

MASTER SCIENCE DE LA MATIÈRE
École Normale Supérieure de Lyon
Université Claude Bernard Lyon I

Stage 2018–2019
Aubin Archambault
M2 Physique

Étude de la relaxation de milieux granulaires sous l'effet de vibrations aux échelles macroscopique et microscopique.

Résumé : Mon stage concerne l'étude de milieux granulaires initialement inclinés, soumis à une agitation externe. J'ai réalisé une expérience de tambour tournant à l'échelle macroscopique, en regardant l'effet de l'agitation mécanique. J'ai réalisé en parallèle des expériences similaires, à l'échelle microscopique, en regardant l'effet de l'agitation thermique. Mes expériences ont permis de mettre en évidence un régime de fluage, dépendant de l'agitation et présentant des similitudes aux deux échelles étudiées.

Mots clés : *Milieux granulaires, Stick-slip, Fluage, Tambour tournant, Suspensions colloïdales, Vibrations*

Stage encadré par :

Antoine Bérut

Antoine.Berut@univ-lyon1.fr

Institut Lumière Matière

Équipe Liquides et Interfaces



Remerciements

Je remercie Antoine Bérut ainsi que l'intégralité de l'équipe Liquides et Interfaces de l'Institut Lumière Matière pour leur accueil pendant mes 4 mois de stage. Je tiens en particulier à remercier Gilles Simon, Rémy Fulcrand et Nicolas Terrier pour leur aide dans la conception et la fabrication de notre dispositif expérimental. Je remercie aussi Valérie Vidal et Jean-Christophe Géminard pour leur encadrement pendant mes expériences à l'ENS de Lyon, ainsi que Denis Le Tourneau pour la fabrication du tambour tournant et ses conseils sur le serrage des vis. Je remercie aussi notre table optique, qui a eu la gentillesse d'être enfin livrée avant la fin de mon stage.

Table des matières

1	Introduction	3
2	Expériences macroscopiques	3
2.1	Montage expérimental	3
2.1.1	Présentation générale	3
2.1.2	Le tambour	3
2.1.3	Le vibreur et le bâti	3
2.1.4	Les capteurs	4
2.1.5	La prise d'images	4
2.2	Régime de stick-slip	4
2.2.1	Protocole expérimental	5
2.2.2	Traitement des images	5
2.2.3	Mesure des vibrations	5
2.2.4	Statistiques sur les avalanches	5
2.2.5	Dépendance en fréquence de la transition	8
2.2.6	Détection de la transition par le Taux de Stick	9
2.3	Régime de fluage	10
2.3.1	Protocole expérimental	10
2.3.2	Le régime logarithmique	10
2.3.3	Influence des vibrations	10
2.3.4	Mesure de vibration par un capteur de position	11
2.3.5	Comportement dans le tas	13
2.4	Conclusions sur les expériences macroscopiques	14
3	Expérience microscopique	14
3.1	Montage expérimental	14
3.2	Fabrication des systèmes microfluidiques	15
3.3	Préparation des échantillons	15
3.4	Expériences de fluage	16
3.4.1	Protocole expérimental	16
3.4.2	Traitement des images	16
3.4.3	Expériences aux temps longs	16
3.4.4	Expériences courtes	18
3.5	Interprétation physique	18
3.6	Modèle théorique	19
3.7	Conclusions des expériences microscopiques	19
4	Conclusions	19

1 Introduction

J'ai effectué 4 mois de stage sous la direction d'Antoine Bérut, maître de conférence à l'Université Lyon 1, dans l'équipe Liquides et Interfaces de l'Institut Lumière Matière. Durant ce stage, j'ai étudié à plusieurs échelles la dynamique de milieux granulaires soumis à différentes formes d'agitation. À travers une collaboration de la Fédération de Recherche André Marie Ampère (FRAMA), j'ai réalisé des expériences au Laboratoire de Physique de l'École Normale Supérieure de Lyon, encadré par Valérie Vidal et Jean-Christophe Géminard. Valérie Vidal et Jean-Christophe Géminard ont déjà étudié l'effet de vibrations sur le régime de stick-slip du frottement d'un patin sur un lit granulaire [1]. Ce régime de stick-slip se retrouve également dans des expériences de milieux granulaires en tambour tournant. Jean-Christophe Géminard et Francisco Melo ont regardé l'effet de vibrations mécaniques sur un tas de grains en milieu sec. Je me suis intéressé au même phénomène dans le cas d'un tas granulaire en milieu immergé. L'intérêt du tas immergé est qu'il peut aussi être étudié à l'échelle microscopique, avec des tas de colloïdes soumis à l'agitation thermique. Le tas granulaire immergé semble donc être un bon système pour comparer l'agitation thermique et l'agitation mécanique. Antoine Bérut a déjà observé un régime de fluage à l'échelle microscopique sous l'effet de l'agitation thermique et proposé un modèle pour ce phénomène [2]. L'objectif de mon stage est d'étudier plus en détail le comportement d'un tas granulaire soumis à l'agitation mécanique à l'échelle macroscopique ou soumis à l'agitation thermique à l'échelle microscopique.

2 Expériences macroscopiques

Des expériences de stick-slip et de fluage sous vibrations ont été réalisées au Laboratoire de Physique de l'École Normale Supérieure de Lyon, sous la direction de Valérie Vidal et Jean-Christophe Géminard.

2.1 Montage expérimental

2.1.1 Présentation générale

Le dispositif expérimental est un tambour tournant rempli à mi-hauteur de billes de verre de 2 mm de diamètre. Le montage est éclairé en transmission par un panneau LED. Les vibrations sont appliquées à l'aide d'un vibreur attaché au bâti du montage. Un moteur à courant continu permet de mettre en rotation le tambour. Deux capteurs ont été utilisés pour la mesure des vibrations pendant le stage : un accéléromètre, collé au bâti dans l'axe du vibreur et un capteur inductif de position permettant une mesure directe du déplacement du tambour. Un plan du dispositif est présenté en figure 1a.

2.1.2 Le tambour

La pièce centrale du montage est un tambour tournant (figure 1b). Le tambour mesure 10 cm de diamètre interne et 5 cm de profondeur. Le tambour est rempli à mi-hauteur de billes de verre de 2 mm de diamètre. Le remplissage est complété avec de l'eau distillée. Le tambour est fermé par deux vitres en verre, tenues par des anneaux métalliques vissés au tambour. Un petit orifice permet de finir le remplissage du tambour à l'aide d'une seringue après avoir mis en place les plaques de verre. Le tambour repose sur des cylindres métalliques entraînés par un moteur à courant continu permettant de mettre en rotation le tambour.

2.1.3 Le vibreur et le bâti

Le montage est réalisé sur une plaque métallique sur laquelle le bâti supportant le tambour et le moteur sont fixés. La plaque est isolée mécaniquement par des supports en mousse. Le vibreur est

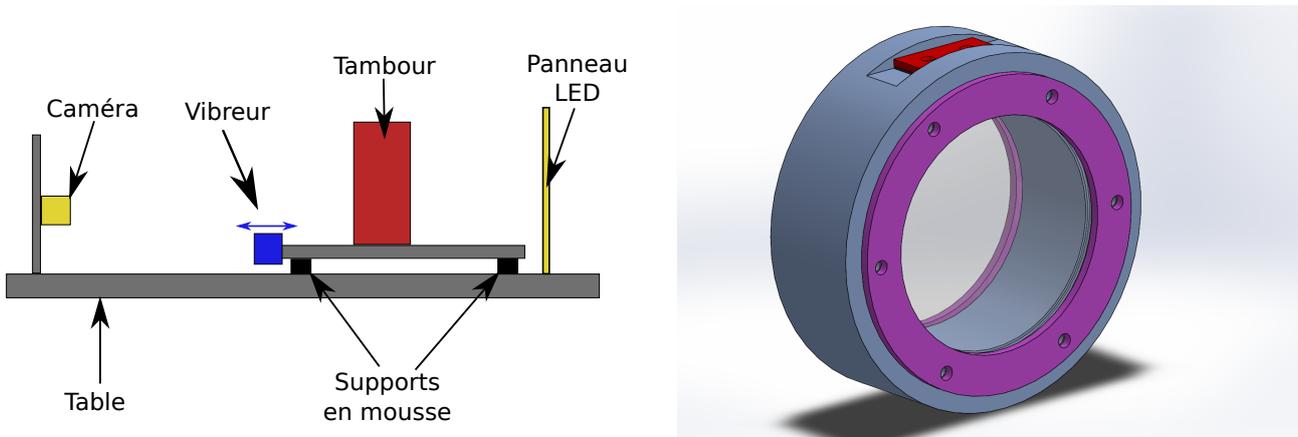
directement attaché à la plaque et met l'intégralité du montage en vibration dans la direction de l'axe de rotation du tambour. Le vibreur est contrôlé à l'aide d'un générateur basses fréquences, relié à un amplificateur. Le contrôle du gain de l'ampli se fait par un potentiomètre sans graduation quantitative. Pour délivrer des vibrations reproductibles, l'ampli est réglé au maximum de son gain et l'intensité des vibrations est contrôlée par l'amplitude réglée sur le générateur basses fréquences.

2.1.4 Les capteurs

Durant le stage deux méthodes de mesure des vibrations ont été utilisées et comparées : un accéléromètre et un capteur inductif de position. L'accéléromètre est collé à même le bâti dans l'axe du vibreur et du tambour. Le capteur inductif est tenu par un support indépendant, découplé du reste du montage. Le capteur inductif est sensible à la distance entre la tête de mesure et une cible métallique. La cible métallique utilisée est un des anneaux métalliques tenant les plaques en verre du tambour. Les signaux des deux capteurs sont enregistrés en même temps par le même code LabView à l'aide d'une carte d'acquisition National Instruments. Cependant, le capteur inductif n'a été installé que vers la fin du stage et une grande partie des expériences a été réalisée sans.

2.1.5 La prise d'images

La capture d'image est réalisée image par image par une caméra PixeLink, contrôlée en USB par un code Python que j'ai écrit en m'appuyant sur des bibliothèques de code du constructeur. Le montage est éclairé en transmission par un panneau LED alimenté par une alimentation stabilisée pour éviter les problèmes de scintillement liés au 50 Hz du secteur.



(a) Le montage expérimental utilisé pour les expériences en tambour tournant, vu de côté. Le vibreur oscille dans la direction de l'axe de rotation du tambour.

(b) Le tambour tournant utilisé pour le montage macroscopique. Les dimensions du tambour sont de 10 cm de diamètre interne et 5 cm de profondeur. En violet, les anneaux métalliques permettant de tenir les vitres du tambour. En rouge, le cache pour un trou permettant de finir le remplissage du tambour à la seringue.

