

Magistère des Sciences de la Matière de Lyon

Etude du vieillissement dans les milieux granulaires

Ion Vasilief

Stage de licence : option physique
1^{er} juin-25 juillet 1999

DIRECTEUR DU STAGE
Jean-Christophe Géminard

Laboratoire de physique de l'ENS Lyon
46, Allée d'Italie 69364 Lyon Cedex 07

Je voudrais remercier à tous les gens qui travaillent dans le laboratoire de physique de l'ENS Lyon et surtout à mon directeur de stage, M. Jean-Christophe Géminard, pour son aide précieuse et pour les nombreuses connaissances qu'il m'a transmises et qui sont indispensables dans le travail de recherche.

Résumé

Nous rapportons une étude expérimentale de l'évolution de certaines propriétés *statiques* (cohésion, conductivité thermique) de matériaux granulaires en fonction des conditions extérieures (humidité ambiante, variations de température). Nous avons mis au point deux dispositifs simples afin de mesurer, d'une part, la force d'adhésion liée à la formation des ponts liquides en milieu humide et, d'autre part, la conduction thermique. Les expériences préliminaires sur la conduction thermique ont donné des résultats encourageants qui permettent d'entrevoir des études plus approfondies.

TABLE DES MATIERES

Résumé.....	2
1. Introduction	3
2. Etude de l'adhésion par ponts liquides.....	4
2.1. Introduction	4
2.2. Dispositif expérimental	5
2.3. Résultats préliminaires et conclusions	7
3. Etude de la conductivité thermique dans un matériau granulaire.....	9
3.1. Introduction	9
3.2. Montage expérimental	10
3.3. Résultats expérimentaux : conductivité thermique	12
3.4. Expérience complémentaire	16
3.5. Conclusion.....	17
Annexe: réalisation d'une régulation en température.....	18
A.1. Principe de fonctionnement d'un régulateur de température	18
A.2. Réalisation pratique	19
Références	23

1. Introduction

Lorsqu'un patin glisse sur une surface solide, il subit de la part du support une force de frottement solide F qui s'oppose au mouvement (Fig.1). Cette force est tangente à la surface de contact et son intensité, proportionnelle à la charge normale N , est donnée par la relation de Coulomb :

$$F = \mu N \quad (1)$$

Dans cette relation, la constante de proportionnalité μ est le coefficient de frottement solide. Il est à noter que la force de frottement F est indépendante de l'aire des deux surfaces en regard et, *a priori*, indépendante de la vitesse du patin V . Ces résultats sont encore vérifiés expérimentalement lorsque le patin glisse à la surface d'une couche de matériau granulaire.

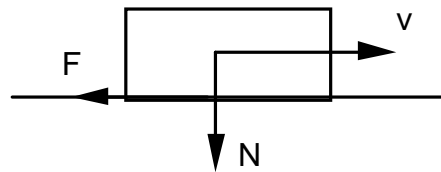


Fig.1 Expérience de friction

Le patin subit, de la part du support, une force de frottement 'solide' F qui s'oppose au mouvement. Cette force F est tangente à la surface de contact, proportionnelle à la charge normale N . En régime dynamique, la force F est pratiquement indépendante de la vitesse V à laquelle le patin se déplace.

Si on considère en particulier le cas d'un patin à l'arrêt, la force tangentielle minimale F_s (force de friction *statique*) que l'on doit exercer afin de le mettre en mouvement devrait satisfaire la relation de Coulomb (Eq.1). Ce résultat n'est que partiellement vérifié dans les expériences. D'une part la force de friction statique est généralement plus grande que la force de friction dynamique. D'autre part, on observe, en fonction des conditions expérimentales, une augmentation sensible de la force de friction statique F_s lorsque le patin est immobilisé pendant un temps long τ avant de réaliser la mesure. Cette augmentation peut être de l'ordre de 10% en quelques heures. On peut donc supposer que, dans ce cas, soit le coefficient de frottement μ_s , soit la force normale N (voire même les deux) évoluent dans les temps [1]. Une augmentation de μ_s serait caractéristique d'une évolution des propriétés des deux surfaces en regard tandis qu'une augmentation de la force normale N pourrait simplement être due à la formation de ponts liquides entre les deux surfaces en milieu humide [2].

Nous avons mis au point un dispositif afin d'enregistrer l'évolution temporelle de la force normale N qui s'exerce entre deux surfaces en contact, placées en atmosphère humide. Cette expérience et les résultats sont décrits dans la section 2 de ce rapport.

Des expériences réalisées sur des matériaux granulaires immergés [3], montrent clairement une augmentation de la force de frottement statique dans un système pour lequel la formation de ponts liquides est exclue. Il est possible que le vieillissement soit alors induit par les variations de température du système expérimental; Les dilatations thermiques sont susceptibles de provoquer une évolution du réseau de contacts dans la couche de matériau granulaire qui serait alors plus résistante au cisaillement. Nous avons réalisé une étude préliminaire de la conductivité thermique d'un matériau granulaire et de l'évolution du matériau lorsqu'on lui impose des cycles de températures. Les résultats présentés dans la section 3 de ce rapport permettent d'envisager une étude plus détaillée de ces phénomènes.

2. Etude de l'adhésion par ponts liquides

2.1. Introduction

a) Effet observé

Les expériences classiques de friction (Fig.1) ou la mesure de l'angle d'avalanche d'un système granulaire en atmosphère humide [2] permettent d'espérer une augmentation relative de la force normale N de l'ordre de 10%. Dans des expériences pour lesquelles la masse du patin est de l'ordre de 10g, la force d'adhésion, liée à la formation de ponts liquides, qui rendrait compte du vieillissement du système serait donc équivalente à une masse ajoutée de 1g. La mesure directe de la force d'adhésion, dont l'origine physique est présentée brièvement dans la section suivante, paraît donc réalisable expérimentalement.

b) Origine physique de la force d'adhésion par les ponts liquides

Précisons, dans un premier temps, que le contact entre deux surfaces solides macroscopiques (ou entre deux grains dans un matériau granulaire), se fait toujours au niveau de quelques points, constitués par des aspérités microscopiques (Fig.2). C'est au niveau de ces contacts microscopiques que se forment des ponts liquides qui contribuent à l'adhésion entre les deux surfaces.

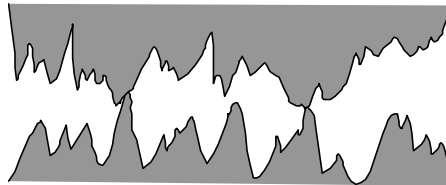


Fig.2 Représentation schématique du contact en deux surfaces solides

Les deux surfaces macroscopiques ne sont en contact que par l'intermédiaire d'une multitude de contacts microscopiques. C'est au niveau de ces contacts que se forment les ponts liquides.

Pour mieux comprendre, l'origine de la force d'adhésion, étudions la formation d'un pont liquide entre une sphère et un plan (Fig.3). La pression à l'intérieur P_i du pont liquide est inférieure à la pression extérieure P_e à cause de la courbure de l'interface. Il en résulte une force de pression F_p qui tend à rapprocher les deux surfaces:

$$F_p = \pi r^2 (P_e - P_i) \quad (2)$$

où r est le rayon du pont liquide dans le plan. La différence de pression est donnée par la loi de Laplace $P_e - P_i = \gamma \kappa$ où γ est la tension de surface entre le liquide et sa vapeur et κ la courbure totale de la surface. Il est facile de montrer que, dans la limite où le rayon r est petit devant le rayon de la sphère R :

$$F_p = 2\pi \gamma R \cos(\alpha) \quad (3)$$

où α est l'angle de mouillage (supposé identique sur chacune des surfaces). On montre donc que de chaque pont liquide résulte une force normale qui dépend essentiellement de la taille des aspérités (R) et des propriétés de mouillage (α).

Si on admet que la formation des ponts liquides est un processus activé, on peut montrer que ce phénomène peut conduire à une augmentation logarithmique de la force d'adhésion des deux surfaces dans le temps [2]. Il est seulement important de retenir que la cinétique de formation des ponts liquides dépend fortement de l'humidité de l'atmosphère et

de la statistique des tailles des aspérités. Il en sera de même pour l'évolution de la force d'adhésion.

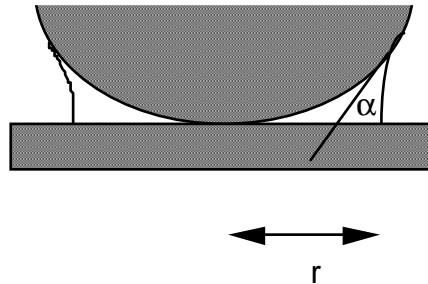


Fig.3 Représentation schématique d'un pont liquide

2.2.Dispositif expérimental

a) Principe

On propose de mesurer directement la force d'adhésion F_p entre deux surfaces planes rugueuses ou recouvertes de grains collés. On maintient les deux surfaces en contact pendant un temps τ au moyen d'une force constante N . La mesure consiste à évaluer la force exercée par une surface sur l'autre lorsqu'on tente de les séparer en fonction du temps d'attente τ et du taux d'humidité dans l'atmosphère environnante.

