas, Florence Rouyer

Navier, Univ Gustave Eiffel, Ecole des Ponts,

CNRS, F-77454 Marne-la-Vallée, France

(Dated: October 2023)

I. INTRODUCTION

DRAFT pour soumission à PRF ou PRE ou EPJE

When a hole is created in a free-standing thin liquid film, the latter retracts and the hole size increases. The dynamics of opening varies with the nature of the liquid [1], soap solution [2] or viscous fluid [3–5], and with its interfacial elasticity [6, 7]. For classical soap film, the film bursts in the blink of an eye as soon as a hole is initiated, provided that the hole radius is not small compared to the sheet thickness [8]. At first, the hole opens at a constant velocity equal to the Taylor-Culick velocity ($V_{TC} = \sqrt{2\gamma/(\rho h)}$ with γ the surface tension, ρ the liquid density and h the film thickness). This bursting is explained by the formation of a rim that collects the liquid of the disappearing film, it is modelled by a balance between the inertia of the added mass and the surface tension that pulls the rim towards the periphery of the hole. Eventually for sufficiently large frame, the rim destabilize and atomization of the liquid and flapping in a transverse plan of the film can occur [9]. For viscous liquid, i.e. the viscous stress is not negligible compare to the inertia (low Reynolds number), hole also opens totally but the rim formation is less pronounced and its velocity increases with time which maximum is V_{TC} [3–5]. Originally in 1969, McEntee and Mysels showed a different behavior for what they called 'rigid thin film' [10], they observed a hole opening velocity lower than V_{TC} as well as some disturbance in the film far from the hole, i.e. an aureole around the hole is observed instead of a rim at its periphery, and refered to a kind of "buckling". Latter, Petit *et al.* studied quantitatively the effect of interface rigidity by increasing surfactant concentration [6]. They showed that hole velocity is constant at the beginning of the bursting but lower than V_{TC} and its value decreases with surface elasticity. Moreover, when the elastic wave (aureole) reaches the border of the film, the hole velocity decreases with time and the buckling (craks) starts. Recent simulations that modelled the elasticity of interfaces with insoluble surfactants agreed with previous experiments and moreover showed a transient behavior at early times where the hole opening velocity can oscillate due to fast initial compression of the interface which concentrate surfactants near the hole edge and slow down the opening [7].

The presence of particles in a soap film or at its interfaces also influences the hole opening.

Recently, for manually ruptured of films made of colloidal particles right after its formation, it has been shown that hole opens in a manner similar to Newtonian fluids film [11]. When allowed to rupture spontaneously after thinning, the same dense colloidal films show

exotic instabilities reminiscent of a wrinkling fabric on the film surface that might be caused by competition of its thickness with the colloidal particle size.

For larger particles (grains larger than $10\ \mu\text{m}$ typically) partially non wetting and thus positioned at the interfaces of liquid soap film [12], hole opening depends on the position of the particles in relation to the two interfaces of the film. For films with particles attached to a single interface, full opening is observed at a constant retraction velocity that can be modeled by Taylor-Culick-like theory, balancing liquid and particles inertia against surface tension. But, this approach is only valid up to a critical value of particle coverage, presumably due to the interplay between the interfaces and the friction between particles. When the particles bridge the two interfaces (monolayer configuration) the hole opens intermittently and hole opening can be inhibited once the packing is sufficiently dense. Moreover it has been shown that the viscosity of such granular film diverges at the approach of the random close packing of the 2D discs assembly [13]. From these previous studies, one might expect that hole will always be inhibited for dense granular film.

In the absence of surfactant, static simulations with Surface Evolver predict that in the monolayer configuration, spontaneous opening of particle-laden film, corresponding to the appearance of a film with zero thickness in between the particles, depends on liquid pressure and particle surface fraction [14].

In the present work, we study the dynamic of opening in the bursting regime of manually puncture granular film for which the hole reached the border on blink of an eye.

II. MATERIALS AND METHODS

II.1. Surfactant solution and particles

Similarly to previous study [15], we use a couple of surfactant solution and particles to have partially wetting properties. The surfactant solution is Tetradecyltrimethylammonium bromide (TTAB) at $10\ \text{g/L}$ in deionized water, about seven time the Critical Micelle Concentration (CMC), with liquid-gas surface tension of our solution, $\gamma = 34\ \text{mN/m}$. For visualization purposes, we add fluorescein sodium at $0.2\ \text{g/L}$.

The particles are spherical and made of polystyrene from Microbeads (Dinoseeds[®]) with a density of $1.05\ \text{g cm}^{-3}$ of different sizes. The particles surface was chemically treated with silane (1H,1H,2H,2H-perfluorododecyltrichlorosilane from Sigma-Aldrich, CAS No. 102488-

49-3) to change their wetting properties. The contact angle with the surfactant solution is in the range $\theta = 75 \pm 5^\circ$ for all particle size, we can consider that all particle have the same contact angle, as shown in Table I.

Each granular film is formed with one size of particle, we studied the case of monodisperse granular films.

D_p [μm]	$\Delta D_p/D_p$ [%]	θ [$^\circ$]	$\Delta\theta$ [$^\circ$]	ΔP_{PC} [Pa]
80	10	74	2	-560
141	8	80	3	-300
250	12	81	4	-180

TABLE I: Particles characteristics. D_p : average particle diameter ; ΔD_p : standard deviation of the particle size ; θ : particle contact angle with surfactant solution ; $\Delta\theta$: standard deviation of the measurement.

II.2. Granular film with liquid pressure control

The experimental setup inspired by the thin film liquid-pressure balance [16] allows us to form a circular centimetric particle laden film and to vary its liquid pressure [15]. A granular film is made by blowing a bubble below a granular raft. As the bubble grows its edge attached to a porous disk initially saturated with liquid. A liquid reservoir beneath the porous disk is connected to a half-filled bottle into which air can be pumped or injected. This system enables us to control the pressure of the liquid in the bottle and, by continuity, in the film. The pressure sensor gives us the difference between the ambient air pressure (P_{atm} , in the experiment room) and the pressure in a gas pipe that is equal to the liquid pressure at equilibrium P_b in the bottle. This liquid pressure is equal to the liquid pressure in the granular film P_{liq} plus the hydrostatic pressure due to the differential height (h) between the free surface in the bottle and the film $P_b = P_{liq} + \rho gh$. First, we identify the liquid pressure of reference P_{b0} for which porous disc relax after oversaturation (apparition of a thin liquid layer) corresponding to $P_{liq0} = P_{atm}$. We introduce the following notation: $\Delta P = P_b - P_{b0} = P_{liq} - P_{atm}$.