FIGURE 1 – Le dispositif expérimental utilisé pour les expériences macroscopiques et une vue du tambour. Le tambour a été réalisé par Denis Le Tourneau de l'atelier mécanique du Laboratoire de Physique de l'ENS de Lyon.

2.2 Régime de stick-slip

Dans un premier temps, nous nous sommes intéressés à la dynamique d'avalanches sous l'effet de vibration. Si on incline le tas de grains au-delà d'un certain angle θ_{start} , le tas se met à couler

jusqu'à revenir à un angle plus faible θ_{stop} . Cet écart entre l'angle auquel le tas est déstabilisé et l'angle auquel le tas se restabilise est caractéristique d'un régime dit de "stick-slip" (coller-glisser). L'effet de vibrations sur la dynamique de ces avalanches a été étudié par Jean-Christophe Géminard et Francisco Melo dans une configuration similaire mais avec des grains secs. Nous avons réalisé nos expériences avec un tas immergé. D'après [3], un tas immergé présente des avalanches d'amplitude (différence entre l'angle initial et l'angle final) plus faible mais plus proches dans le temps.

2.2.1 Protocole expérimental

Pour réaliser ces expériences, le tambour est mis en rotation à vitesse constante à l'aide du moteur à courant continu. Les expériences ont toutes été réalisées avec la vitesse de rotation la plus faible disponible, qui a été mesurée à $4,2 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$, soit un tour complet en à peu près 2h20. Les acquisitions durent typiquement 20 minutes, à 2 images par seconde. Les avalanches ont lieu en quelques secondes mais peuvent être espacées d'une minute, la faible fréquence d'acquisition permet d'accéder à la fréquence et l'amplitude des avalanches sans accumuler trop de données.

2.2.2 Traitement des images

À partir des images, on cherche à obtenir l'évolution de l'angle du tas au cours du temps. J'ai codé un script Python, qui détecte les contours, les ajuste par une droite et calcule un angle. Premièrement, je définis une zone d'intérêt dans laquelle chercher le contour, ensuite la fonction `findcontours` de la bibliothèque Python `SciKit Image` applique un seuil et détecte les contours dans la zone. Le contour le plus long est normalement la surface du tas de grains. J'ajuste donc ce contour par une droite. La pente de cet ajustement me permet d'obtenir l'angle du tas. Le processus est illustré figure 2.

En appliquant cette méthode à toutes les images d'une acquisition, je peux obtenir l'angle du tas en fonction du temps (figure 3a).

2.2.3 Mesure des vibrations

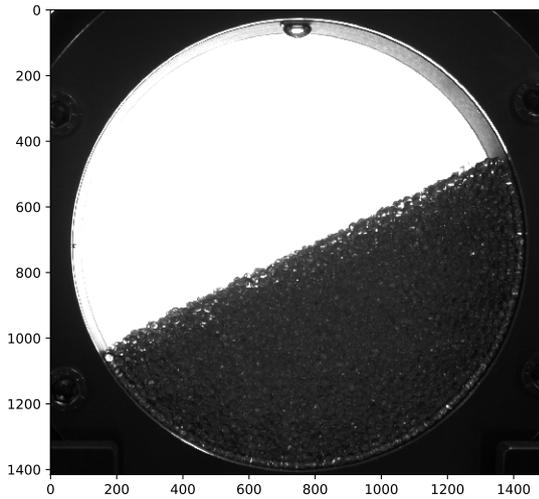
La mesure de l'amplitude de vibration a été réalisée de deux manières différentes et indépendantes. La première mesure a été faite avec un accéléromètre, collé au bâti du montage. L'accéléromètre fournit une mesure de l'accélération en fonction du temps (figure 4). Pour quantifier les vibrations, on s'intéresse à l'amplitude crête à crête du signal d'accélération. Les valeurs typiques d'accélération obtenues peuvent monter jusqu'à 50%g, où g est l'accélération du champ de pesanteur terrestre. La mesure de l'accélération se fait par détection des extrema du signal d'accélération (figure 4) puis par moyenne sur ces extrema :

$$\Gamma = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \text{Max}_i - \text{Min}_i \quad (1)$$

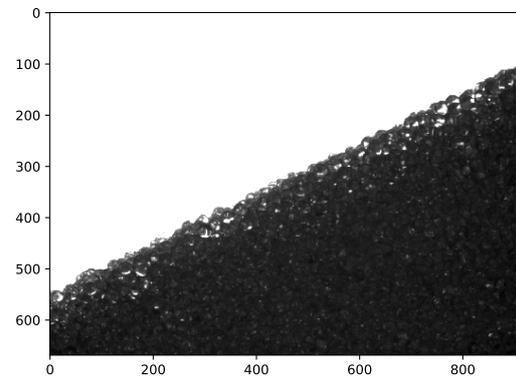
où Γ est l'amplitude de l'accélération, Max désigne les maxima du signal, Min désigne les minima du signal et N est le nombre de paires d'extrema successifs (un Max et un Min) mesurées. Le procédé est illustré figure 4. On voit sur le signal une dérive du signal. Cette dérive est basse fréquence (quelques Hz) comparée à la fréquence des vibrations (typiquement 100 Hz). Cette dérive n'intervient donc pas dans la mesure de l'amplitude, car sa valeur est annulée lors du calcul de la différence entre un maximum et un minimum successifs.

2.2.4 Statistiques sur les avalanches

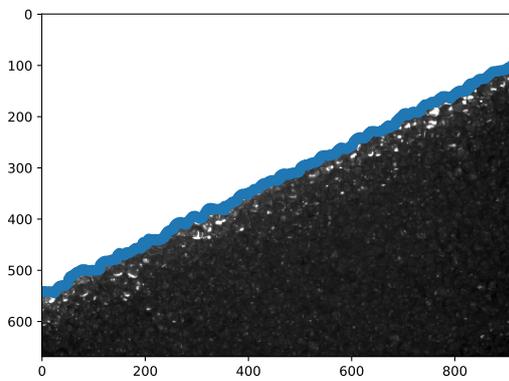
Sur les signaux d'angles en fonction du temps, je détecte les extrema locaux (figure 3a). La phase entre un maximum et un minimum est une avalanche. Pour chaque avalanche, je récupère l'angle initial, l'angle final ainsi que la date de début et de fin. L'amplitude moyenne des avalanches, $\Delta\theta$ en fonction de la vibration appliquée est présentée figure 5. On voit deux régimes, un premier comportement