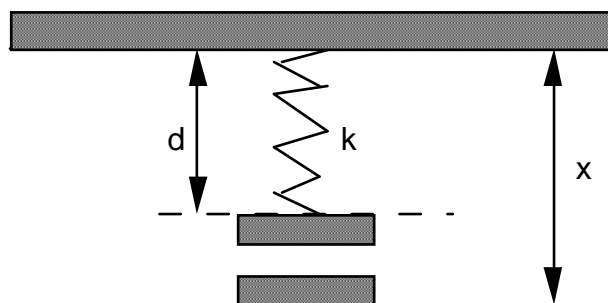


Fig.4 Représentation schématique de l'expérience

L'une des deux surfaces est fixe. La deuxième est maintenue par une lame ressort, elle-même liée à un support mobile. En approchant le support, on met en contact les deux surfaces. La force normale appliquée N est mesurée en évaluant la compression du ressort. Lorsqu'on éloigne à nouveau le support, la force appliquée diminue. S'il existe une force d'adhésion entre les deux surfaces, on doit observer un allongement du ressort avant que les deux surfaces ne se séparent (Fig.5).

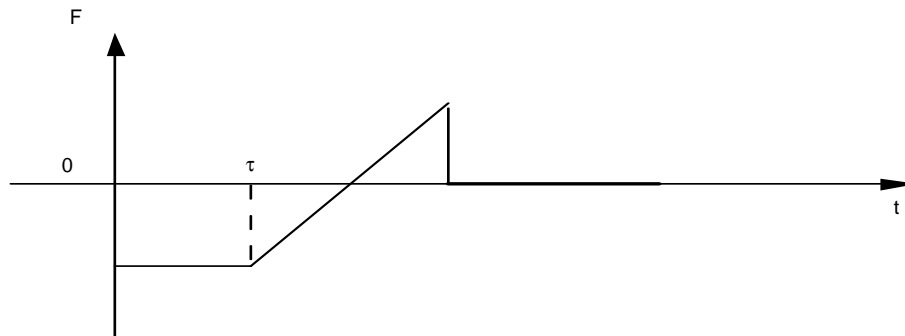


Fig.5 Evolution schématique de l'élongation du ressort

Le maximum observé correspond à l'adhésion des deux surfaces.

b) Cahier des charges

Le dispositif expérimental doit permettre:

- d'éloigner et de rapprocher les deux surfaces tout en les maintenant parallèles entre-elles,
- de mesurer l'allongement du ressort,
- de contrôler le taux d'humidité dans l'atmosphère ambiante,
- de contrôler la température du système.

Si on vérifie qu'une force d'adhésion est mesurable, on espère pouvoir répondre aux questions suivantes:

- Ce que l'on mesure dépend-il des conditions de travail (par exemple de la vitesse à laquelle on tire), ou est-ce intrinsèque ?
- Comment cette force d'adhésion dépend du temps τ ?
- Comment dépend-elle de la charge normale N pendant le temps d'attente?
- Comment la force d'adhésion dépend de l'humidité?

c) Le dispositif expérimental

Le système expérimental doit permettre d'imposer la charge normale, puis de tirer sur le ressort, pour approcher ou éloigner les deux lames de verre, tout en mesurant à la fois la force et la distance parcourue.

Déplacement de la lame ressort

On contrôle le déplacement de l'extrémité de la lame ressort à l'aide d'une platine micrométrique et d'un moteur pas à pas relié à un ordinateur PC. On a estimé le déplacement Δx associé à chaque impulsion du moteur $\Delta x = (1.07 \pm 0.02) \cdot 10^{-9} \text{m/pas}$. Ce déplacement, même petit, n'est pas négligeable devant la taille typique des aspérités.

Mesure de force

Ensuite, le montage doit permettre de mesurer une force dans la gamme de valeurs de la force d'adhésion. On veut typiquement appliquer une force de 1N (équivalente d'une masse d'environ 100g) sur une surface de 1 cm^2 . Nous avons réalisé un capteur de force à l'aide du ressort et d'un capteur de déplacement inductif.

Le capteur de déplacement à une distance de travail maximale de 1,2mm. Nous avons donc estimé la raideur du ressort $k = 1 / (1,2 \cdot 10^{-3}) \approx 1000\text{N/m}$ qui nous permet d'exercer la charge normale pendant le temps d'attente. Le moteur pas à pas permet de réaliser des incréments de force de l'ordre de $\delta N = k \Delta x = 10^{-6} \text{ N}$.

Le capteur fournit une tension entre 0V et 10V sur sa plage de travail. La mesure étant réalisée au moyen d'une carte d'acquisition 16 bits, c'est à dire 65536 niveaux de -10V à +10V, on attend une précision maximale de la mesure de force de l'ordre de $\Delta N = 1/32768 \text{ N} \approx 3 \cdot 10^{-5} \text{ N}$. Une telle force représente une charge d'environ 3 mg. On s'attend à une force d'adhésion de l'ordre de 10% de la charge normale maximale, soit 10 g. La précision relative de la mesure serait alors de $3 \cdot 10^{-4}$, bien au-delà de nos espérances. On doit cependant garder à l'esprit que la carte d'acquisition ne donne réellement que 13 1/2 bits.

Le problème le plus difficile à résoudre est le choix du ressort pour le capteur de force. Le capteur de distance étant inductif, il a besoin d'une cible métallique. Pour les premiers essais on a choisi des lames d'acier très minces mais on a dû abandonner cette idée, pour l'instant, à cause de leur fragilité. Elles se déforment facilement et perdent leurs utilité comme ressorts élastiques. Ensuite, on a utilisé une bande rectangulaire en caoutchouc sur laquelle on a collé une petite lame métallique qui joue le rôle de la cible pour le capteur de distance.

Contrôle de la température

Le système expérimental est placé dans une boîte en plexiglas. La température du système est régulée afin de s'affranchir de l'influence des dilatations thermiques. Un régulateur PID numérique (Cf . Annexe) commande le chauffage de l'enceinte. L'élément chauffant est une simple résistance chauffante de 140W alimentée par le secteur. Un ventilateur placé dans l'enceinte permet de brasser l'air et d'assurer une atmosphère homogène en température et en humidité (le ventilateur est porté par des bracelets élastiques afin d'éviter de transmettre les vibrations au système de mesure).

Contrôle de l'humidité

Un récipient rempli d'eau saturée en sel permet de fixer le taux d'humidité dans l'air. On dispose d'un ensemble de sels de nature différentes qui permettent de faire varier ce taux d'humidité de 3 à 100%.

Remarque

Avant de faire les premières mesures, il a fallu résoudre toute une série de problèmes, liées à l'automatisation de l'expérience. On dispose d'une carte d'acquisition des données et d'une série de programmes exemples fournis, écrits dans le langage Visual C++. J'ai dû me familiariser avec ce langage, pour pouvoir ensuite créer des fonctions qui commandent les mouvements du moteur pas à pas et qui régissent les mesures. Un exemple de ce genre de travail est fourni dans l'annexe qui présente en détail l'écriture d'un PID numérique.

2.3.Résultats préliminaires et conclusions

Afin de tester le système, nous avons mesuré la force d'adhésion créée par une goutte d'eau écrasée entre deux lames de verres d'une surface d'environ 1cm^2 (Fig.6). La force est

mesurable dans ce cas. Par contre, les mesures effectuées avec deux couches de grains collées sur des lames de verre n'ont pas montré l'existence d'une force d'adhésion. Nous n'en concluons pas que la force d'adhésion n'existe pas ou n'est pas mesurable. L'expérience, dans son principe, est correcte. Deux raisons principales nous interdisent de conclure: nous ne sommes pas parvenu à réaliser une lame ressort convenable et il est difficile d'aligner les lames de verre. Il fallait améliorer le montage. Nous avons préféré concentrer nos efforts sur la deuxième expérience qui commençait à donner des résultats intéressants.

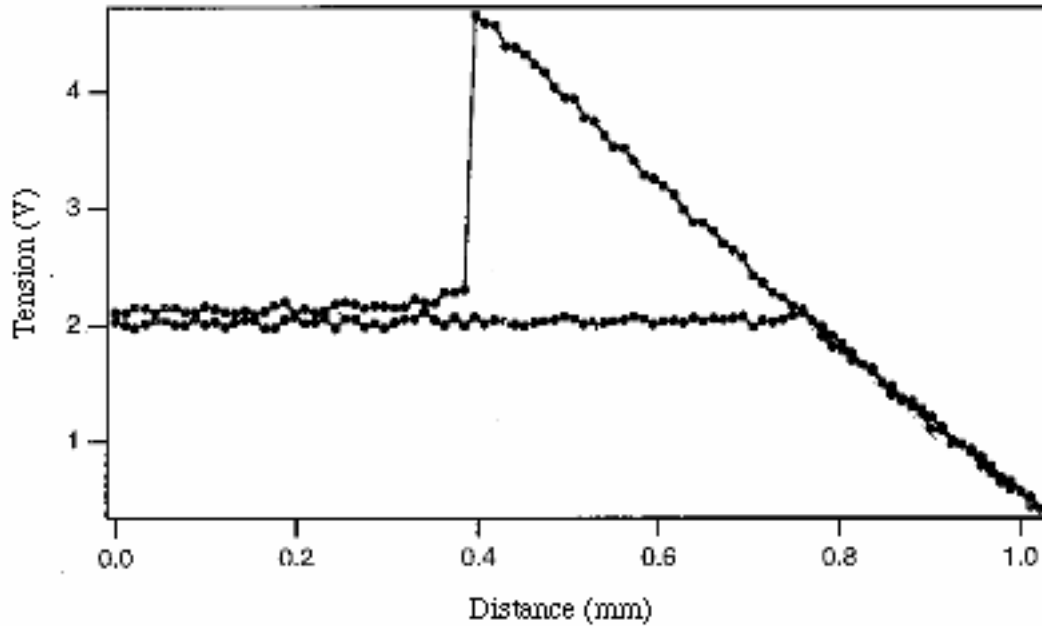


Fig.6 Observation de l'adhésion entre deux surfaces de verre

On a représenté ici la tension délivrée par le capteur de déplacement en fonction de la distance x (origine arbitraire, x augmente lorsque on se déplace vers la droite). Lorsque les plaques rentrent en contact ($x=0,8\text{mm}$), la tension délivrée par le capteur diminue. Lorsqu'on éloigne à nouveau les deux surfaces, on observe que les surfaces ne se séparent que pour $x=0,4\text{mm}$. La constante de raideur du ressort étant de l'ordre de 1000N/m , on en déduit que la force d'adhésion est de l'ordre de $F=0,4\text{N}$ ce qui correspond à une masse équivalente de 40g .

