

Etude expérimentale de la compaction d'une colonne de grains soumise à des cycles de température

Sommaire

2.1	Présentation du dispositif	26
2.1.1	Méthode de sollicitations thermiques	26
2.1.2	Mesure de déplacement des grains à la paroi	32
2.1.3	Les protocoles et l'acquisition	34
2.2	Expériences préliminaires	35
2.2.1	Compaction par sauts	35
2.2.2	Texturation	42
2.2.3	Perturbation mécanique	44
2.2.4	Sans perturbation mécanique	47
2.2.5	Bilan	56
2.3	Réponses	57
2.3.1	Réponse à un changement d'amplitude	57
2.3.2	Réponse à un changement de fréquence	58
2.3.3	Dynamique à différentes hauteurs	60
2.4	Discussions et perspectives	62
2.4.1	Discussion des résultats	62
2.4.2	Perspectives	65

2.1 Présentation du dispositif

Le montage expérimental est largement inspiré du dispositif décrit dans les références [27, 31]. Une colonne en verre de hauteur $H_v = 1.5$ m et de diamètre intérieur $D_v = 1.5$ cm est arrimée à un mur pour éviter les perturbations mécaniques extérieures (Fig. 2.1).

Dans la plupart des expériences présentées dans ce chapitre, cette colonne est remplie d'un mélange de billes de verres (Matrasur Corp.) de diamètre compris entre 425 et 600 microns pour éviter la cristallisation de l'empilement. La masse totale de billes versées est de 370 grammes. Une arrivée d'air comprimé est placée en bas de la colonne. L'ouverture de cette arrivée permet de décompacter le matériau granulaire avant chaque expérience. La hauteur de la colonne de grains est de l'ordre de 135 cm. La compacité initiale correspondante est alors de 60.4%.

Les sollicitations thermiques sont induites par un fil traversant la colonne en son centre. Ce fil de 250 micron de diamètre est en Nickel. Il est alimenté par une source de courant contrôlée en tension. On peut donc choisir la forme, l'amplitude et la fréquence du courant injecté. Pour minimiser l'importance des variations de la température de la pièce sur le processus de compaction, on place la colonne dans une enceinte en bois (2m×1m×0.5m) dont la température est contrôlée au degré près grâce à une régulation thermique (RKC, Rex S-100). Une thermistance placée sur les parois du tube en verre permet de mesurer cette température.

On suit le mouvement des grains à 5 hauteurs différentes à l'aide de 5 webcams (Logitech, Quickcam pro 9000) placées aux hauteurs h_i ($h_1 = 5$ cm, $h_2 = 35$ cm, $h_3 = 64$ cm, $h_4 = 92$ cm, $h_5 = 134$ cm). Chaque zone imagée est éclairée à l'aide d'une diode électroluminescence verte (Kingbright, L-7104VGC-H). Une photographie de la colonne est prise par chacune des caméras pour chaque cycle de température ce qui permet de déterminer les déplacements des grains à la paroi avec une résolution temporelle égale à la période de l'oscillation thermique. Les détails de la méthode sont discutés ci-dessous.

2.1.1 Méthode de sollicitations thermiques

L'intérêt de notre montage expérimental est de chauffer le matériau granulaire de manière contrôlée à partir du centre de la colonne. Ainsi par un choix judicieux de la fréquence, il est possible de supprimer les variations de température des parois extérieures. En effet, le matériau est chauffé au contact du fil par effet Joule. En imposant un courant I composé d'une composante continue I_0 et une composante sinusoïdale I_1 (avec $I_1 \ll I_0$), la

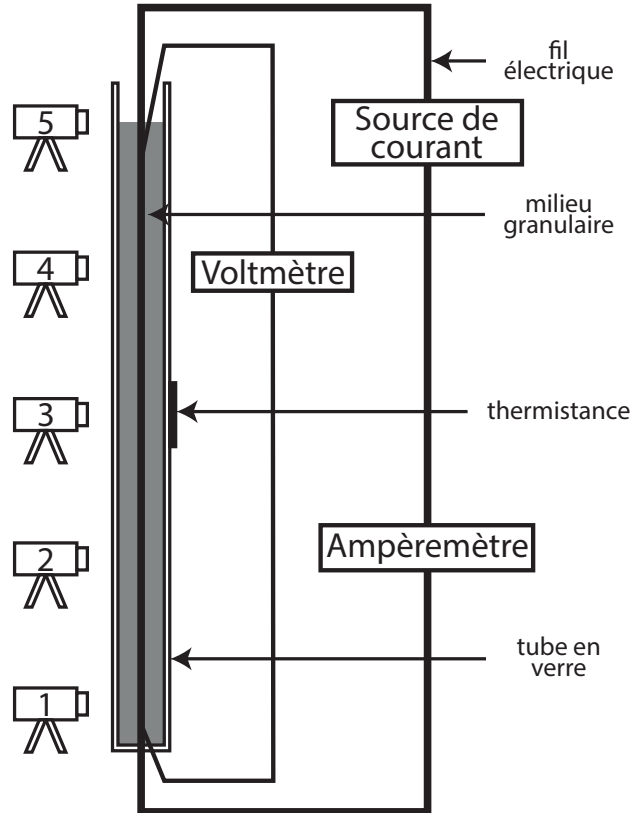


FIGURE 2.1 – Schéma du dispositif expérimental

puissance dissipée P est :

$$\begin{aligned}
 P &= R(I_0 + I_1)^2 \\
 &\approx RI_0^2 + 2RI_0I_1
 \end{aligned}$$

Comme l'équation de la chaleur est une équation linéaire, le profil de température stationnaire au sein du matériau granulaire est la solution de cette équation avec forçage sinusoïdal superposée à un gradient de température stationnaire. Le profil de température résultant s'étend sur une longueur caractéristique l_p donnée en ordre de grandeur par $l_p \sim (\frac{2D}{\omega})^{1/2}$, où D est le coefficient de diffusion thermique du milieu granulaire. Ainsi, la fréquence $f = \frac{\omega}{2\pi}$ permet de contrôler le volume de grains chauffé. En choisissant une fréquence telle que l_p soit inférieure au rayon du tube, on peut chauffer périodiquement le matériau en maintenant la température du tube en verre constante.

Calibration de la résistance du fil température

La résistance du fil dépend de la température si bien que connaître ses variations constitue une sonde locale des variations de température. Compte tenu de la faible valeur de la résistance $R \sim 0.5\Omega$, nous utilisons la méthode de mesure en 4 fils. Elle consiste à mesurer simultanément le courant et la tension aux bornes du fil permettant d'en déduire la valeur précise de la résistance.

Ces variations de résistance doivent être converties en température. Au lieu de mesurer la valeur de la résistance pour différentes températures de la boîte régulée, nous décidons d'employer la méthode suivante. On coupe la régulation de température de l'enceinte. La température de l'ensemble (enceinte+matériau granulaire) relaxe vers la température ambiante de la pièce T_{ext} . La température de l'air à l'intérieur de la boîte T_a est mesurée grâce à la thermistance placée sur la paroi du tube en verre. Les courbes obtenues sont reportées sur les figures 2.2 et 2.3.