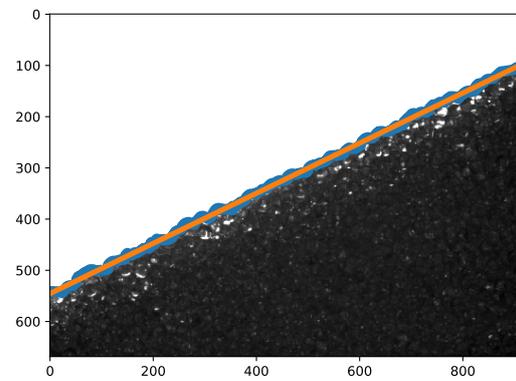
(a) L'image initiale



(b) La zone restreinte sur laquelle se fait l'ajustement

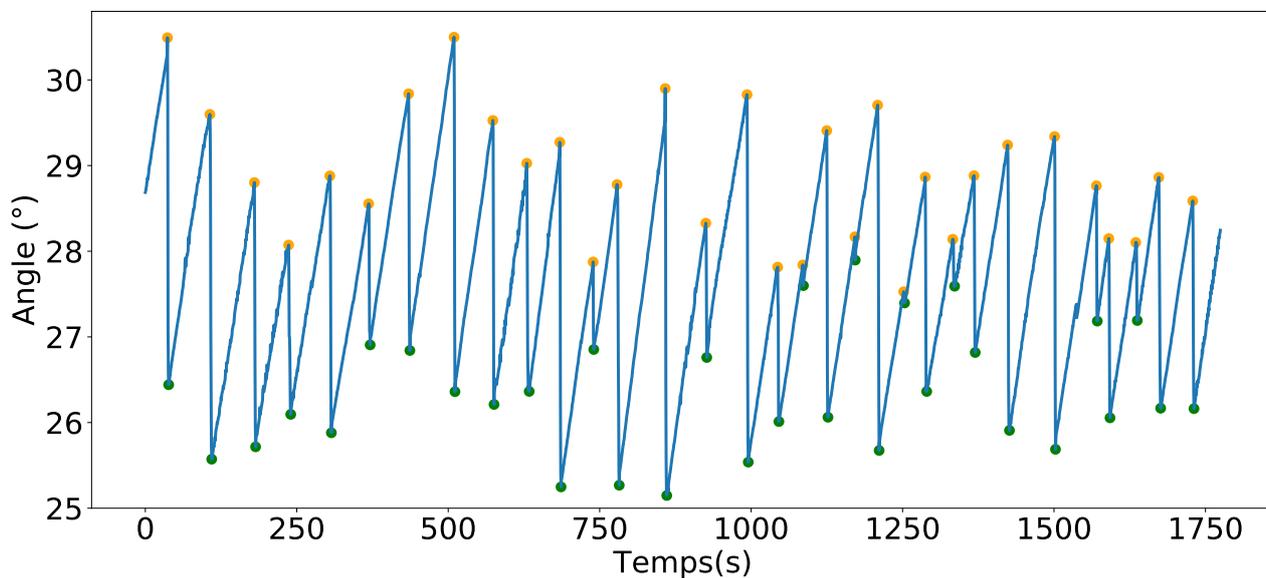


(c) Le plus long contour détecté

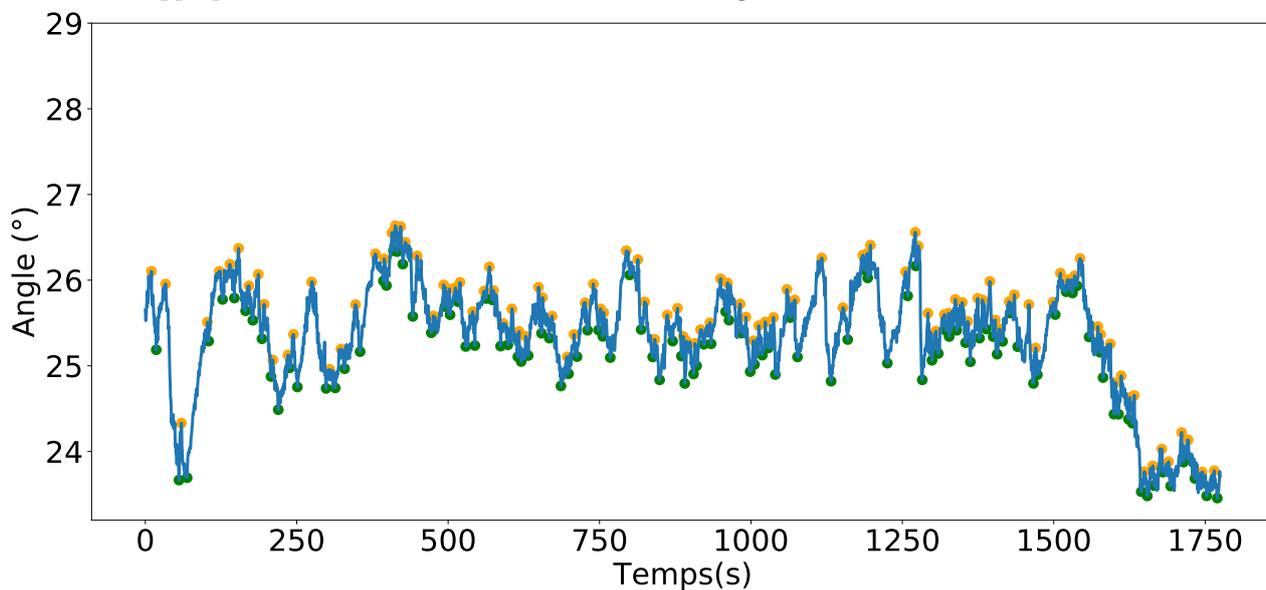


(d) Le contour le plus long et l'ajustement

FIGURE 2 – Les différentes étapes de la détection d'angle.



(a) Un exemple d'angle obtenu lors d'une expérience d'avalanches à faible amplitude de vibration et la détection des extrema appliquée lors du traitement des données. En orange les maxima et en vert les minima.



(b) Un signal d'angle en fonction du temps pour une amplitude de vibration élevée et les extrema détectés. La détection des extrema renvoie essentiellement des pics dans le bruit.

FIGURE 3 – Deux exemples de signaux d'angle en fonction du temps pour deux amplitude de vibration différentes.

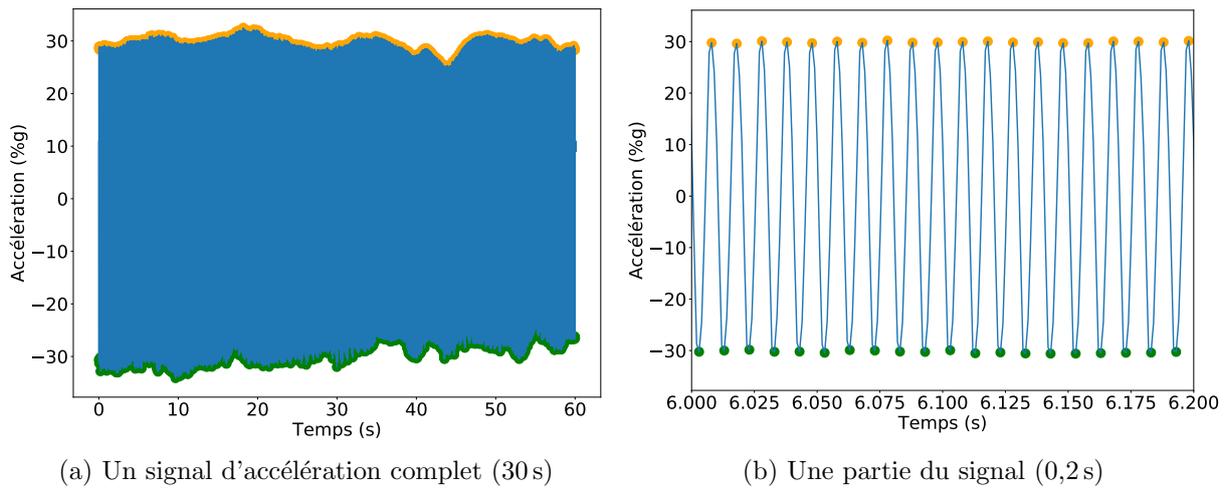


FIGURE 4 – Un signal d'accélération mesuré par l'accéléromètre et les extrema détectés. En orange les maxima, en vert les minima. L'amplitude de l'accélération est prise comme étant la moyenne de la différence entre les extrema.

aux basses vibrations où l'amplitude diminue lorsque les vibrations augmentent, jusqu'à arriver à un plateau proche de 0° aux fortes vibrations. Au delà d'une intensité de vibration critique Γ_c on observe un changement de régime, le tas s'écoule de façon quasi-continue, et les événements de stick-slip ne sont plus observés.

2.2.5 Dépendance en fréquence de la transition

Les expériences ont été réalisées à plusieurs fréquences de vibration pour voir l'influence de la fréquence sur l'amplitude de vibration critique Γ_c où la transition a lieu. Les résultats pour différentes fréquences sont présentés en figure 5. Les fréquences testées sont 80 Hz, 100 Hz et 150 Hz. On voit que pour des fréquences de vibration plus élevées, la transition se fait à plus basse amplitude.

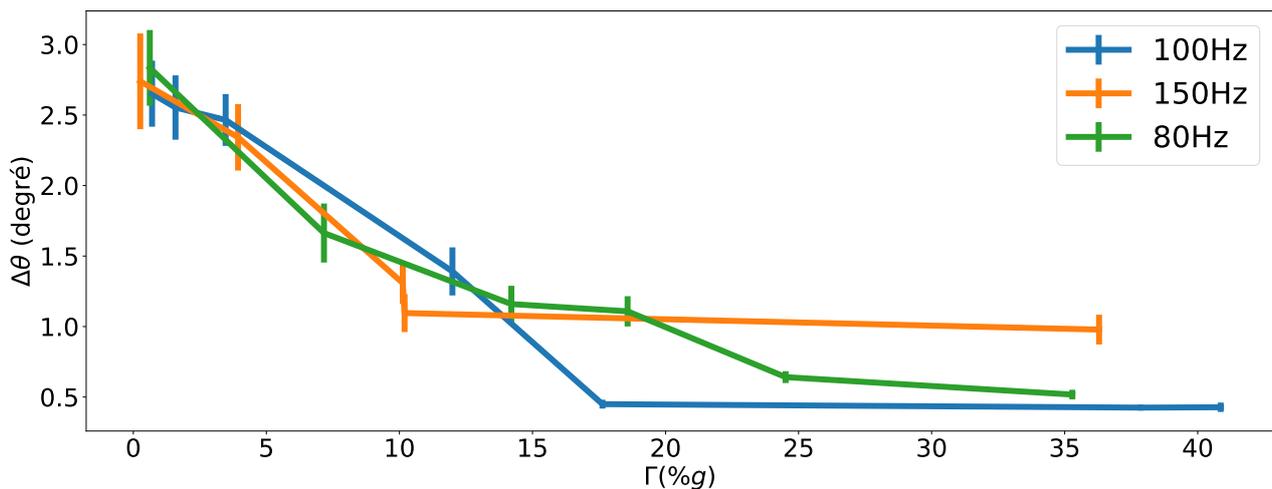


FIGURE 5 – Les courbes obtenues pour les différentes fréquences de vibration. Il semble que Γ_c diminue aux fréquences plus élevées.

Sur des tas de grains secs, Jean-Christophe Géminard et Francisco Melo ont trouvé que le paramètre contrôlant la transition est le ratio Γ/ω où Γ est l'amplitude de l'accélération du tambour et ω la fréquence de vibration. J'ai testé différentes lois de puissances en ω sur mes données (figure 6).

Contrairement au résultat existant en sec, la loi la plus convaincante serait celle en $\Gamma \times \omega$, mais la superposition des courbes n'est pas parfaite. Il faudrait de nouvelles mesures, plus longues pour avoir plus de statistiques sur les avalanches afin de confirmer cette loi.

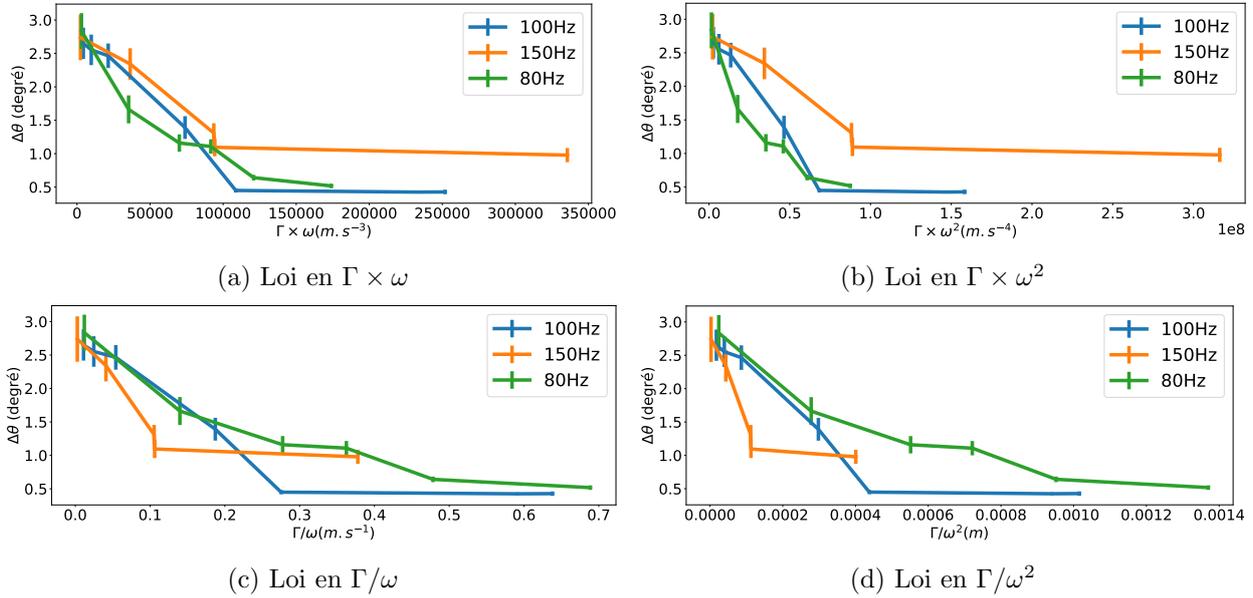


FIGURE 6 – Différents essais de lois d'échelle en puissances de ω . La loi pour laquelle les courbes se recouvrent le mieux semble être celle en $\Gamma \times \omega$.