Differential pressure sensors can measure approximately 500 pressure values per second, by averaging the pressure over one second, we have a measurement uncertainty to within 1

Pa. $\Delta P = 0$ means that the film is at atmospheric pressure and when we lower the liquid pressure, ΔP decreases. Varying the liquid pressure causes the air-liquid interfaces of the pores to curve. We can vary the liquid pressure of the porous disc without desaturation (no air penetration in the pores) in a range of $\Delta P \in [-900; 0]$ Pa.

In order to symmetrize the position of the particle in the median plan of the film, a pressure pre-cycle $\Delta P_{PC} \simeq \frac{4\gamma}{3D_p}$ is applied. Indeed, the creation of the granular film is asymmetric as the two angles of contact of particle at the upper and bottom interfaces are expected to be different due to hysteresis of contact angle: on top, we presume that it is an advancing angle θ_A because particles are wetted when they are poured on the liquid, whereas at the bottom, we presume that it is a receding angle θ_R because particles are dewetted when the bubble is inflated from below. As θ_R is lower or equal to θ_A , the lower hemisphere of the particles are expected to be more covered by liquid than its upper part. Consequently when the pressure of the liquid is lower than the atmospheric pressure (interfaces are curved), the particle center is pulled towards the center of the liquid film and the granular film will be more symmetrical with respect to a median plane. A pressure pre-cycle is performed by lowering the liquid pressure in the film at a rate of variation $\frac{d}{dt}\Delta P_{liq} = \Delta \dot{P}_{liq} \simeq 0.5 - 1$ Pa.s⁻¹ so that the liquid flow is quasi-static. It is verified with to the pressure sensor: when we stop the syringe pump, there is no more pressure variation. By performing this pressure pre-cycle, the material is prepared to gain repeatability and erase the memory of preparation as it is often the case in rheology and can also help densify the film in particles [15]. Before going further with the experiments, we finally make sure that the granular network formed by the grains is the densest possible with the least of free space possible. The particle surface fraction is in average equal to 0.87.

II.3. Recording rupture in bursting regime

We focus our study on the opening behavior of a granular film as a function of the particle size and the liquid pressure in the bursting regime previously reported [15] corresponding to ΔP varied in the range from 0 Pa to approximatively $-0.3\gamma/D_p$. In this regime, the hole reach the border of the film during a blink of an eye.

As explained before, after the formation of a granular film a liquid pressure pre-cycle is applied. Then, the liquid pressure is reduced again at the same rate until the desired value is reached and the rupture of liquid film between the particles is triggered manually with

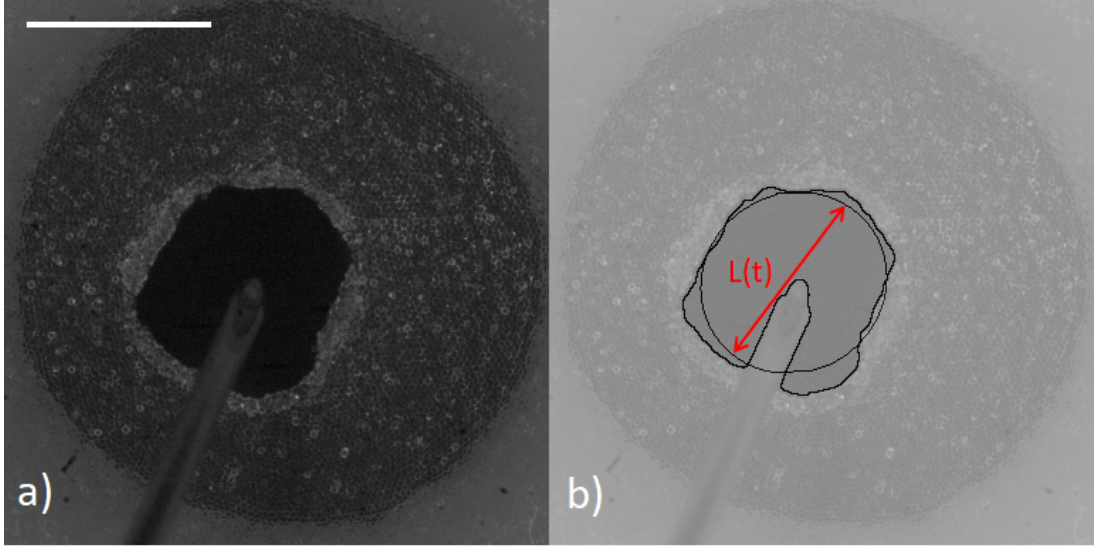


FIG. 1: Typical top view of a granular film made of $141\ \mu\text{m}$ particles punctured at its center with a needle, scale bar is 4 mm. a) Raw image. b) drawing of the outline of the hole and its fitting by an ellipse, $L(t)$ equal to the major axis of the ellipse is assume to represent the size of the hole

a needle (stainless steel, 0.8 mm of radius) by forming a hole in the particle network about the size of 3-5 particles of diameter at the center of the granular film. We then pierce the liquid film at the center of the film.

During the experiment, we capture images that visualise the whole granular film with a Fast Camera VEO 440L from Phantom. Image sizes have been varied from (848 pix X 848 pix) to (512 pix x 384 pix). The opening of the films is recorded at rates that have been varied from 4855 to 6468 fps and a shutter of $100\ \mu\text{s}$ (??).

Typical top view of a granular film is shown in Fig.1-a. The images are analyzed by applying "enhance contrast" and "find edges" functions in aim to draw the contour of the hole. Then "analyze particle" function with fit ellipse is used to measure the characteristic length of the hole chosen as the major axis of ellipse 1-b.

III. TIME EVOLUTION OF HOLE OPENING AT ZERO LIQUID DEPRESSION

III.1. General behavior and particle size effects

Superposition of hole outlines observed every 2 ms are shown in Fig.2.