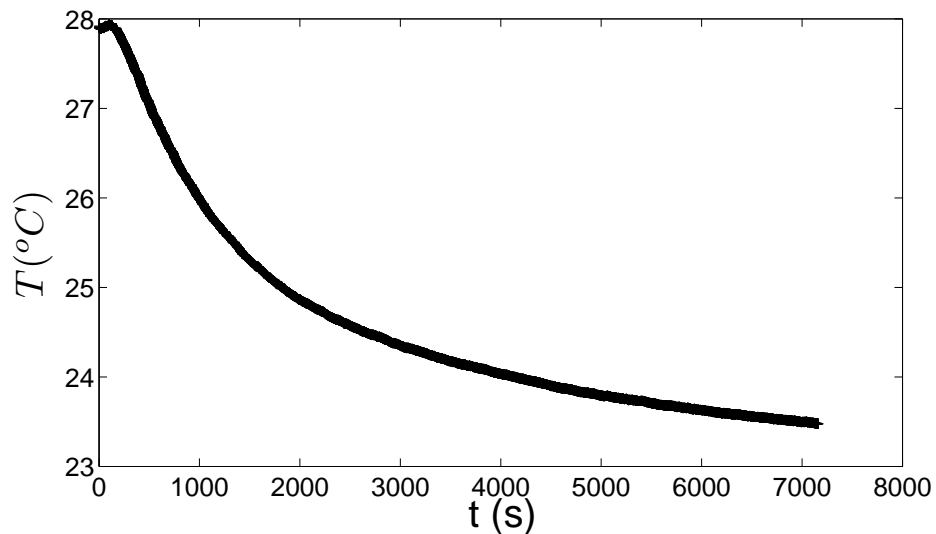


FIGURE 2.2 – Relaxation de la température de l'enceinte régulée en température en fonction du temps lorsque la régulation thermique est coupée

Ce système met en jeu deux masses thermiques : celle de l'air contenu dans la boîte et celle du matériau granulaire. Ainsi la relaxation de l'ensemble (enceinte+grains) vers l'équilibre n'est pas une simple relaxation exponentielle. Une modélisation simple du système thermique considérant 2 sous-systèmes (le premier constitué des grains et du fil, le second de l'air contenu dans l'en-

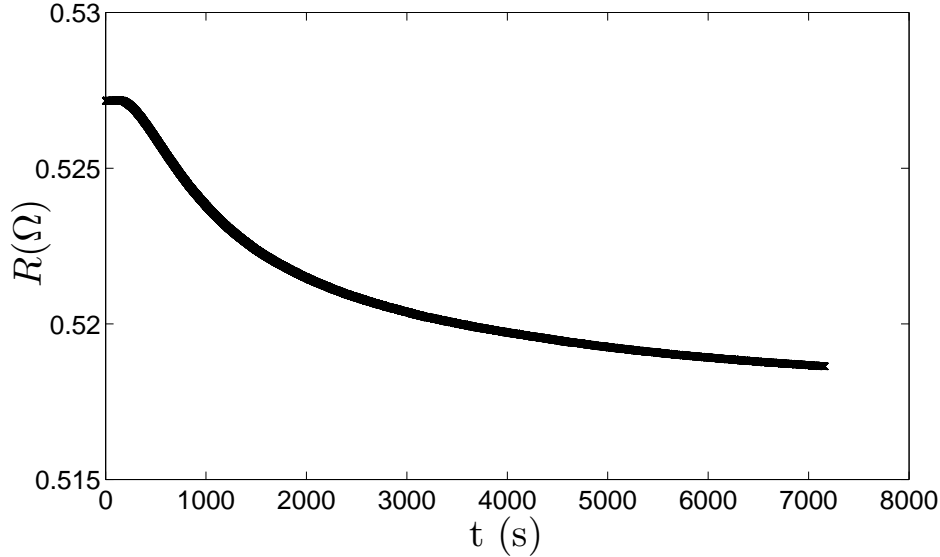


FIGURE 2.3 – Résistance du fil en fonction du temps lorsque la régulation thermique est coupée

ceinte) permet de conclure que la température de la thermistance est égale à la température des grains.

De cette mesure, on peut déduire la relation linéaire liant les variations de résistance et les variations de la température du fil. On obtient :

$$R = R_0 + \zeta(T - T_0) \quad (2.1)$$

avec $\zeta = (2.01 + 0.01) \times 10^{-3} \Omega K^{-1}$ et $R_0 = (0.5274 + 0.0001) \Omega$.

Discussion de la qualité du chauffage

On veut connaître l'amplitude des cycles de température appliquée au matériau granulaire en fonction de l'amplitude du courant I_1 . Pour cela, nous mesurons la résistance du fil. Afin de synchroniser les mesures de la tension et du courant aux bornes du fil, nous utilisons deux multimètres (Agilent, 34410A) que nous déclenchons simultanément. Nous utilisons les mémoires internes de ces appareils pour échantillonner les mesures à intervalle de temps régulier. Une courbe de résistance typique obtenue est présentée sur la figure 2.4. Nous interpolons ensuite ces points par une fonction de la forme $R = a + bt + c \cos(\omega t) + d \sin(\omega t) + e \cos(2\omega t) + f \cos(2\omega t)$ (Le coefficient b correspond à une petite dérive de la température du fil). On observe, sur la figure 2.5, que l'amplitude des variations de résistance croît linéairement

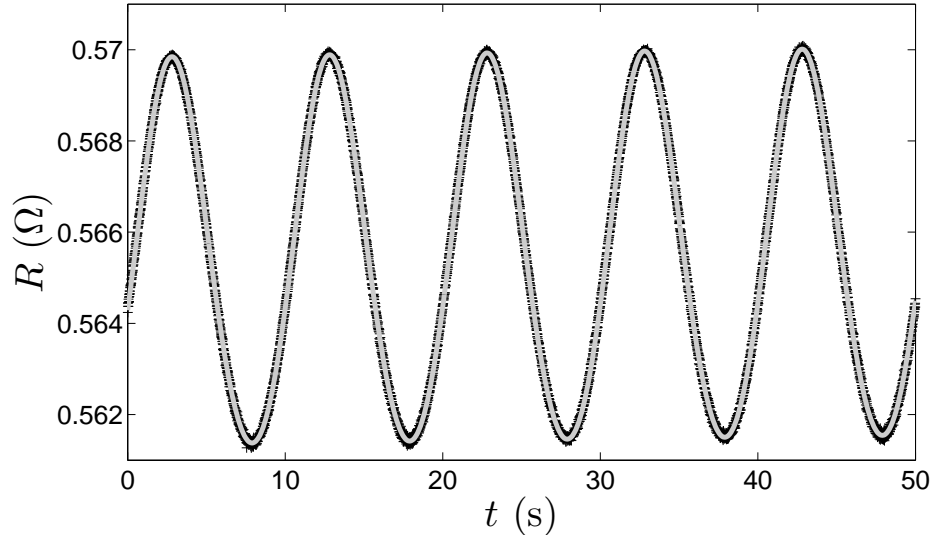


FIGURE 2.4 – Résistance du fil en fonction du temps pour une fréquence $f=0.1\text{Hz}$ et une amplitude de courant pic à pic de 1A. Les points de mesures (en noir) sont échantillonnés toutes les 0.01s. La courbe maîtresse proposée est en gris. A partir de cette expression, on en déduit l'importance relative de l'harmonique 2 sur le signal total. Sur cette courbe, l'harmonique 2 participe à moins de 5% du signal total.