De plus, la détection des avalanches fonctionne bien aux faibles amplitudes de vibration, où les avalanches sont marquées et grandes devant le bruit de la détection et le bruit expérimental créé par les petits réarrangement des grains en surface du tas, mais aux fortes amplitudes de vibration la détection des avalanches devient mauvaise car la taille des avalanches devient comparable au bruit (figure 3b).

2.2.6 Détection de la transition par le Taux de Stick

Pour détecter la transition entre le régime de stick-slip et le régime continu, il faut un indicateur qui ne dépende pas de la détection de motifs dans le signal. En effet, aux fortes amplitudes de vibrations, le bruit l'emporte sur le signal et la détection des avalanches détecte essentiellement le bruit. L'indicateur proposé est le taux de stick, τ_{stick} , la proportion de temps où le tas est au repos et suit la rotation du tambour. Le taux de stick est défini comme le pourcentage de temps où la vitesse angulaire instantanée, $\dot{\theta}$ du tas est positive. Dans le régime de stick-slip, le tas accroche presque tout le temps le tambour et $\dot{\theta} \approx \dot{\theta}_{rotation\ tambour}$ sauf lors des avalanches qui sont brutales et de courte durée. En conséquence, $\dot{\theta}$ est presque toujours positive et τ_{stick} est proche de 100%. Dans le régime continu, le tas flue et $\dot{\theta} = 0$ en moyenne. Les fluctuations de $\dot{\theta}$ autour de 0 sont de moyenne nulle et τ_{stick} est proche de 50%. La figure 7 représente le taux de stick en fonction de l'amplitude de vibration. On voit bien une décroissance du taux de stick aux fortes amplitudes, signe d'une transition. Les deux méthodes proposées pour repérer la transition (amplitude des avalanches et taux de stick) donnent des résultats cohérents, avec des amplitudes de vibration à la transition proches et la même décroissance de l'amplitude de transition lorsque la fréquence de vibration augmente. Cependant, la méthode s'appuyant sur le taux de stick présente l'avantage de ne pas se reposer sur la détection des avalanches qui n'est pas évidente sur les signaux bruités obtenus pour les fortes amplitudes de vibration.

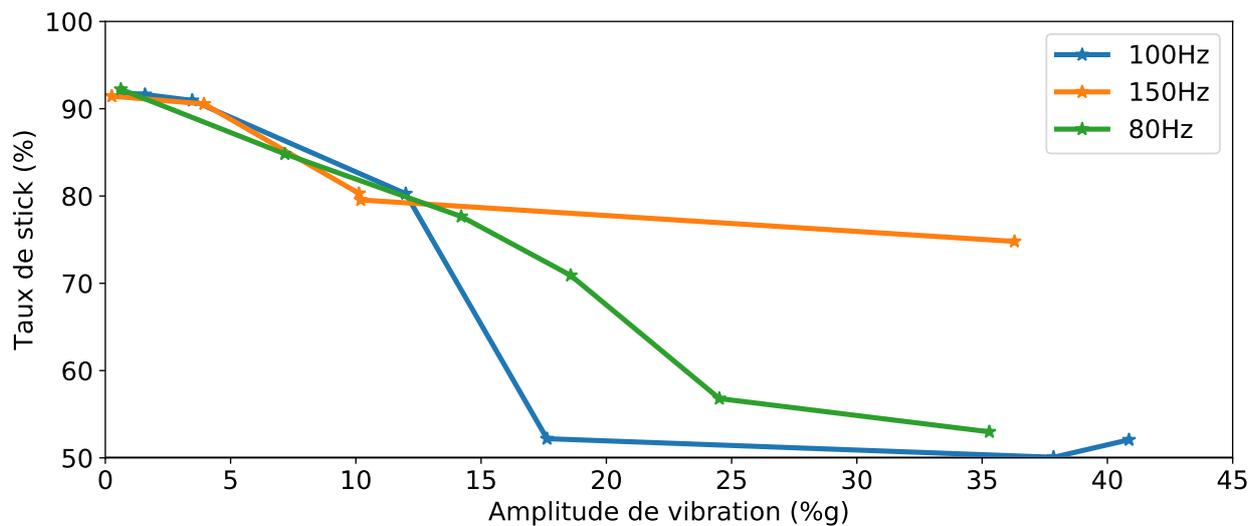


FIGURE 7 – Le taux de stick en fonction de la vibration appliquée pour différentes fréquences de vibration

2.3 Régime de fluage

Nous nous sommes également intéressés à la dynamique d'un tas soumis à des vibrations, sans rotation du tambour. Ces expériences dites de fluage ont permis d'exhiber un régime de fluage logarithmique du tas.

2.3.1 Protocole expérimental

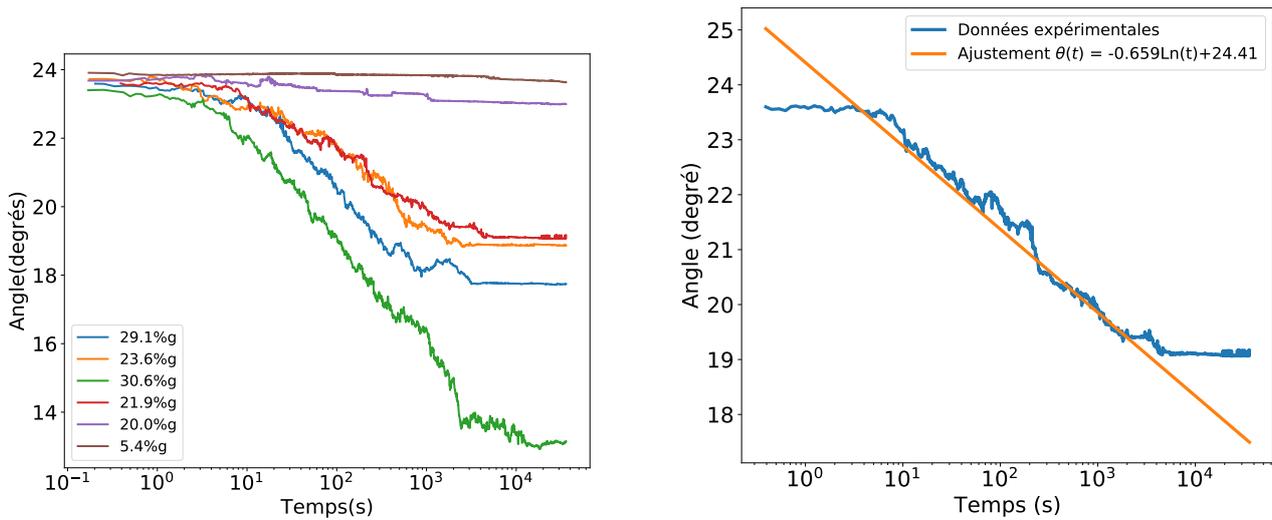
Les milieux granulaires sont sensibles à la préparation, donc il était important d'avoir un protocole de préparation reproductible. D'abord, le tambour est mis en rotation à grande vitesse (plusieurs tours par minute), afin d'atteindre un régime d'écoulement continu. Le tas est préparé dans ce régime pendant plusieurs minutes. Ensuite, j'arrête la rotation et j'amène doucement le tas à l'angle initial souhaité ($23,5^\circ$). Une fois l'angle souhaité atteint, le moteur est arrêté. Je démarre alors l'acquisition et le vibreur réglé au préalable sur l'amplitude de vibration souhaitée. L'acquisition des images se fait avec le même script Python que pour les expériences d'avalanches. Cependant, les images sont espacées logarithmiquement en temps pour pouvoir avoir la dynamique aux petite et grande échelles de temps sans accumuler trop de données. Les images sont également traitées avec le script présenté au paragraphe 2.2.2.

2.3.2 Le régime logarithmique

Les résultats d'une expérience de fluage sont présentés en figure 8. On distingue un régime logarithmique sur plusieurs décades. Dans l'exemple de la figure 8b, ce régime s'étend sur 3 décades avant que le tas n'arrive à un blocage. Un décrochage dans la courbe a lieu vers 200s et correspond à un événement brutal, semblable à une avalanche. On choisit d'ajuster les courbes par un régime logarithmique aux temps longs, typiquement au delà de 200s.

2.3.3 Influence des vibrations

Différentes expériences de fluage ont été réalisées avec des amplitudes de vibration différentes. Afin de quantifier l'effet des vibrations, j'ai étudié la dépendance de la pente du régime de fluage logarithmique obtenue par l'ajustement présenté en figure 8b en fonction de l'amplitude de vibration mesurée. Sur la courbe du coefficient du régime logarithmique en fonction de l'amplitude de vibration



(a) Les résultats des expériences de fluage à différentes amplitudes de vibration. Par souci de lisibilité toutes les mesures ne sont pas présentées.

(b) Le résultat d'une expérience de fluage. L'ajustement du régime logarithmique est fait sur une fenêtre de temps allant de 200 s à 7200 s.

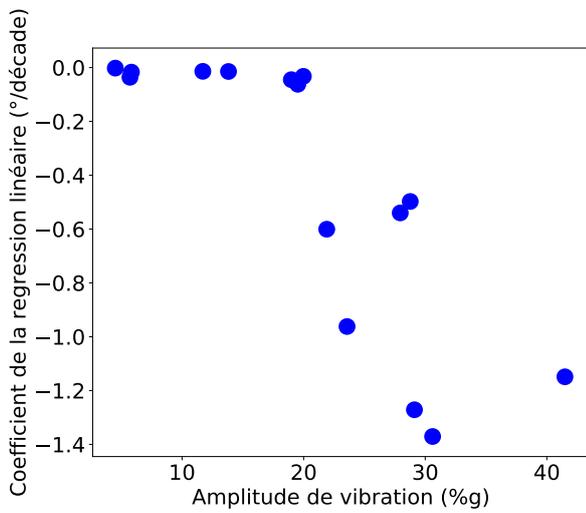
FIGURE 8 – Le résultats des expériences de fluage à 100 Hz et l'ajustement du régime de fluage logarithmique. Toutes les données ne sont pas représentées par souci de lisibilité.

(figure 9), on voit une transition entre un régime bloqué où le tas ne flue pas, et un régime de fluage logarithmique.