First, the hole is roughly circular at the beginning and as it grows in time its shape gets

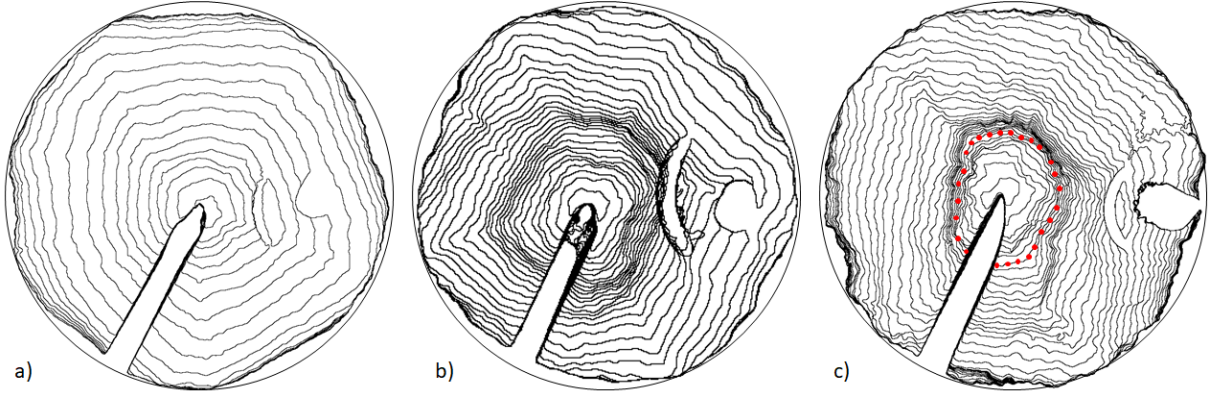


FIG. 2: Typical hole outline for zero liquid depression at different time, time interval $dt=2\text{ms}$ between each drawing, for different particle sizes : a) $d=80\ \mu\text{m}$; b) $d=141\ \mu\text{m}$; c) $D_p=250\ \mu\text{m}$, red dots highlight a outline which deviates from a circular shape. White defects on the right is caused by fixed objects below the granular film and that appears as the hole enlarges

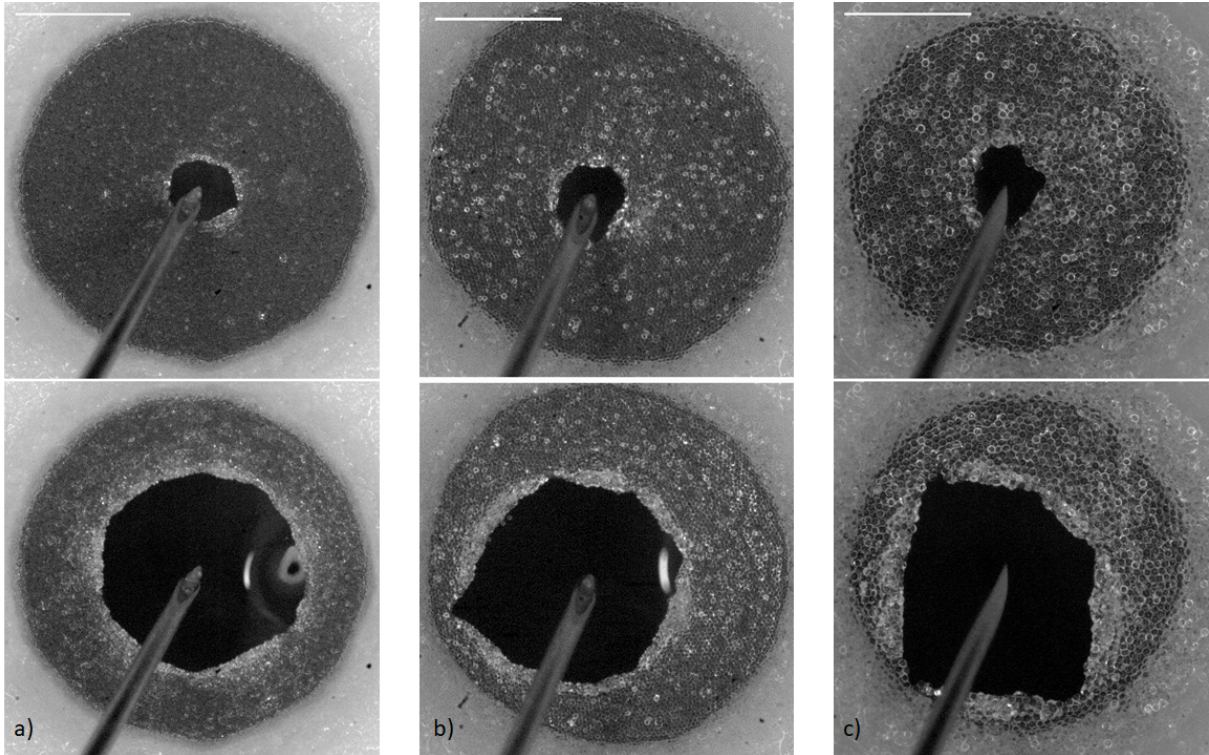


FIG. 3: Typical images of hole opening corresponding to 20 (top) and 60 (bottom) percent of total opening, scale bar is 4 mm : a) $D_p=80\ \mu\text{m}$; b) $D_p=141\ \mu\text{m}$; c) $D_p=250\ \mu\text{m}$.

more faceted with typically four linear fronts observed at the end of opening. The lines are all the more pronounced and appears sooner that the particle diameter is large. Indeed

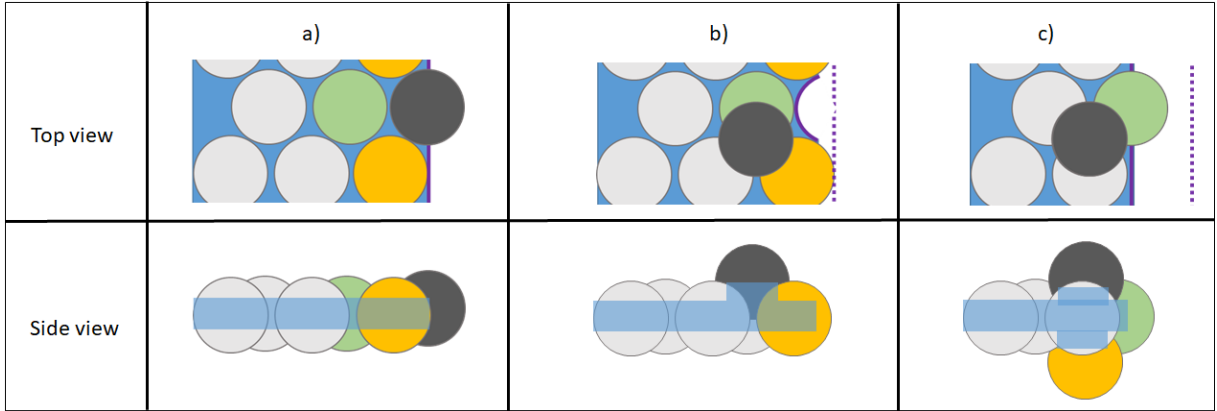


FIG. 4: Sketches of film edge that retracts from one diameter of particles at the beginning of the opening illustrating out of plane motion of particles