avec l'amplitude de la composante sinusoïdale du courant injecté I_1 . De plus, cette interpolation nous permet de déduire le poids relatif de l'harmonique 2 dans l'amplitude totale du signal. Dans la gamme de courant explorée, ce poids relatif n'excède pas 7%. En définitive, nous pouvons par cette méthode imposer une variation raisonnablement sinusoïdale de la température du fil

Limites en fréquence

L'extension spatiale typique du profil de température à la fréquence ω est de l'ordre de $l_p \sim (\frac{2D}{\omega})^{1/2}$. Cependant, le système est ici à géométrie cylindrique. La solution exacte met donc en jeu les fonctions de Bessel changeant les préfacteurs de cette expression. Pour connaître la fréquence limite au delà de laquelle la paroi du récipient est sensible à l'onde de température, on colle une thermistance sur les parois du tube en verre. Pour $\omega = 2\pi \times 10^{-3} \text{rad.s}^{-1}$, on mesure que la température de la paroi n'est pas constante. On obtient donc un coefficient de diffusivité pour le mélange grains air de l'ordre de

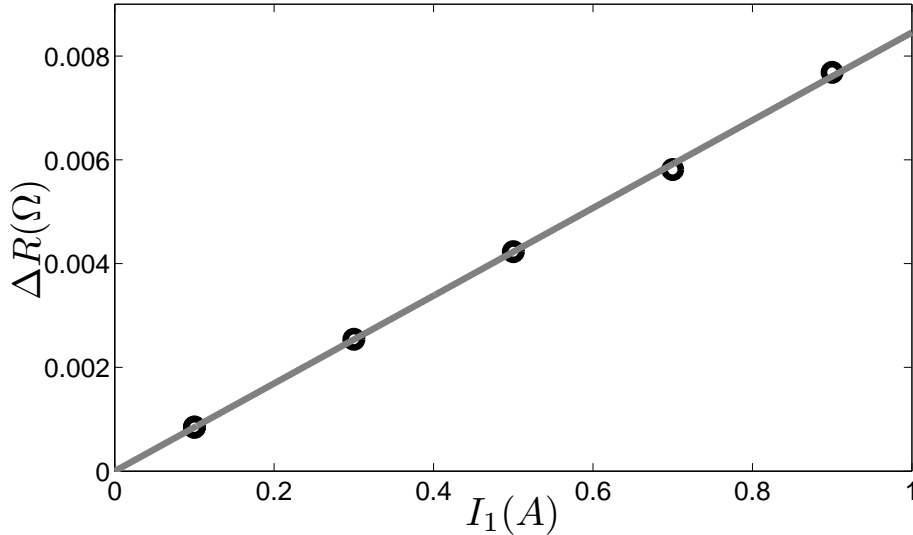


FIGURE 2.5 – Amplitude des cycles de résistance en fonction de l’amplitude des cycles de courant à la fréquence $\omega=0.1\text{Hz}$. Pour cette mesure, le courant constant I_0 est égal à 2.25A. [Points : données expérimentales, droite : interpolation linéaire]

$1.7 \times 10^{-7} \text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$. Cette valeur est en accord avec les valeurs tabulées de la conductivité thermique et de la capacité calorifique volumique des grains [28, 30]. Nous travaillerons désormais à une fréquence $f > 0.005\text{Hz}$ ce qui assure que la température des parois est constante et qu’elles ne se dilatent pas.

On étudie également la réponse en fréquence du système (fil+grains). On excite thermiquement le système en lui injectant une puissance sinusoïdale $2RI_0I_1 \cos(\omega t)$. Une fois le régime stationnaire établi, on enregistre la température du fil T_f . Dans le régime stationnaire, la température du fil oscille à la pulsation ω . L’amplitude des cycles de température en fonction de la fréquence est tracée sur la figure 2.6. La fonction de transfert observée est un filtre passe bas. On peut comprendre qualitativement pourquoi le système (grains+fil) présente un comportement en fréquence comme celui là.

On note C_f la capacité calorifique du fil, c_s la capacité calorifique volumique du matériau granulaire, H_v la hauteur, ρ_s la masse volumique et K_v la conductivité thermique des grains. La résolution de l’équation de la chaleur nous apprend que $l_p^2 \omega = D$. En écrivant la conservation de l’énergie, et en négligeant les effets de bord, on obtient :

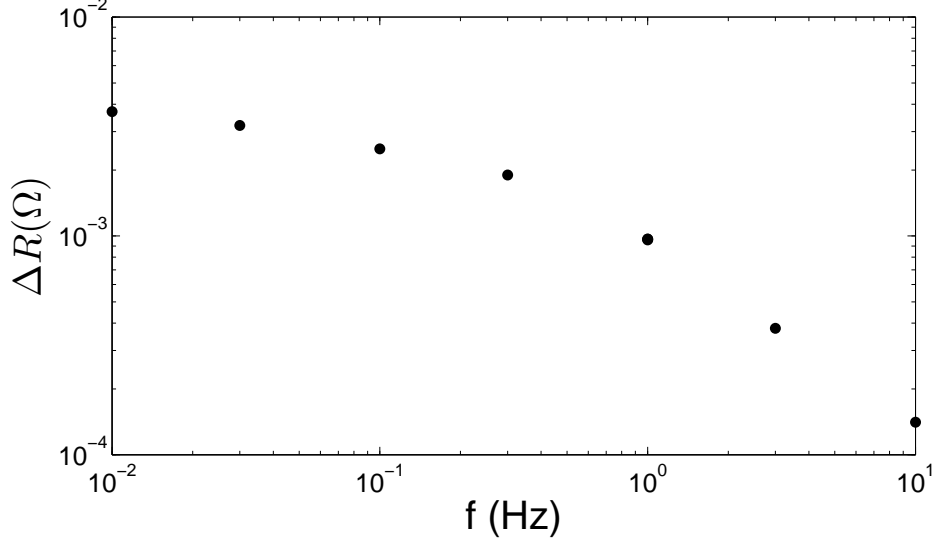


FIGURE 2.6 – Amplitude des cycles de résistance en fonction de la fréquence pour $I_0 = 2.1547\text{A}$ et $I_1 = 0.4335\text{A}$

$$(C_f + c_g \rho_g l_p^2 H_v) \frac{d}{dt} T_g = -2\pi \frac{K_v H_v l}{l} (T_g - T_a) + 2RI_0 I_1 \cos(\omega t) \quad (2.2)$$

L'amplitude des cycles de température est donc donnée par :

$$T_g = \frac{P}{\omega(C_f + c_g \rho_g l_p^2 H_v) + 2\pi K_v H_v} \quad (2.3)$$

En géométrie cylindrique, l'inertie thermique des grains chauffés est égale à $l_p^2 H_v$. Or l_p^2 est proportionnel à $\frac{1}{\omega}$. C'est ainsi que dans cette géométrie, l'inertie thermique des grains n'intervient pas. La coupure à haute fréquence est due uniquement à l'inertie du fil.