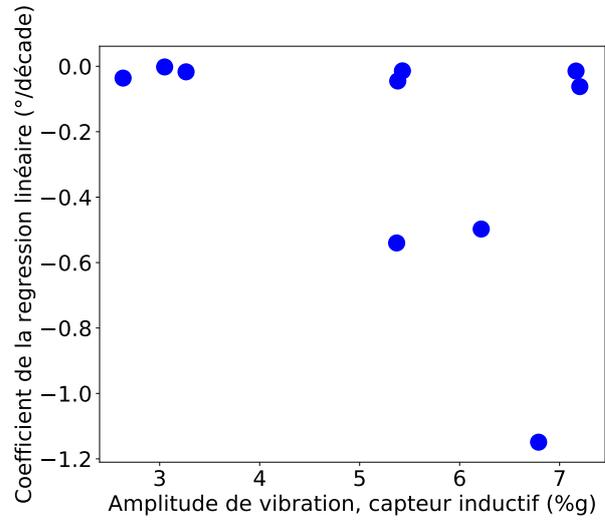
2.3.4 Mesure de vibration par un capteur de position

L'accéléromètre utilisé est prévu pour une gamme de travail de plusieurs g. Nos amplitudes de travail vont de 0.01g à 0.50g et l'accéléromètre est hors de sa gamme de travail. Pour tester sa fiabilité, j'ai monté un capteur inductif de position. Le capteur renvoie une tension proportionnelle à la distance avec une cible métallique. La cible utilisée est l'anneau métallique servant de fixation aux vitres du tambour. Le capteur a été calibré et le signal en sortie est linéaire en la distance (figure 10a), ce qui permet de mesurer les vibrations sans être dépendant de la distance moyenne entre le capteur et le tambour. Le même principe de détection de l'amplitude crête à crête (2.2.3) que pour le signal de l'accéléromètre est utilisé pour le signal du capteur inductif.

Les résultats des mesures de vibrations par le capteur inductif et par l'accéléromètre ont été comparés en figure 10b. Afin de pouvoir comparer les deux capteurs, l'amplitude de vibration mesurée par le capteur inductif, A , a été convertie en %g comme $\Gamma = \frac{100}{g}\omega^2 A$. Cette conversion fait l'approximation que le signal est sinusoïdal, comme la vibration appliquée, ce qui est vérifié expérimentalement. Les deux capteurs n'ont pas l'air de donner des mesures cohérentes. J'ai donc traité les données indépendamment avec chacun des deux capteurs. La dépendance de la pente du fluage en la vibration mesurée par le capteur inductif est présentée en figure 9b. Il est important de noter que les figures 9b et 9a sont issues des mêmes expériences de fluage, la seule différence est le capteur utilisé pour mesurer l'amplitude de vibration. On voit, comme pour le traitement à l'aide des mesures de l'accéléromètre, une tendance globale qui est que le fluage est plus important aux fortes vibrations. Cependant, la transition entre un régime bloqué et un régime de fluage semble beaucoup plus abrupte si on utilise la mesure du capteur inductif. La transition entre le régime de stick-slip et le régime de fluage continu semble bien réelle, mais l'incertitude dans la mesure de l'amplitude de vibration ne nous permet pas de caractériser en détail la transition. La principale piste d'amélioration du montage est la mise en place d'une mesure de vibration fiable, par exemple en utilisant un accéléromètre avec une gamme de travail adaptée aux vibrations utilisées.

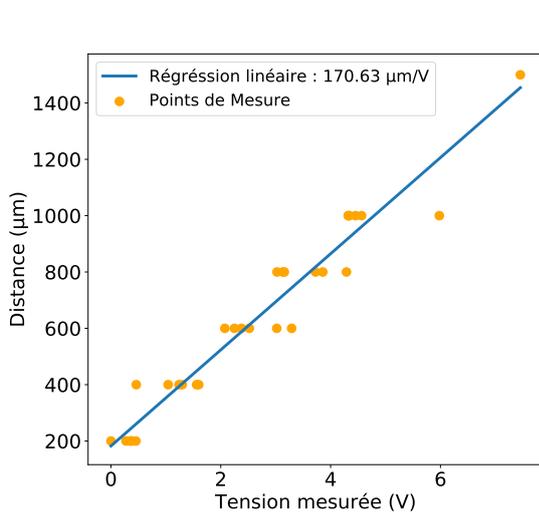


(a) Pente du régime logarithmique en fonction de l'amplitude de vibration mesurée par l'accéléromètre.

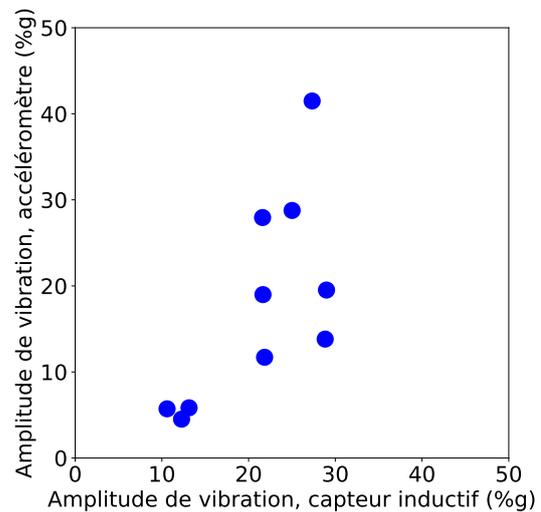


(b) Pente du régime logarithmique en fonction de l'amplitude de vibration mesurée par le capteur inductif.

FIGURE 9 – Les coefficients résultants de l'ajustement du régime logarithmique en fonction de l'amplitude de vibration pour des vibrations à 100 Hz, avec les mesures de vibrations faites par l'accéléromètre et le capteur inductif.



(a) La calibration du capteur inductif. Cercles : point de mesure. Droite : régression linéaire dont est issue la calibration. Le capteur est linéaire dans sa gamme de travail (jusqu'à 2 mm de distance).



(b) La mesure de l'amplitude de vibration du capteur inductif, convertie en %g comparée à la mesure faite par l'accéléromètre en %g. L'amplitude de vibration mesurée par le capteur inductif, A , a été convertie en %g comme $\Gamma = \frac{100}{g} \omega^2 A$.

FIGURE 10 – La calibration du capteur inductif et la comparaison avec l'accéléromètre.

2.3.5 Comportement dans le tas

Le traitement d'image me permet d'accéder à l'angle du tas au cours du temps mais ne permet pas de savoir quelle partie du tas est active. Afin d'accéder à la dynamique interne du tas, j'ai essayé de faire une différence d'image pour repérer les régions actives. Nos images sont d'une qualité suffisante pour distinguer les grains, on peut espérer repérer les zones du tas en mouvement.

J'ai réalisé des différences d'images. Pour chaque pixel je calcule

$$Dif(\tau) = \sum_t |Img(t + \tau) - Img(t)| \quad (2)$$

où Dif est la différence d'images calculée, t est un indice pour l'ensemble des images $Img(t)$ et τ un décalage. J'ai calculé ces différences d'images pour plusieurs valeurs de τ pour des expériences de fluage (figure 11). Sur les images, la partie supérieure du tas semble ressortir et être plus active. Cela signifie que le fluage se fait essentiellement par des réarrangements en surface, sans mouvement à l'intérieur du tas. Cependant, on constate, notamment pour $\tau = 1$, que le tambour et le bâti du montage sont très visibles sur les images, alors qu'ils sont censés être immobiles. Cela peut venir de fluctuations dans l'éclairage ambiant. Le montage n'est pas abrité sous une tente et est exposé à la lumière des néons de la pièce. Pour étudier la dynamique interne du tas en faisant des différences d'images, il faudrait placer le montage à l'abri sous une tente pour contrôler l'éclairage et limiter le bruit. Une autre piste d'amélioration est de repérer une marque sur le tambour et la suivre pour corriger les déplacements du tambour dus aux vibrations.

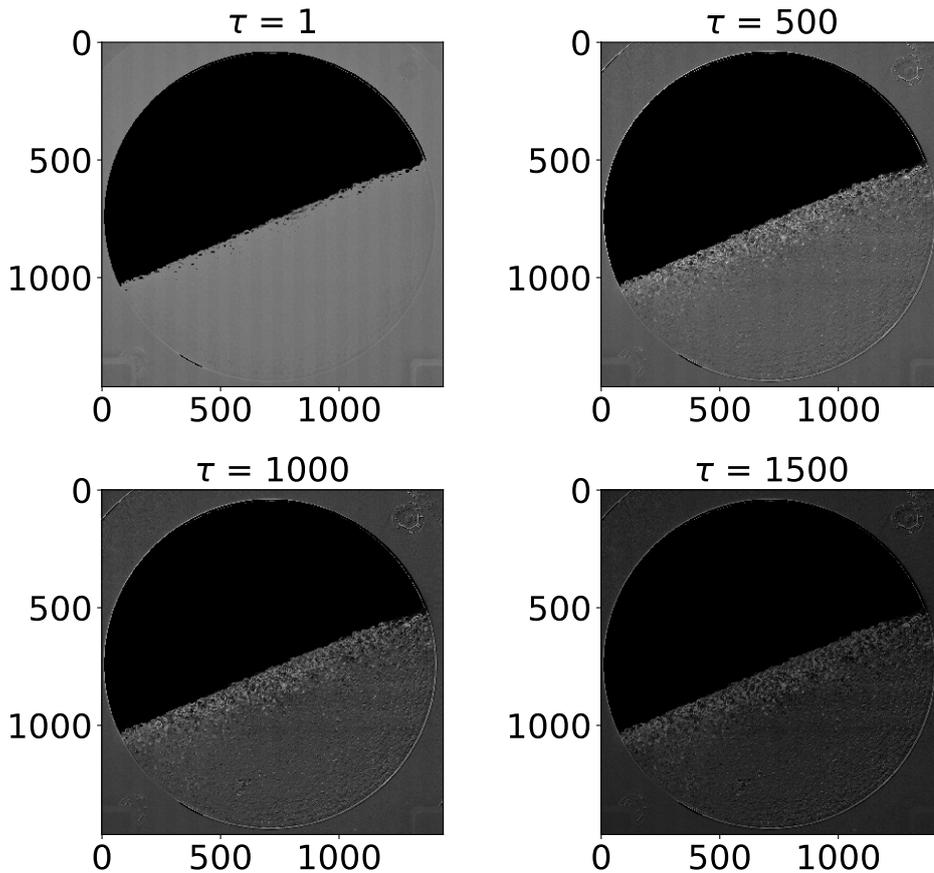


FIGURE 11 – Les différences d'images obtenues sur une expérience de fluage pour différentes valeurs du décalage τ . Les échelles de gris sont les mêmes pour les 4 images. Les zones en clair sont les zones actives.