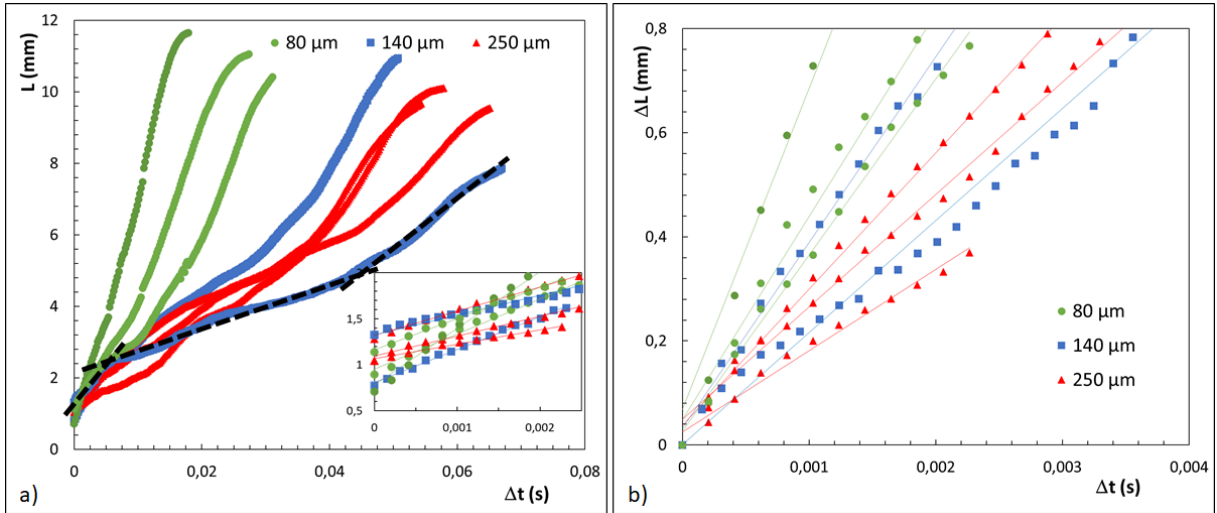


FIG. 5: a) Time evolution of the major axis ($L(t)$) of ellipse that fits the hole outline; b) length variation ($L(t)-L(0)$) as a function of time

as illustrated in Fig.3, for 20% of opening, the hole has a circular shape for all particles diameters. On the contrary, for 60% of opening, the hole is quiet circular for granular film made with particles of $80\ \mu\text{m}$ diameter whereas it looks more like a square for granular film made with particles of $250\ \mu\text{m}$ diameter.

Second, circular outlines are regularly spaced meaning a relatively constant radial velocity, in opposition to, linear fronts that show intermittent progression. Such intermittent progression is not homogeneous over the periphery. For example, in Fig.2-c, we highlight with red dots a outline which deviates from a circular shape and whose portions move at different speed, i.e. consecutive outlines are not equally spaced all over the hole.

Third, bright area is observed at the periphery of the hole and is associated to accumulation of liquid and particles. This accumulation is analogue to the rim observed for classical soap film and due to surface tension that pull liquid radially at the periphery of the hole as explained by Taylor and Culick [17]. In the case of the granular film, accumulation is not a smooth process as out of plane motion requires change in particles and liquid configurations. In Fig.4 assuming hexagonal packing, we propose sketches where film edges retracts from one diameter of particles. Note that the fluorescein introduced in the soap solution reflects light so that liquid film are bright as well as particles that are partially immersed in opposition to particles that bridge the two interfaces of the liquid film [15]. Consequently the particles that are not in the mid-plane of the granular film (black and yellow one in Fig.4) will appear brighter than the other particles.

Finally, we plot the characteristic length $L(t)$ of the hole as a function of time in Fig. 5. As expected from the outlines superposition, the hole size increases with time and all the more the particles are small. The dynamic of opening seems to vary over time, being fast at the beginning then a slower motion followed by a faster motion at the end as highlighted by black dash line.

III.2. Velocity of opening at the beginning

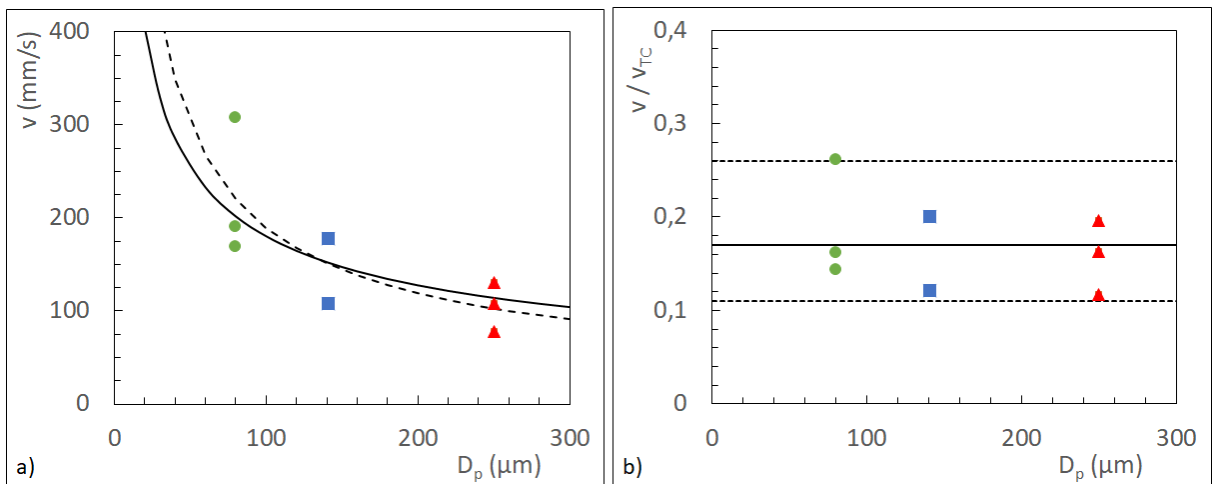


FIG. 6: Velocity of hole opening at its beginning as a function of particle diameter (a) data in mm/s, dotted and continuous lines are fits by power law with exponent $(2/3)$ and $(1/2)$ respectively ; (b) normalisation with Taylor Culick velocity calculated from equation 1

We now focus on the early stage of granular film retraction (inset of Fig.5-a). In this regime the lengths evolve linearly with time, we thus plot the variation length from its origin ($L(t)-L(0)$) as a function of time Fig.5-b). Fitting each data set by a line give us the value of the slope that is equal to the velocity of opening at the beginning. In Fig.6-a we plot this velocity as a function of the diameter of the particle forming the granular film. The velocity decay with the diameter. A power law of $-2/3$ is the best fit (dash line) but a power law of $-1/2$ is reasonable. This later value is consistent with the Taylor-Culick velocity V_{TC} that written :

$$v_{TC} = \sqrt{\frac{2\gamma}{\rho_s}} \simeq \sqrt{\frac{3\gamma}{\rho D_p \phi}} \quad (1)$$

where ρ_s the mass per unit surface can write for granular film as : $\rho_s \simeq 2\rho\phi d/3$, note that the liquid fraction is assumed to be negligible.