2. Etude de la conductivité thermique dans un matériau granulaire

2.1. Introduction

On constate souvent, lors de l'étude des propriétés statiques des milieux granulaires, que de faibles changements de température des échantillons peuvent provoquer des réorganisations importantes du réseau de contact entre grains. Ces réorganisations conduisent à une grande variabilité de propriétés macroscopiques comme la conductivité électrique dans le cas de grains conducteurs ou la force au pied d'un tas de sable. Les expériences de friction dans un matériau granulaire immergé montrent aussi un *fluage* du matériau soumis à une contrainte: on s'interroge alors sur l'origine de ce *fluage*. Les réarrangements sont-ils permis par une déformation plastique des contacts, le bruit mécanique (vibrations) ou les variations de température? En effet, les régulations de températures généralement utilisées induisent des cycles de température de faible amplitude (typiquement $< 0,1^\circ\text{C}$) qui ne sont peut-être pas négligeables. Afin de mieux comprendre le rôle joué par ces cycles de température, il semble intéressant d'étudier comment un matériau granulaire évolue lorsqu'il est soumis intentionnellement à des cycles de température. L'étude des propriétés thermiques (conductivité) des matériaux granulaires constitue un préalable à une étude plus approfondie des effets de la température.

a) Principe de l'expérience

On se propose dans un premier temps de mesurer, en ordre de grandeur, la conductivité thermique k d'un matériau granulaire constitué d'un ensemble de grains sphériques en verre. Le flux de chaleur par unité de surface Φ au travers d'un matériau de conductivité thermique k soumis à un gradient de température ∇T s'écrit:

$$\Phi = -k \nabla T \quad (4)$$

L'expérience proposée consiste à créer localement une source de chaleur dans un matériau granulaire puis à mesurer la puissance dissipée au travers du matériau.

b) Géométrie choisie

La source de chaleur est constituée par un fil conducteur de rayon r_0 de résistivité ρ par unité de longueur dans lequel on fait passer un courant d'intensité i . Le fil est placé sur l'axe d'un cylindre creux de rayon intérieur R , maintenu à la température constante T_0 . Le matériau granulaire assure le contact thermique entre le fil et le cylindre.

On montre que le profil de température est donné par:

$$T = (T_m - T_0) \frac{\ln \frac{r}{R}}{\ln \frac{r_0}{R}} + T_0 \quad (5)$$

où T_m est la température atteinte par le fil. Le flux de chaleur, par unité de longueur s'écrit:

$$\Phi = 2\pi k \frac{(T_m - T_0)}{\ln \left(\frac{r_0}{R} \right)} \quad (6)$$

Si on connaît la puissance injectée dans le système P, en écrivant le bilan énergétique: $\Phi = P$, on obtient pour T_m , une dépendance linéaire en fonction de P:

$$T_m = T_0 - \frac{P}{const \cdot k} \quad \text{avec} \quad const = \frac{2\pi}{\ln\left(\frac{R}{r_0}\right)} \quad (7)$$

La constante qui apparaît ici est donc un simple facteur géométrique. On se propose d'injecter sur une ligne source une puissance connue P par unité de longueur, puis de mesurer la température T_m de la source en fonction de P en régime stationnaire. La pente de la droite $T_m(P)$ permet alors de déterminer k à un facteur géométrique près qu'il nous faut estimer.

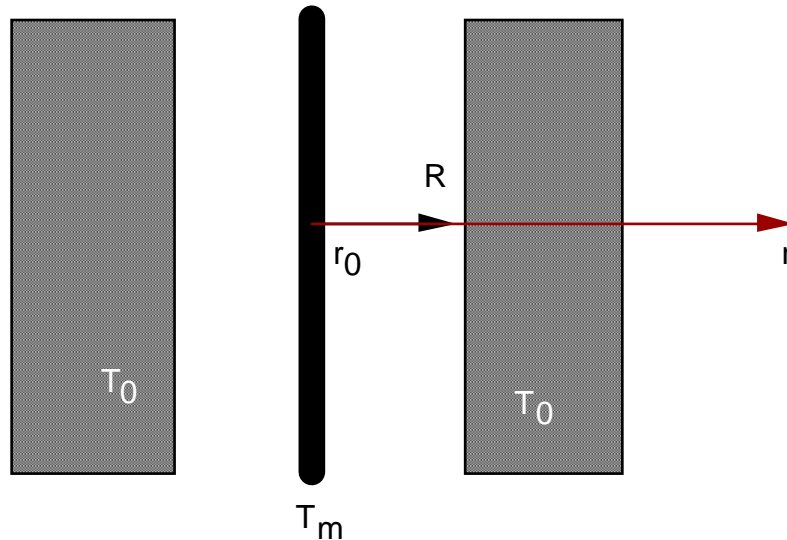


Fig. 7 : Principe de la mesure

2.3.Montage expérimental

a) Description

Le corps du montage est constitué d'un cylindre de cuivre d'un diamètre extérieur de 5cm de longueur 15cm percé d'un trou intérieur de diamètre 1cm sur toute sa longueur (Fig.8). La source de chaleur est un fil de nickel de faible diamètre (100 μ m) et de longueur 8cm. Les deux extrémité du cylindre sont fermées à l'aide de deux bouchons en Téflon. L'intérieur du cylindre est rempli par le matériau granulaire. Un régulateur de température de type PID permet de maintenir la température du corps en cuivre à la valeur T_0 avec une précision meilleure que 0,1°C. Le fil chauffant est alimenté par un montage en 4 fils permettant de déterminer avec précision le courant qui le parcourt et la différence de potentiel entre ses extrémités. On peut ainsi imposer les conditions aux limites, donc le gradient de température et le flux de chaleur.

Dans cette géométrie le facteur géométrique $const = 1.364$ (Eq.7) avec $r_0=50 \mu\text{m}$, $R=5 \text{ mm}$. La longueur finie du système ($h=8\text{cm}$) ne permet pas de s'affranchir des effets de bord. On peut cependant estimer que les pertes aux extrémités sont de l'ordre de 10%. On n'obtiendra ainsi qu'un ordre de grandeur de la conductivité thermique k dont on se contentera dans un premier temps.

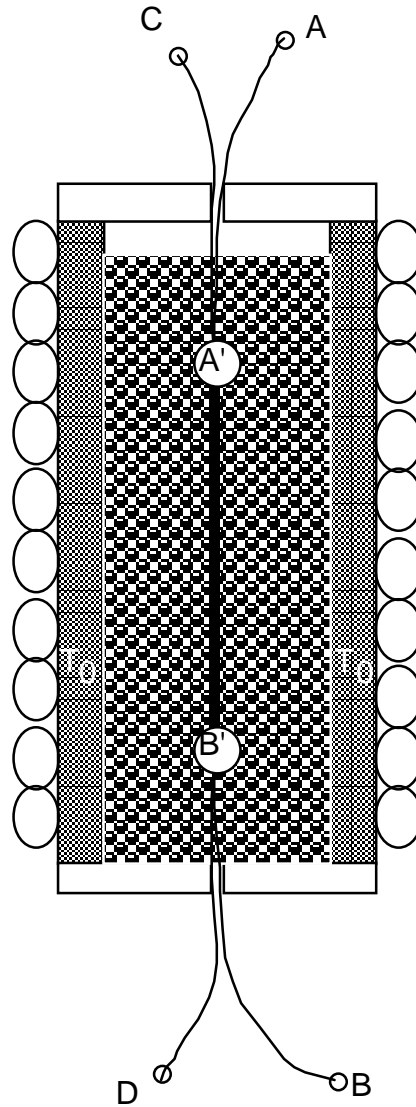


Fig. 8 : Schémas du montage expérimental

b) Mesure de la puissance et de la température

Le fil de nickel remplit un double rôle: il sert simultanément de source de chaleur et de sonde de température. En effet sa résistivité augmente avec la température. Une mesure de sa résistance, nous permet donc de remonter à sa température. Nous avons étalonné le coefficient de température du fil en mesurant sa résistivité en fonction de la température du cylindre extérieur.