2.4 Conclusions sur les expériences macroscopiques

Les résultats des expériences en macroscopique présentent, que ce soit pour le régime de stick-slip ou le fluage, un régime basses vibrations, avec une transition vers un régime hautes vibrations. Dans les deux cas, l'effet des vibrations peut être vu comme un effet de fluidisation du milieu. Cependant, mes résultats manquent de statistique et l'allure exacte des transitions n'est pas claire. En particulier, il n'y a pas d'indice permettant de favoriser le capteur inductif à l'accéléromètre ou inversement alors que leurs résultats divergent. L'utilisation d'un troisième capteur indépendant pourrait permettre de trancher entre les deux capteurs utilisés.

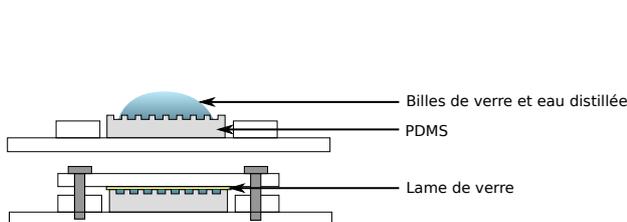
3 Expérience microscopique

J'ai réalisé avec Antoine Bérut des expériences de fluage similaires à celles réalisées à l'échelle macroscopique, mais dans un système microfluidique avec des grains de silice dont la taille est de l'ordre du μm . À cette échelle, l'agitation thermique rentre en compte. Un des objectifs est de comparer le comportement d'un tas microscopique soumis à l'agitation thermique aux résultats obtenus à l'échelle macroscopique sous agitation mécanique.

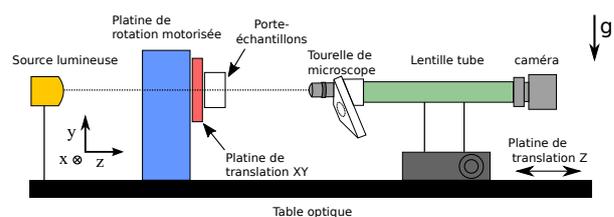
3.1 Montage expérimental

Le montage utilisé est un dispositif microfluidique en Polydiméthylsiloxane (PDMS) fabriqué en salle blanche avec l'aide de Nicolas Terrier, assistant ingénieur CNRS à l'Institut des Nanotechnologies de Lyon et Rémy Flucrand, ingénieur de recherche dans l'équipe Liquides et Interfaces de l'ILM. J'ai réalisé les designs des motifs microfluidiques utilisés et participé à la fabrication des échantillons en salle blanche.

Des tambours de l'ordre de $100\mu\text{m}$ de diamètre et $50\mu\text{m}$ de profondeur ont été réalisés dans du PDMS coulé sur un moule en SU8. Le processus de fabrication est détaillé par la suite. Les tambours sont remplis avec une solution de billes de silice (SiO_2) en suspension dans de l'eau distillée. L'échantillon en PDMS est ensuite pris en étau entre deux plaques de plexiglas, serrées par des vis (figure 12a). Une lame mince de microscope placée entre le PDMS et le plexiglas permet de sceller les tambours.



(a) La préparation des échantillons. Les dispositifs microfluidiques sont remplis avec de l'eau distillée et les billes, puis scellés avec une lame de microscope.



(b) Le dispositif expérimental. La lentille tube est alignée avec l'axe de rotation de la platine. La platine de translation Z permet un réglage fin de la mise au point et la platine de translation XY permet de se déplacer sur l'échantillon.

FIGURE 12 – Le dispositif expérimental utilisé pour les expériences à l'échelle microscopique.

Le montage expérimental est présenté en figure 12b. Le porte-échantillon en plexiglas est vissé sur une platine de rotation qui permet d'appliquer rapidement un angle initial au tas de grains. La platine est contrôlée par Python et atteint une vitesse de rotation de 720°s^{-1} ce qui permet d'appliquer un angle quasi instantanément au système. La visualisation se fait à l'aide d'une caméra Basler, pilotée par un programme Python que j'ai codé en m'appuyant sur une bibliothèque de code du constructeur. La caméra est placée en bout d'une lentille tube et une tourelle de microscope permet de zoomer sur

les échantillons. Les objectifs utilisés sont $\times 10$ et $\times 40$. Afin de pouvoir appliquer des rotations au système sans changer la zone observée, il est important que l'axe optique (matérialisé par la lentille tube) et l'axe de rotation de la platine de rotation soient alignés. L'alignement XZ est fourni par les marquages de la table optique, et l'alignement vertical est réalisé manuellement avant de fixer la platine de rotation à son support. L'éclairage est réalisé en transmission à l'aide d'une LED.

3.2 Fabrication des systèmes microfluidiques

J'ai réalisé le design des échantillons sur ordinateur. Les motifs dessinés sont principalement des tambours circulaires de différents diamètres allant de $50\ \mu\text{m}$ à $150\ \mu\text{m}$. Afin de limiter les problèmes de glissement aux parois, j'ai ajouté à certains tambours un crénelage pour piéger les grains. Le design résultant est présenté en figure 13a.

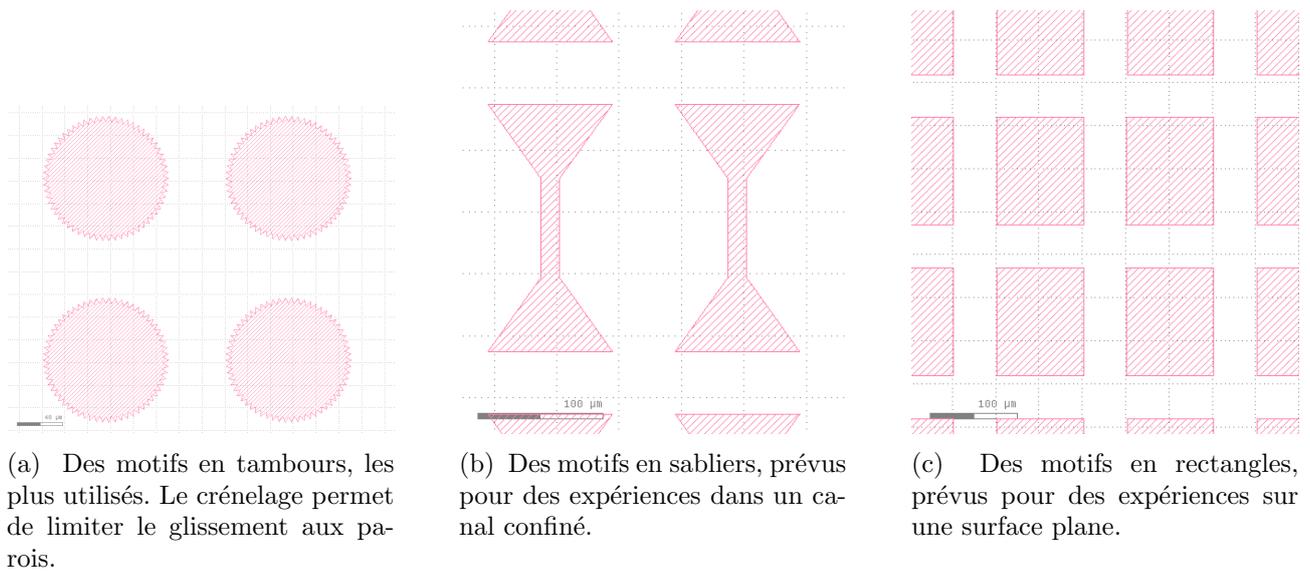


FIGURE 13 – Les différents motifs imprimés sur le modèle en SU8. Les motifs les plus utilisés sont les tambours.

Les motifs sont gravés sur une plaque de verre recouverte de chrome au laser pour réaliser un masque de lithographie. Les motifs sont lithographiés aux ultraviolets dans une résine photosensible, du SU8, déposée sur un wafer de silicium. Le SU8 est une résine photosensible, formée de polymères réticulant lors d'une exposition aux ultraviolets. Le SU8 réticulé est rigide et durable. Le résultat de cette opération est un wafer de silicium, sur lequel un négatif des motifs est imprimé en SU8. Les wafers faisant 10 cm de diamètre, d'autres motifs que des tambours ont été réalisés dans la surface restante. Les motifs dessinés sont des sabliers et des carrés, en prévision d'autres expériences (voir figure 13).

Les dispositifs microfluidiques sont obtenus en coulant du PDMS par dessus le wafer et en laissant cuire une nuit à l'étuve à $70\ ^\circ\text{C}$. Après cuisson, il suffit de décoller le PDMS des wafers de silicium. Les différents motifs sont ensuite découpés en morceaux d'environ 2 cm de côté, rentrant dans le dispositif expérimental.

3.3 Préparation des échantillons

Les échantillons sont préparés sur une paillasse, en dehors de la salle blanche. Les dispositifs microfluidiques en PDMS sont d'abord nettoyés à l'isopropanol puis placés une dizaine de minutes au bain à ultrasons afin de chasser les bulles d'air des tambours. On vient ensuite placer une goutte d'eau distillée sur les dispositifs et on injecte à l'aide d'une micropipette la solution contenant les billes de

silice (figure 12a). Une lame de microscope préalablement nettoyée à l'isopropanol vient fermer les tambours. Le dispositif est ensuite placé en étau dans le porte-échantillon formé de deux plaques de plexiglas. Les échantillons ainsi préparés ont une durée de vie allant de un à deux jours, leur durée de vie étant limitée par la perméabilité du PDMS à la vapeur d'eau qui fait sécher les tambours.

3.4 Expériences de fluage

Des expériences de fluage, similaires à celles réalisées à l'échelle macroscopique ont été réalisées. Ici, l'agitation qui permet le fluage est l'agitation thermique. Il n'y a pas de forçage mécanique externe. Les expériences ont été réalisées avec plusieurs diamètres de grains : 1,93 μm , 2,40 μm et 2,96 μm . Changer la taille des grains permet de changer la température effective. La grandeur sans dimension d'intérêt est le nombre de Péclet, P_e qui compare l'agitation thermique avec l'énergie potentielle de pesanteur à l'échelle du grain :

$$P_e = \frac{mgd}{k_B T} \quad (3)$$

où k_B est la constante de Boltzmann, T la température, g l'accélération de la pesanteur terrestre, m la masse du grain corrigée par la poussée d'Archimède et d son diamètre. En utilisant la densité ρ du grain, $P_e = \frac{\Delta\rho\pi d^4}{6k_B T}$, où $\Delta\rho$ est la densité des grains corrigée par la densité du fluide environnant pour tenir compte de la poussée d'Archimède. Les tailles de billes disponibles permettent d'explorer une gamme de nombres de Péclet allant de 15 à 81.

