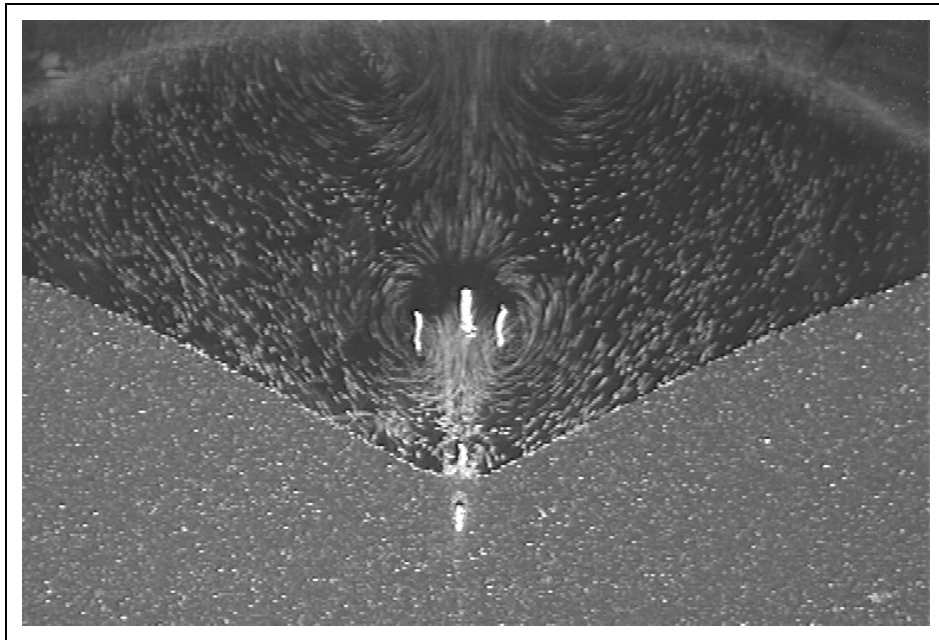


Université Joseph Fourier (Grenoble I)

Quelques propriétés mécaniques des matériaux granulaires immergés.

HABILITATION À DIRIGER DES RECHERCHES
présentée par Jean-Christophe GÉMINARD



soutenue le ——— 2003 à l'Université Joseph Fourier (Grenoble I)
devant le jury composé de :

| | |
|------------------|---------------|
| Eric Clément | Rapporteur |
| Chaouqi Misbah | Rapporteur |
| Pawel Pieranski | Rapporteur |
| Bernard Castaing | Examineur |
| Christophe Ancey | Examineur |
| Sylvie Vergnolle | Membre invité |

Table des matières

| | |
|---|-----------|
| 1 Réponse d'un matériau granulaire à un cisaillement simple. | 7 |
| 1.1 Introduction. | 7 |
| 1.2 Principe de la mesure et dispositif expérimental. | 7 |
| 1.2.1 Principe de la mesure. | 7 |
| 1.2.2 Dispositif expérimental. | 9 |
| 1.3 Les matériaux granulaires secs. | 10 |
| 1.3.1 Comportement typique de la force tangentielle mesurée. | 11 |
| 1.3.2 Coefficient de friction statique. | 11 |
| 1.3.3 Coefficient de friction dynamique. | 12 |
| 1.3.4 Discussion. | 12 |
| 1.4 Les matériaux granulaires immergés. | 13 |
| 1.4.1 Comportement typique de la force tangentielle mesurée. | 13 |
| 1.4.2 Coefficient de friction statique. | 14 |
| 1.4.3 Coefficient de friction dynamique. | 14 |
| 1.4.4 Discussion. | 17 |
| 1.5 Les mélanges binaires. | 18 |
| 1.5.1 Coefficient de friction statique. | 18 |
| 1.5.2 Coefficient de friction dynamique. | 19 |
| 1.5.3 Longueurs caractéristiques. | 19 |
| 1.5.4 Discussion. | 20 |
| 1.6 Conclusion générale sur la friction. | 22 |
| 2 Vieillissement. | 23 |
| 2.1 Introduction. | 23 |
| 2.2 Matériaux granulaires secs. | 23 |
| 2.2.1 Coefficient de friction statique. | 23 |
| 2.2.2 Angle limite d'avalanche. | 24 |
| 2.2.3 Condensation capillaire. | 25 |
| 2.3 Matériaux granulaires immergés. | 26 |
| 2.3.1 Coefficient de friction statique. | 26 |

| | | |
|----------|---|-----------|
| 2.3.2 | Angle limite d'avalanche. | 27 |
| 2.3.3 | Chimie du couple verre-eau. | 29 |
| 2.4 | Conclusion générale sur le vieillissement. | 30 |
| 2.5 | ÉTUDE ANNEXE: Compaction induite par des cycles de température. | 32 |
| 2.5.1 | Introduction. | 32 |
| 2.5.2 | Dispositif expérimental. | 32 |
| 2.5.3 | Résultats expérimentaux préliminaires. | 33 |
| 2.5.4 | Conclusion. | 34 |
| 3 | Passage d'un gaz au travers d'un matériau granulaire immergé | 35 |
| 3.1 | Introduction. | 35 |
| 3.2 | Dispositif expérimental. | 35 |
| 3.3 | Résultats expérimentaux. | 36 |
| 3.3.1 | Premières observations. | 36 |
| 3.3.2 | Seuil de passage d'une bulle. | 37 |
| 3.3.3 | Étude dynamique. | 38 |
| 3.3.4 | Déformations de la surface libre. | 39 |
| 3.4 | Conclusion. | 40 |
| 4 | Projet de recherche. | 41 |
| 4.1 | Friction et avalanches. | 41 |
| 4.1.1 | Statique. | 41 |
| 4.1.2 | Dynamique. | 42 |
| 4.2 | Dynamique de passage d'un gaz au travers d'un fluide à seuil | 42 |
| 4.2.1 | Matériaux granulaires. | 42 |
| 4.2.2 | Fluide à seuil. | 43 |

Introduction générale

Les propriétés physiques des matériaux granulaires, constitués d'un ensemble dense de grains solides, ont été le sujet de nombreuses études expérimentales et théoriques. En pratique, les matériaux granulaires apparaissent dans de nombreuses situations industrielles ou géophysiques. D'un point de vue fondamental, le physicien s'efforce d'établir les relations qui existent entre les propriétés individuelles des grains et leur comportement collectif. La littérature sur le sujet est très volumineuse et il serait hors de propos de tenter de la résumer dans cette brève introduction. On pourra se reporter à des articles de revues ou à des livres récemment parus sur le sujet [1, 2, 3, 4, 5, 6]

Parmi les propriétés souvent surprenantes des matériaux granulaires, les propriétés d'écoulement d'un ensemble dense de grains restent encore très largement mystérieuses. Une couche de matériau granulaire sec s'écoule si l'angle que fait sa surface libre avec l'horizontale est plus grand qu'un angle seuil dit *angle limite d'avalanche*. Cet angle est généralement de l'ordre de 30 degrés. Un matériau granulaire sec soumis à un cisaillement présente des propriétés qui s'apparentent au phénomène de friction solide; la force de friction est proportionnelle à la charge normale appliquée et ne dépend pas significativement du taux de cisaillement [7]. Ces résultats restent vrais pour des matériaux géophysiques à haute pression [8]. Il existe une relation intrinsèque entre les seuils de friction mesurés et l'existence d'un angle limite d'avalanche; les propriétés statiques des matériaux granulaires peuvent être discutées en terme de friction entre couches de grains [2]. De manière générale, on observe une localisation de l'écoulement d'un matériau granulaire dans une bande de cisaillement dont l'épaisseur est de l'ordre de quelques couches de grains [9, 10, 11].

On distinguera deux situations différentes dans lesquelles les grains sont, soit placés dans l'air, soit immergés dans un liquide. Ces deux situations ne sont pas fondamentalement différentes mais la présence d'un liquide interstitiel conduit à un accroissement des interactions hydrodynamiques et à une lubrification des contacts entre les grains [12, 13, 14, 15]. Le cas de matériaux granulaires immergés a été, de manière générale, moins étudié que celui des matériaux granulaires secs. Nous nous sommes intéressés à la réponse d'un matériau granulaire immergé à un cisaillement simple. Dans le chapitre 1, un résumé des résultats obtenus pour les matériaux granulaires secs précèdera la présentation de nos résultats expérimentaux.

Les seuils d'écoulement des matériaux granulaires dépendent généralement du temps écoulé entre la préparation des échantillons et la mesure. Dans le cas des matériaux granu-

lares secs, ce *vieillissement* des propriétés mécaniques est, en partie, dû à la condensation capillaire de ponts liquides aux points de contact entre les grains [16, 17]. Nous avons observé un vieillissement des propriétés mécaniques des matériaux granulaires immergés; un tel vieillissement, spécifique des billes de verre immergées dans l'eau, est dû à des réactions chimiques de surface. Dans le chapitre 2, nous résumons l'ensemble des résultats obtenus dans le cadre des études du vieillissement des propriétés mécaniques des matériaux granulaires.

Le chapitre 3 sera consacré à une étude expérimentale du passage d'un gaz au travers d'une couche de matériau granulaire immergé. Cette étude est, en grande partie, à l'origine du projet de recherche présenté dans le chapitre 4.

Chapitre 1

Réponse d'un matériau granulaire à un cisaillement simple.

1.1 Introduction.

Nous présentons, dans ce chapitre, les résultats obtenus sur la réponse d'un matériau granulaire sec ou immergé à une contrainte de cisaillement simple. Les méthodes expérimentales, communes aux deux études, sont exposées dans une première partie. Nous résumons ensuite les principales caractéristiques de la réponse d'un matériau sec afin de pouvoir les comparer aux résultats que nous avons obtenus dans le cadre des études des matériaux granulaires immergés.

1.2 Principe de la mesure et dispositif expérimental.

1.2.1 Principe de la mesure.

L'expérience consiste à tirer un patin, par l'intermédiaire d'un ressort, à la surface libre d'une couche, plane et horizontale, de matériau granulaire. La première extrémité du ressort (raideur K) est attachée au patin (masse M) tandis que la deuxième est tirée à vitesse constante V dans le plan horizontal. (Fig.1.1). Le patin est *a priori* soumis à son poids, à la force de traction du ressort, à la force de surface imposée par le contact avec la couche de matériau granulaire et à la force de dissipation visqueuse due au fluide environnant.

Il est important de remarquer que le dispositif expérimental n'impose ni la vitesse $\dot{x}(t)$ du patin dans le plan horizontal ni la composante tangentielle F_t de la force \vec{F} exercée par la couche de matériau. Ces deux quantités sont déduites de l'allongement d du ressort enregistré au cours du temps t ; la position horizontale x du patin dans le référentiel du laboratoire vérifie $x(t) = Vt - d(t)$ et l'application du principe fondamental de la dynamique permet

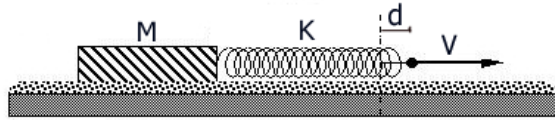


FIG. 1.1 – Schémas de principe de l'expérience.

Le patin de masse M repose à la surface libre de la couche de matériau. Il est tiré dans le plan horizontal par l'intermédiaire d'un ressort de raideur K dont on mesure l'élongation d ; la première extrémité du ressort est attachée au patin (masse M) tandis que la deuxième est tirée à vitesse constante V dans le plan horizontal.

d'écrire:

$$F_t(t) = M\ddot{d}(t) + C_x(V - \dot{d}(t)) + Kd(t). \quad (1.1)$$

où F_t désigne la composante tangentielle de la force \vec{F} exercée par la couche de matériau sur le patin. Le coefficient C_x caractérise la dissipation visqueuse associée à un déplacement horizontal à la vitesse $\dot{x}(t) = V - \dot{d}(t)$, et $Kd(t)$ la force horizontale exercée par le ressort.

Soulignons que la couche de matériau granulaire est libre de se dilater, le dispositif expérimental n'imposant pas l'altitude h du patin. L'application du principe fondamental de la dynamique au mouvement vertical du patin permet d'écrire:

$$F_n(t) = M\ddot{h}(t) + C_z\dot{h}(t) + Mg \quad (1.2)$$

où F_n désigne la composante normale de la force \vec{F} exercée par la couche de matériau sur le patin. Le coefficient C_z caractérise la dissipation visqueuse associée à un déplacement vertical du patin à la vitesse $\dot{h}(t)$, et Mg représente le poids. On notera que la force normale F_n n'est égale au poids du patin Mg qu'en régime stationnaire; en particulier, F_n n'est pas constante lorsque le patin est animé d'un mouvement vertical.

Les coefficients C_x et C_z caractérisent la force visqueuse due au fluide environnant au-dessus de la couche de matériau. Lorsqu'on s'intéresse aux matériaux granulaires secs, la viscosité de l'air est négligeable et on peut supposer $C_x = C_z = 0$. Dans le cas de matériaux granulaires immergés, nous verrons qu'il est nécessaire de tenir compte de cette force de dissipation visqueuse. Le coefficient C_x sera négligeable car le fluide offre peu de résistance au patin qui glisse dans le plan horizontal. En revanche, le coefficient C_z ne sera pas négligeable car le fluide s'oppose fortement au mouvement du patin dans la direction perpendiculaire à son plan.

L'objectif de ce travail est de relier la force $-\vec{F}$ exercée par le patin à la surface libre d'un matériau aux déformations $[x(t), h(t)]$ en fonction des quatre paramètres de contrôle; la masse M et la surface de base S du patin qui impose la contrainte, ainsi que la raideur du ressort K et la vitesse de tirage V qui caractérisent le système d'entraînement.

1.2.2 Dispositif expérimental.

Le dispositif expérimental est très largement inspiré d'un système développé pour l'étude de la friction solide [18, 19]. Satoru Nasuno l'a repris pour l'étude des matériaux granulaires secs [20, 21]. Nous l'avons ensuite adapté aux matériaux granulaires immergés [22, 23].

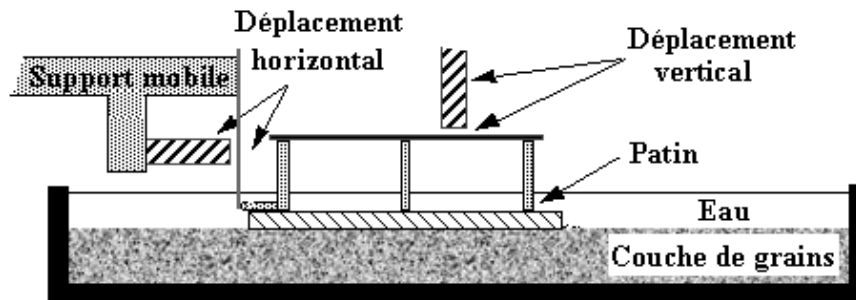


FIG. 1.2 – Dispositif expérimental.