Muni de ces calibrations, il est possible de connaître les variations de température imposées sur l'axe de la colonne de grains à partir de l'amplitude et de la fréquence des cycles de courant appliqués.

2.1.2 Mesure de déplacement des grains à la paroi

Méthode

Les cinq webcams permettent de suivre le mouvement des grains. Elles enregistrent une image brute de 1200 par 1600 pixels, codée en niveau de gris

(Fig. 2.7). La taille d'un pixel correspond dans ce cas à environ $50\mu m$.

Pour mesurer la position de la surface libre, comme les grains apparaissent en clair sur fond sombre, on trace le profil d'intensité lumineuse moyenné sur la largeur de la colonne en fonction de l'altitude x , puis la dérivée de ce profil. Repérer le maximum de cette dérivée correspond à une mesure de la position de la transition entre la zone sombre et la zone claire, donc de la position de l'interface. Si on se limite à la position de la valeur maximale de cette dérivée, la résolution obtenue est la taille d'un pixel. Afin d'améliorer la résolution, nous interpolons ce profil par une fonction arbitraire que nous choisissons gaussienne. Nous considérons que le centre de cette gaussienne est la position de la surface libre. La résolution obtenue dépend alors uniquement de la position de la caméra, qui est de quelques microns dans le cas de la figure 2.7 et de $25\mu m$ lorsque la caméra est reculée pour augmenter son champ de vision.

Pour les 4 autres caméras, on calcule le déplacement des grains par corrélation d'images. Une procédure Matlab a été écrite dans ce but. Le principe de la méthode est le suivant : pour mesurer le déplacement entre deux images p et q , on soustrait à l'image p , le cliché q décalé verticalement d'un nombre de pixel i . Chaque terme de la matrice ainsi créée est multiplié par lui-même pour obtenir une matrice constituée d'éléments positifs. On additionne ensuite tous les termes de cette matrice pour obtenir l'intensité moyenne I_{corr} reflétant la corrélation moyenne des images p et q . En effectuant cette opération pour différents décalages i , on obtient le profil représentant I_{corr} en fonction de i . La position du minimum de ce profil correspond au déplacement des grains entre les clichés p et q . On l'interpole également par une gaussienne pour obtenir une précision meilleure que le pixel ($50\mu m$). Cette méthode, utilisée pour deux images successives, permet de connaître la dynamique du système cycle après cycle et de repérer les sauts de compaction. On observe à posteriori que dans ce cas la résolution est de l'ordre de $10\mu m$.

Pour minimiser les erreurs cumulées et estimer avec plus de précision le déplacement des grains à temps long, il est préférable de corréler les images espacées de plus d'un cycle. On observe alors que pour un déplacement moyen des grains entre images corrélées compris entre $100\mu m$ et $200\mu m$, la procédure de mesure donne une estimation du déplacement global égale au pourcent près.

Écoulement moyen de la surface libre/Écoulement à la paroi

Sur la caméra 5, il est possible de comparer le résultat de la mesure issue de la corrélation d'images pour des grains très proches de la surface libre

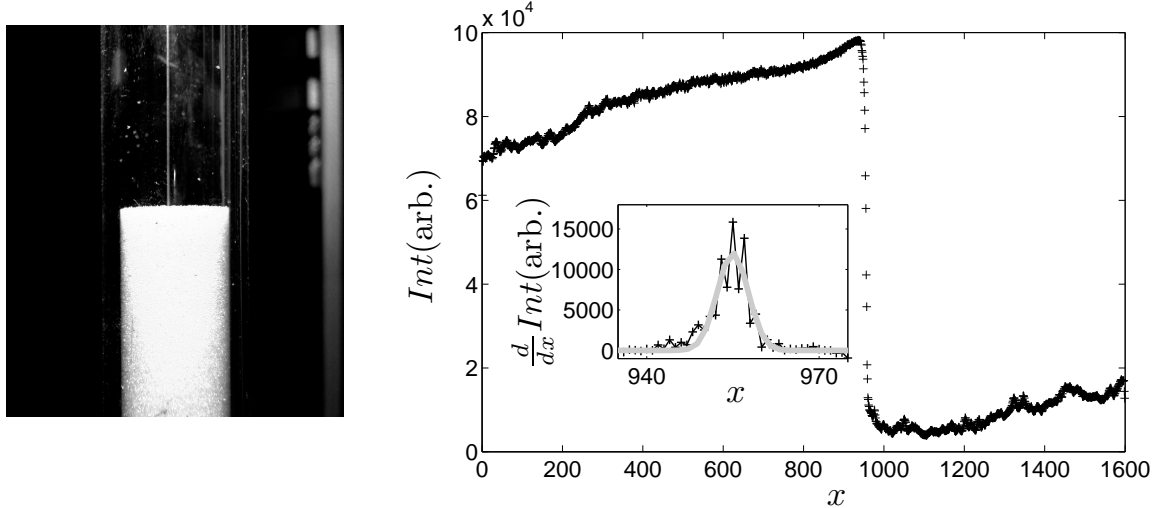


FIGURE 2.7 – A gauche, la photographie de la surface libre prise par la caméra 5. A droite, le profil d'intensité moyenne à l'altitude x en fonction de x [Encadré : la dérivée de ce profil (en noir) extrapolée par une gaussienne (en gris)].

avec celle calculée à la surface libre. On trouve que le déplacement mesuré sur les parois vaut environ 85% de celui correspondant à la surface libre. Cette différence peut s'expliquer de deux manières différentes :

- L'écoulement lent des grains dans le tube dépend de leurs positions radiales r . Dans notre expérience, le système glisserait plus lentement aux parois qu'au centre de la colonne. La vitesse d'écoulement de la surface libre représentant l'écoulement moyen serait donc plus rapide que celle mesurée à la paroi.
- la surface libre se déplace plus rapidement que le reste de la colonne sur une profondeur de l'ordre de la taille du tube [24]

De plus, on peut grâce à ce renseignement comparer quantitativement les déplacements aux hauteurs h_1, h_2, h_3, h_4 avec celui mesuré à la surface libre h_5 .

2.1.3 Les protocoles et l'acquisition

L'ensemble de l'expérience est contrôlé grâce à un programme Labview. La base de ce programme consiste à délivrer une tension sinusoïdale à partir d'une carte d'acquisition (National Instruments, PXIe-6124) pour contrôler l'amplitude et la fréquence des cycles de température. Les 5 caméras sont elles aussi interfacées grâce à Labview. On décide de prendre une image à

chaque cycle. Chaque image est enregistrée sur le disque dur de l'ordinateur et est traitée à la fin de l'expérience. Nous verrons par la suite que le protocole dépend du système étudié. La procédure usuelle est la suivante :

- On décompacte la colonne grâce à un flux d'air ascendant. Le niveau de la surface libre atteint juste après décompaction est fluctuant suivant les expériences.
- A ce stade, plusieurs méthodes ont été testées tout au long de la thèse. Nous verrons les limites de chacune d'elles au cours de la présentation des résultats.
 - Soit on applique les cycles de température dès le début de l'expérience (méthode 1)
 - Soit on commence à tasser la colonne par différentes sollicitations :
 - On compacte la colonne par l'application de cycles de température à haute fréquence 1Hz (méthode 2)
 - On compacte la colonne par de légères tapes appliquées par un vibreur électromagnétique. Un courant égal à celui présent dans le régime stationnaire du cas oscillant traverse le fil. Cela permet de s'affranchir des effets liés à l'instauration du régime permanent lors de l'application ultérieure des cycles de température. Les secousses mécaniques induisent la compaction de la colonne de grains. La variation de hauteur de la surface libre des grains est enregistrée en temps réel. Lorsqu'une hauteur de référence est atteinte, on passe à l'étape suivante du protocole. Cela nous permet de partir d'une hauteur initiale constante (méthode 3)
- Les cycles de température d'amplitude et de fréquence choisies sont appliqués. Si la fréquence de travail est de 0.1Hz, on image seulement la surface libre, car une période de 10 secondes n'est pas suffisante pour enregistrer les images des 5 caméras. Pour des fréquences inférieures, les images des 5 caméras sont enregistrées sur le disque dur.