On utilise la technique de la mesure en quatre fils. Le fil en nickel est soudé à ces quatre fils dans les points A' et B' qui se trouvent à l'intérieur du cylindre. L'intérêt de cette technique est de mesurer la tension $U_{A'B'}$ et l'intensité $I_{A'B'}$, en AB et CD tout en s'affranchissant de la résistance des fils extérieurs. La puissance injectée P est donnée par $P = I_{AB} \cdot U_{CD}$ et la résistance du fil de chauffe pas $r = U_{CD}/I_{AB}$.

La tension U et l'intensité I sont mesurées à l'aide de deux multimètres de précision ($5^{1/2}$ digits). La source de courant est une alimentation stabilisée. L'ensemble est relié à un ordinateur PC par l'intermédiaire d'une liaison GPIB. Nous avons écrit un code en C++ permettant d'automatiser la mesure. En mesurant la température du fil en fonction de la puissance injectée on détermine la conductivité thermique du matériau granulaire (Eq.7).

2.4. Résultats expérimentaux : conductivité thermique

Comment s'effectue le transfert de la chaleur entre les grains de sable ? Est-ce que cet échange se réalise surtout par l'intermédiaire des points de contact ou est-ce que la conductivité de l'air entourant les grains joue un rôle aussi important ? Pour répondre à ces questions, on étudie l'influence de la compacité du matériau et de la taille des grains sur la conductivité thermique. En effet, changer la taille des grains ne change, en principe pas, la densité du matériau mais change de manière dramatique la densité des contacts entre grains.

a) Echantillons

Le matériau utilisé est constitué de petites billes de verre de diamètre pouvant aller de 45 à 425 μm . Nous disposons d'un ensemble de 4 types d'échantillon pour des tailles variant respectivement de 45 à 90 μm , de 75 à 150 μm , de 150 à 250 μm et de 250 à 425 μm . La dispersion en taille est grande dans ces échantillons (Fig.9). Les billes sont sphériques comme le montre la photographie de la figure10.

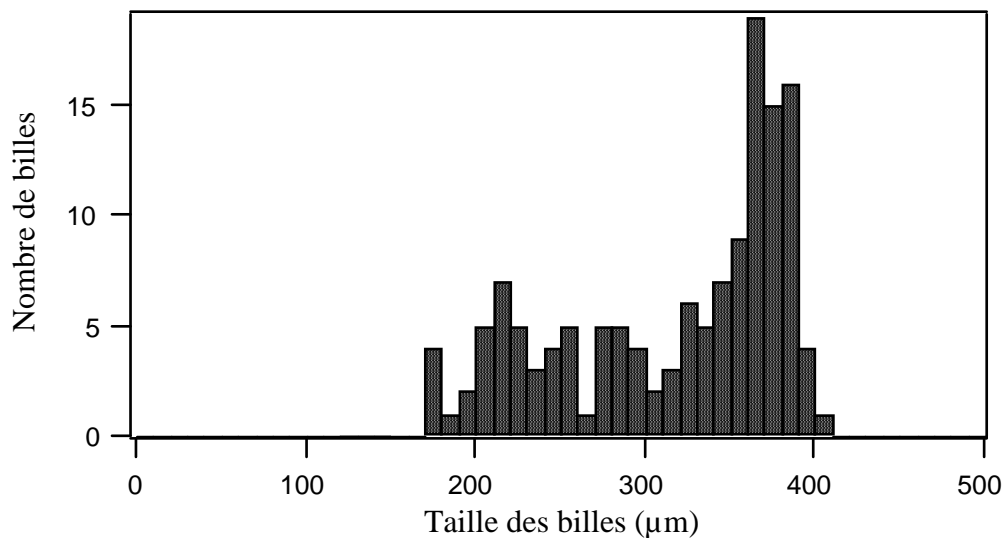


Fig.9 Distribution en taille dans un échantillon type

Distribution des taille dans l'échantillon 250-425 μm . La distribution des tailles est assez large.

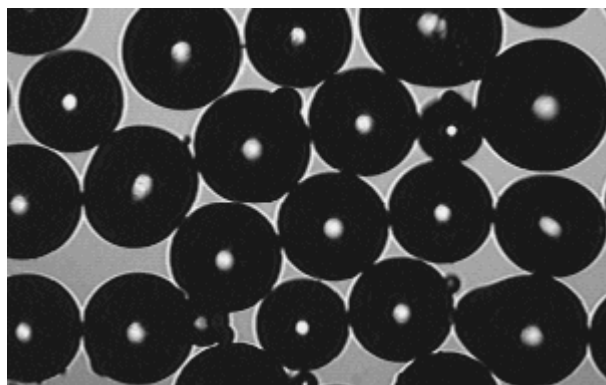


Fig. 10 Image des billes de verre (150-250 μm)

b) Résultats expérimentaux

Le cylindre en cuivre n'est pas rempli complètement de sorte qu'on peut faire varier la compacité des billes. Pour obtenir un système compacté on tape légèrement sur le cylindre, et pour décompacter les billes il suffit de renverser le cylindre puis de le remettre dans sa position initiale. Au début, on a fait des séries de mesures de dix points, avec les grains compactés et ensuite décompactés, pour chaque échantillon, et pour une plage de variation de la température du fil chauffant d'environ 30°C (5 points sont mesurés à la montée en température, 5 à la descente afin de vérifier que le système n'est pas affecté par le cycle de température). On vérifie expérimentalement que la température dépend linéairement de la puissance injectée (Fig.11).

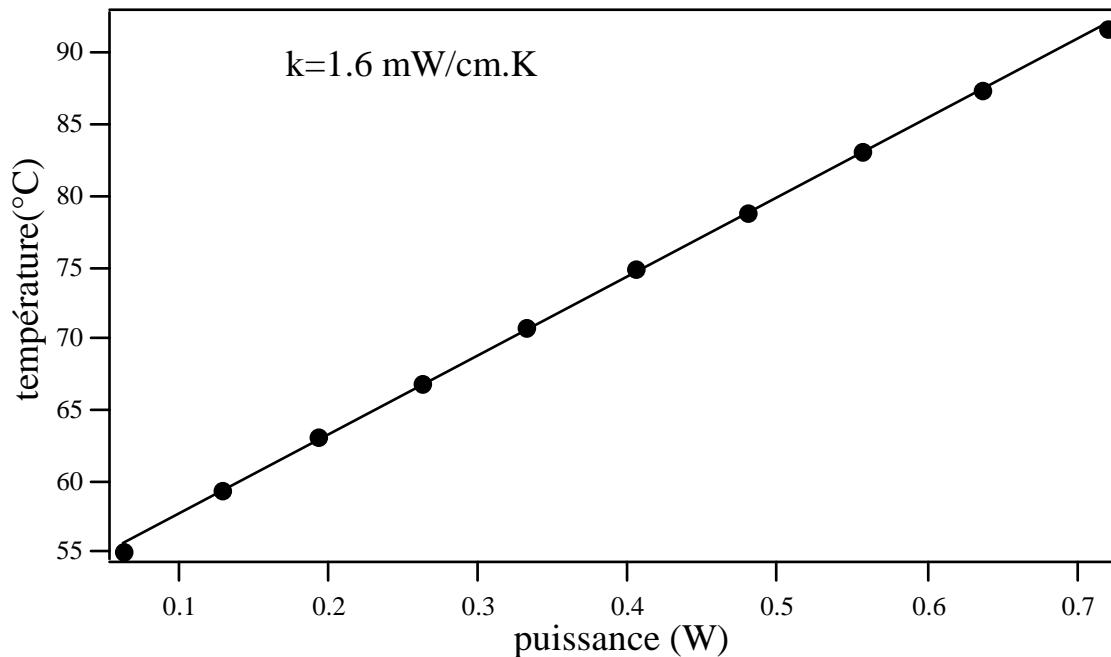


Fig.11 Evolution de la température en fonction de la puissance injectée

On vérifie bien que la température augmente linéairement avec la puissance.

L'expérience montre que la conductivité thermique des matériaux étudiés est de l'ordre de 1,6mW/cm.K et qu'elle dépend sensiblement des échantillons choisis et de leur état de compaction (Fig.12). La conductivité thermique d'un même matériau est plus grande (quelques pour cents) lorsque celui-ci est compacté au préalable. L'évolution de la conductivité thermique d'un échantillon à l'autre semble montrer que la conductivité augmente avec la taille des billes. Ce résultat est à considérer avec prudence car nous avons mesurer que la compacité de nos échantillons augmente avec la taille des billes (Fig.13). Ainsi, ce fait expérimental ne nous permet pas de conclure sur l'effet des contacts sur la conductivité thermique. Nous avons représenté l'évolution de la conductivité thermique en fonction de la densité des échantillons (Fig.14).