According to [6], $v/v_{TC} \leq 1$ could be interpreted in terms of surface elasticity E , but reaching ratios $\simeq 0,17$ would require value $E/\gamma \geq 10^4$ which seems quiet unusual. However, in the case of a dense granular film (above random close packing of the 2D assembly discs) we suspect that elasticity will play a role but in a different way to that of a classical soap film because the elasticity is not due to surfactants accumulation at the tip of the rim but due to grain network interaction via liquid meniscus like in a granular raft [18, 19].

In addition, the accumulation of grains at the periphery of the hole, for tightly packed grains, might requires out-of-plane displacement and total wetting of the grains, which are sources of dissipation.

III.3. Fracture

- Critical radius for which weight is not negligible ... Fig.7

$$R_c \sim \frac{\gamma}{\rho g D_p} \quad (2)$$

Considering weight of the collected grains is one tenth of the tension at periphery of the hole, we obtain R_c equal to 2.3 , 4.2, and 7 mm for D_p equal to 250, 141 et 80 μm respectively.

- compare velocity and wave length to large films and flapping [9]

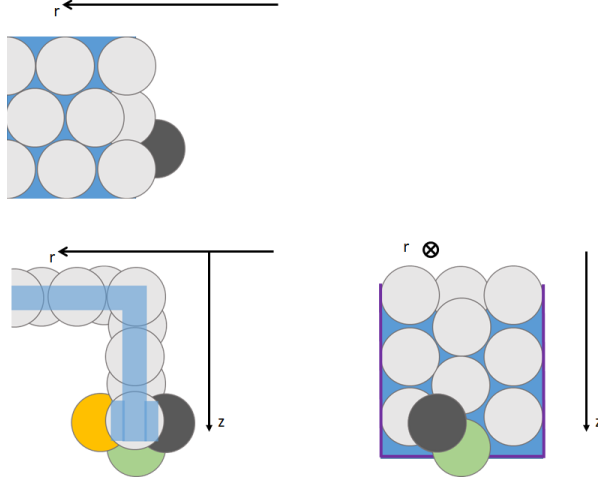


FIG. 7: Sketch for portion of sheet that has been fractured and fall under gravity

IV. EFFECT OF LIQUID DEPRESSION

As the pressure in the liquid film is decreased, the dynamics of opening slow down and appear more intermittent as illustrated in Fig.8. We measure the velocity of opening at the beginning for each particle sizes at different liquid pressure, data are plotted in Fig.9.

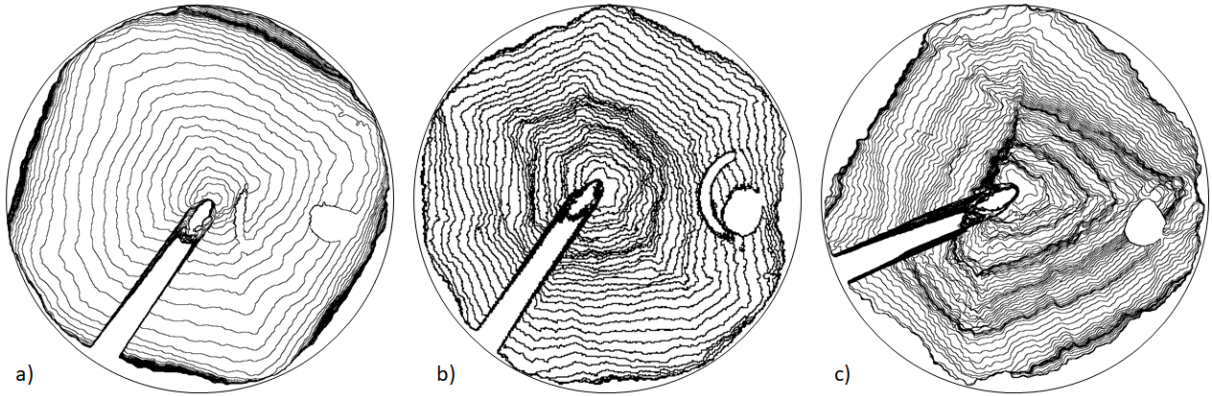


FIG. 8: Typical hole contour for negative liquid depression at different time, $dt=2ms$ between each drawing for different particle sizes : a) $D_p=80 \mu m$, $\Delta P = -50Pa$; b) $D_p=141 \mu m$, $\Delta P = -25Pa$; c) $D_p=250 \mu m$, $\Delta P = -25Pa$.

The black is a linear fit $v/v_{TC} = 0.65\Delta P/(2\gamma/D_p) + 0,18$, that predicts $v = 0$ for $\Delta P/(2\gamma/D_p)$ which is consistent with previous report for which intermittent regime is observed "by eye".

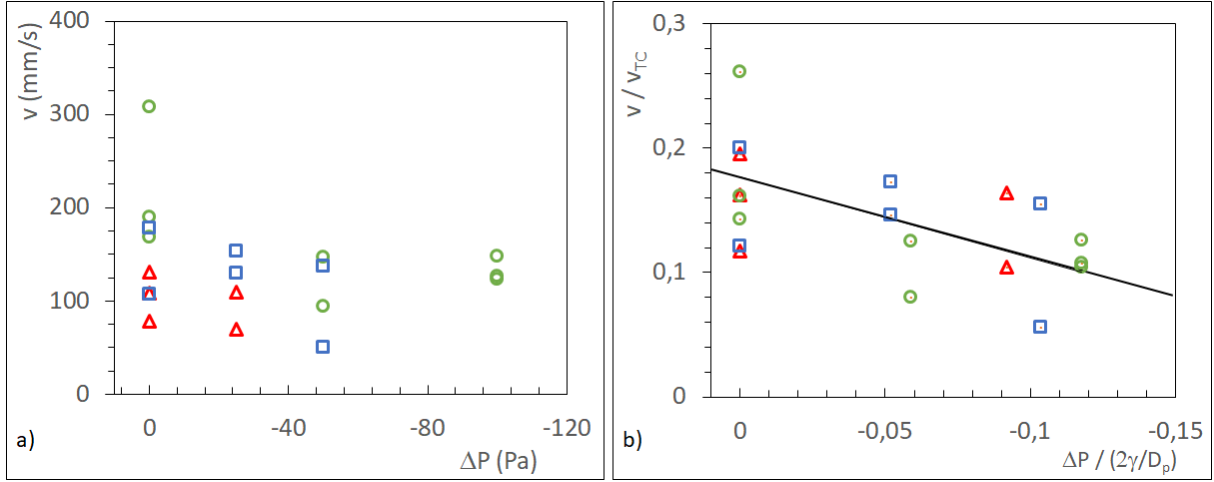


FIG. 9: Effect of liquid pressure for different particle diameter (\circ : 80 μm , \diamond : 141 μm , \square : 250 μm). a) Velocity of hole opening at its beginning as a function of liquid depression. b) Normalized velocity as a function of normalized liquid depression, line is a linear fit :