2.2 Expériences préliminaires

2.2.1 Compaction par sauts

Rôle de l'amplitude des cycles de température

Il est connu dans la littérature qu'une amplitude de température croissante engendre une compaction plus efficace [17, 28]. Nous tenons tout d'abord à vérifier que notre système vérifie également cette propriété. Le fil simplement encastré aux deux extrémités, sans tension initiale à température am-

biente, chauffe de manière cyclique le matériau granulaire. Ces cycles thermiques sont appliqués dès le début de l'expérience (méthode 1). La caméra 5 enregistre la position de la surface libre à partir d'une hauteur constante définie arbitrairement. La position de la caméra 5 est telle que la résolution spatiale est de l'ordre de $25\mu\text{m}$ et la résolution temporelle est d'une mesure par cycle.

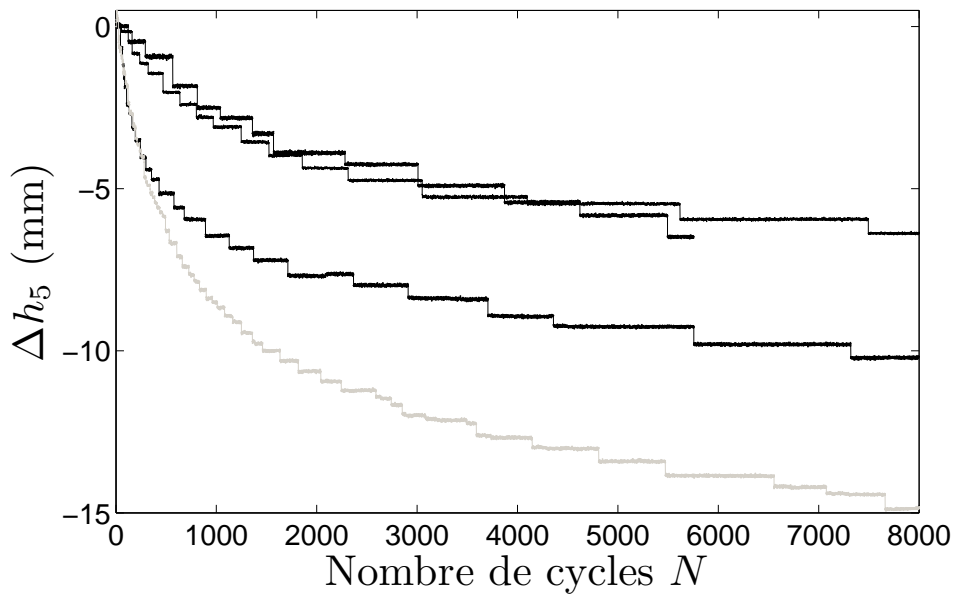


FIGURE 2.8 – Déplacement de la surface libre Δh_5 en fonction du nombre de cycles thermiques N . La fréquence de travail est 0.1 Hz. L'amplitude des cycles de courant imposé est 2 fois plus grande pour la courbe grise que pour les courbes noires. La méthode expérimentale utilisée est la méthode 1.

On suit, sur la figure 2.8, l'effondrement de la colonne de grains en fonction du nombre de cycles thermiques pour deux amplitudes différentes. La première constatation frappante est que le système se compacte de manière intermittente. La hauteur de la colonne ne change pas pendant l'application de plusieurs cycles thermiques, puis s'effondre sur une distance d de quelques centaines de microns au cours d'un cycle. La courbe d'évolution présente donc des paliers successifs de durée T espacés d'une distance d représentant un saut de compaction. On observe que la durée des paliers T augmente avec le temps depuis le début de l'expérience, alors que la taille typique des sauts d reste constante. Le système est donc de moins en moins sensible aux per-

turbations thermiques.

De plus, on remarque que d et T diminuent lorsque l'amplitude des cycles de température augmente. Ces deux effets contradictoires mènent cependant à une claire augmentation de l'efficacité de la compaction dans ce cas.

Rôle de la fréquence

La première motivation de ce travail est d'isoler l'effet proprement dû à la dilatation des grains de celui dû à la dilatation du récipient sur la compaction d'un matériau granulaire. Le fil simplement encastré à ses extrémités chauffe de manière cyclique le matériau granulaire. L'amplitude des cycles de température est de l'ordre de quelques degrés. Ces cycles thermiques sont appliqués dès le début de l'expérience (méthode 1). La caméra 5 enregistre la position de la surface libre à partir d'une hauteur constante choisie arbitrairement.

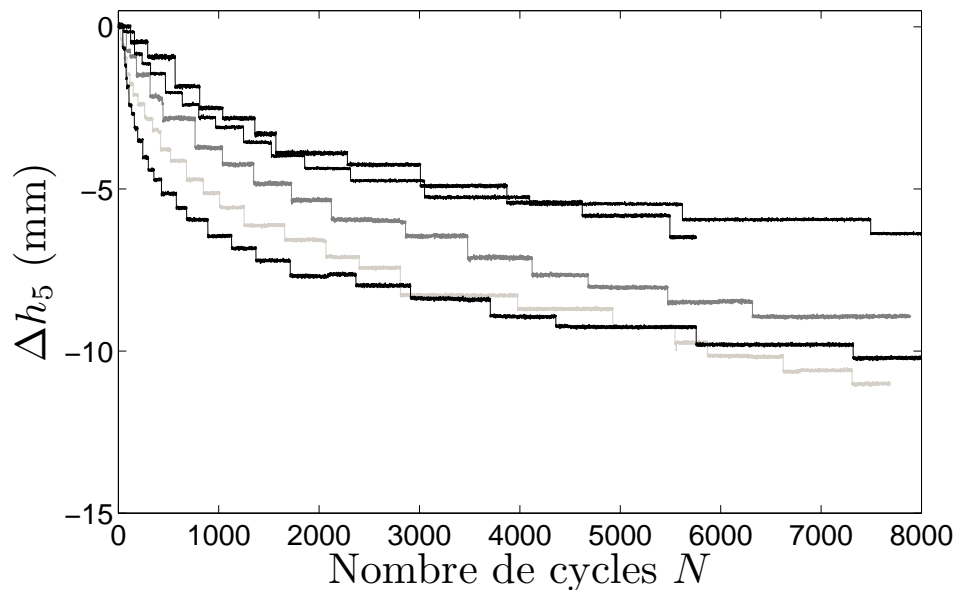


FIGURE 2.9 – Déplacement de la surface libre Δh_5 en fonction du nombre de cycles thermiques N . Les fréquences de travail sont 0.1 Hz (en noir), 0.03 Hz (en gris foncé), 0.01 Hz (en gris clair). L'amplitude des variations de courant est la même pour l'ensemble de ce jeu d'expériences. La méthode expérimentale utilisée est la méthode 1.