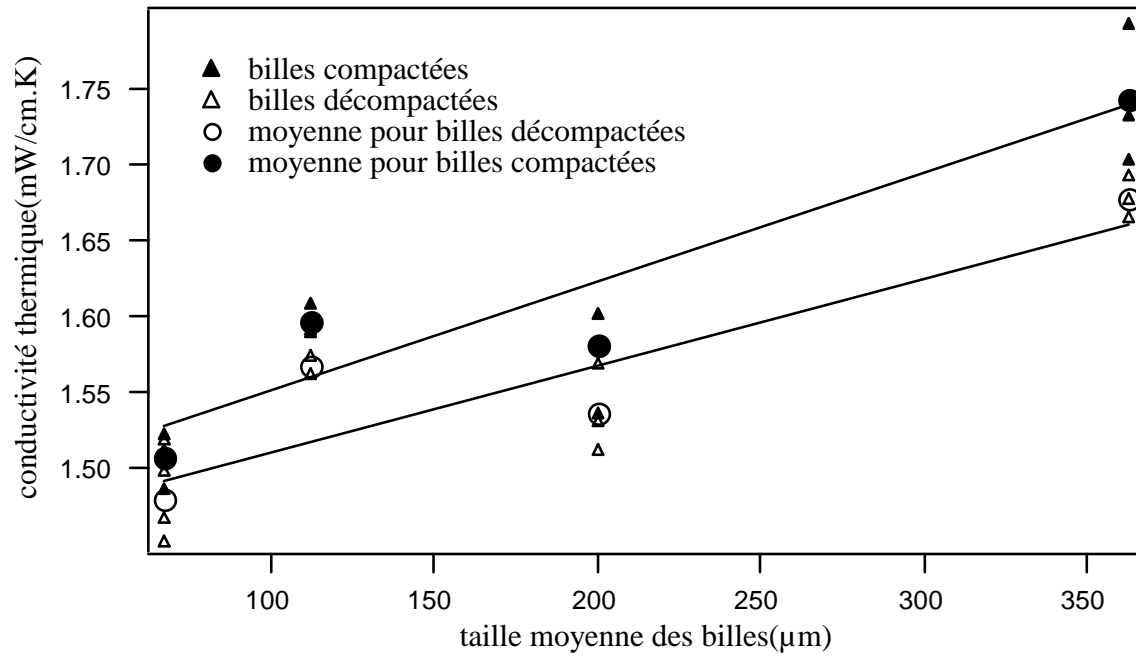


Fig. 12 Conductivité thermique mesurée pour les divers échantillons

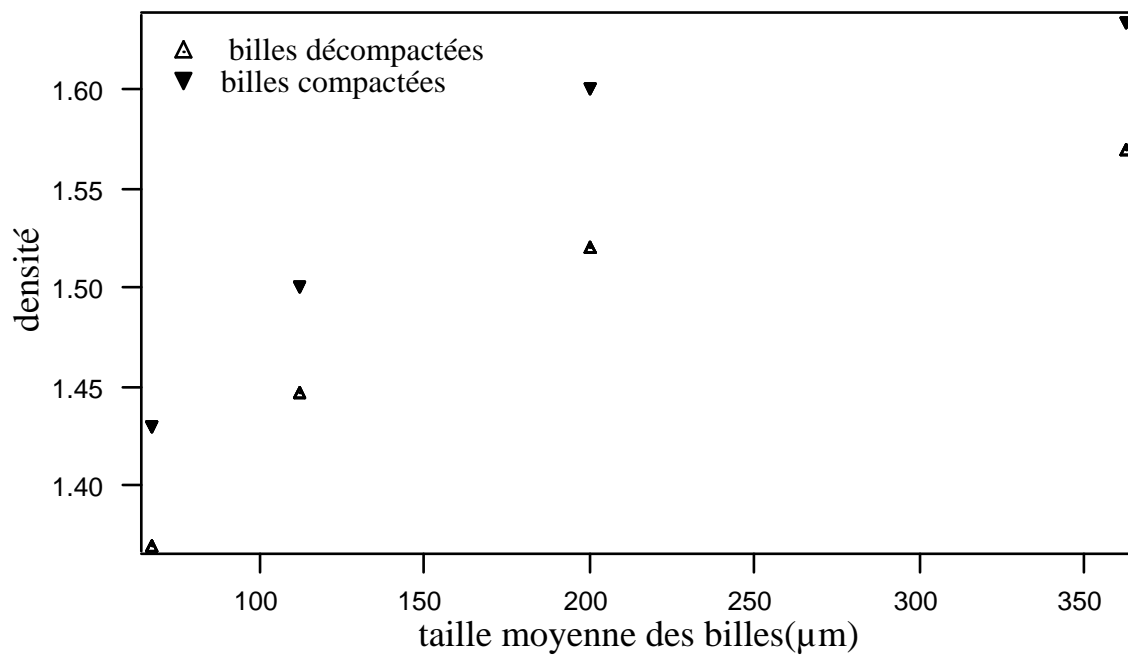


Fig. 13 Densité des matériau en fonction de la taille moyenne des billes

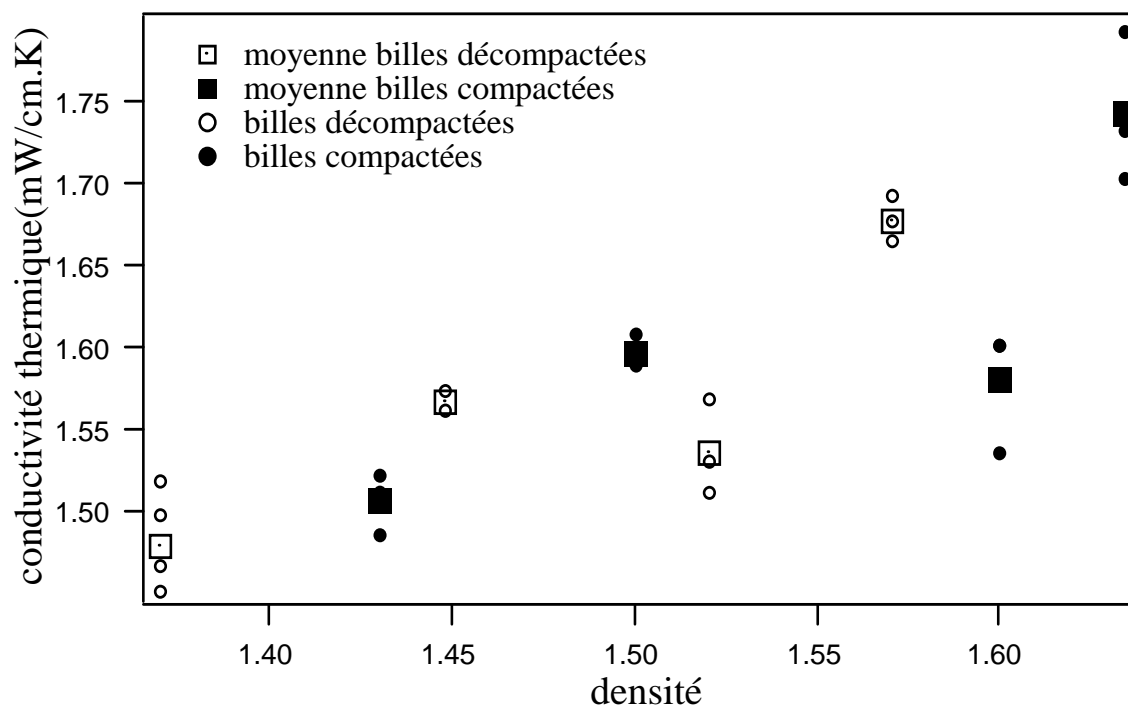


Fig.14 Conductivité thermique en fonction de la densité des échantillons

c) Discussion

La conductivité moyenne des échantillons est de l'ordre de 1,6mW/cm.K. Si on tient compte de la conductivité thermique de l'air $k_{\text{air}}=0.25\text{mW/cm}\cdot\text{K}$, de la conductivité thermique du verre $k_{\text{verre}}=14\text{mW/cm}\cdot\text{K}$ et de la concentration en verre de l'ordre de 68%, on obtient une conductivité moyenne pour le milieu effectif de l'ordre de 10mW/cm.K. La conductivité moyenne des échantillons est donc environ un ordre de grandeur plus faible. La conductivité d'un milieu granulaire n'est donc pas simplement égale à la conductivité moyenne du milieu effectif. Les contacts y jouent un rôle important.

Le dispositif expérimental est suffisamment sensible pour rendre compte des effets de compaction. Il permet, comme nous le montrons dans la section suivante, de mettre en évidence un effet des cycles de température sur la conductivité du milieu. Nous ne pouvons pas, à l'heure actuelle, étudier comment la conductivité dépend indépendamment de la densité et de la taille des contacts ou de la densité du matériau. Il faudrait pour cela obtenir des échantillons constitués de billes de taille différentes mais de densités égales. Ce travail est envisagé dans un futur proche.

d) Cycles en température

On essaye d'approfondir l'étude de l'influence des variations de température sur les propriétés du sable. Pour ce faire, on utilise le même montage, et on impose à l'échantillon des cycles en température similaires aux rampes de température précédentes et on enregistre comment la conductivité thermique dépend alors du nombre de cycle imposé (Fig.16).

On constate que la conductivité thermique des échantillons initialement peu compacts augmente avec le nombre de cycles imposés alors que la conductivité des échantillons initialement compacts n'évolue pas de manière notable. On suppose que l'augmentation qu'on observe est liée à une compaction lente du système sous l'effet des variations de température.

Une expérience complémentaire décrite dans le paragraphe suivant permet de valider cette hypothèse.