$$v/v_{TC} = 0.65\Delta P/(2\gamma/D_p) + 0,18.$$

V. DISCUSSION AND CONCLUSION

-
- [1] José Bico. Cracks in bursting soap films. *Journal of Fluid Mechanics*, 778:1–4, 2015.
- [2] Isabelle Cantat, Sylvie Cohen-Addad, Florence Elias, François Graner, Reinhard Höhler, Olivier Pitois, Florence Rouyer, and Arnaud Saint-Jalmes. *Liquids Foams: Structure and Dynamic*. Oxford University Press, 2013.
- [3] G Debregeas, PG de Gennes, and F Brochard-Wyart. The life and death of bare viscous bubbles. *Science*, 279(5357):1704–1707, 1998.
- [4] Michael P. Brenner and Denis Gueyffier. On the bursting of viscous films. *Physics of Fluids*, 11(3):737–739, 1999.
- [5] NIKOS SAVVA and JOHN W. M. BUSH. Viscous sheet retraction. *Journal of Fluid Mechanics*, 626:211–240, 2009.
- [6] P. C. Petit, M. Le Merrer, and A.-L. Bianco. Holes and cracks in rigid foam films. *Journal of Fluid Mechanics*, 774:R3, 2015.
- [7] Marco De Corato, Daniele Tammaro, Pier Luca Maffettone, and Norberto Fueyo. Retraction of thin films coated by insoluble surfactants. *Journal of Fluid Mechanics*, 942:A55, 2022.

- [8] Jiakai Lu and Carlos M. Corvalan. Dynamical transitions during the collapse of inertial holes. *Scientific Reports*, 9(14649):2045–2322, 2019.
- [9] Henri Lhuissier and Emmanuel Villermaux. Soap films burst like flapping flags. *Phys. Rev. Lett.*, 103:054501, Jul 2009.
- [10] Winnie R. McEntee and Karol J. Mysels. Bursting of soap films. i. an experimental study. *The Journal of Physical Chemistry*, 73(9):3018–3028, 1969.
- [11] Phalguni Shah, Eleanor Ward, Srishti Arora, and Michelle M. Driscoll. Rupture dynamics of flat colloidal films. *Phys. Rev. Fluids*, 8:024002, Feb 2023.
- [12] Yousra Timounay, Elise Lorenceau, and Florence Rouyer. Opening and retraction of particulate soap films. *EPL (Europhysics Letters)*, 111(2):26001, jul 2015.
- [13] Yousra Timounay and Florence Rouyer. Viscosity of particulate soap films: approaching the jamming of 2d capillary suspensions. *Soft Matter*, 13:3449–3456, 2017.
- [14] G. Morris, M.R. Pursell, S.J. Neethling, and J.J. Cilliers. The effect of particle hydrophobicity, separation distance and packing patterns on the stability of a thin film. *Journal of Colloid and Interface Science*, 327(1):138–144, 2008.
- [15] Nabil Retailleau, Yacine Khidas, and Florence Rouyer. Pressure threshold for inhibition of dense granular film opening. *RSC Advances*, ?(?):?, 2023.
- [16] Karol J. Mysels and Malcolm N. Jones. Direct measurement of the variation of double-layer repulsion with distance. *Discuss. Faraday Soc.*, 42:42–50, 1966.
- [17] I. Cantat. *Liquids Foams: Structure and Dynamic*. Oxford University Press, 2013.
- [18] Carole Planchette, Elise Lorenceau, and Anne-Laure Biance. Surface wave on a particle raft. *Soft Matter*, 8:2444–2451, 2012.
- [19] D. Vella, P. Aussillous, and L. Mahadevan. Elasticity of an interfacial particle raft. *Europhysics Letters*, 68(2):212, oct 2004.

Bibliographie

- [1] Sébastien Kosgodagan ACHARIGE, Florence ELIAS et Caroline DEREÇ. « Soap film vibration : origin of the dissipation ». In : *Soft matter* 10.41 (2014), p. 8341-8348 (cf. p. 106, 122).
- [2] B. ANDREOTTI, Y. FORTERRE et O. POULIQUEN. *Les milieux granulaires - Entre fluide et solide : Entre fluide et solide*. SAVOIRS ACTUELS. EDP Sciences, 2012. ISBN : 9782759809257. URL : <https://books.google.fr/books?id=d4Ce8e8j7XgC> (cf. p. 23, 24, 90).
- [3] Nakhlé H ASMAR. *Partial differential equations with Fourier series and boundary value problems*. Courier Dover Publications, 2016, p. 198-202 (cf. p. 105).
- [4] Pascale AUSSILLOUS et David QUÉRÉ. « Liquid marbles ». In : *Nature* 411.6840 (2001), p. 924-927 (cf. p. 28).
- [5] Pascale AUSSILLOUS et David QUÉRÉ. « Properties of liquid marbles ». In : *Proceedings of the Royal Society A : Mathematical, Physical and Engineering Sciences* 462.2067 (2006), p. 973-999 (cf. p. 29).
- [6] V. BAUMANN et G. E. A. BAUER. « The Performance of Foundations on Various Soils Stabilized by the Vibro-compaction Method ». In : *Canadian Geotechnical Journal* 11.4 (1974), p. 509-530. DOI : 10.1139/t74-056. eprint : <https://doi.org/10.1139/t74-056>. URL : <https://doi.org/10.1139/t74-056> (cf. p. 24).
- [7] Vance BERGERON. « Disjoining Pressures and Film Stability of Alkyltrimethylammonium Bromide Foam Films ». In : *Langmuir* 13.13 (1997), p. 3474-3482. DOI : 10.1021/la970004q. eprint : <https://doi.org/10.1021/la970004q>. URL : <https://doi.org/10.1021/la970004q> (cf. p. 70).
- [8] Raphael BLUMENFELD. « Disorder Criterion and Explicit Solution for the Disc Random Packing Problem ». en. In : *Physical Review Letters* 127.11 (sept. 2021), p. 118002. ISSN : 0031-9007, 1079-7114. DOI : 10.1103/PhysRevLett.127.118002. URL : <https://link.aps.org/doi/10.1103/PhysRevLett.127.118002> (visité le 28/03/2023) (cf. p. 24, 62).
- [9] Arezki BOUDAUD, Yves COUDER et Martine Ben AMAR. « Self-adaptation in vibrating soap films ». In : *Physical review letters* 82.19 (1999), p. 3847 (cf. p. 106).
- [10] Ken BRAKKE. *Surface Evolver*. <http://facstaff.susqu.edu/brakke/evolver/evolver.html>. 2013 (cf. p. 52).
- [11] John CANNY. « A computational approach to edge detection ». In : *IEEE Transactions on pattern analysis and machine intelligence* 6 (1986), p. 679-698 (cf. p. 60).
- [12] Pietro CICUTA et Dominic VELLA. « Granular Character of Particle Rafts ». In : *Phys. Rev. Lett.* 102 (13 avr. 2009), p. 138302. DOI : 10.1103/PhysRevLett.102.138302. URL : <https://link.aps.org/doi/10.1103/PhysRevLett.102.138302> (cf. p. 28).