Sur la figure 2.9, on suit l'effondrement de la colonne granulaire en fonction du nombre de cycles thermiques pour différentes fréquences. On observe

tout d'abord que la compaction intermittente est observée à toutes les fréquences et que la taille moyenne d'un saut ne dépend pas de cette dernière. Une légère tendance suggère qu'une fréquence plus grande est moins efficace pour compacter le système. Compte tenu de la large dispersion des mesures pour une fréquence donnée, il est difficile de conclure quant à l'influence de la fréquence sur l'efficacité de la compaction. De plus, cette assertion est en contradiction avec les résultats et le scénario proposé par Divoux [26], suggérant que le cisaillement induit par cyclage thermique est responsable de la compaction du matériau granulaire. En suivant cette explication, comme une augmentation de la fréquence conduit à une diminution de la longueur l_p , on s'attend à observer une compaction plus efficace à haute fréquence, ce qui n'est manifestement pas le cas. Cela nous pousse à chercher les causes de ce désaccord :

- Le protocole expérimental utilisé est différent.
La forme générale d'une courbe de la compaction montre que le système n'est pas uniquement contrôlé par la compacité absolue. En effet, une translation de l'origine des temps t_c et de l'origine des déplacements de chaque courbe conduit à une meilleure reproductibilité des résultats (Fig. 2.10). t_c pourrait correspondre à la durée séparant le début de l'application des cycles de température et l'enregistrement de la hauteur de la colonne. Le système "vieillit" sous l'application des cycles de température indépendamment de sa compacité initiale [40].
- La compétition entre 2 effets contraires masque cet effet.
Lorsque la fréquence augmente, l'extension spatiale typique du profil de température diminue. Le volume des grains chauffés est donc plus petit, c'est-à-dire que la variation moyenne de la température sur le diamètre du tube est plus petite. Or nous avons montré au paragraphe précédent qu'une amplitude de température croissante engendre une compaction plus efficace. Cependant une longueur typique l_p plus petite implique un gradient de température plus grand et donc un cisaillement important. C'est ainsi qu'il est possible de comprendre la difficulté de distinguer l'effet d'un changement de fréquence sur la compaction du matériau granulaire.
- On travaille à puissance imposée.
Pour une amplitude des variations de puissance injectée par effet Joule constante $2RI_0I_1$, les variations de température du fil engendrées sont plus grandes à mesure que la fréquence diminue. Mais la profondeur de pénétration l_p est plus grande conduisant à un cisaillement plus petit.

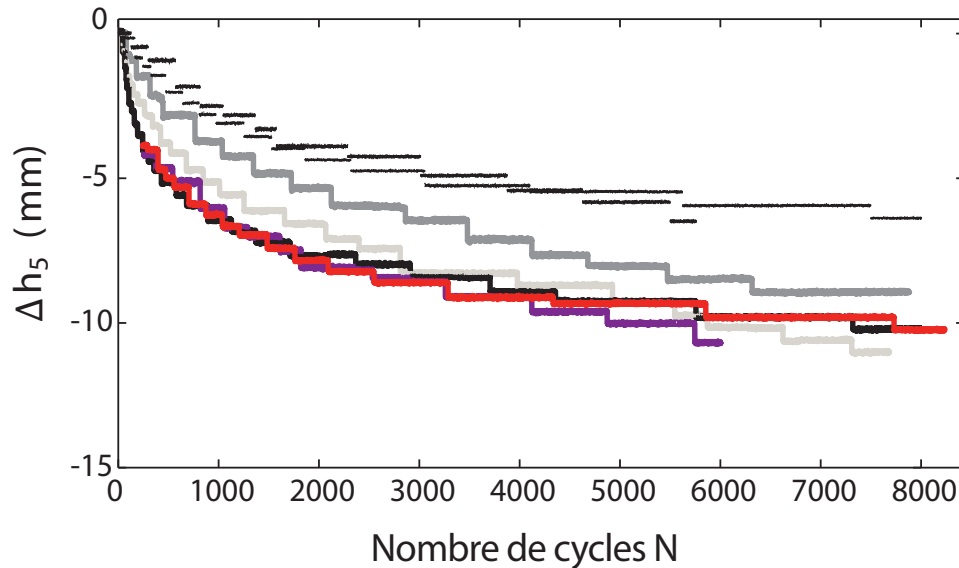


FIGURE 2.10 – Déplacement de la surface libre Δh_5 en fonction du nombre de cycles thermiques N . Les fréquences de travail sont 0.1 Hz (en noir, en rouge, en bleu), 0.03 Hz (en gris foncé), 0.01 Hz (en gris clair). Les points de départ des courbes rouge et bleue sont choisis librement pour obtenir une meilleure reproductibilité des résultats. L'amplitude des variations de courant est la même pour l'ensemble de ce jeu d'expériences. La méthode expérimentale utilisée est la méthode 1.

Là encore les effets sont contradictoires. Nous prendrons garde désormais à ajuster préalablement l'amplitude et la fréquence des cycles de courant imposées pour garder une amplitude des variations de température égale à toute fréquence.

- Le cisaillement mécanique appliqué par le fil chauffant masque l'effet proprement dû aux cycles de température. Sous l'effet des variations de température, le fil se dilate et se contracte, imposant un cisaillement mécanique périodique au matériau, non plus à la paroi du tube comme c'était le cas dans les expériences de Divoux [26, 27] mais sur l'axe du système. L'effet observé peut être dû à ce cisaillement extérieur.

Dans la suite, nous allons tenter de discriminer les effets de chacun de ces mécanismes potentiels.

Effet de la fréquence à compacité contrôlée

Dans ce paragraphe, on utilise la méthode de préparation consistant à déclencher les cycles de température lorsque la hauteur de la colonne atteint une valeur préalablement choisie arbitrairement (méthode 2). La colonne se compacte initialement sous l'effet des cycles de courant de haute fréquence identique pour toutes les expériences présentées ci-dessous. Au début de l'enregistrement, la texturation de ces systèmes due à ces cycles de température est donc équivalente. On s'affranchit ainsi de cet effet sur leurs dynamiques ultérieures.