Le patin repose à la surface libre de la couche de matériau sèche ou immergée. Il est poussé dans le plan horizontal par l'intermédiaire d'une lame élastique solidaire d'un cadre mobile. Un premier capteur inductif permet de mesurer la flexion d de la lame. Le patin est surmonté d'une plaque métallique, supportée par cinq piliers, qui permet de repérer l'altitude h du patin au moyen d'un second capteur inductif. On fait varier la masse totale M du patin en ajoutant des petites masses sur la plaque inférieure.

Une représentation schématique du dispositif expérimental est donnée sur la figure (1.2). La couche de matériau granulaire est placée dans un bac horizontal transparent et sa surface libre est initialement lissée au moyen d'une plaque rectangulaire guidée par les bords du récipient. On assure ainsi que l'épaisseur de la couche (quelques millimètres), grande devant la taille des grains, est uniforme sur toute la surface de travail. Le patin est ensuite déposé délicatement, puis poussé, dans le plan horizontal, par l'intermédiaire d'une lame élastique solidaire d'un cadre mobile animé d'un mouvement de translation à vitesse constante V (de $0,1 \mu\text{m/s}$ à 1mm/s). Le couplage mécanique entre la lame et le patin est assuré par une pointe arrondie ce qui laisse la couche libre de se dilater selon la verticale. La surface de contact entre la plaque inférieure et la couche de matériau est traitée (collage d'une couche de grains ou rayure) de manière à assurer l'entraînement des grains par le patin. Les déplacements horizontaux et verticaux du patin sont mesurés au moyen de deux capteurs inductifs avec une précision de l'ordre de $0,1 \mu\text{m}$. Il est important de noter que le choix de la raideur K de la lame ressort est limité par la distance de travail du capteur inductif utilisé pour mesurer sa flexion: si la raideur K est trop petite, la flexion de la lame ressort est trop importante et dépasse la plage de mesure du capteur ($\sim 1 \text{mm}$). Au contraire, si la raideur K est trop grande, la flexion de la lame ressort est petite ce qui réduit la précision de la

mesure de force. Le patin est libre de se déplacer verticalement; il est donc susceptible de s'enfoncer continûment (*couler*) dans la couche de matériau. On peut estimer, en supposant que le matériau se comporte comme un liquide, que le patin en mouvement s'enfonce dans la couche sur une profondeur $p \sim M/\rho S$ où ρ est la densité moyenne du matériau. Si l'épaisseur e de la plaque inférieure en contact avec la couche reste supérieure à p , les grains ne submergent pas le patin. Il en résulte que, pour des dimensions S et e données, la masse M doit rester inférieure à une valeur maximale $M_{max} \sim \rho S e$. Le résultat peut s'appliquer au cas d'une couche de grains et d'un patin immergés à condition de prendre en compte la contribution de la poussée d'Archimède due au fluide interstitiel. On estime, dans le cas de billes de verre immergées dans de l'eau, $M_{max} \simeq 40$ g pour $S \simeq 5 \times 8$ cm², $e = 5$ mm et $\rho = 2 \times 10^3$ kg/m³. En pratique, il est facile de vérifier que le patin ne coule pas en enregistrant son altitude h pendant la mesure. Cependant, même s'il ne coule pas, le patin s'enfonce légèrement dans la couche ce qui conduit à la formation d'un talus en avant de la plaque inférieure; on vérifie que sa contribution à la force \vec{F} mesurée est négligeable en tirant le patin selon sa largeur ou sa longueur. On trouvera une description technique détaillée du dispositif expérimental dans la référence [22]. En résumé, il permet:

- d'enregistrer les déplacements horizontaux et verticaux du patin avec une résolution spatiale de l'ordre de $0,1 \mu\text{m}$. La résolution temporelle dépend essentiellement de la fréquence d'acquisition (généralement 1 kHz, limitée à 250 kHz par la carte utilisée).
- de mesurer la force F_t avec une grande précision relative [0,01%, si on compare l'erreur $\delta F_t = K \delta d$ ($K \sim 200$ N/m) à la force normale $F_n \sim Mg$ ($M \sim 20$ g)].
- de mesurer l'altitude du patin avec une grande précision relative [0,1%, si on compare l'erreur δh au diamètre typique d'un grain $2R \sim 100 \mu\text{m}$].
- de suivre les mouvements individuels des grains dans le plan de contact entre la couche et le patin. On utilise alors une plaque transparente striée perpendiculairement à la direction du cisaillement.
- de reconstruire le profil moyen des vitesses dans la couche en suivant les trajectoires individuelles des grains par le côté du système.

1.3 Les matériaux granulaires secs.

Afin de pouvoir comparer les propriétés des matériaux granulaires immergés à celles des matériaux granulaires secs, nous résumons, dans ce paragraphe, une partie des travaux réalisés par Satoru Nasuno et ses collaborateurs avec le même dispositif expérimental [20, 21]. Les résultats concernent, en général, un matériau granulaire constitué d'un ensemble monodisperse de billes de verre sphériques dans l'air bien que le cas de grains de forme moins régulière ait été abordé.

1.3.1 Comportement typique de la force tangentielle mesurée.

La figure (1.3) présente le comportement typique de la flexion d de la lame en fonction du temps t à petite vitesse V . En régime permanent, on observe une succession régulière de rapides glissements du patin dans le sens d'application de la contrainte, séparés par de longs intervalles de temps pendant lesquels le patin est au repos. Il s'agit du mouvement de *stick-slip* bien connu dans le cas de la friction solide. Le temps caractéristique des glissements est donné par le temps inertiel $\tau_{in} \sim \sqrt{M/K}$ (Eq.1.1), tandis que l'intervalle de temps T entre deux glissements successifs évolue comme $1/V$. On observe une transition vers un régime de glissement continu du patin lorsque T devient comparable à τ_{in} à grande vitesse V (ou à grande raideur K).

Nous nous limiterons, dans la suite, à présenter les résultats obtenus dans le régime de *stick-slip* pour lesquels les caractéristiques des glissements ne dépendent pas de la vitesse de tirage V (on approche alors la force seuil de façon quasi-statique).

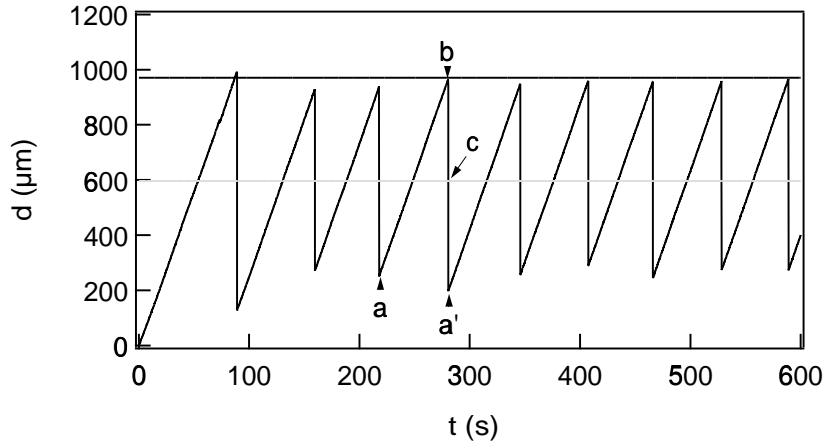


FIG. 1.3 – Evolution typique de la flexion d de la lame en fonction du temps t .

À $t = 0$, la lame ressort entre en contact avec le patin. Dans un premier temps, le patin reste immobile et d augmente linéairement avec le temps. Lorsque la force tangentielle appliquée Kd est suffisante pour mettre le patin en mouvement, il glisse rapidement vers l'avant entraînant avec lui les grains directement au contact avec la surface inférieure de la plaque. Ce mouvement de glissement ne dure que quelques dizaines de millisecondes avant que le patin ne s'immobilise à nouveau. On observe alors le régime de *stick-slip* caractérisé par des périodes de repos ($a \rightarrow b$) et de glissement rapide ($b \rightarrow a'$) du patin qui atteint sa vitesse maximale en c .

1.3.2 Coefficient de friction statique.

Dans le régime de *stick-slip*, la flexion maximale d_{max} du ressort est indépendante de la vitesse V . On notera que dans le cas de matériaux secs, le patin est immobile lorsque ce maximum est atteint. La force tangentielle appliquée au seuil de glissement, Kd_{max} , est

proportionnelle à la masse M du patin et indépendante de sa surface¹ S , ce qui permet de définir un coefficient de friction statique $\mu_s = Kd_{max}/Mg$ par analogie avec la friction solide. Expérimentalement, μ_s varie peu d'un matériau granulaire à un autre et reste de l'ordre de 0,6. L'observation directe des grains au travers du patin met en évidence des réarrangements au sein de la couche de matériau avant que la force seuil ne soit atteinte; le patin avance légèrement mais le déplacement total lié à ces mouvements précurseurs ne représente que 1 % environ de la distance totale de glissement (typiquement 0,2 mm).

1.3.3 Coefficient de friction dynamique.

On peut définir, par extension, le coefficient de friction dynamique μ_d comme le rapport de la force tangentielle F_t à la force normale F_n qui dépend, *a priori*, du tenseur des déformations du matériau et de ses dérivées par rapport au temps. Il est cependant courant de définir μ_d par la relation $\mu_d \equiv F_t/Mg$ à tout instant². Le coefficient de friction dynamique μ_d , qui est toujours inférieur au coefficient de friction statique μ_s , n'est pas une simple fonction de la vitesse du patin \dot{x} (Fig.1.4). En effet, au cours d'un évènement de glissement, μ_s diminue lorsque la vitesse \dot{x} augmente, mais sa valeur reste ensuite constante lorsque \dot{x} diminue jusqu'à l'arrêt du patin. Une fluidification du matériau au contact du patin ainsi qu'une dilatation significative de la couche de grains accompagnent chaque mouvement de glissement rapide. Cependant, la dilatation totale de la couche ($\Delta h \sim 15 \mu\text{m}$) ne représente qu'une fraction du rayon d'un grain ($R \sim 45 \mu\text{m}$); elle est maximale lorsque l'accélération \ddot{x} du patin est maximale. La précision des mesures de la position verticale h ne permet pas de mettre en évidence une relation simple entre le coefficient de friction dynamique et l'altitude du patin.

1.3.4 Discussion.

Ces résultats expérimentaux montrent que le mouvement d'un patin se déplaçant à la surface libre d'une couche de matériau granulaire sec s'apparente au mouvement d'un patin se déplaçant à la surface d'un solide: d'une part, la couche de matériau peut soutenir une contrainte de cisaillement statique. La force maximale que peut soutenir la couche, caractérisée par le coefficient de friction statique μ_s , est proportionnelle à la masse M du patin et indépendante de la surface de contact S . D'autre part, lorsque le patin est en mouvement, on peut aussi définir un coefficient de friction dynamique $\mu_d (< \mu_s)$ qui dépend de l'état dynamique de la couche de matériau. Il n'a pas été possible de déterminer expérimentalement la relation entre μ_d , les déplacements $x(t)$ et $h(t)$, et leurs dérivées temporelles.

1. Il n'est fait aucune mention de ce résultat dans les références [20, 21]. Nous l'avons vérifié indépendamment au cours du stage de Pierre Ballesta au Laboratoire de Physique de l'ENS-Lyon.

2. La définition $\mu_d \equiv F_t/F_n$ (Eq.1.1 et Eq.1.2) serait préférable mais nous conservons ici la définition de la référence [20] qui ne nécessite pas de connaître avec précision le mouvement du patin selon la verticale.

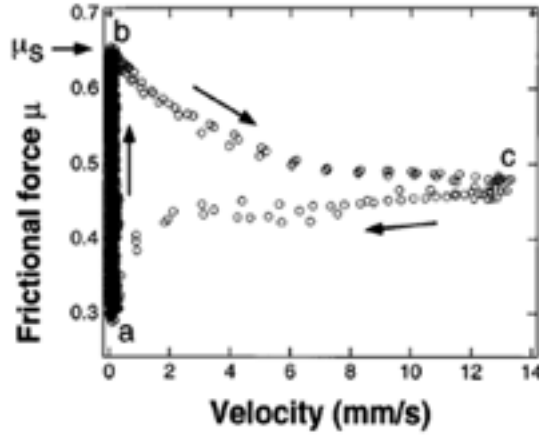


FIG. 1.4 – Coefficient de friction dynamique μ_d en fonction de la vitesse du patin \dot{x} . De a à b, le patin est immobile et la force tangentielle F_t augmente linéairement avec le temps. En b, la force seuil est atteinte et le patin se met en mouvement. De b à c, la vitesse \dot{x} du patin augmente et le coefficient de friction dynamique μ_d diminue. Dans la phase de ralentissement du patin de c à a, le coefficient de friction dynamique μ_d ne diminue que très légèrement. La vitesse verticale du patin \dot{h} atteint son maximum entre b et c ce qui n'a pas d'effet visible sur la courbe $\mu_d(\dot{x})$ (Fig.3 de la référence [20]).

1.4 Les matériaux granulaires immergés.

Nous avons étendu ces mesures au cas d'une couche de matériau granulaire immergé constitué, en général, d'un ensemble monodisperse de billes de verre dans de l'eau [22].

1.4.1 Comportement typique de la force tangentielle mesurée.

La figure (1.5) présente le comportement typique de la flexion d de la lame et de l'altitude h du patin en fonction du temps t . On remarque immédiatement la différence de comportement avec les matériaux granulaires secs (Fig.1.3); on n'observe généralement pas le régime de *stick-slip* avec des matériaux granulaires immergés³; le patin glisse à vitesse constante V après un court régime transitoire de durée τ_{trans} (quelques secondes).

On peut tout d'abord remarquer que l'accélération \ddot{x} du patin, de l'ordre de $V/\tau_{trans} \sim 3 \times 10^{-6} \text{ m/s}^2$ est très petite devant g . Dans le cas de matériaux granulaires immergés, le terme inertiel dans l'équation (1.1) est toujours négligeable; il en résulte que la force appliquée Kd est toujours égale à la force tangentielle F_t avec laquelle on la confondra [le terme visqueux est discuté dans le paragraphe (1.2.1)].