3.4.1 Protocole expérimental

Pour avoir une expérience reproductible, le milieu est préparé dans un état initial de faible compaction en retournant rapidement les tambours (rotation de 180°) et en laissant les grains sédimenter pendant 5 minutes. Après sédimentation, une rotation est appliquée pour amener le tas à l'angle initial θ_{start} souhaité et l'acquisition d'images démarre. Les images sont espacées logarithmiquement dans le temps et les acquisitions durent typiquement 10 heures.

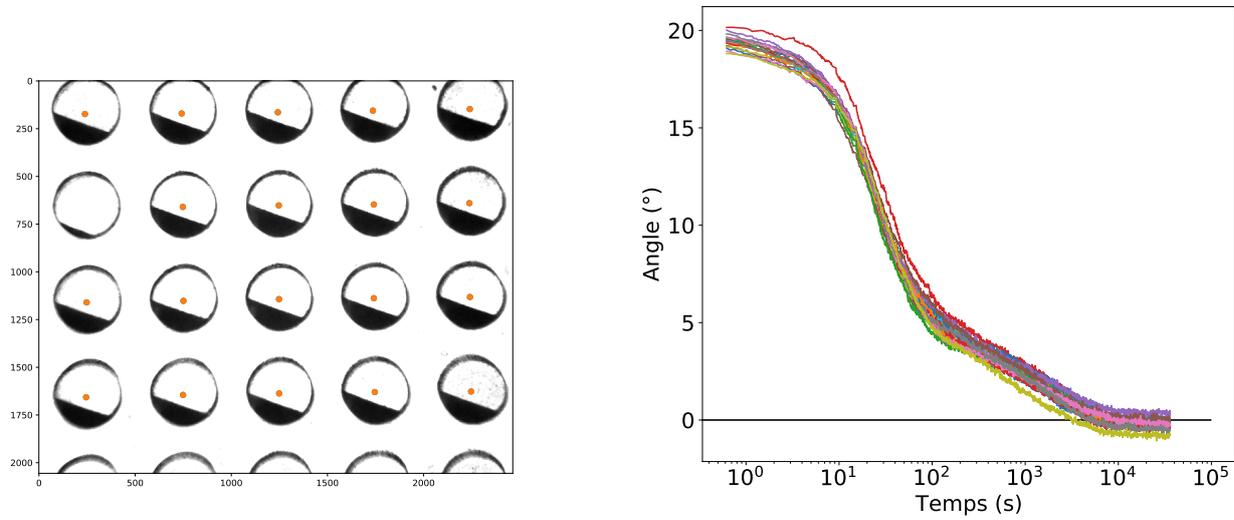
3.4.2 Traitement des images

Une vingtaine de tambours sont visibles dans le champ de la caméra (figure 14a). Cela permet de mesurer l'angle sur chacun d'eux et de réaliser 20 expériences en parallèle, ce qui donne une bonne statistique. Pour traiter les images, j'ai codé un script Python qui prend en entrée une zone d'intérêt autour d'un tambour et trouve tous les autres tambours par corrélation d'images (figure 14a). Sur chaque tambour, dans une zone identique à la zone d'intérêt définie, le programme détecte les contours et ajuste le contour le plus long pour trouver l'angle, d'une manière semblable à celle présentée au paragraphe 2.

3.4.3 Expériences aux temps longs

La figure 15a présente en échelle semi-logarithmique l'angle du tas en fonction du temps pour des expériences longues, d'environ 10 heures. On voit deux régimes logarithmiques : un régime rapide aux temps courts et un régime lent qui dure jusqu'au retour du tas à l'horizontal.

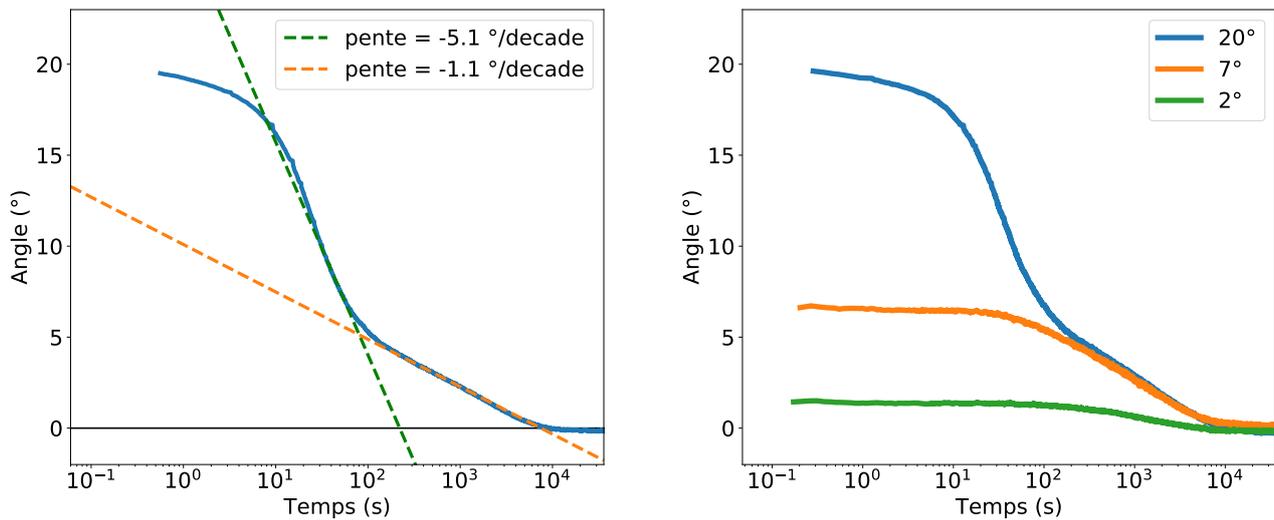
Ces expériences ont été faites, à taille de grains fixée, avec différents angles initiaux (figure 15b). Sur les angles plus faibles, le premier régime est un régime constant et non pas un régime rapide. On remarque que le temps caractéristique de démarrage du régime de fluage est indépendant de l'angle initial.



(a) Une image typique prise sur le montage micro-fluidique et la position des tambours détectée par corrélation d'images. Une vingtaine de tambours sont visibles, ce qui permet d'avoir une bonne statistique sur l'angle des tas.

(b) Le résultat d'une expérience de fluage. Chaque courbe correspond à un tambour.

FIGURE 14 – Une image typique issue des expériences microscopiques et un exemple de résultat tambour par tambour.



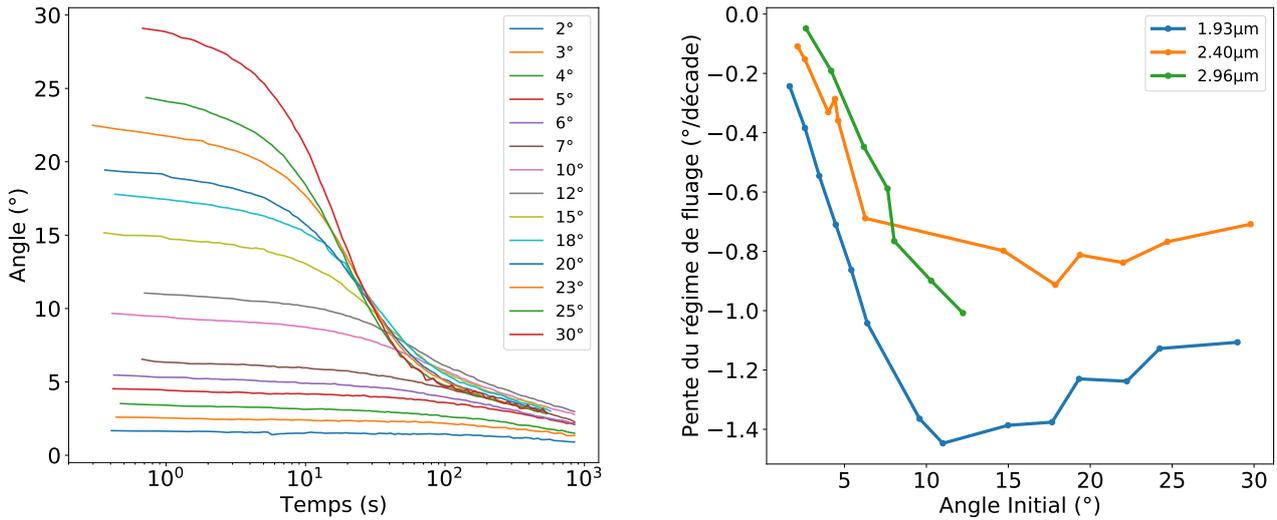
(a) L'angle moyen au cours d'une expérience de fluage avec des grains de $1,93 \mu\text{m}$ et l'ajustement des deux régimes logarithmiques observés.

(b) Les expériences de fluage à temps longs pour des billes de $1,93 \mu\text{m}$, avec différents angles initiaux.

FIGURE 15 – Des résultats d'expériences de fluage, après moyenne sur l'ensemble des tambours et l'ajustement qui en est fait.

3.4.4 Expériences courtes

Afin d'étudier les deux régimes observés, j'ai réalisé des expériences courtes, de l'ordre de 15 min. Le résultat de ces expériences est présenté en figure 16a. Pour chacune de ces expériences, j'ai ajusté la courbe à partir de 200 s pour extraire la pente du régime logarithmique. On voit sur la figure 16 que la pente du régime de fluage dépend de l'angle initial. J'ai tracé en figure 16b la pente du régime de fluage en fonction de l'angle initial pour différentes tailles de billes. On voit apparaître un angle critique au delà duquel la pente du fluage dépend peu de l'angle initial. En dessous de cet angle critique, la pente du régime de fluage semble linéaire en l'angle initial.



(a) L'ensemble des expériences courtes de fluage avec des billes de 1,93 µm de diamètre.

(b) La pente du régime de fluage en fonction de l'angle initial pour différentes tailles de grains.