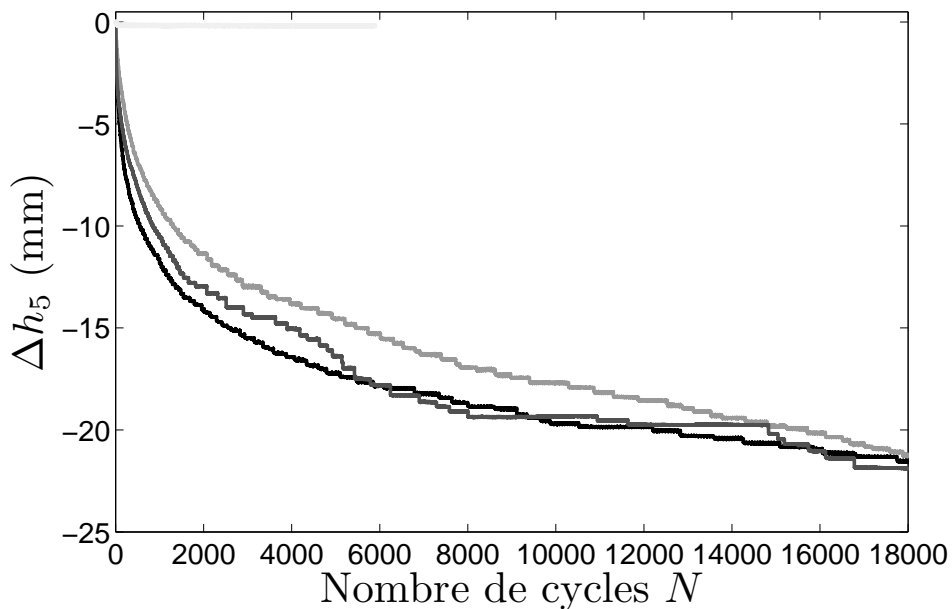


FIGURE 2.11 – Déplacement de la surface libre Δh_5 en fonction du nombre de cycle N pour différentes fréquences (en gris et noir $f=0.02\text{Hz}$, en gris foncé, $f=0.005\text{Hz}$). L'amplitude pic à pic des cycles de température est de 10°C . En écreu, nous vérifions qu'en l'absence de cycle thermique, aucune compaction n'est observée.

On suit, sur la figure 2.11, l'effondrement de la colonne de grains en fonction du nombre de cycles thermiques pour différentes fréquences de cycles de température. On vérifie tout d'abord que lorsqu'il n'y a pas de cycle de température, la colonne ne se compacte pas. On réalise 2 expériences dans des conditions expérimentales similaires afin de connaître le degré de reproductibilité de l'expérience (les expériences présentées à 0.02Hz durent plus de 10

jours). On mène ensuite une expérience à une fréquence plus basse. Il n'est pas possible de distinguer la courbe de compaction obtenue à cette fréquence de la courbe de compaction moyenne pour $f = 0.02\text{Hz}$. On en déduit que si la fréquence a une influence sur l'efficacité de la compaction, elle est très faible.

Ces courbes attirent notre attention sur un autre point. On observe que la compaction est initialement continue à l'échelle du cycle thermique, c'est-à-dire qu'il y a un effondrement par cycle. Puis la colonne se compacte en suivant une dynamique intermittente, la durée T des paliers étant de plus en plus grande. Le système devient donc de moins en moins sensible à l'application des cycles thermiques. La figure 2.12 compare l'émergence du régime intermittent pour 2 expériences différentes réalisées dans les mêmes conditions expérimentales. Elle montre que le régime intermittent apparaît après un nombre de cycles donné, plutôt qu'à une compacité donnée.

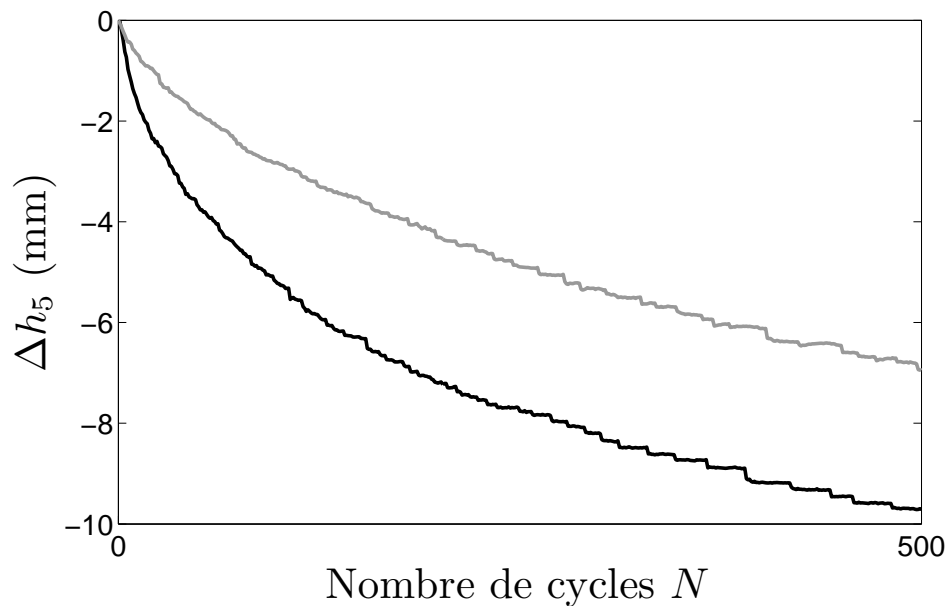


FIGURE 2.12 – Déplacement de la surface libre Δh_5 en fonction du nombre de cycle N à temps court pour une fréquence $f=0.02\text{Hz}$ à une amplitude de cycle de température pic à pic d'environ 10°C .

Pour une fréquence plus petite, le nombre de cycles nécessaire à l'instauration de ce régime intermittent est plus long (Fig. 2.13). On peut interpréter ce résultat de la manière suivante : en diminuant la fréquence, on altère une

zone de plus en plus grande (de taille l_p) dans laquelle le matériau se texture. La texturation sur une zone plus grande demande un nombre de cycles plus grand.

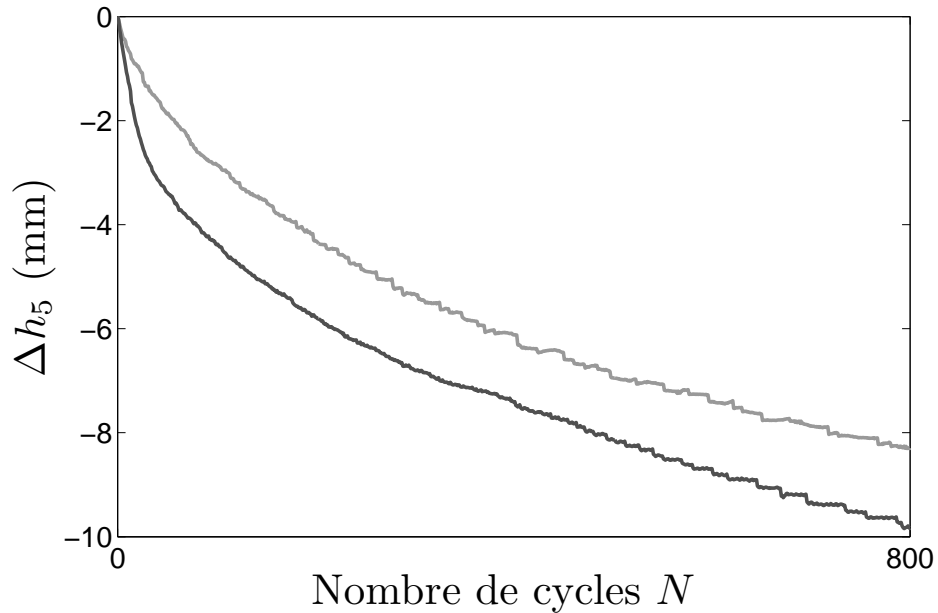


FIGURE 2.13 – Déplacement de la surface libre Δh_5 en fonction du nombre de cycle N à temps court pour une fréquence $f=0.02\text{Hz}$ (en gris) et pour une fréquence $f=0.005\text{Hz}$ (en noir) à une amplitude de cycle de température pic à pic d'environ 10°C .