3. Cependant, il peut être observé à très basse vitesse de tirage $V \simeq 0,1 \mu\text{m/s}$.

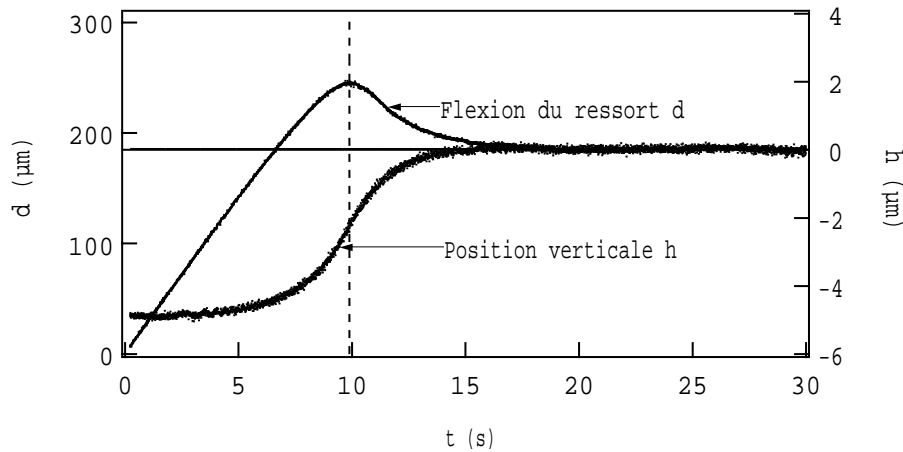


FIG. 1.5 – Flexion d de la lame et altitude h du patin en fonction du temps t .

À $t = 0$, la lame ressort entre en contact avec le patin. Le patin reste immobile et d augmente linéairement avec le temps ($t \leq 10$ s). À $t \sim 10$ s, la force tangentielle appliquée Kd est suffisante pour mettre le patin en mouvement; l'avancée du patin est marquée par une diminution de la pente $\dot{d}(t)$. Pendant le régime transitoire, l'altitude h du patin augmente; la dilatation totale de la couche $\Delta h \simeq 5 \mu\text{m}$ ne représente qu'une fraction du rayon d'un grain ($R \simeq 50 \mu\text{m}$). Dans le régime stationnaire ($t \geq 20$ s), le patin avance à la vitesse de tirage $V \simeq 28 \mu\text{m/s}$.

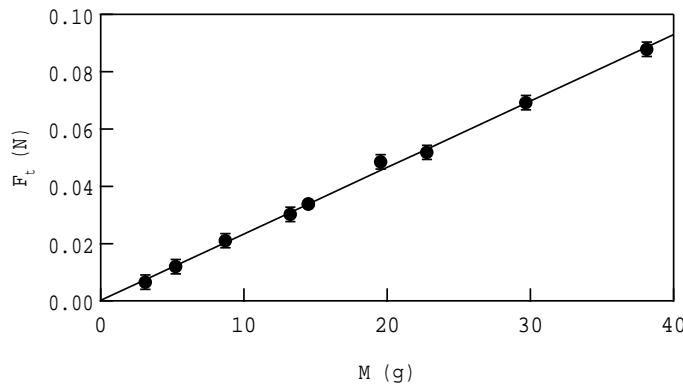
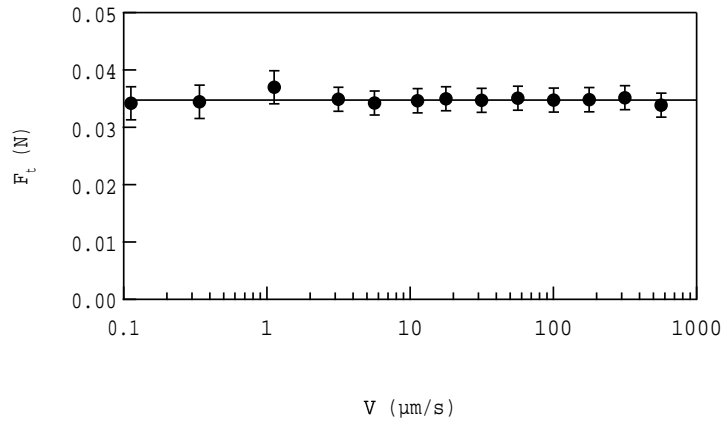
1.4.2 Coefficient de friction statique.

La couche de matériau granulaire immergé peut supporter une contrainte de cisaillement statique; le patin ne se met pas en mouvement dès le début de l'application de la contrainte. Cependant, la vitesse du patin augmente régulièrement pendant le régime transitoire; il est difficile de déterminer une force seuil au-delà de laquelle le patin avance de manière significative (Fig.1.5). D'autre part, la force F_t passe par un maximum alors que le patin est déjà en mouvement. Ce maximum augmente avec la vitesse de tirage V et n'est donc pas caractéristique du seuil d'écoulement du matériau. Il est donc difficile avec ce système expérimental de mesurer le coefficient de friction statique μ_s , pourtant bien défini dans le cas des matériaux granulaires secs.

1.4.3 Coefficient de friction dynamique.

Dans le régime stationnaire, la force normale F_n est égale au poids Mg du patin (Eq.1.2). Expérimentalement, la force tangentielle F_t est proportionnelle à la masse M du patin (Fig.1.6). Dans ces conditions, le coefficient de friction dynamique μ_d est bien défini; il est, de plus, indépendant de la vitesse $\dot{x} = V$ du patin ($0,1 \mu\text{m/s}$ à 1 mm/s , Fig.1.7). Sa valeur, de l'ordre de 0,2-0,3, ne dépend pas de manière systématique de la taille des grains.⁴

4. Nous reviendrons sur cette valeur lors de l'exposé du projet de recherche (Chapitre 4).

FIG. 1.6 – Force tangentielle F_t en fonction de la masse M du patin.FIG. 1.7 – Force tangentielle F_t en fonction de la vitesse V du patin.

Il est intéressant de comparer ces résultats, obtenus dans le régime stationnaire, avec le comportement de la force tangentielle mesurée pendant le régime transitoire. Il peut paraître contradictoire que le coefficient de friction dynamique μ_d soit indépendant de la vitesse dans le régime stationnaire et que la force appliquée passe par un maximum pendant le régime transitoire. De plus, dans le cas d'un matériau granulaire sec, l'augmentation de la vitesse \dot{x} s'accompagne, au contraire, d'une diminution du coefficient de friction dynamique. Nous avons représenté sur la figure (1.8), la force tangentielle F_t en fonction de la vitesse verticale \dot{h} du patin; lorsque le patin est animé d'un mouvement de glissement significatif dans le plan horizontal, F_t augmente linéairement avec la vitesse verticale \dot{h} . On en déduit que l'augmentation de la force tangentielle F_t est essentiellement due à l'augmentation de la force normale F_n , imposée par la relation (1.2). On peut récrire, en supposant que le coefficient de friction dynamique μ_d est constant,

$$F_t = \mu_d F_n = \mu_d M g + \mu_d C_z \dot{h} \quad (1.3)$$

Cette relation attribue toute la variation de la force tangentielle au terme de dissipation visqueuse et peut masquer une dépendance intrinsèque du coefficient μ_d sur le taux de dilatation de la couche⁵. La relation (1.3) est difficile à tester expérimentalement. D'une part, le coefficient C_z est lui-même susceptible de dépendre de l'état de la couche de matériau qui est plus ou moins perméable au fluide interstitiel en fonction de sa compacité. D'autre part, l'écoulement du fluide autour du patin est mal connu et il est difficile d'estimer C_z .

On remarquera que la relation (1.3) ne rend pas compte du comportement de la force tangentielle à petite vitesse de glissement, proche du seuil d'écoulement (Fig.1.8). Dans cette interprétation, l'existence du maximum mesuré pendant le régime transitoire ne nécessite pas que $\mu_s \neq \mu_d$. L'égalité stricte des deux coefficients μ_s et μ_d est incompatible avec l'observation d'un régime de *stick-slip* à très basse vitesse. Cependant, la variation du coefficient de friction à basse vitesse doit être faible.

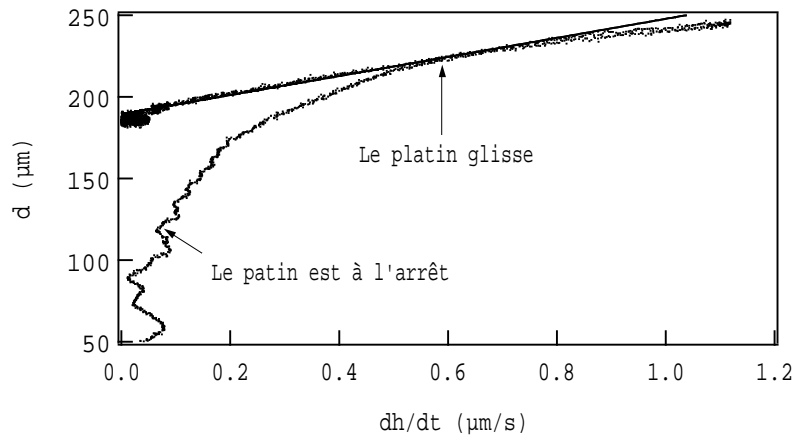


FIG. 1.8 – Flexion d du ressort en fonction de la vitesse verticale \dot{h} .

La force tangentielle augmente linéairement avec la vitesse verticale du patin lorsque ce dernier est animé d'une vitesse de glissement \dot{x} significative.

La relation (1.3) montre la contribution importante de la vitesse de montée du patin à la force tangentielle mesurée. Sur la figure (1.9), nous avons représenté la position verticale h du patin en fonction de sa position horizontale x ; le patin suit une trajectoire exponentielle dans le référentiel du laboratoire. La longueur caractéristique L de cette trajectoire, indépendante de la vitesse de tirage V , est égale au rayon R d'un grain. On peut donc écrire la relation phénoménologique:

$$\dot{h} = -h \frac{\dot{x}}{R} \quad (1.4)$$

dans laquelle on a choisi la référence arbitraire $h = 0$ dans le régime stationnaire. Cette relation n'impose pas l'amplitude de la dilatation totale Δh de la couche.

5. L'interprétation de la dépendance de la force tangentielle présentée ici diffère sensiblement de celle donnée dans la référence [22]. Cette interprétation est le fruit d'une discussion ultérieure avec J. Rice que

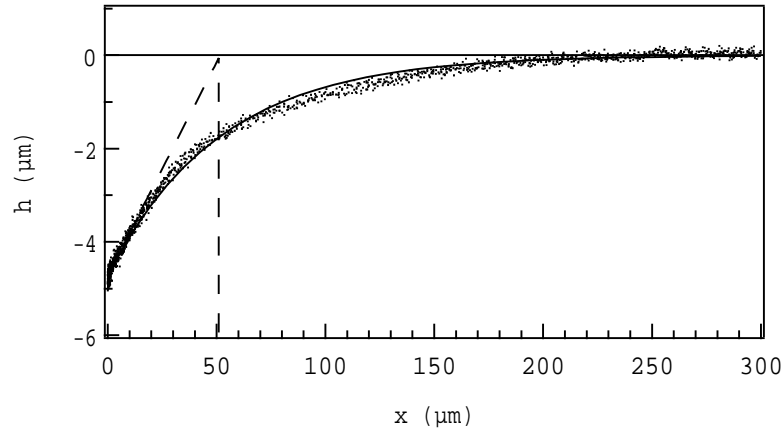


FIG. 1.9 – Position verticale h en fonction de la position horizontale x .

Pendant le régime transitoire le patin suit une trajectoire exponentielle.

1.4.4 Discussion.

Les équations (1.3) et (1.4), associées à l'équation du mouvement (1.1), permettent de rendre compte de l'évolution de la force tangentielle au cours du temps t , à l'exception du régime initial à très basse vitesse \dot{x} . On peut ajouter dans l'équation (1.3), un terme dépendant de l'altitude du patin [24]:

$$F_t = \mu_d Mg + \mu_d C_z \dot{h} - \beta \frac{h}{R} \quad (1.5)$$

qui permet de décrire correctement la relaxation de la force tangentielle lorsqu'on annule subitement la vitesse de tirage V à partir du régime stationnaire. Cependant, on introduit un paramètre ajustable supplémentaire β qui ne permet pas non plus de décrire correctement la mise en mouvement du patin.

Cette étude expérimentale montre que la réponse d'un matériau granulaire immergé à une contrainte de cisaillement simple s'apparente à de la friction solide: il existe une force seuil en-deçà de laquelle le patin reste immobile. Ce seuil de glissement est difficile à mesurer car la force appliquée passe par un maximum alors que le patin est déjà en mouvement. La force tangentielle, qui permet d'entretenir le mouvement du patin à vitesse constante, est proportionnelle à la force normale et indépendante de la vitesse. Pendant le régime transitoire, la couche se dilate sur une distance de glissement caractéristique comparable au rayon d'un grain. Le fluide environnant exerce sur le patin une force visqueuse qui rend compte de l'augmentation de la force tangentielle pendant la dilatation de la couche. Ces observations permettent d'établir un modèle phénoménologique qui décrit le comportement de la force tangentielle au cours du temps. Cependant, le lien avec le comportement du matériau à l'échelle des grains n'a pas été établi.

je tiens à remercier ici.

1.5 Les mélanges binaires.

Nous avons étendu l'étude des propriétés de friction des matériaux granulaires au cas des mélanges binaires secs [25]. Nous entendons ici par *mélange binaire sec*, un matériau obtenu par mélange de deux matériaux granulaires monodisperses dans l'air.

Les écoulements de mélanges de matériaux granulaires s'accompagnent généralement d'une ségrégation, c'est à dire d'une séparation spontanée des grains de natures différentes [26]. Il est important d'étudier les propriétés de friction des mélanges en fonction des concentrations des constituants afin de mieux comprendre, d'une part, les processus à l'échelle des grains qui déterminent la réponse d'un matériau granulaire et, d'autre part, ce processus de ségrégation présent dans les écoulements.

La ségrégation rend difficile la mesure de l'angle limite d'avalanche pour un mélange homogène en tambour tournant [27]; en effet, les étapes de préparation du système mettent en jeu des écoulements sur de grandes distances et sont donc susceptibles d'induire la ségrégation des constituants avant la mesure [28]. Par contre, il est possible d'obtenir une couche plane homogène, en mélangeant des grains de deux tailles différentes dans un récipient à l'aide d'un agitateur, puis en déposant le mélange en tas dans le plateau du dispositif expérimental utilisé pour les mesures des propriétés de friction. La surface du tas est ensuite lissée; cette préparation ne nécessite pas un écoulement du matériau sur de grandes distances et n'induit pas de ségrégation visible. On vérifie qu'aucune ségrégation significative n'a lieu pendant la mesure en cisillant le matériau sur de grandes distances (quelques centimètres); les mesures obtenues sont indépendantes de la position du patin.

Nous avons choisi de mélanger des billes de verre de même nature⁶ mais de rayons R différents (30, 50, 100, et 250 μm). Nous avons mesuré les coefficients de friction statique μ_s et dynamique μ_d , la longueur caractéristique L de la dilatation, ainsi que la profondeur caractéristique D de l'écoulement des grains dans la couche, en fonction des concentrations en masse des deux constituants.