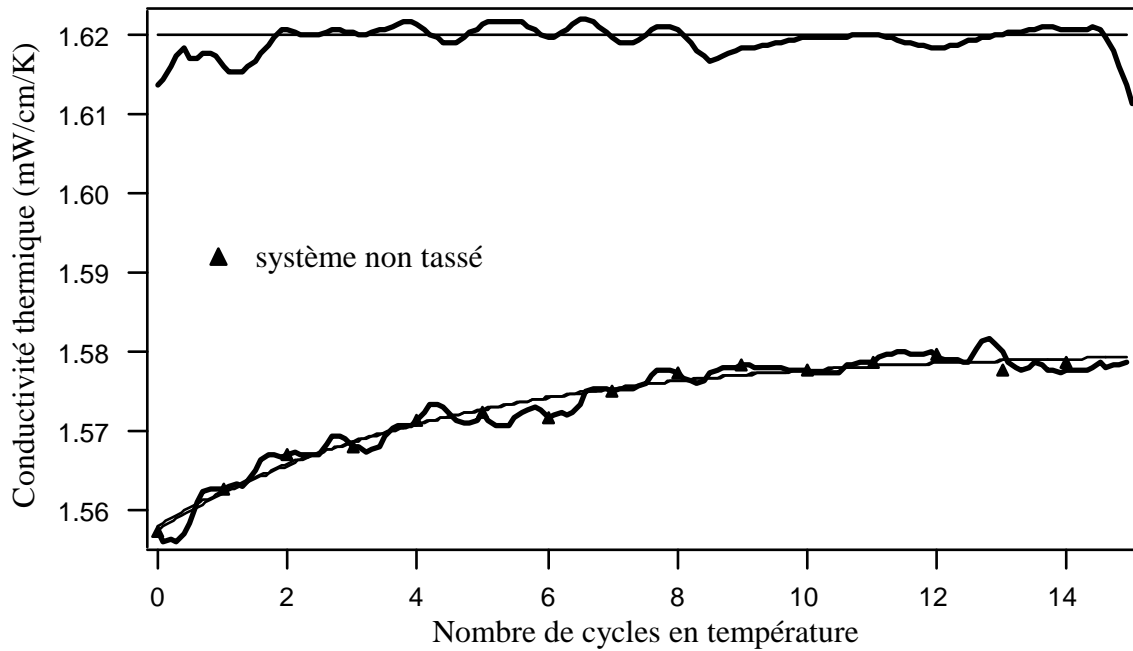


Fig. 16 Evolution de la conductivité en fonction du nombre de cycles imposés

2.5. Expérience complémentaire

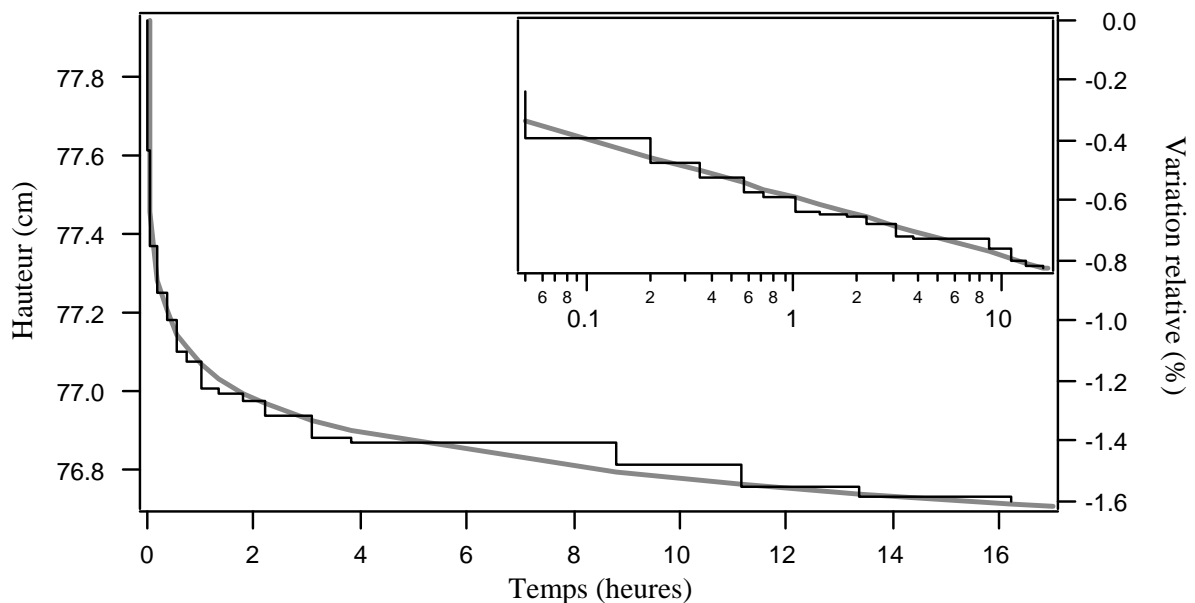


Fig. 17 Compaction d'une colonne de grains en fonction du temps

La compaction du matériau est induite par les cycles de température imposés au matériau.

Pour valider l'hypothèse d'une compaction des grains induite par les variations de température, nous avons réalisé l'expérience suivante: On remplit un tube transparent (verre) de diamètre 1,5 cm et de longueur 78 cm d'un échantillon de matériau granulaire sans le compacter. Un fil chauffant de 100 μ m de diamètre est placé sur l'axe du tube. On observe l'évolution du niveau du sable dans le tube à l'aide d'une caméra pendant quelques heures.

Lorsqu'on fait passer par cycle de 5mn un courant de 3A (signal carré) dans le fil (soit une puissance totale de 1W sur toute la longueur), on observe une compaction notable de la colonne de grains en quelques heures (Fig.17). La compaction du système se fait par sauts : l'accumulation des effets thermiques sur plusieurs cycles donne lieu à des évènements rapides pendant lesquels la hauteur de la colonne diminue subitement de quelques millimètres. Si le système est préparé de nouveau et que l'on observe pendant une durée égale ce qui se passe sans imposer les cycles de température, on n'observe pas une telle compaction. Il est simplement à noter que la compaction observée est de l'ordre de 1,6% et qu'elle est très loin de la compaction maximale qui serait de l'ordre de 5% (on tape le cylindre en fin d'expérience afin d'atteindre la compaction maximale).

2.6. Conclusion

Dans un premier temps nous avons atteint notre objectif en déduisant des expériences l'ordre de grandeur de la conductivité thermique du matériau granulaire dont on dispose actuellement. Cela devrait nous permettre de dimensionner un autre dispositif expérimental qui devrait nous permettre d'obtenir des résultats plus précis et de travailler dans d'autres conditions expérimentales (humidité, contrainte extérieure appliquée, ...). Nous avons, de plus, montré que la conductivité thermique est sensible à la compaction du système et qu'un dispositif expérimental simple est suffisamment sensible pour détecter des variations de conductivités de l'ordre du pour cent.

Dans un second temps, nous avons mis en évidence que des cycles de température imposés au milieu entraînent des réarrangements des grains même si les dilatations thermiques sont faibles. En effet, pour des cycles de 30°C, on attend une dilatation relative des grains de l'ordre de $30 \cdot 10^{-5}$. Pour un grains de 100µm, cela représente une variation de sa taille de l'ordre de 30nm, une longueur caractéristique typique de la taille des contacts. On n'est alors pas surpris que de telles variations de température affectent la répartition des contacts dans le matériau. Qu'en est-il des variations de température de plus faible amplitude? Une étude détaillée de ce phénomène est envisagée.

Annexe: réalisation d'une régulation en température

Pour les deux expériences qu'on a réalisées, une régulation en température était indispensable. Il fallait donc bien comprendre le fonctionnement d'un régulateur PID, pas seulement pour savoir le régler correctement, mais aussi, vu qu'on disposait d'un seul appareil, pour pouvoir créer, à notre tour un programme qui réalise une régulation numérique.

A.1. Principe de fonctionnement d'un régulateur de température

L'appareil dont on disposait, était un régulateur à action (P)roportionnelle, (I)ntégrale et (D)érivée (PID). Cet appareil commande un élément chauffant, disposé dans l'enceinte de l'expérience, par l'intermédiaire d'un relai statique. La température de l'enceinte est mesurée à l'aide d'une sonde platine (Pt100).

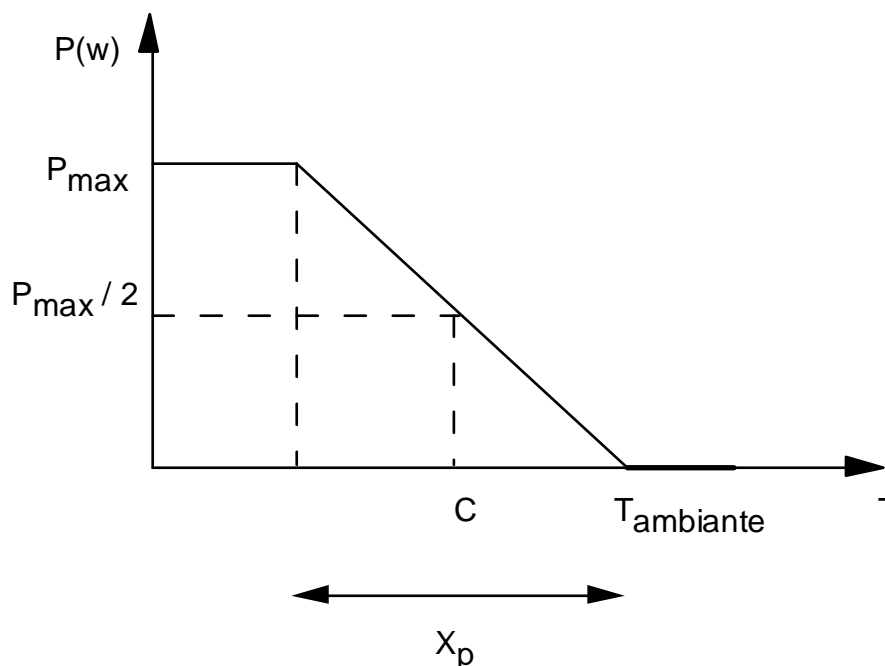


Fig.A1 Effet de l'action proportionnelle

On adapte la puissance de chauffe proportionnellement à l'écart à la consigne dans une plage de température X_p , appelée 'bande proportionnelle'.