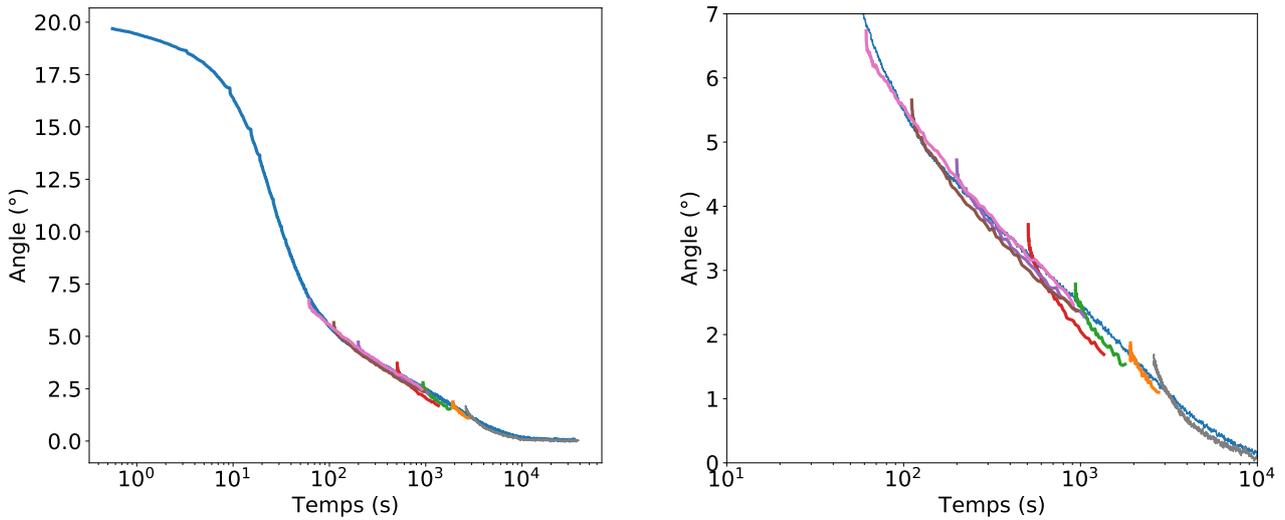
FIGURE 16 – Les expériences de fluage courtes, pour différents angles initiaux, et les pentes extraites.

3.5 Interprétation physique

On distingue deux domaines sur la figure 16b, aux petits angles, la vitesse du régime de fluage semble dépendre linéairement de l'angle initial. Cette dépendance sature à un angle critique, θ_c . Pour un angle initial supérieur à θ_c , le tas présente d'abord un régime d'écoulement rapide avant le régime de fluage lent (figure 16a). Notre hypothèse est que la dépendance de la vitesse de fluage en l'angle initial sature à cause de ce régime rapide qui fait s'écouler le tas jusqu'à atteindre un angle θ_c . Pour tous les angles initiaux supérieurs à θ_c le fluage commence effectivement avec un angle θ_c .

La dépendance du régime de fluage en l'angle initial aux faibles angles initiaux implique une mémoire dans le système. Par exemple un tas incliné à 3° coulerait plus vite si il était d'abord parti de 8° pour arriver jusqu'à 3°. Une mémoire du système pourrait s'expliquer par une organisation du tas différente après qu'il a flué un certain temps, mais semble contre intuitive. En effet, à l'échelle microscopique le tas est brownien et l'agitation thermique fait perdre la mémoire du système. La dépendance de la vitesse du fluage en l'angle initial n'est peut-être qu'un effet de la représentation en échelle semi-logarithmique des données. En effet, une droite en échelle semi-logarithmique change de pente lorsque translatée. Pour vérifier cette hypothèse, nous avons tenté de replacer toutes les courbes de fluage courtes sur une même courbe maîtresse prise comme le résultat d'une expérience de fluage longue.

Les courbes de fluage replacées sur la courbe maîtresse coïncident assez bien et suggèrent que la dépendance de la vitesse de fluage est seulement un effet de la représentation semi-logarithmique.



(a) L'ensemble des courbes obtenues lors des expériences courtes superposées sur la courbe obtenue pour une expérience longue.

(b) Un zoom sur la superposition des courbes.

FIGURE 17 – Les courbes obtenues lors des expériences courtes de fluage, repositionnées pour que leur début coïncide avec la courbe maîtresse issue d'une acquisition longue.

3.6 Modèle théorique

Un modèle théorique du régime de fluage a été proposé par Antoine Bérut et al. [2]. Dans ce modèle, le mécanisme microscopique à l'origine du fluage global du tas est le fait qu'un grain peut sauter par dessus la barrière de potentiel formée par ses voisins par activation thermique. La probabilité de saut p est alors donnée par la formule de Kramers [4] : $p \propto \exp(-U/k_B T)$ où U est la hauteur de la barrière de potentiel à franchir pour réaliser le saut. Ce modèle, qui ne suppose aucun effet de mémoire, permet de prédire la pente du régime de fluage pour les angles initiaux importants. Mes résultats expérimentaux sont en bon accord avec le modèle et les résultats expérimentaux précédents de Antoine Bérut (figure 18).

3.7 Conclusions des expériences microscopiques

Mes expériences sont en bon accord avec le modèle proposé par Antoine Bérut et al.. Pour étudier un peu plus ce modèle, nous avons essayé de simuler une particule brownienne dans un potentiel sinusoïdal incliné, ce qui correspond à la situation décrite par le modèle, et de comparer aux résultats théoriques sur les taux de Kramers [4]. Par manque de temps, je n'ai pas pu conclure sur les simulations. Mes expériences vont dans le sens du modèle proposé, mais n'excluent pas totalement l'hypothèse d'un effet de mémoire aux petits angles. Pour pousser l'analogie avec le système macroscopique étudié en 2, on pourrait étudier le comportement du tas de grains microscopiques dans le cas d'une rotation continue des tambours, situation dans laquelle le régime de stick-slip est observé à l'échelle macroscopique.

4 Conclusions

Mes expériences ont permis de mettre en évidence un régime de fluage logarithmique à l'échelle macroscopique, sous l'effet de l'agitation mécanique et à l'échelle microscopique, sous l'effet de l'agitation thermique. Dans les deux cas, la pente du régime de fluage augmente avec l'amplitude de la vibration : accélération pour les expériences macroscopiques, température effective mesurée par le nombre de Peclet P_e pour les expériences microscopiques. À l'échelle microscopique, le tas flue bien

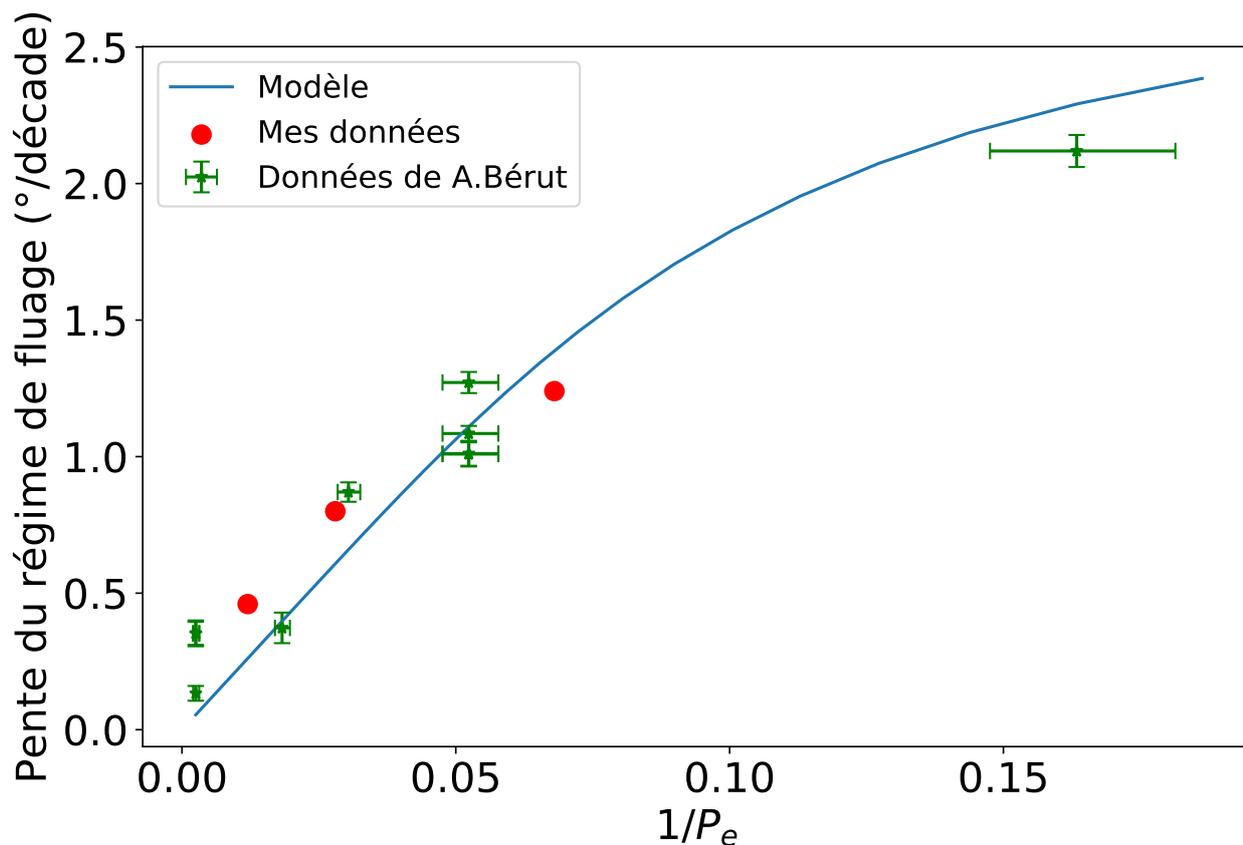


FIGURE 18 – La vitesse de fluage en fonction de $1/P_e$, selon le modèle proposé par A.Bérut et al. [2]. Nos données sont en bon accord avec le modèle proposé.

jusqu'à retourner à 0° , à l'échelle macroscopique, un tel retour à l'horizontale n'a pas été observé. Les expériences de fluage macroscopiques semblent arriver à un angle de blocage, mais il est impossible avec mes résultats de savoir si cet angle de blocage est un état final ou si le système se bloque temporairement avant de reprendre le fluage. Enfin, la question d'une mémoire du système à l'échelle macroscopique reste ouverte, aucune expérience n'ayant été réalisée à ce sujet.

Références

- [1] Henri Lastakowski, Jean-Christophe Geminard, and Valérie Vidal. Granular friction : Triggering large events with small vibrations. *Scientific reports*, 5 :13455, 09 2015.
- [2] Antoine Bérut, Olivier Pouliquen, and Yoel Forterre. Creeping Avalanches of Brownian Granular Suspensions. *arXiv e-prints*, page arXiv :1710.09111, Oct 2017.
- [3] Sylvain Courrech du Pont, Philippe Gondret, Bernard Perrin, and Marc Rabaud. Granular avalanches in fluids. *Phys. Rev. Lett.*, 90 :044301, Jan 2003.
- [4] H.A. Kramers. Brownian motion in a field of force and the diffusion model of chemical reactions. *Physica*, 7(4) :284 – 304, 1940.