On notera $c_1 \equiv (1 - c)$ et $c_2 \equiv c$ les concentrations en masse des deux espèces et, $\mu_s^{(1)}$ (resp. $\mu_d^{(1)}$) et $\mu_s^{(2)}$ (resp. $\mu_d^{(2)}$) les coefficients de friction statique (resp. dynamique) correspondants. Les notations μ_s et μ_d seront réservées au mélange.

1.5.1 Coefficient de friction statique.

La variation systématique du coefficient de friction statique μ_s , mesurée dans le régime de *stick-slip*, en fonction de la concentration c est illustrée sur la figure (1.10). Le coefficient $\mu_s(c)$ est toujours plus grand que la valeur estimée à partir de la moyenne en masse $\overline{\mu_s}(c)$

6. Nous avons aussi étudié des mélanges de sable naturel et de billes de verre. Le comportement qualitatif de tels mélanges est identique à celui des mélanges de billes de verre.

des coefficients de friction statique des deux constituants:

$$\mu_s(c) \geq \overline{\mu_s}(c) \equiv (1 - c)\mu_s^{(1)} + c\mu_s^{(2)} \quad (1.6)$$

La variation relative $\Delta_s \equiv (\mu_s - \mu_s^{(1)})/\mu_s^{(1)}$ est maximale pour une concentration intermédiaire c_m . L'amplitude de la variation, qui peut atteindre 30%, et la concentration c_m dépendent du type de mélange considéré. Une mesure indépendante de la densité ρ des mélanges montre qu'il n'existe pas de relation évidente entre les positions des extrema de μ_s et de ρ . De plus, nous n'avons pas pu mettre en évidence une dépendance systématique de ces quantités sur le rapport R_1/R_2 des rayons des deux constituants.

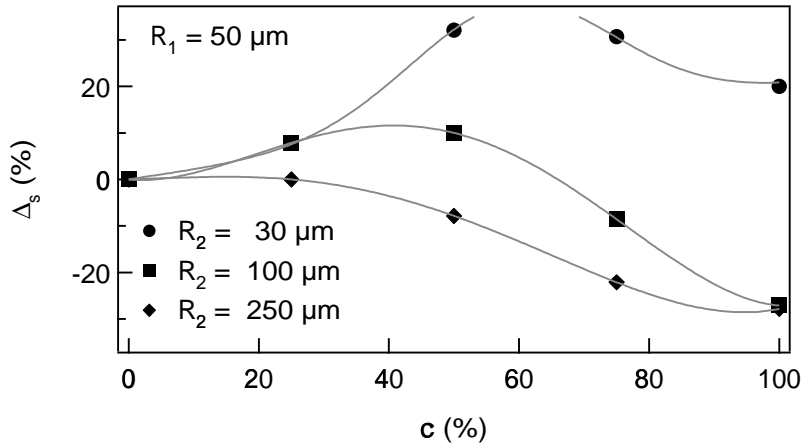


FIG. 1.10 – Variation relative Δ_s en fonction de la concentration en masse c .

Des billes de rayon $R_2 = 30, 50, \text{ ou } 250 \mu\text{m}$ sont ajoutées, avec la concentration massique c , à des billes de rayon $R_1 = 50 \mu\text{m}$.

1.5.2 Coefficient de friction dynamique.

Le coefficient de friction dynamique μ_d est estimé à partir de la valeur moyenne de la force tangentielle mesurée dans le régime de *stick-slip*. Le comportement de la variation relative $\Delta_d \equiv (\mu_d - \mu_d^{(1)})/\mu_d^{(1)}$ en fonction de la concentration c est présenté sur la figure (1.11). La variation de Δ_d est plus faible ($\sim 10\%$) que celle de son équivalent statique et, de plus, elle ne présente pas de comportement systématique en fonction de la concentration c ; elle peut présenter un maximum, un minimum ou une oscillation. Nous n'avons pas pu mettre en évidence une relation simple entre ces divers comportements et le rapport R_1/R_2 des rayons des deux constituants.

1.5.3 Longueurs caractéristiques.

Contrairement aux coefficients de friction, la longueur caractéristique L de la dilatation et la profondeur caractéristique D de l'écoulement exhibent des relations simples avec la

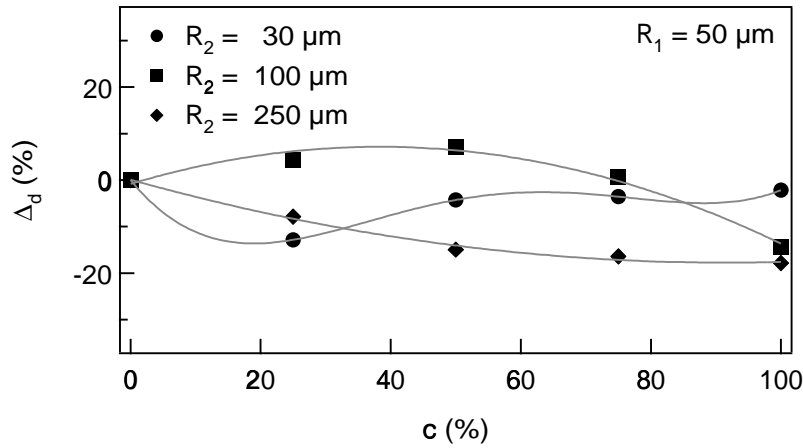


FIG. 1.11 – Variation relative Δ_d en fonction de la concentration en masse c .

concentration c et les rayons R_1 et R_2 des deux constituants du mélange. Afin de pouvoir mesurer les longueurs L et D avec précision sur le même système, nous avons dû immerger la couche de matériau granulaire. Cependant, nous avons vérifié que les conclusions présentées restent vraies, au moins pour la profondeur de l'écoulement D , dans le cas de matériaux granulaires secs.

La longueur caractéristique de la dilatation L , mesurée pendant le régime transitoire, dépend linéairement de la concentration c (Fig.1.12):

$$L = (1 - c)R_1 + cR_2 \quad (1.7)$$

La longueur caractéristique L est donc simplement la moyenne, en masse, des rayons des deux constituants.

L'observation de la couche de matériau granulaire par le côté au moyen d'une caméra rapide permet de reconstruire le profil de vitesse moyen des grains sous le patin. La vitesse horizontale v_x dépend exponentiellement de la profondeur z . La longueur caractéristique D mesurée sur les mélanges est proportionnelle à L . Le matériau ne s'écoule, sous le patin, que dans une région dont l'épaisseur caractéristique est de l'ordre de quelques longueurs caractéristiques L ($D \simeq 4 \times L$ pour des billes de verres immergées dans de l'eau).

1.5.4 Discussion.

Les coefficients de friction statique et dynamique d'un mélange binaire ne peuvent pas simplement être extrapolés à partir des coefficients de friction des deux constituants. Cependant, les mesures des longueurs caractéristiques de la dilatation et de l'écoulement sous le patin montrent que la moyenne, en masse, des rayons des deux constituants est la longueur caractéristique à considérer dans ces systèmes.

L'augmentation du coefficient de friction statique, mesurée lorsqu'on ajoute une petite quantité de grains de taille différente à un système de billes monodisperse, est en accord

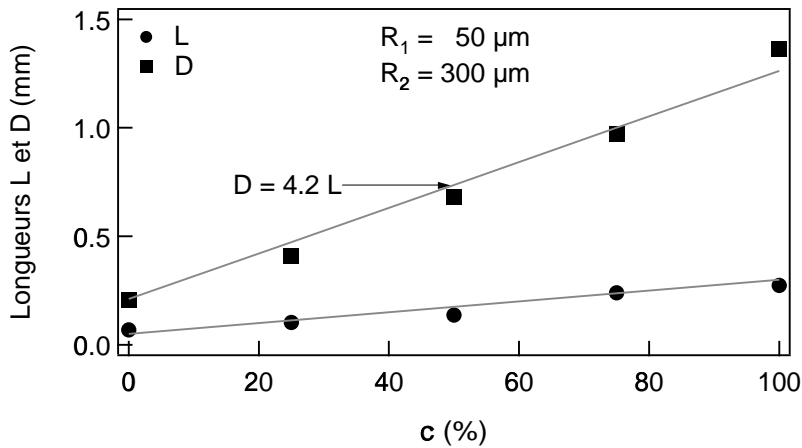


FIG. 1.12 – Longueurs caractéristiques L et D en fonction de la concentration c .

qualitatif avec l'augmentation de l'angle limite d'avalanche avec la polydispersité mesurée en tambour tournant [29]. On notera que nous avons mesuré des coefficients de friction différents sur des systèmes de billes de même nature qui ne diffèrent, *a priori*, que par leur taille; il n'existe pas de raison pour que les coefficients de friction dépendent de la taille des billes et il est possible que les différences mesurées soient dues à des variations de la polydispersité de nos échantillons.

Les variations des coefficients de friction en fonction de la concentration ne sont pas encore comprises. L'adaptation de modèles hydrodynamiques au cas des mélanges binaires pourrait permettre de rendre compte de nos observations [10]. Deux quantités, au moins, peuvent contribuer aux variations mesurées:

1. De nombreuses études ont montré que les propriétés de friction des matériaux granulaires dépendent de la densité [30]. Nous n'avons cependant pas trouvé de correspondance entre la densité et les coefficients de friction dans les mélanges.
2. Le nombre de contacts entre grains dans la bande de cisaillement d'épaisseur D dépend fortement de la concentration c et du rapport des tailles R_1/R_2 . Cependant, on peut montrer, par un calcul approché, que les extrema du nombre de contacts dans la bande de cisaillement et des coefficients de friction ne se correspondent pas.

Ces résultats devraient permettre d'introduire des expressions phénoménologiques des coefficients de friction statique et dynamique dans les modèles écrits pour rendre compte de la ségrégation dans les écoulements. On observe, en tambour tournant, que certains mélanges sont soumis à une ségrégation réversible en fonction de la vitesse de rotation [31]; il serait intéressant d'introduire dans les modèles phénoménologiques les comportements complexes des coefficients de friction statique et dynamique que nous avons mis en évidence en cisaillement simple. Nous avons tenté d'établir expérimentalement le lien entre les propriétés de friction des mélanges et la ségrégation en tambour tournant mais les expériences que nous avons conduites sont restées sans succès à ce jour.

1.6 Conclusion générale sur la friction.

Les études de la réponse d'un matériau granulaire immergé à une contrainte de cisaillement simple ont montré qu'il existe un seuil d'écoulement et que la contrainte de cisaillement dynamique ne dépend pas de la vitesse. Le phénomène s'apparente, comme pour les matériaux secs, à de la friction solide. La contrainte de cisaillement est proportionnelle à la contrainte normale et on peut définir des coefficients de friction statique et dynamique. Le coefficient de friction dynamique a été mesuré avec une grande précision alors que le coefficient de friction statique est très mal défini dans ces expériences. Enfin, le rôle joué par la dilatation du matériau a été étudié en détail. Ce travail a été ensuite étendu au cas de mélanges binaires secs.

De nombreuses questions restent sans réponse. En particulier, le lien entre les valeurs des coefficients de friction et les propriétés des grains et du fluide n'est pas connu. On ignore les processus à l'échelle des grains qui conditionnent la réponse du matériau au cisaillement et qui conduisent le matériau à se dilater exponentiellement sur une distance de glissement comparable au rayon d'un grain. De même, on ne sait pas rendre compte de l'épaisseur et de l'amplitude de la dilatation totale de la couche cisailée. Nous reviendrons sur ces questions dans l'exposé du projet scientifique (Chapitre 4).

Chapitre 2

Vieillessement.

2.1 Introduction.

Dans le chapitre précédent, nous avons étudié la réponse d'un matériau granulaire à une contrainte de cisaillement simple. Dans ces expériences, les seuils d'écoulement étaient mesurés peu de temps après la préparation du système. Cependant, nous avons observé que ces seuils dépendent du temps écoulé entre la préparation et la mesure.

Les études expérimentales de la friction solide ont mis en évidence un vieillissement du coefficient de friction statique μ_s [32]. On observe aussi une augmentation de l'angle limite d'avalanche d'un matériau granulaire sec placé au contact d'une atmosphère humide [16]. Nous présentons, dans ce chapitre, les résultats que nous avons obtenus dans le cas des matériaux granulaires immergés, précédés d'un résumé des résultats obtenus dans le cas des matériaux granulaires secs. Nous renvoyons ici à la référence [23] pour une introduction des modèles de vieillissement.

2.2 Matériaux granulaires secs.

2.2.1 Coefficient de friction statique.

Dans le chapitre précédent, nous avons estimé le coefficient de friction statique μ_s à partir de la valeur maximale, reproductible, de la contrainte tangentielle dans le régime de *stick-slip* (§1.3.2). Cependant, on peut remarquer que la valeur F_{max} du premier maximum mesuré est généralement différente de celle des maxima qui le suivent. Elle dépend non seulement de la préparation de la couche de matériau, mais aussi du temps τ écoulé avant la mesure [23]. Nous avons mesuré l'évolution de F_{max} en fonction du temps τ pour une couche de matériau sec en atmosphère humide. Un état de référence reproductible est obtenu en annulant subitement la vitesse de tirage V à partir du régime de *stick-slip*. La lame ressort peut alors, soit être maintenue en position de manière à appliquer une contrainte

de cisaillement statique pendant le temps de repos τ (reproductible à l'amplitude du *stick-slip* près), soit être reculée de manière à annuler la contrainte de cisaillement. On mesure ensuite la valeur $F_{max}(\tau)$ du premier maximum atteint par la contrainte tangentielle lors de la reprise du cisaillement après un temps de repos τ (de quelques secondes à plusieurs heures).

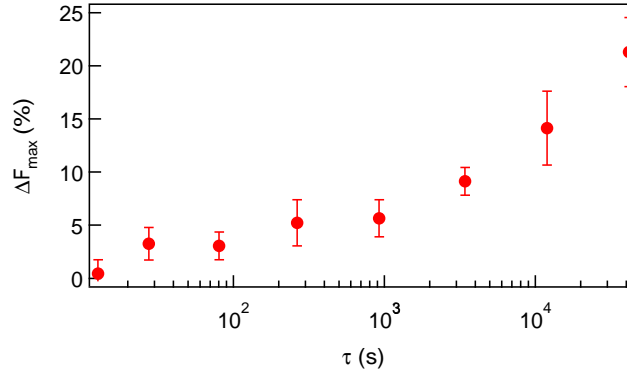


FIG. 2.1 – **Variation relative ΔF_{max} en fonction du temps de repos τ .**

L'amplitude F_{max} du premier maximum augmente de 20% environ en 10 heures si la contrainte statique de cisaillement est maintenue pendant le temps d'attente.