Le mode de régulation le plus simple serait d'injecter dans le système une puissance dépendant linéairement de l'écart à la température de consigne. Lorsqu'on dispose d'une puissance maximale de chauffe P_{max} , on peut choisir de chauffer le système avec seulement une partie Y de cette puissance telle que la puissance de chauffe soit égale à YP_{max} . Dans ce cas simple Y satisfait à:

$$Y(t)\% = \frac{1}{2} + \frac{1}{X_p}(C - M) \quad (A1)$$

où C est la température de consigne à laquelle on souhaite réguler le système et M la température mesurée. Sous le seul effet de l'action proportionnelle, la température va se stabiliser à une valeur différente de la consigne sauf dans le cas où la puissance maximale est exactement égale au double de la puissance nécessaire. Pour éviter cela, il faut introduire l'action intégrale, qui consiste à calculer la valeur moyenne de l'écart entre la température

mesurée et la consigne, pour un temps d'intégration t_i et à fournir au système une puissance proportionnelle avec cette valeur. Dans ce cas, Y s'écrit :

$$Y(t)\% = \frac{1}{2} + \frac{1}{X_p} \left[(C - M) + \frac{1}{t_i} \int_0^t (C - M) dt \right] \quad (A2)$$

On peut rajouter à cette détermination de Y un terme proportionnel à la variation temporelle de M en fonction du temps de manière à éviter les variations trop lentes ou trop rapides de la températures. Ce terme est appelé 'action dérivée' et est souvent omis dans les régulateurs.

$$Y(t)\% = \frac{1}{2} + \frac{1}{X_p} \left[(C - M) + \frac{1}{t_i} \int_0^t (C - M) dt - t_d \frac{dM}{dt} \right] \quad (A3)$$

ou t_d c'est la constante de temps de l'action dérivée [4].

Un régulateur PID calcule Y d'après la consigne C et la mesure de la température M et injecte dans le système la puissance nécessaire $Y P_{\max}$.

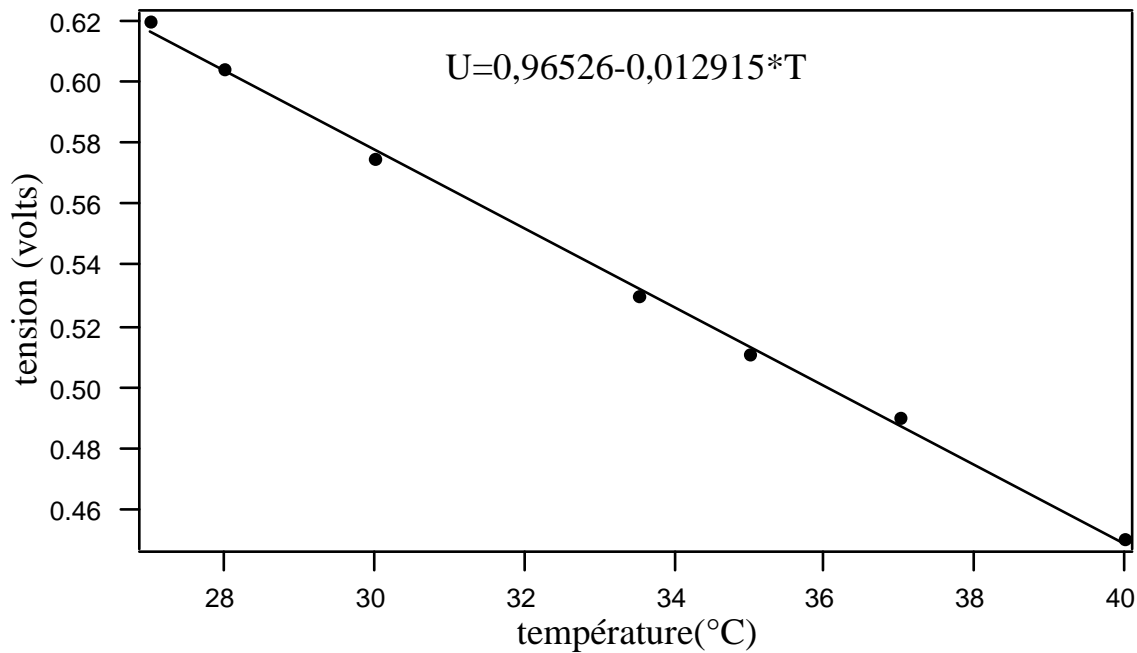


Fig.A2 Etalonnage du pont de Wheatstone

A.2. Réalisation pratique

a) Sonde de température

La température de l'enceinte est mesurée avec une sonde Pt1000. En fait, on mesure la tension fournie par un pont de Wheatstone, qui a comme résistances de pont la sonde Pt1000, une résistance $R_1=1.3 \text{ k}\Omega$ et deux autres résistances : $R_2 =R_3 =10 \text{ k}\Omega$. On choisit les résistances du pont de manière à avoir une puissance minimale dissipée dans la sonde et une tension à la sortie du pont, qui soit très sensible aux variations de la température dans l'enceinte. La conversion tension-température est obtenue à partir d'une courbe étalon (Fig.A2).

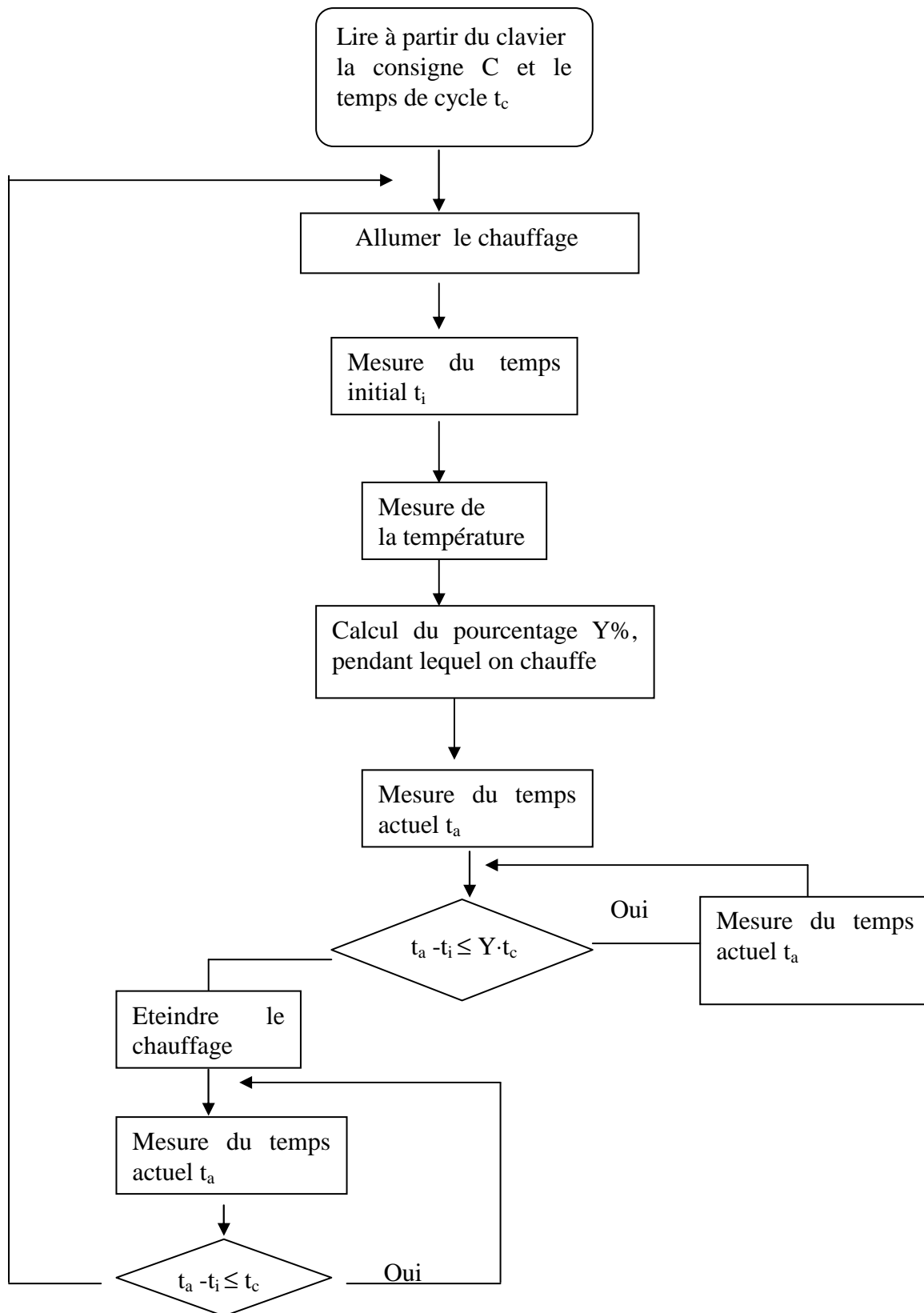


Fig.A3 L'organigramme du programme de régulation de température

b) Organigramme et réglage du PID

Un programme écrit en C++ commande une carte d'acquisition de données qui permet de faire la mesure de la température, de calculer la puissance de chauffe, puis de commander l'ouverture et la fermeture du relais statique (Fig.A3).