- [13] « Contrast limited adaptive histogram equalization ». In : *Graphics gems* (1994), p. 474-485 (cf. p. 59).
- [14] F. CULICK. « Comments on a Ruptured Soap Film ». In : *Journal of Applied Physics* 31 (juin 1960), p. 1128-1129. DOI : 10.1063/1.1735765 (cf. p. 22).
- [15] G. DEBRÉGEAS, P.-G. de GENNES et F. BROCHARD-WYART. « The Life and Death of "Bare" Viscous Bubbles ». In : *Science* 279.5357 (1998), p. 1704-1707. DOI : 10.1126/science.279.5357.1704. eprint : <https://www.science.org/doi/pdf/10.1126/science.279.5357.1704>. URL : <https://www.science.org/doi/abs/10.1126/science.279.5357.1704> (cf. p. 22).
- [16] Wiebke DRENCKHAN et al. « Soap films under large-amplitude oscillations ». In : *Philosophical Magazine Letters* 88.9-10 (2008), p. 669-677 (cf. p. 106).
- [17] F GORLIER, Yacine KHIDAS et Olivier PITOIS. « Elasticity of particle-loaded liquid foams ». In : *Soft matter* 13.25 (2017), p. 4533-4540 (cf. p. 27).
- [18] François GORLIER et al. « Optimal strengthening of particle-loaded liquid foams ». In : *Physical Review E* 95.4 (2017), p. 042604 (cf. p. 27).
- [19] Benjamin HAFFNER, Yacine KHIDAS et Olivier PITOIS. « The drainage of foamy granular suspensions ». In : *Journal of colloid and interface science* 458 (2015), p. 200-208 (cf. p. 27).
- [20] Einar L. HINRICHSSEN, Jens FEDER et Torstein JØSSANG. « Random packing of disks in two dimensions ». In : *Phys. Rev. A* 41 (8 avr. 1990), p. 4199-4209. DOI : 10.1103/PhysRevA.41.4199. URL : <https://link.aps.org/doi/10.1103/PhysRevA.41.4199> (cf. p. 24).
- [21] Paul VC HOUGH. *Method and means for recognizing complex patterns*. US Patent 3,069,654. Déc. 1962 (cf. p. 60).
- [22] Yoji ISAKA. *Gerridés (Gerridae ou punaises ou araignées d'eau) à la surface d'une mare du parc forestier Higashitakane Shinrin-koen, Miyamae, Kawasaki, Kanagawa, Japon*. Sept. 2006 (cf. p. 16).
- [23] Heinrich M. JAEGER, Sidney R. NAGEL et Robert P. BEHRINGER. « Granular solids, liquids, and gases ». In : *Rev. Mod. Phys.* 68 (4 oct. 1996), p. 1259-1273. DOI : 10.1103/RevModPhys.68.1259. URL : <https://link.aps.org/doi/10.1103/RevModPhys.68.1259> (cf. p. 23).
- [24] Yacine KHIDAS, Benjamin HAFFNER et Olivier PITOIS. « Capture-induced transition in foamy suspensions ». In : *Soft matter* 10.23 (2014), p. 4137-4141 (cf. p. 28).
- [25] Sébastien KOSGODAGAN ACHARIGE. « Vibration de films de savon ». Thèse de doct. Paris 7, 2014 (cf. p. 106).
- [26] Sidney KRAVITZ. « Packing cylinders into cylindrical containers ». In : *Mathematics magazine* 40.2 (1967), p. 65-71 (cf. p. 24).
- [27] Benoit LABORIE et al. « How coatings with hydrophobic particles may change the drying of water droplets : incompressible surface versus porous media effects ». In : *Soft Matter* 9.19 (2013), p. 4822-4830 (cf. p. 29).
- [28] Glen MCHALE et Michael I NEWTON. « Liquid marbles : principles and applications ». In : *Soft Matter* 7.12 (2011), p. 5473-5481 (cf. p. 29).
- [29] G MORRIS et al. « The effect of particle hydrophobicity, separation distance and packing patterns on the stability of a thin film ». In : *Journal of colloid and interface science* 327.1 (2008), p. 138-144 (cf. p. 31, 121).