Si la contrainte statique de cisaillement est maintenue avant la mesure, l'amplitude F_{max} du premier maximum augmente avec le temps d'attente τ (Fig.2.1). Le coefficient de friction statique augmente de 20% environ en une dizaine d'heures et l'augmentation est presque logarithmique avec le temps τ . La condensation capillaire de ponts liquides aux points de contact entre les grains rend compte de cette augmentation du seuil d'écoulement dans ce matériau sec en contact avec une atmosphère humide. Nous n'avons pas conduit d'étude systématique en fonction de la température et du taux d'humidité relative (H.R.); d'une part, la présence du patin peut gêner la diffusion de l'humidité de l'atmosphère vers les grains au contact du patin. D'autre part, les mesures d'angle limite d'avalanche en tambour tournant (§2.2.2), qui ont précédé ces études des propriétés de friction, avaient déjà démontré le rôle joué par l'humidité de l'air et la condensation capillaire sur ce phénomène de vieillissement. Nous noterons simplement qu'aucun vieillissement n'est observé si aucune contrainte statique de cisaillement n'est appliquée pendant le temps d'attente.

2.2.2 Angle limite d'avalanche.

Les mesures de l'angle limite d'avalanche en tambour tournant mettent aussi en évidence un vieillissement des propriétés mécaniques des matériaux granulaires secs [16]. Un matériau granulaire sec remplit partiellement un cylindre horizontal qui peut être mis en rotation autour de son axe à la vitesse angulaire Ω . On mesure l'angle d'inclinaison de la surface libre par rapport à l'horizontale en observant le système selon l'axe du cylindre. Lorsque

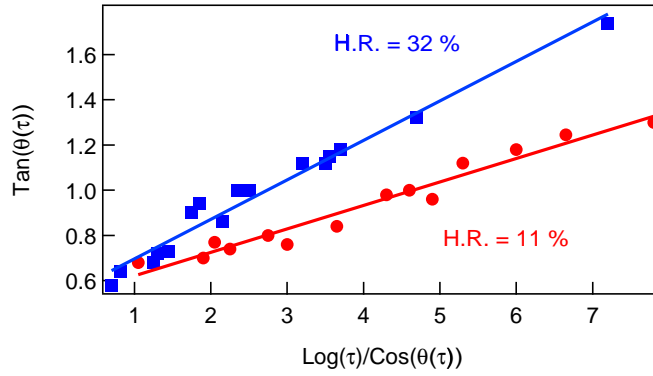


FIG. 2.2 – Angle limite d’avalanche θ en fonction du temps de repos τ .

Dans le cas d’un matériau sec, placé au contact d’une atmosphère humide, l’angle limite d’avalanche θ augmente avec le logarithme du temps de repos τ . Le vieillissement est d’autant plus rapide que le taux d’humidité relative (H.R.) est grand (Illustration extraite de la référence [16]).

le cylindre est mis en rotation uniforme à petite vitesse angulaire Ω , la surface libre du matériau, initialement au repos, s’écoule dès que l’angle qu’elle forme avec l’horizontale dépasse une valeur seuil θ , dite *angle limite d’avalanche*. Cet angle dépend, en atmosphère humide, du temps τ écoulé entre la préparation du système et la mesure.

L’étude systématique, conduite en contrôlant le taux d’humidité relative (H.R.) dans l’atmosphère (Fig.2.2), montre que l’angle limite d’avalanche θ augmente avec le logarithme du temps de repos τ et que la pente $d \sin(\theta)/d \ln(\tau)$ augmente avec le taux d’humidité relative (H.R.). L’augmentation de l’angle limite d’avalanche des matériaux granulaires secs placés au contact d’une atmosphère humide est, au moins en partie, due à la condensation capillaire de ponts liquides aux points de contact entre les grains [16, 17, 33].

2.2.3 Condensation capillaire.

La formation de ponts liquides microscopiques (Fig.2.3) aux points de contact entre grains conduit à l’apparition d’une cohésion au sein du matériau [16].

À l’équilibre thermodynamique avec la vapeur à la pression partielle P_v , le rayon r_{eq} de l’interface liquide-vapeur est donné par la relation de Kelvin

$$v_l \frac{\gamma}{r_{eq}} = \mathcal{R}T \ln\left(\frac{P_{sat}}{P_v}\right) \quad (2.1)$$

où P_{sat} est la pression de vapeur saturante, v_l le volume molaire du liquide, \mathcal{R} la constante des gaz parfait et γ l’énergie de surface de l’interface liquide-vapeur. En conséquence, la formation d’un pont de surface de base s contribue à appuyer les surfaces l’une contre l’autre avec une force $f = \gamma s / r_{eq}$.

On désigne par ΔE la barrière énergétique que le système doit franchir pour former un pont de volume \mathcal{V} entre deux surfaces, séparées d’une distance e et initialement recouvertes

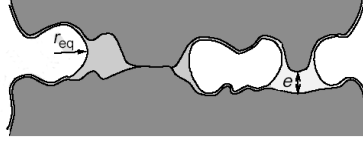


FIG. 2.3 – Représentation schématique d'un pont liquide.

Les ponts liquides, de taille nanométrique, se forment au points de contact entre les grains. Il est important de noter que les surfaces rugueuses ne sont en contact que par l'intermédiaire de petites aspérités (Illustration extraite de la référence [16]).

d'un film de liquide. La nucléation d'un pont liquide de volume \mathcal{V} se produit au bout d'un temps typique $\tau_{act} = \tau_0 \exp(\Delta E/k_B T)$ où τ_0 est un temps microscopique, si on suppose que le processus est thermiquement activé. Après un temps d'attente τ , seuls les sites de nucléation satisfaisant la condition $\tau_{act} < \tau$ sont entourés d'un pont liquide. Si on suppose que les distances e entre les surfaces aux points de nucléation sont très largement distribuées, on obtient que le nombre N de ponts formés vérifie $N \propto \ln(\tau/\tau_0)$ ce qui permet d'écrire que la force d'adhésion

$$F_{ad} \propto \gamma d \frac{1}{\ln\left(\frac{P_{sat}}{P_v}\right)} \ln\left(\frac{\tau}{\tau_0}\right) \quad (2.2)$$

où d est une longueur caractéristique qui rend compte de la géométrie des contacts.

L'apparition de cette force d'adhésion est responsable de l'augmentation, logarithmique avec le temps de repos τ , des seuils d'écoulement des matériaux granulaires secs placés au contact d'une atmosphère humide.

2.3 Matériaux granulaires immergés.

Afin de montrer si la condensation capillaire ne masquait pas d'autres processus susceptibles d'engendrer un vieillissement des propriétés mécaniques des matériaux granulaires, il paraissait essentiel de réaliser des expériences en supprimant cet effet. L'étude des matériaux granulaires en atmosphère sèche est rendue difficile par l'apparition d'effets électrostatiques¹. Nous avons alors opté pour l'étude de matériaux granulaires immergés.

2.3.1 Coefficient de friction statique.

Dans le chapitre précédent (§1.4.2), nous avons remarqué que le coefficient de friction statique μ_s est difficile à estimer dans le cas de matériaux granulaires immergés. Cependant, pour une vitesse de tirage V donnée, la contrainte de cisaillement appliquée atteint un maximum F_{max} , bien défini et reproductible, pendant le régime transitoire. Nous avons donc mesuré F_{max} en fonction du temps τ écoulé entre la préparation et la mesure (Fig.2.4). La

1. À cause des frottements, les grains, en général des billes de verre, se chargent de manière excessive.

préparation de la couche consiste à faire glisser le patin dans le régime stationnaire sur une grande distance avant d'annuler subitement la vitesse de tirage V . Les expériences ont été réalisées avec des billes de verre immergées dans de l'eau. Comme pour les matériaux granulaires secs, nous avons étudié deux cas: la contrainte statique de cisaillement est maintenue pendant le temps de repos ou la lame ressort est reculée de manière à l'annuler.

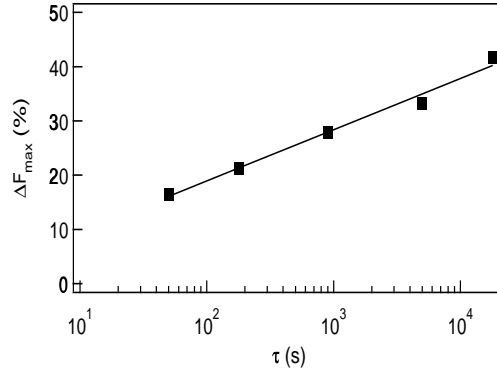


FIG. 2.4 – **Variation relative ΔF_{max} en fonction du temps de repos τ .**

La force de friction statique F_{max} augmente logarithmiquement avec le temps de repos τ si une contrainte de cisaillement statique est appliquée [variation relative à $F_{max}(\tau \simeq 1 \text{ s})$].

Lorsque la contrainte statique de cisaillement est maintenue pendant le temps de repos, la contrainte maximale F_{max} augmente logarithmiquement avec le temps de repos τ (Fig.2.4). En revanche, on n'observe aucun vieillissement lorsque la contrainte statique de cisaillement est nulle pendant le temps de repos.

Ces expériences ont mis en évidence un vieillissement des propriétés mécaniques des matériaux granulaires en l'absence de condensation capillaire. Cependant, l'origine de ce phénomène, qui semblait dépendre de la contrainte appliquée au système pendant le temps de repos, restait inexplicée. Nous avons alors entrepris les mesures d'angle limite d'avalanche de matériaux immergés qui sont décrites dans le paragraphe suivant.

2.3.2 Angle limite d'avalanche.

Les mesures d'angle limite d'avalanche de matériaux granulaires immergés ont nécessité la mise au point d'un dispositif expérimental spécifique [34]; nous nous sommes rapidement aperçus que les effets de bord interdisaient une mesure correcte de l'angle d'avalanche avec le système précédemment utilisé pour étudier les matériaux secs [16]. En effet, lorsqu'ils sont immergés, les grains sont plus facilement entraînés par les parois latérales du cylindre; la surface libre du matériau se déforme notablement près des fenêtres d'observation latérales ce qui interdit la mesure de l'angle d'avalanche par le côté.

Dispositif expérimental.

Nous avons donc mis au point un dispositif expérimental² permettant d'effectuer la mesure de l'angle que fait la surface libre du matériau avec l'horizontale loin des parois latérales (Fig.2.5). Le matériau remplit la moitié du volume intérieur d'un cylindre transparent, de longueur grande devant son diamètre, lui même grand devant la taille des grains. Le liquide interstitiel remplit tout l'espace intérieur laissé libre par les grains. Le cylindre est mis en rotation à vitesse angulaire constante Ω par l'intermédiaire de quatre galets sur lesquels il repose.

La surface libre du matériau est éclairée par une nappe lumineuse verticale dont le plan forme un angle de 45 degrés avec l'axe du cylindre. On observe le système dans le plan horizontal et perpendiculairement à l'axe du cylindre. En principe, l'image de l'intersection de la surface des grains et de la nappe forme avec l'horizontale le même angle que la surface de la couche avec l'horizontale. En pratique, cette image est déformée car les rayons lumineux sont déviés à la traversée des parois courbées du cylindre. Cependant, la relation sur les angles, énoncée ci-dessus, reste vraie dans le voisinage de l'axe. L'image obtenue permet de déterminer l'angle θ avec une précision de l'ordre de 0,2 degrés.

Le protocole expérimental est le suivant; après remplissage, le cylindre est mis en rotation à une vitesse angulaire Ω constante, suffisamment grande pour qu'on observe un écoulement permanent à la surface du matériau granulaire. Après que le système a effectué plus d'une révolution autour de son axe, on arrête subitement la rotation. On mesure l'angle limite d'avalanche, après un temps de repos τ (de quelques secondes à trois jours), en suivant l'évolution temporelle de l'angle d'inclinaison de la surface à petite vitesse angulaire Ω imposée.

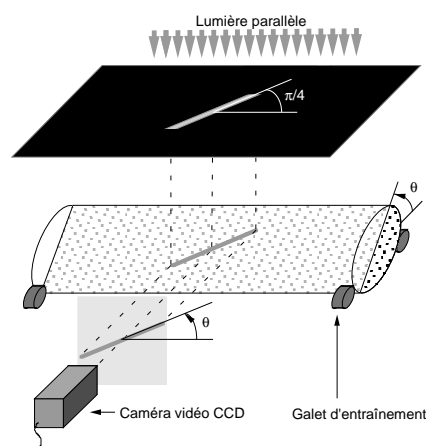


FIG. 2.5 – Représentation schématique du dispositif expérimental.

2. Ce travail a été le sujet de stage de Pierre Ballesta au Laboratoire de Physique de l'ENS-Lyon.

Résultats expérimentaux.

Nous avons étudié des systèmes constitués de billes de verre immergées dans des fluides de natures physico-chimiques différentes. Seules les billes de verre immergées dans de l'eau présentent un vieillissement (Fig.2.6). Le choix de fluides interstitiels plus ou moins visqueux que l'eau nous a permis d'exclure la possibilité d'un vieillissement limité par l'hydrodynamique. Les expériences réalisées avec des fluides polaires ou non-polaires montrent que le vieillissement ne peut pas être induit par une modification des interactions électrostatiques ou de Van der Waals. De plus, le vieillissement est plus rapide en solution aqueuse acide ou basique que dans de l'eau pure (pH \simeq 7).

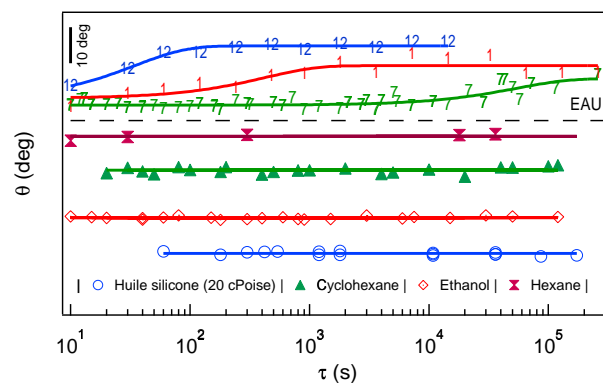


FIG. 2.6 – Angle limite d'avalanche θ en fonction du temps de repos τ .

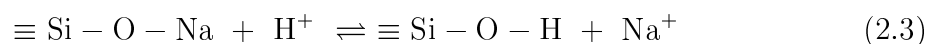
Aucun vieillissement n'est mesuré dans l'hexane, le cyclohexane, l'éthanol et l'huile silicone. L'angle d'avalanche de billes de verre immergées dans de l'eau augmente sensiblement au cours du temps. Le vieillissement est plus rapide en milieu acide (pH=1) ou basique (pH=12) que dans l'eau pure (les courbes sont représentées avec la même échelle mais sont décalées pour en faciliter la lecture, $R = 50 \mu m$).

Le vieillissement de l'angle limite d'avalanche de billes de verre immergées dans de l'eau est d'origine chimique et, surtout, l'angle limite d'avalanche d'un matériau granulaire immergé ne vieillit pas en l'absence de réactivité chimique.