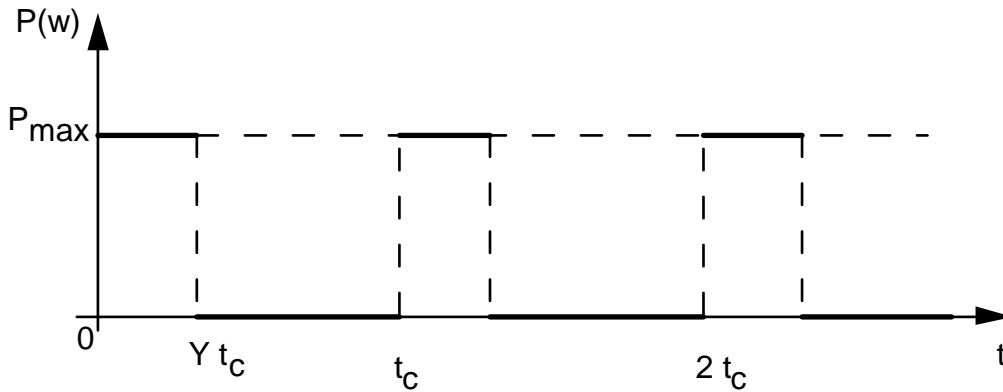


Fig.A4 Modulation de la puissance en mode " Tout ou rien "

Ce régulateur travaille en mode de fonctionnement "Tout ou rien" puisque l'on ne peut qu'ouvrir ou fermer le relai de chauffage. Afin de moduler la puissance de chauffe, on ouvre ou on ferme le relai pendant une portion Y donnée d'un temps de cycle t_c . Si on nomme P_{max} la puissance maximale de chauffage lorsque le relai est fermé, la puissance moyenne injectée dans le système pendant le temps de cycle est alors $Y.P_{max}$ (Fig.A4).

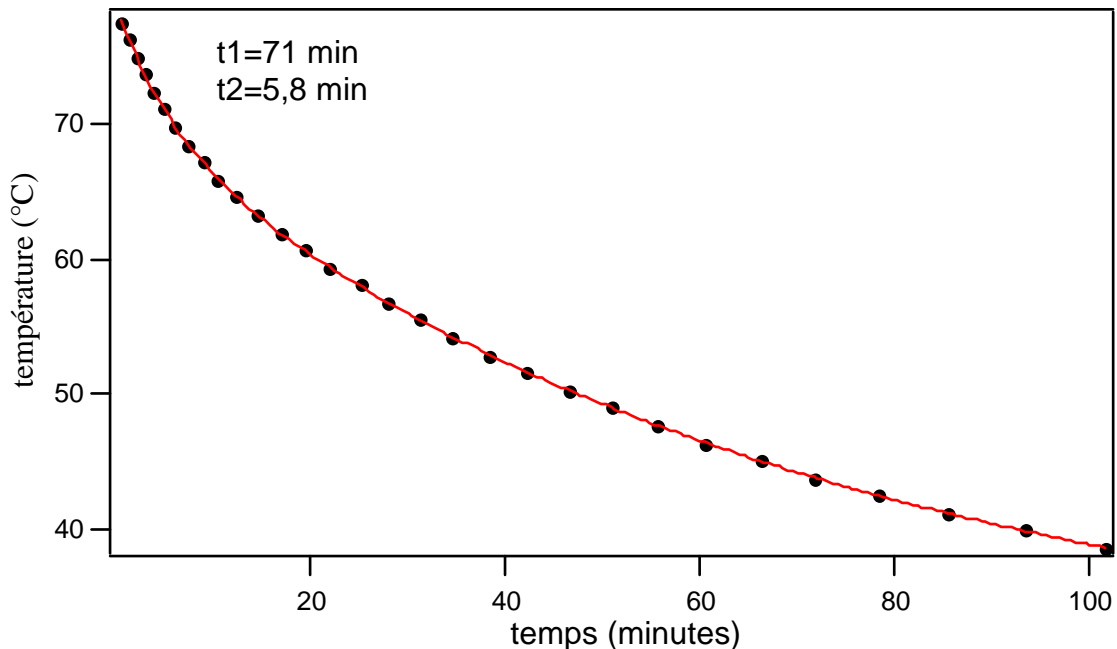


Fig.A5 Détermination des temps caractéristiques du système

La mesure de la relaxation de la température après coupure totale de la puissance de chauffe fait apparaître deux temps caractéristique. Le temps d'intégration 500s est choisi de l'ordre du temps caractéristique le plus long. Le temps de cycle est de l'ordre de 3s, bien plus petit que le temps caractéristique t_1 .

Le choix du temps de cycle et du temps d'intégration dépend du temps caractéristique du système que l'on désire réguler en température (Fig.A5). Le temps de cycle (3s) doit être court devant le temps caractéristique afin d'assurer que les variations de la puissance de chauffe au cours d'un cycle seront lissées par l'inertie thermique du système. Le temps d'intégrale (500s pour notre PID) doit être comparable au temps caractéristique du système afin d'éviter que le terme intégral ne prenne une importance trop grande en début de régulation ou lors du changement de la température de consigne. Dans notre code, on n'introduit pas l'action dérivée qui ne serait utile que si l'on voulait changer rapidement la température de consigne ; il fonctionne seulement comme un régulateur PI.

c) Résultat

On observe que la température est stabilisée au bout d'environ 60 minutes, ce qui coïncide avec le deuxième temps caractéristique de l'enceinte (Fig.A6). La température dans l'enceinte est stable à mieux que $0,1^{\circ}\text{C}$ au cours d'une journée. L'objectif est atteint.

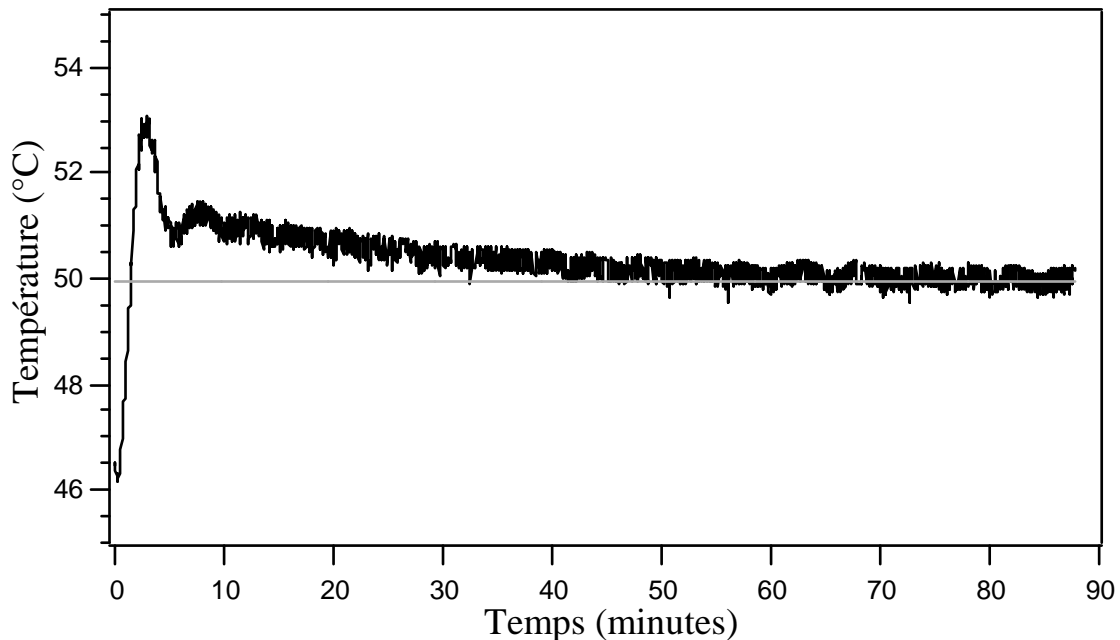


Fig.A6 Comportement de la température en fonction du temps

Références

- [1] J.Duran, *.Sables, poudres et grains. Introduction à la physique des milieux granulaires*, Eyrolles Sciences, Paris, 1997
- [2] Boquet L., Charlaix E., Ciliberto S., Crassous J., *Moisture-induced ageing in granular media and the kinetics of capillary condensation*, *Nature*, 396 (1998)
- [3] Geminard J.C. , Losert W., Gollub J P. *Frictional mechanics of wet granular material*. *Physical review e: statistical physics, plasma*, 59 (1999)
- [4] Pyreg - Régulateur de température, mode d'emploi