- [30] Gareth MORRIS, Kathryn HADLER et Jan CILLIERS. « Particles in thin liquid films and at interfaces ». In : *Current Opinion in Colloid & Interface Science* 20.2 (2015), p. 98-104 (cf. p. 31, 121).
- [31] Gareth MORRIS, SJ NEETHLING et Jan J CILLIERS. « Predicting the failure of a thin liquid film loaded with spherical particles ». In : *Langmuir* 30.4 (2014), p. 995-1003 (cf. p. 31, 121).
- [32] Karol J MYSELS et Malcolm N JONES. « Direct measurement of the variation of double-layer repulsion with distance ». In : *Discussions of the Faraday Society* 42 (1966), p. 42-50 (cf. p. 37).
- [33] George Y. ONODA et Eric G. LINIGER. « Random loose packings of uniform spheres and the dilatancy onset ». In : *Phys. Rev. Lett.* 64 (22 mai 1990), p. 2727-2730. DOI : 10.1103/PhysRevLett.64.2727. URL : <https://link.aps.org/doi/10.1103/PhysRevLett.64.2727> (cf. p. 24).
- [34] Nobuyuki OTSU. « A Threshold Selection Method from Gray-Level Histograms ». In : *IEEE Transactions on Systems, Man, and Cybernetics* 9.1 (1979), p. 62-66. DOI : 10.1109/TSMC.1979.4310076 (cf. p. 60).
- [35] Pauline PETIT, Marie LE MERRER et Anne-Laure BIANCE. « Holes and cracks in rigid foam films ». In : *Journal of Fluid Mechanics* 774 (mars 2015). DOI : 10.1017/jfm.2015.278 (cf. p. 22).
- [36] Spencer Umfreville PICKERING. « CXCVI.—Emulsions ». In : *J. Chem. Soc., Trans.* 91 (0 1907), p. 2001-2021. DOI : 10.1039/CT9079102001. URL : <http://dx.doi.org/10.1039/CT9079102001> (cf. p. 28).
- [37] Carole PLANCHETTE, Elise LORENCEAU et Anne-Laure BIANCE. « Surface wave on a particle raft ». In : *Soft Matter* 8.8 (2012), p. 2444-2451 (cf. p. 28).
- [38] Carole PLANCHETTE, Elise LORENCEAU et Anne-Laure BIANCE. « Surface wave on a particle raft ». In : *Soft Matter* 8.8 (2012), p. 2444-2451 (cf. p. 107).
- [39] John William Strutt Baron RAYLEIGH. *The theory of sound*. T. 2. Macmillan, 1896 (cf. p. 106).
- [40] Johannes SCHINDELIN et al. « Fiji : an open-source platform for biological-image analysis ». en. In : *Nature Methods* 9.7 (juill. 2012), p. 676-682. ISSN : 1548-7091, 1548-7105. DOI : 10.1038/nmeth.2019. URL : <http://www.nature.com/articles/nmeth.2019> (visité le 10/05/2023) (cf. p. 58).
- [41] Caroline A SCHNEIDER, Wayne S RASBAND et Kevin W ELICEIRI. « NIH Image to ImageJ : 25 years of image analysis ». en. In : *Nature Methods* 9.7 (juill. 2012), p. 671-675. ISSN : 1548-7091, 1548-7105. DOI : 10.1038/nmeth.2089. URL : <http://www.nature.com/articles/nmeth.2089> (visité le 10/05/2023) (cf. p. 43).
- [42] G. D. SCOTT et D. M. KILGOUR. « The density of random close packing of spheres ». In : *Journal of Physics D Applied Physics* 2.6 (juin 1969), p. 863-866. DOI : 10.1088/0022-3727/2/6/311 (cf. p. 24).
- [43] A. SHELUDKO. « Thin liquid films ». In : *Advances in Colloid and Interface Science* 1.4 (1967), p. 391-464. ISSN : 0001-8686. DOI : [https://doi.org/10.1016/0001-8686\(67\)85001-2](https://doi.org/10.1016/0001-8686(67)85001-2). URL : <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/0001868667850012> (cf. p. 37).
- [44] James SPEIGHT. *Lange's handbook of chemistry*. McGraw-Hill Education, 2005 (cf. p. 37).

- [45] FH STILLINGER JR, EA DIMARZIO et RL KORNEGAY. « Systematic approach to explanation of the rigid disk phase transition ». In : *The Journal of Chemical Physics* 40.6 (1964), p. 1564-1576 (cf. p. 24).
- [46] Geoffrey Ingram TAYLOR. « The dynamics of thin sheets of fluid. III. Disintegration of fluid sheets ». In : *Proceedings of the Royal Society of London. Series A. Mathematical and Physical Sciences* 253.1274 (1959), p. 313-321. DOI : 10.1098/rspa.1959.0196. eprint : <https://royalsocietypublishing.org/doi/pdf/10.1098/rspa.1959.0196>. URL : <https://royalsocietypublishing.org/doi/abs/10.1098/rspa.1959.0196> (cf. p. 22).
- [47] Geoffrey Ingram TAYLOR. « The dynamics of thin sheets of fluid. III. Disintegration of fluid sheets ». In : *Proceedings of the Royal Society of London. Series A. Mathematical and Physical Sciences* 253.1274 (1959), p. 313-321 (cf. p. 106).
- [48] Yousra TIMOUNAY. « Rhéologie d'interface liquide/air chargées de grains : vers la consolidation d'un milieu aéré ». Theses. Université Paris-Est, oct. 2016. URL : <https://theses.hal.science/tel-01524556> (cf. p. 29, 30, 87, 121).
- [49] Yousra TIMOUNAY, Elise LORENCEAU et Florence ROUYER. « Opening and retraction of particulate soap films ». In : *Europhysics Letters* 111.2 (2015), p. 26001 (cf. p. 24).
- [50] Yousra TIMOUNAY, Elise LORENCEAU et Florence ROUYER. « Opening and retraction of particulate soap films ». en. In : *EPL (Europhysics Letters)* 111.2 (juill. 2015), p. 26001. ISSN : 0295-5075, 1286-4854. DOI : 10.1209/0295-5075/111/26001. URL : <https://iopscience.iop.org/article/10.1209/0295-5075/111/26001> (visité le 11/01/2021) (cf. p. 46, 57, 75, 87, 121).
- [51] Yousra TIMOUNAY, Olivier PITOIS et Florence ROUYER. « Gas Marbles : Much Stronger than Liquid Marbles ». In : *Phys. Rev. Lett.* 118 (22 juin 2017), p. 228001. DOI : 10.1103/PhysRevLett.118.228001. URL : <https://link.aps.org/doi/10.1103/PhysRevLett.118.228001> (cf. p. 30, 65).
- [52] Yousra TIMOUNAY et Florence ROUYER. « Viscosity of particulate soap films : approaching the jamming of 2D capillary suspensions ». In : *Soft Matter* 13 (18 2017), p. 3449-3456. DOI : 10.1039/C7SM00090A. URL : <http://dx.doi.org/10.1039/C7SM00090A> (cf. p. 57, 75, 77, 120).
- [53] A TOSUN et HY ERBIL. « Evaporation rate of PTFE liquid marbles ». In : *Applied surface science* 256.5 (2009), p. 1278-1283 (cf. p. 29).
- [54] Stefan VAN DER WALT et al. « scikit-image : image processing in Python ». In : *PeerJ* 2 (2014), e453 (cf. p. 58).
- [55] Yonghong XIE et Qiang JI. « A new efficient ellipse detection method ». In : *2002 International Conference on Pattern Recognition*. T. 2. IEEE. 2002, p. 957-960 (cf. p. 60).
- [56] Alessio ZACCONE. « Explicit analytical solution for random close packing in $d=2$ and $d=3$ ». In : *Physical Review Letters* 128.2 (2022), p. 028002 (cf. p. 24).
- [57] Jianrong ZHOU et al. *Geometric Batch Optimization for the Packing Equal Circles in a Circle Problem on Large Scale*. 2023. arXiv : 2303.02650 [cs.CG] (cf. p. 24).