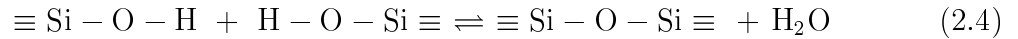
2.3.3 Chimie du couple verre-eau.

La réactivité chimique des verres sodosilicatés, qui constituent les billes utilisées dans les expériences précédentes, et de l'eau est l'objet d'une large littérature [35]. Les réactions chimiques qui se produisent à la surface des billes en milieu acide peuvent se résumer ainsi:

- Échange des ions sodium de surface avec des protons:



◦ Recombinaison des groupements silanols:



Ces réactions s'accompagnent d'un gonflement du verre à la surface de billes; l'épaisseur de la couche corrodée augmente de 5% environ. À partir de ces deux réactions chimiques, nous avons écrit un modèle cinétique qui permet de rendre compte de l'augmentation exponentielle de l'angle limite d'avalanche au cours du temps en milieu neutre ou acide. Le gonflement de la couche corrodée conduit à la formation de ponts solides entre les grains. La cinétique d'échange des protons avec les ions sodium de surface (Eq.2.3) augmente avec la concentration en protons, ce qui explique pourquoi le vieillissement est plus rapide en milieu acide. Le nombre total d'ions sodium échangés dépend aussi de la surface de verre en contact avec le liquide interstitiel. On comprend ainsi pourquoi la vitesse de vieillissement diminue avec la taille des grains (Fig.2.7). De plus, pour un gonflement identique de la couche corrodée, la surface de contact entre billes par unité de volume augmente lorsque la taille des grains diminue; l'amplitude de l'effet de vieillissement est plus grande sur un matériau constitué de petits grains. La recombinaison des groupements silanols est un processus activé (Eq.2.4); la cinétique de recombinaison de deux groupements silanols dépend de leur position relative (ces groupements ne sont pas libres en solution); on peut montrer que le nombre de groupements $\equiv \text{Si} - \text{O} - \text{Si} \equiv$ dans la couche corrodée augmente logarithmiquement avec le temps, en supposant que la distribution des distances entre les atomes de sodium est très large³. En conséquence, la résistance mécanique des ponts entre les grains augmente logarithmiquement avec le temps, ce qui permet d'expliquer l'évolution lente de l'angle limite d'avalanche aux temps longs après que la couche corrodée a atteint son épaisseur asymptotique [34].

Le vieillissement de billes de verre en milieu basique (pH=12) est plus rapide qu'en milieu acide (pH=1). La chimie du verre en milieu basique est plus compliquée. Nous n'avons pas tenté de décrire la cinétique du vieillissement dans ce cas.

2.4 Conclusion générale sur le vieillissement.

La condensation capillaire de ponts liquides aux points de contact entre les grains permet de rendre compte du vieillissement du coefficient de friction statique et de l'angle limite d'avalanche des matériaux granulaires secs placés au contact d'une atmosphère humide.

Les propriétés mécaniques des matériaux granulaires immergés n'exhibent pas de vieillissement en l'absence de réactivité chimique. Le vieillissement des systèmes de billes de verre en milieu aqueux n'est dû qu'à un phénomène de corrosion de la surface des billes qui conduit à la formation de ponts solides entre les grains. Dans le cas des matériaux granulaires secs,

3. On applique ici le même raisonnement que celui développé pour la cinétique de la condensation capillaire [16] (§2.2.3).

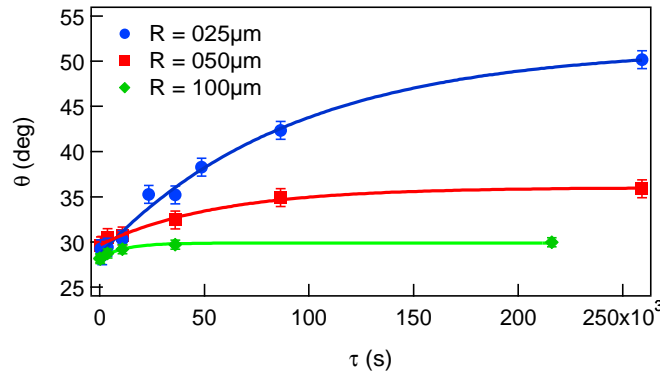


FIG. 2.7 – Variation de l'angle limite d'avalanche θ en fonction du temps de repos τ .

Le temps caractéristique et l'amplitude du vieillissement augmentent lorsque la taille des billes diminue. L'angle limite d'avalanche de billes de verre immergées dans l'eau est de l'ordre de 30 degrés (Verre immergé dans de l'eau à $\text{pH}=7$).

on peut observer la formation de tels ponts solides à l'intérieur même des ponts liquides qui apparaissent par condensation capillaire [33].

Dans les expériences de friction, nous avons systématiquement observé une absence de vieillissement en l'absence de contrainte statique de cisaillement appliquée pendant le temps de repos. La condensation capillaire ou les réactions chimiques doivent cependant se produire même dans un matériau non contraint. Il est probable que l'application de la contrainte de cisaillement, qui fait tourner de manière notable la direction principale de la contrainte appliquée au matériau lors de la mesure, suffise à détruire la cohésion bien avant que le seuil d'écoulement ne soit atteint. À la lumière des expériences qui les ont suivis, les travaux rapportés dans la référence [23] seraient aujourd'hui interprétés différemment.

On retiendra surtout que les propriétés mécaniques des matériaux granulaires ne vieillissent pas en l'absence de condensation capillaire et de réactivité chimique. Ceci reste vrai tant que le système n'est pas soumis à une sollicitation extérieure supplémentaire (vibration mécanique, variation de température, ...). Dans le paragraphe suivant, nous décrivons brièvement une expérience préliminaire qui démontre, par exemple, que les variations de température peuvent conduire à une compaction lente du matériau et, donc, à une augmentation de sa résistance mécanique [30].

2.5 ANNEXE:

Compaction induite par des cycles de température.

2.5.1 Introduction.

Les variations de température s'accompagnent, en général, d'une variation du volume spécifique des matériaux. Les coefficients de dilatation thermique sont faibles pour les matériaux usuels, mais nous allons nous attacher à démontrer que les effets de la dilatation thermique ne sont pas négligeables lorsqu'on s'intéresse aux matériaux granulaires.

Le coefficient de dilatation thermique typique d'un verre est de l'ordre de $K_T \sim 10^{-5} K^{-1}$. La variation typique ΔL des dimensions d'un système de taille caractéristique L , subissant une variation globale ΔT de sa température, est de l'ordre de $LK\Delta T$. On peut estimer que, si ΔL est plus grande que la taille typique δ de la rugosité des grains dans un matériau granulaire, la variation de température ΔT peut provoquer un réarrangement au sein du matériau. Le réseau de contacts entre grains s'en trouve modifié de façon irréversible. Ainsi, une succession de variations de température peut induire une évolution irréversible du matériau au cours de temps. Pour une expérience de laboratoire $L \sim 1$ m, on estime que $\Delta T \sim 0,01$ K pour $\delta \sim 100$ nm .

Les effets des variations de température sur les matériaux granulaires sont mal connus. Nous avons entrepris une étude expérimentale de la compaction des matériaux granulaires induite par des cycles de température afin de confronter les arguments énoncés ci-dessus à l'expérience.

2.5.2 Dispositif expérimental.

Le dispositif expérimental consiste en un tube de verre vertical, de longueur 2 m et de diamètre intérieur 1,2 cm, rempli aux 3/4 par un matériau granulaire sec en contact avec l'atmosphère. La partie inférieure est connectée à une source d'air comprimé qui permet de préparer l'expérience en décompactant les grains de manière reproductible. La hauteur H des grains dans le cylindre est mesurée (sensibilité $2 \mu\text{m}$) par le côté (Fig.2.8).

Nous avons utilisé deux méthodes différentes permettant d'imposer des cycles de température au système. Dans la première configuration, un fil métallique (diamètre $100 \mu\text{m}$), tendu par l'intermédiaire d'un ressort, parcourt l'axe du cylindre sur toute sa longueur. Dans la seconde configuration, un fil chauffant entoure le cylindre sur toute sa longueur, excepté dans la zone d'observation. Les résultats obtenus dans les deux configurations sont semblables. Les cycles sont composés d'une phase de chauffage à courant constant, et d'une phase de relaxation de la température à courant nul. La période des cycles (10 minutes) est choisie de manière à assurer que la température a atteint sa valeur asymptotique dans chacune des phases.

vée en l'absence de variations de la température. Nous avons aussi observé que l'interruption des cycles de température en cours d'expérience n'a aucun effet notable sur le processus: en l'absence des cycles de température le système n'évolue pas et l'évolution ultérieure du système n'est pas affectée (l'âge du système correspond au nombre de cycles imposés et non au temps t).

2.5.4 Conclusion.

Ces expériences nous apprennent que les variations de température peuvent entraîner une compaction lente, et donc un vieillissement des propriétés physiques⁴, d'un matériau granulaire. Nous avons observé que la compacité du matériau augmente logarithmiquement avec le nombre de cycles de température imposés (avec l'âge). L'amplitude des effondrements successifs ne semble pas dépendre du temps alors que la durée des plateaux augmente logarithmiquement avec l'âge du système.

Il serait très intéressant de pouvoir comparer la statistique des effondrements (amplitude, distribution dans le temps, corrélations,...) avec les résultats obtenus dans le cadre des études des tremblements de terre. Il est évident que la durée des expériences que nous avons réalisées n'est pas d'ordre de grandeur géophysique, mais elle a eu raison de notre ténacité (l'expérience la plus longue a duré 70 jours!!!). La période des cycles de température est imposée par la diffusion de la chaleur sur la taille du système qu'il faudrait réduire considérablement si on voulait rendre raisonnable la durée des expériences. Cependant, il serait alors difficile de mesurer directement la compacité du matériau et d'éviter les effets du confinement. Nous noterons simplement que Jérôme Crassous développe actuellement, au Laboratoire de Physique de l'ENS-Lyon, une expérience de diffusion multiple de la lumière; le dispositif expérimental lui a permis de mettre en évidence des réarrangements des grains, à l'échelle microscopique, au sein d'un matériau granulaire soumis à un éclairage intense périodique.

4. Au cours du stage qu'il a effectué au Laboratoire de Physique de l'ENS-Lyon, Ion Vasiliev a, par exemple, noté une augmentation sensible de la conductivité thermique d'un matériau granulaire soumis à des cycles de température.

Chapitre 3

Passage d'un gaz au travers d'un matériau granulaire immergé.

3.1 Introduction.

En pratique, lorsqu'on verse un liquide sur un matériau granulaire, une grande quantité d'air peut rester piégée au sein du matériau. Il en est de même lorsqu'on verse sans précaution de la farine dans du lait lors de la préparation d'une pâte à crêpe. En géophysique, la situation correspond à un gaz, issu de la décomposition de matériaux organiques, qui resterait piégé dans une couche de sédiments.

Nous nous intéressons, dans ce chapitre, à la condition de passage d'un gaz au travers d'une couche de matériau granulaire immergé¹[39]. D'une part, les matériaux granulaires diffèrent des matériaux poreux *classiques* car les grains, soumis à une contrainte, sont susceptibles de se réarranger, conduisant à un changement de la géométrie des pores. D'autre part, nous avons vu dans le chapitre précédent (§2.4) qu'il est difficile d'appliquer une contrainte à un matériau granulaire sans détruire la faible cohésion induite par la formation des ponts solides entre les grains. Appliquer une force de pression, dans l'axe de la contrainte principale à laquelle est soumis le matériau au repos, semblait être une méthode alternative permettant de mesurer les effets du vieillissement dans les matériaux granulaires immergés.

3.2 Dispositif expérimental.

Un cylindre vertical, séparé en deux parties par une cloison horizontale percée d'un trou circulaire, reçoit dans sa partie supérieure une fine couche de matériau granulaire horizontale submergée par de l'eau (Fig.3.1). La partie inférieure constitue une chambre sèche, de volume \mathcal{V} , dans laquelle est injectée de l'air à débit massique constant (On notera \mathcal{D} , le débit volumique correspondant). L'expérience consiste à mesurer l'évolution temporelle, en régime

1. Ce travail a été effectué par Louis Gostiaux lors de son stage au Laboratoire de Physique de l'ENS-Lyon.

permanent, de la pression P dans la chambre (pression relative à la pression extérieure).

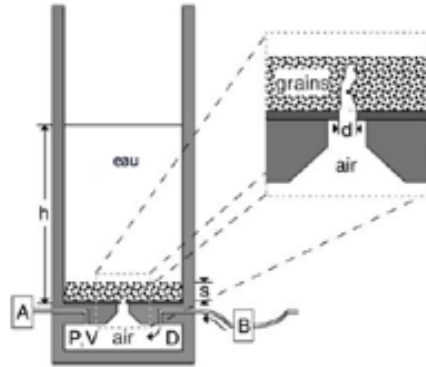


FIG. 3.1 – Schémas de principe de l'expérience.

L'air pénètre dans la chambre en B. La pression P dans la chambre est mesurée en A.

Dans l'ensemble des expériences présentées, l'épaisseur s de la couche reste inférieure au rayon du cylindre (4,5 cm) afin d'assurer l'absence d'effets de bord. Par ailleurs, le diamètre d du trou dans la cloison horizontale ne peut varier que de 1 à 3 mm; d'une part, la couche s'effondre spontanément dans la chambre inférieure si d est trop grand devant le rayon R des grains. D'autre part, il convient que d soit grand devant le rayon R d'un grain, même si sa valeur minimale n'est *a priori* pas limitée, afin d'assurer que l'écoulement de l'air ne soit pas gouverné par la taille du trou.

3.3 Résultats expérimentaux.

3.3.1 Premières observations.

À faible débit imposé \mathcal{D} , on constate que des bulles d'air s'échappent régulièrement de la couche de matériau. On mesure alors que la pression P dans la chambre oscille entre ses valeurs minimales P_{min} et maximales P_{max} (Fig.3.2). Chaque émission d'une bulle s'accompagne d'une détente rapide² de la pression P de P_{max} à P_{min} . Le temps de montée de P_{min} à P_{max} est, pour sa part, inversement proportionnel au rapport \mathcal{D}/\mathcal{V} du débit au volume de la chambre.

Nous avons analysé l'influence de l'ensemble des paramètres expérimentaux sur les caractéristiques du signal de pression $P(t)$ et nous en avons tiré les conclusions suivantes:

- ◇ Dans les limites énoncées ci-dessus, les caractéristiques du signal de pression ne dépendent pas du diamètre d du trou d'émission.

2. Le dispositif expérimental ne permet pas de mesurer le temps caractéristique de cette détente car il est inférieur au temps de réponse du capteur de pression (0,1 ms environ).

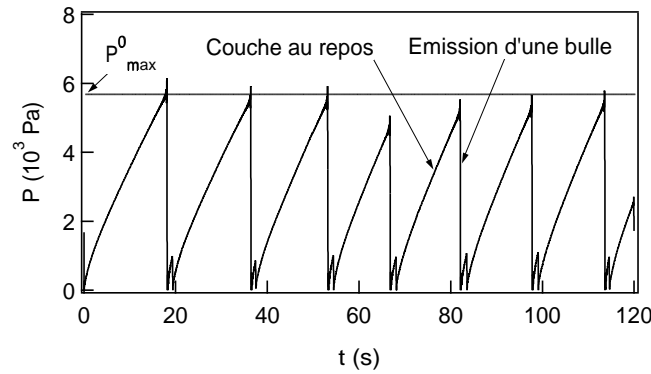


FIG. 3.2 – Évolution temporelle typique de P à faible débit \mathcal{D} imposé.

- ◇ Le niveau d'eau ($H - s$) au-dessus des grains décale simplement la pression dans la chambre selon l'hydrostatique. On rapportera donc les valeurs de la pression dans la chambre à la limite ($H - s$) $\rightarrow 0$.
- ◇ Les pressions P_{min} et P_{max} ne dépendent pas de l'épaisseur s de la couche tant que celle-ci reste inférieure au rayon du cylindre. Ce résultat s'explique par la formation d'un canal stable au travers de la couche de matériau.
- ◇ La pression minimale P_{min} diffère peu de la pression extérieure P_0 . Ce résultat se comprend aisément; lorsque la différence de pression entre l'intérieur de la chambre et la surface de la couche s'inverse, l'eau tend à s'écouler vers le bas, entraînant les grains qui referment alors la couche.
- ◇ La pression maximale P_{max} est moins bien définie que la pression P_{min} . Elle fluctue de 10% environ autour de sa valeur moyenne. Nous noterons P_{max}^0 son maximum absolu enregistré au cours d'une acquisition.
- ◇ La pression P_{max}^0 est indépendante du volume \mathcal{V} de la chambre.
- ◇ La pression P_{max}^0 est indépendante du débit \mathcal{D} imposé.

Ainsi, à faible débit \mathcal{D} , la différence de pression seuil $\Delta P_{max} = (P_{max} - P_0)$ caractérise seule la réponse d'un matériau donné à la contrainte imposée par le gaz qui tend à s'échapper de la couche. Nous allons, dans un premier temps, montrer comment ΔP_{max} dépend des caractéristiques du matériau granulaire, puis nous étudierons les régimes observés à plus fort débit.

3.3.2 Seuil de passage d'une bulle.

Nous avons montré, en changeant le rayon moyen R des grains qui constituent le matériau et, indépendamment, l'énergie de surface γ de l'interface air-eau, que la différence de pression

$\Delta P_{max}^0 = (P_{max}^0 - P_0)$ vérifie expérimentalement:

$$\Delta P_{max}^0 = \frac{2\gamma}{\mathcal{R}} \text{ avec } \mathcal{R} \simeq 0,3R \quad (3.1)$$

La surpression seuil est donc fixée par la relation de Laplace (Eq.3.1). Le rayon de courbure \mathcal{R} de l'interface air-eau correspondant est comparable à la taille des passages entre les grains dans un empilement dense; le passage du gaz au travers de la couche de grains est limité par la création d'un chemin dans le matériau *poroux* que forment les grains immobiles.



FIG. 3.3 – Image du canal en 2D.

Le mouvement des grains, emportés par l'écoulement d'air et d'eau (voir photographie de couverture), conduit à la formation d'un canal qui relie la chambre à la surface libre (Fig.3.3). Après chaque émission d'air, ce canal reste stable sur une grande partie de sa longueur et ne se referme qu'à son extrémité supérieure. On comprend alors pourquoi la surpression maximale ΔP_{max} ne dépend pas de l'épaisseur de la couche de matériau puisqu'elle correspond au seuil de passage de l'interface air-eau entre les grains qui forment le *bouchon*. La compacité du matériau dans la région du bouchon, dont la taille n'est de l'ordre que de quelques dizaines de grains, peut varier sensiblement après chaque émission d'air, ce qui explique les variations de ΔP_{max} . La surpression n'atteint sa valeur maximale ΔP_{max}^0 que lorsque la compacité des grains dans le bouchon est maximale.

3.3.3 Étude dynamique.

À plus fort débit \mathcal{D} , la formation du bouchon au sommet du canal devient plus difficile. On observe que le système oscille, de manière intermittente, entre deux régimes distincts: émission de bulles successives ou émission continue d'air par le canal qui reste ouvert (Fig.3.4). Les surpressions minimales et maximales restent inchangées mais la pression moyenne P_{moy} à l'intérieur de la chambre diminue linéairement lorsque le débit \mathcal{D} imposé augmente (Fig.3.5). On observe³ une transition vers un régime permanent d'émission conti-

3. Ce travail a fait l'objet du stage de Bruno Issenmann au Laboratoire de Physique de l'ENS-Lyon.

nue d'air par un canal stable au delà d'un débit critique \mathcal{D}_c qui diminue avec le volume de la chambre \mathcal{V} .

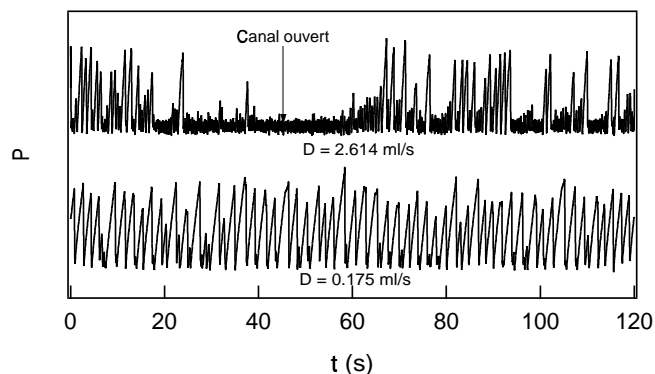


FIG. 3.4 – Évolutions temporelles typiques de P à faible et fort débit imposé \mathcal{D} .

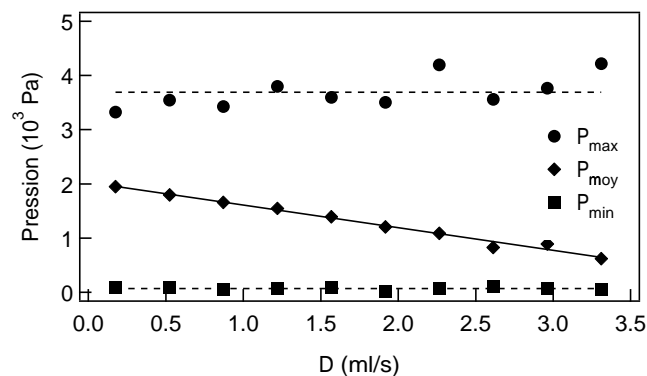


FIG. 3.5 – Suppressions P_{max} , P_{min} et P_{moy} en fonction du débit \mathcal{D} .

La pression moyenne P_{moy} diminue linéairement lorsque le débit augmente. On s'attend à une transition vers un régime d'émission continue du gaz pour $P_{moy} = P_{min}$.

3.3.4 Déformations de la surface libre.

Les grains, emportés par les écoulements d'air et d'eau dans la région du bouchon, se redéposent autour du trou d'émission pour former un talus à la surface de la couche (deux talus symétriques dans l'expérience bidimensionnelle). Au cours de la formation du talus, les pentes intérieures et extérieures restent constantes; l'angle que forme la surface du matériau avec l'horizontale est égal à l'angle dynamique d'arrêt. Nous avons montré que la distance entre le sommet du talus et le trou d'émission croît logarithmiquement avec le temps⁴. Nous

4. Ce travail a été réalisé par Jean-Baptiste Verot au cours de son stage au Laboratoire de Physique de l'ENS-Lyon.

avons essayé, sans résultat probant, d'établir le lien entre cette dynamique et les régimes d'émission du gaz. En particulier, il serait intéressant d'établir la relation entre la puissance des *explosions* et la distance à laquelle les grains sont transportés. Cependant notre étude s'est essentiellement limitée aux effets du confinement (hauteur d'eau au dessus des grains, dimension latérale du dispositif expérimental, et profondeur de la couche de matériau).

3.4 Conclusion.

Ce travail a montré que le seuil d'écoulement d'un gaz au travers d'une couche fine de matériau granulaire immergé est déterminé par la condition de passage de l'interface liquide-gaz dans le poreux que constituent les grains au repos. Le passage du gaz n'est pas accompagné d'un soulèvement global de la couche; les mouvements du matériau à grande échelle sont essentiellement induits par les écoulements d'air et d'eau qui emportent les grains après ouverture de la couche, même si les grains peuvent se déplacer légèrement au passage de l'interface gaz-liquide. Nous avons étudié les différents régimes d'émission de l'air ainsi que les déformations de la surface libre en fonction du débit moyen imposé.

L'étude des différents régimes d'émission du gaz et des déformations de la surface libre en fonction des propriétés des grains et du fluide interstitiel fait partie du projet de recherche présenté dans le chapitre suivant (Chapitre 4).

Chapitre 4

Projet de recherche.

Nous envisageons de poursuivre l'étude des propriétés mécaniques des matériaux granulaires immergés par deux séries d'expériences dont les objectifs sont de natures différentes.

4.1 Friction et avalanches.

L'étude des propriétés mécaniques des matériaux granulaires immergés ouvre la voie à une série d'études conjointes des propriétés de friction et de l'angle limite d'avalanche.

4.1.1 Statique.

Dans les cas de matériaux granulaires secs ou immergés, les angles limite d'avalanche mesurés ($\theta \sim 30$ degrés) sont sensiblement les mêmes [14]. L'analyse de la réponse d'un matériau constitué de billes de verre immergées dans de l'eau à une contrainte de cisaillement simple fait apparaître une valeur du coefficient de friction statique ($\mu_s \sim 0,2 - 0,3$) sensiblement plus faible que dans un matériau granulaire sec ($\mu_s \sim 0,5 - 0,6$). Si le critère de Mohr-Coulomb, $\tan(\theta) = \mu_s$, semble bien être vérifié dans le cas des matériaux granulaires secs, ce n'est pas le cas dans les matériaux granulaires immergés. Il paraît donc intéressant de mesurer simultanément le coefficient de friction statique et l'angle limite d'avalanche sur un même système. Nous disposons des deux dispositifs expérimentaux permettant de réaliser ces mesures. Nous les compléterons d'un système expérimental destiné à obtenir une seconde estimation du coefficient de friction statique au moyen d'un test triaxial.

L'introduction de cohésion au sein du système conduit à l'augmentation du coefficient de friction statique [23] et de l'angle limite d'avalanche [36, 33, 17, 16]. L'étude du vieillissement de billes de verre immergées dans l'eau nous a montré que les réactions chimiques de surface permettent de faire apparaître, de manière contrôlée, une force d'adhésion homogène dans tout le volume du matériau [34]. Nous confronterons les prédictions théoriques, permettant de relier l'angle limite d'avalanche au coefficient de friction statique en présence d'adhésion [37, 38], à des mesures réalisées en présence de ponts *solides* seuls.

4.1.2 Dynamique.

Dans le cas de billes de verre immergées dans de l'eau, nous n'avons pas observé de variation du coefficient de friction dynamique en fonction de la vitesse. On peut s'étonner que la présence d'un fluide interstitiel, qui est susceptible de lubrifier les contacts entre grains, ne fasse apparaître aucune contribution visqueuse dans la force de cisaillement; la transition entre le régime frictionnel et le régime lubrifié a été observée, à grande vitesse, dans des fluides de viscosité plus élevée [12]. Nous avons entrepris une mesure systématique de la contrainte de cisaillement en fonction de la vitesse pour des grains et des fluides de nature différentes¹. Le dispositif expérimental permet de mesurer le profil de vitesse sous le patin ainsi que la dilatation de la couche. Nous espérons que ces expériences permettront d'apporter des informations supplémentaires sur les propriétés rhéologiques des matériaux granulaires immergés. En particulier, nous essayerons d'établir le lien entre les propriétés des grains et du fluide et la valeur du coefficient de friction dynamique mesurée dans le régime frictionnel. Nous confronterons les résultats obtenus aux études récentes des avalanches dans les matériaux granulaires immergés [14].

Enfin, il serait intéressant de mesurer les coefficients de friction statique et dynamique dans des mélanges binaires, secs ou immergés, et d'étudier simultanément le phénomène de ségrégation en tambour tournant.

4.2 Dynamique de passage d'un gaz au travers d'un fluide à seuil.

4.2.1 Matériaux granulaires.

Nous avons limité l'étude préliminaire du passage d'un gaz au travers d'une couche de matériau granulaire immergé au cas particulier d'une couche mince de billes de verre immergées dans de l'eau. Nous envisageons, dans un premier temps, de généraliser ce travail à des grains et des fluides de natures différentes.

- Les seuils de pression sont susceptibles de dépendre de la forme des grains et de la viscosité du fluide interstitiel: d'une part, la forme des *canaux* dans le matériau poreux est déterminée par la forme des grains. D'autre part, l'importance des déplacements au sein de la couche pendant l'application de la contrainte devrait dépendre de la forme des grains et de la viscosité du fluide interstitiel (lubrification).
- La stabilité du canal doit être fortement conditionnée par l'énergie de surface de l'interface liquide-gaz et par les caractéristiques des contacts entre les grains. L'existence

1. C'est le sujet de recherche que nous avons proposé à Vincent Rossetto qui a obtenu un poste d'Attaché Temporaire d'Enseignement et de Recherche au Laboratoire de Physique de l'ENS-Lyon pour l'année 2002-2003.

d'un régime d'émission continue de gaz est conditionnée par la possibilité de former un canal stable dans le matériau.

- Les temps caractéristiques d'ouverture et de fermeture de la couche, qui déterminent les transitions entre les différents régimes d'émission du gaz, doivent dépendre de la densité et de la viscosité du fluide interstitiel ainsi que de la densité, de la taille et de la forme des grains. Il en est de même pour les déformations de la surface libre qui résultent de l'advection des grains.

Nous nous sommes aussi limités au cas d'un gaz injecté localement sous la couche de grains. Nous envisageons de reproduire l'expérience avec un matériau granulaire reposant sur un matériau poreux: dans ce cas, l'ouverture d'un canal peut se faire aléatoirement sur toute la surface de la couche. En fonction du débit imposé, il est possible que le système choisisse de faire apparaître plusieurs canaux, comme dans le cas du passage d'un gaz au travers d'une couche de matériau granulaire sec [40] ou d'un liquide au travers d'une couche immergée².

4.2.2 Fluide à seuil.

Il est intéressant de reconsidérer les changements de régime d'émission du gaz au travers de la couche de matériau dans le cadre géophysique des éruptions volcaniques.

En effet, on observe que des gaz peuvent s'échapper de certains volcans en succession de bulles ou sous forme d'émission continue d'un jet au travers du lac de lave présent dans le cratère. Un même volcan peut présenter une alternance spontanée entre deux régimes d'émission du gaz [41]. On peut interpréter ces changements de régime par des augmentations ou des diminutions des débits gazeux liés à des changements d'activité du volcan en profondeur. Cependant, les études du passage d'une bulle au travers d'une couche de matériau granulaire immergé ont mis en évidence des changements de régime à débit gazeux constant. Les phénomènes observés sont alors liés aux propriétés rhéologiques du matériau.

À l'image du travail réalisé par les volcanologues sur les volcans ou en laboratoire [42, 43, 44], il est pertinent d'analyser le son émis par l'éclatement des bulles à la surface afin de caractériser les différents régimes d'émission du gaz au travers de la couche de matériau. Les expériences réalisées avec des matériaux granulaires immergés ont l'inconvénient majeur de mettre en jeu deux interfaces: l'interface matériau granulaire-eau et l'interface eau-air. L'éclatement des bulles à la surface de l'eau ne permet pas d'analyser correctement le son émis au niveau de la surface de la couche de matériau granulaire. De plus, à cet interface, des bulles de gaz s'échappent vers un environnement constitué d'un liquide. Il est donc préférable

2. Nous avons entrepris l'étude du passage d'un liquide au travers d'une couche horizontale de matériau granulaire immergé en collaboration avec Alessio Guarino (Université de la Polynésie Française) et Valérie Vidal (Institut de Physique du Globe, Paris).

de considérer un autre système expérimental permettant de reproduire le phénomène en présence d'une seule interface fluide-gaz.

La lave, en surface, contient une grande quantité de bulles de gaz [45] et il est possible qu'elle présente des propriétés rhéologiques similaires à celle d'une mousse: existence d'un seuil d'écoulement et propriétés rhéofluidifiantes. Nous avons vu que les matériaux granulaires peuvent supporter une contrainte statique mais qu'ils s'écoulent si la contrainte appliquée dépasse une contrainte seuil. Les matériaux granulaires immergés et les mousses ont donc en commun d'être des fluides à seuil et nous pensons que l'intermittence observée n'est liée qu'à l'existence d'un seuil d'écoulement. Nous nous proposons donc de reproduire avec des fluides à seuil l'expérience réalisée avec les matériaux granulaires immergés. Des expériences préliminaires que nous avons conduites dans un gel (un gel de coiffage dilué dans de l'eau) nous ont permis de montrer l'existence des deux régimes d'émission du gaz.

Nous avons observé que le son émis par l'éclatement d'une bulle à la surface du gel fait apparaître deux temps caractéristiques. L'existence de deux temps caractéristiques dans les signaux enregistrés par les volcanologues augmente notre intérêt pour l'analyse détaillée de ce phénomène. L'observation directe du système par le côté met en évidence que du gaz s'échappe de la bulle alors que l'essentiel du volume gazeux est encore sous la surface. Ce processus d'éclatement est très différent de celui observé dans un fluide newtonien [46]. Par ailleurs, on notera que les expériences de digitation visqueuse dans des fluides non-newtoniens ont montré un comportement anormal des doigts; l'échappement du gaz peut se faire par divers processus qui peuvent aller jusqu'à la formation de fracture [47]. L'existence de deux fréquences caractéristiques lors de l'éclatement d'une bulle pourrait donc s'expliquer par un phénomène qui se produirait en deux temps: échappement rapide du gaz à forme de bulle constante, lié à la formation d'un pore au travers de la surface libre, puis effondrement lent des parois de la bulle.

En conséquence, nous nous consacrerons successivement à l'étude de la montée et de l'éclatement d'une bulle dans un fluide aux propriétés rhéologiques complexes, et à l'études des régimes d'émission du gaz au travers du fluide à débit moyen imposé. Il nous faudra, au préalable, choisir un système modèle. L'ensemble de ce travail constitue un projet de recherches à long terme.

Bibliographie

- [1] Dossier: *Physique de la matière en grains*, Rédacteurs en chef invités: J. Duran et J.-P. Bouchaud, C. R. Physique **3** (2002).
- [2] J. Duran, *Sand, Powders, and Grains*, Springer Verlag, New-York (2000).
- [3] P.-G. de Gennes, Rev. Mod. Phys. **71**, S374 (1999).
- [4] L. P. Kadanoff, Rev. Mod. Phys. **71**, 435 (1999).
- [5] J. Rajchenbach, *Physics of Dry Granular Matter*, ed. H. J. Herrmann (Kluwer, Dordrecht, 1998).
- [6] H. M. Jaeger, S. R. Nagel, and R. P. Behringer, Rev. Mod. Phys. **68**, 1259 (1996).
- [7] B. N. J. Persson, in *Solid Friction*, Springer, New-York (1998).
- [8] C. Marone, Annu. Rev. Earth Planet Sci. **26**, 643 (1998).
- [9] T.S. Komatsu, S. Inagaki, N. Nakagawa, and S. Nasuno, Phys. Rev. Lett. **86**, 1757 (2001).
- [10] W. Losert, L. Bocquet, T. C. Lubenski, and J. P. Gollub, Phys. Rev. Lett. **85**, 1428 (2000).
- [11] H. M. Jaeger and S. R. Nagel, Science **255**, 1523 (1992);
- [12] C. Ancey, and P. Coussot, C.R. Acad. Sci. II B **327**, 515 (1999); C. Ancey, J. Rheol. **45**, 1421 (2001).
- [13] C. Lesaffre, V. Mineau, D. Picart, and H. van Damme, C. R. Acad. Paris **1**, 647 (2000).
- [14] S. Courrech du Pont, P. Gondret, B. Perrin, and M. Rabaud, Phys. Rev. Lett. **90**, 044301 (2003).
- [15] J. W. Kirchner, W. E. Dietrich, F. Iseya, and H. Ikeda, Sedimentology **37**, 647 (1990).
- [16] L. Bocquet, E. Charlaix, S. Ciliberto, and J. Crassous, Nature (London) **396**, 735 (1998).
- [17] F. Restagno, C. Ursini, H. Gayvallet, and E. Charlaix, Phys. Rev. E **66**, 021304-1 (2002).
- [18] F. Heslot, T. Baumberger, B. Perrin, B. Caroli, and C. Caroli, Phys. Rev. E **49**, 4973 (1994).
- [19] T. Baumberger, F. Heslot, and B. Perrin, Nature (London) **367**, 544 (1994).
- [20] S. Nasuno, A. Kudrolli, and J.P. Gollub, Phys. Rev. Lett. **79**, 949 (1997).

- [21] S. Nasuno, A. Kudrolli, A. Bak, and J. P. Gollub, *Phys. Rev. E* **58**, 2161 (1998).
- [22] J.-C. Géminard, W. Losert, and J.P. Gollub, *Phys. Rev. E* **59**, 5881 (1999).
- [23] W. Losert, J.-C. Géminard, S. Nasuno, and J. P. Gollub, *Phys. Rev. E* **61**, 4060 (2000).
- [24] F. Lacombe, S. Zapperi, and H. J. Herrmann, *Eur. Phys. J. E* **2**, 181 (2000).
- [25] J.-C. Géminard and W. Losert, *Phys. Rev. E* **65**, 041301 (2002).
- [26] T. Shinbrot, A. Alexander, and F. J. Muzzio, *Nature* **397**, 675 (1999); G. C. Barker and A. Mehta, *Nature* **364**, 486 (1993); R. S. Anderson and K. L. Bunas, *Nature* **365**, 486 (1993); R. Khosropour, J. Zirinsky, H. K. Pak, and R. P. Behringer, *Phys. Rev. E* **56**, 4467 (1997); M. Alonso, M. Satoh and K. Miyanami, *Powder Technol.* **68**, 145 (1991).
- [27] K. M. Hill, J. Kakalios, K. Yamane, Y. Tsuji, and A. Caprihan, *Conference Proceedings of Powders and Grains 97*, éd. J. T. Jenkins (Balkema, Rotterdam, 1997), p. 483-486.
- [28] K. M. Hill, A. Caprihan, and J. Kakalios, *Phys. Rev. E* **56**, 4386 (1997); E. Clement, J. Rajchenbach, and J. Duran, *Europhys. Lett.* **30**, 7 (1995); F. Cantlaube and D. Bideau, *Europhys. Lett.* **30**, 133 (1995).
- [29] G. Felix, U. d'Ortona, and V. Falk, in *Powders and Grains 2001*, ed. Kishino, (Swets and Zeitlinger, Lisse 2001), p. 475-478.
- [30] V. K. Horváth, I. M. Jánosi, and P. J. Vella, *Phys. Rev. E* **54**, 2005 (1996).
- [31] K. M. Hill and J. Kakalios, *Phys. Rev. E* **49**, R3610 (1994); K. M. Hill and J. Kakalios, *Phys. Rev. E* **52**, 4393 (1995).
- [32] G. Hähner and N. Spencer, *Phys. Today* **51**, 23 (1998); J. Krim, *MRS Bull.* **23**, 20 (1998).
- [33] N. Olivi-Tran, N. Fraysse, P. Girard, M. Ramonda, D. Chatain, *Eur. Phys. J. B* **25**, 217 (2002); N. Fraysse, H. Thomé, and L. Petit, *Eur. Phys. J. B* **11**, 615 (1999).
- [34] H. Gayvallet, and J.-C. Géminard, *Eur. Phys. J. B* **30**, 369 (2002).
- [35] L. L. Hench, D. E. Clark, *J. Non-Cryst. Solids* **28**, 83 (1978); H. Scholze, *J. Non-Cryst. Solids* **102**, 1 (1988).
- [36] P. Tegzes, T. Vicsek, and P. Schiffer, *Phys. Rev. Lett.* **89**, 094301 (2002).
- [37] T. C. Halsey and A. J. Levine, *Phys. Rev. Lett* **80**, 3141 (1998).
- [38] D. Hornbaker, R. Albert, I. Albert, A.-L. Barabási, and P. Schiffer, *Nature (London)* **387**, 765 (1997); R. Albert, I. Albert, D. Hornbaker, P. Schiffer, and A.-L. Barabási, *Phys. Rev. E* **56**, R6271 (1997).
- [39] L. Gostiaux, H. Gayvallet, and J.-C. Géminard, *Granular Matter* **4**, 39 (2002).
- [40] J. Duran, *C. R. Physique* **3**, 217 (2002).
- [41] M. Ripepe, A. J. L. Harris, and R. Carniel, *J. Volcanol. Geotherm. Res.* **118**, 285 (2002).
- [42] S. Vergnolle, *Science* **275**, 1278 (1997).

- [43] S. Vergnolle and G. Brandeis, *J. Geophys. Res.* **101**, 20433 (1996); S. Vergnolle, G. Brandeis and J.-C. Mareschal, *J. Geophys. Res.* **101**, 20449 (1996); M. Ripepe and E. Marchetti, *Geophys. Res. Lett.* **29**, 2076 (2002).
- [44] M. Ripepe, S. Ciliberto, and M. Della Schiava, *J. Geophys. Res.* **106**, 8713 (2001);
- [45] S. Vergnolle, *Earth Planet. Sci. Lett.* **131**, 189 (1995).
- [46] G. Debregeas, P.-G. de Gennes, and F. Brochard-Wyart, *Science* **279**, 1704 (1998).
- [47] N. Puff, G. Debregeas, J.-M. di Meglio, D. Higgins, D. Bonn and C. Wagner, *Europhys. Lett.* **58**, 524 (2002); J. Ignès-Mullol, H. Zhao, and J. V. Maher, *Phys. Rev. E* **51**, 1338 (1995); A. Lindner, P. Coussot and D. Bonn, *Phys. Rev. Lett.* **85**, 314 (2000).

RÉSUMÉ DES TRAVAUX D'HABILITATION

L'étude du mouvement d'un patin, glissant à la surface libre d'une couche de grains, permet de tester la réponse d'un matériau granulaire immergé à un cisaillement simple. Il existe une force seuil, proportionnelle au poids du patin et indépendante de sa surface, en-deçà de laquelle le patin reste immobile. Au-delà du seuil, la force de cisaillement, qui permet de déplacer le patin à vitesse constante, est proportionnelle à son poids, indépendante de sa surface et de sa vitesse. La taille des grains ne joue pas de rôle significatif dans la valeur des forces mesurées mais apparaît comme seule longueur caractéristique dans ces systèmes; d'une part, l'écoulement induit sous le patin en mouvement n'affecte que quelques couches de grains. D'autre part, pendant le régime transitoire, la couche se dilate sur une distance de glissement égale au rayon d'un grain. L'extension de ce travail à des mélanges secs de grains de deux tailles différentes montre que les coefficients de friction dépendent, de manière complexe, du taux de mélange mais que la longueur caractéristique à considérer dans ce cas est la moyenne, en masse, des diamètres des deux constituants.

Par ailleurs, la contrainte seuil dépend du temps pendant lequel la couche de matériau est restée au repos avant la mesure. La condensation capillaire de ponts liquides entre les grains explique, au moins en partie, le *vieillissement* des propriétés mécaniques des matériaux granulaires secs en atmosphère humide. Des mesures d'angle limite d'avalanche montrent que le vieillissement des propriétés mécaniques de billes de verre immergées dans de l'eau est dû à des réactions chimiques de surface. Les propriétés mécaniques des matériaux granulaires immergés ne dépendent pas du temps en l'absence de réactivité chimique et de sollicitations extérieures (vibrations mécaniques, variations de température, etc. . .). Cependant, les variations de la température ambiante, qui induisent une compaction lente du matériau, peuvent conduire à une augmentation des seuils d'écoulement.

Les matériaux granulaires se comportent comme des fluides à seuil. L'étude du passage forcé d'un débit constant d'air au travers d'une fine couche d'un matériau granulaire immergé montre qu'il existe une surpression seuil, indépendante de l'épaisseur de la couche, en-deçà de laquelle le gaz reste piégé sous la couche. À faible débit imposé, le gaz s'échappe périodiquement du système sous forme de bulles. À fort débit, l'air s'échappe continûment du système après avoir formé un canal stable au sein du matériau. Entre ces deux régimes limite, on observe un régime intermittent; le système oscille, sans périodicité apparente, entre les émissions de bulles successives et l'émission d'un jet continu d'air.

Nous poursuivrons, dans un premier temps, l'étude des propriétés de friction des matériaux granulaires immergés. Nous montrerons ensuite que l'étude du passage d'un gaz au travers d'un fluide à seuil (matériau granulaire immergé, gel, mousse, . . .), peut apporter des informations importantes pour la compréhension de systèmes géophysiques et, en particulier, de certains volcans.