Ces deux résultats corroborent donc la proposition faite au paragraphe précédent concernant la texturation progressive du matériau granulaire sous l'effet de l'application des cycles de température.

2.2.2 Texturation

Une autre façon de montrer que le système se texture sous l'effet de l'application répétée des cycles de température consiste à étudier sa réponse à une perturbation mécanique. Nous réalisons l'expérience suivante. Une masse de quelques centaines de gramme est pendue au bas du fil chauffant. Il est également fixé fermement en haut de la colonne. Ainsi le fil se dilate proportionnellement à la distance à ce point fixe. Cela concentre les effets de

cisaillement mécanique dans la partie basse de la colonne. On applique des cycles de température tout au long de cette expérience. Au nombre de cycles $N \sim 6500$, le fil auquel la masse est pendue se casse. Le fil est alors fixé aux deux extrémités de la colonne. Lors des dilatations et contractions successives, il se déplace entre les grains. On observe l'influence de cette perturbation sur la compaction de la colonne de grains (Fig. 2.14).

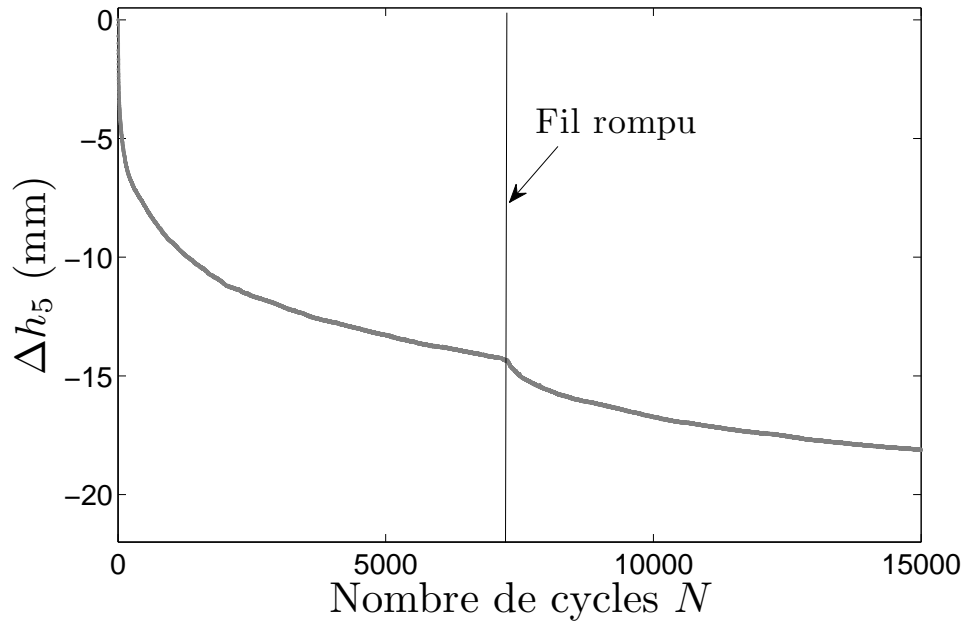


FIGURE 2.14 – Déplacement de la surface libre Δh_5 en fonction du nombre de cycle N à une fréquence de 0.02Hz pour une amplitude de cycle de température pic à pic d'environ 10°C. Une masse de quelques centaines de grammes est pendue au bas du fil pour le maintenir sous tension. A $N \sim 6500$ le fil est rompu, changeant le cisaillement appliqué par fil.

Au moment de la rupture brutale du fil, on n'observe aucun changement brutal de la hauteur de la colonne de grains. La perturbation mécanique occasionnée n'est donc pas suffisamment forte pour réorganiser les grains. Il est bon ici de calculer l'ordre de grandeur du déplacement du fil au moment de sa rupture. Pour cela, il est nécessaire d'estimer la constante de raideur k du fil métallique. Le fil est constitué de Nickel de module d'Young $Y = 2.14 \times 10^{11}$ Pa de diamètre $250 \mu\text{m}$, d'environ 1.5 m de longueur. Ainsi la constante de raideur du matériau est $k = \frac{YS}{l}$, $k = 2.14 \times 10^{11} \times \pi \times (125 \times 10^{-4})^2 / 1.5 \sim 7.10^3 \text{N.m}^{-1}$. Une masse d'une centaine de grammes provoque un allongement par rapport

à sa longueur à vide Δl de quelques centaines de microns. Lors de la rupture du fil, le déplacement occasionné, inférieur au millimètre à son extrémité mouvante, ne suffit pas à déstabiliser le système. Cependant on observe que la compaction des grains s'accélère sur une plage de temps longue (environ 1000 cycles). Le temps de réponse du système est très grand devant le temps de rupture du fil. Cela montre que le matériau granulaire se texture sur une échelle de temps longue sous l'application des variations de température et que cette texture est extrêmement sensible aux perturbations mécaniques induites sur le système. Cela corrobore les résultats présentés plus haut mettant en lumière le rôle de la texturation du matériau granulaire sous l'application des cycles de température. On remarque de plus que cette observation expérimentale fait écho à la compaction sous cycle de cisaillement périodique réalisé par Nicolas et al [60]. Les auteurs observent une compaction très lente correspondant à l'agencement progressif des grains. Un changement brutal de l'amplitude des cycles de cisaillement crée du désordre dans cet empilement. Ceci est observé par des variations brutales de compacité. Les variations de compacité sont proportionnelles à la variation de l'amplitude des cycles de cisaillement ($\Delta\phi = -\alpha\Delta\theta$ avec $\alpha=1.45.10^{-3}$). On comprend alors qu'une variation de cisaillement $\frac{\Delta l}{kd}$ (kd représentant la largeur de la bande de cisaillement du matériau granulaire, avec k le nombre de couches impliquées et d le diamètre des grains) d'au maximum $\frac{1}{5}$ ne conduise pas à la création de désordre. Ce qu'il y a par contre de très surprenant, c'est de voir le système rajeunir subitement. En effet ce dernier devient subitement "plus" sensible à l'application des cycles de température.

2.2.3 Perturbation mécanique

Au cours de l'étude précédente, nous avons vu qu'une perturbation mécanique est capable d'induire un changement dans la dynamique du système. Nous cherchons ici à étudier l'efficacité de la compaction pour différentes conditions mécaniques imposées au fil chauffant.

3 méthodes de sollicitations mécaniques sont comparées :

- Lors de la préparation du dispositif expérimental, le fil est fixé à ses deux extrémités, sans tension initiale, à la température ambiante T_0 . Pendant les expériences, la température du fil est toujours supérieure à T_0 et le fil reste continûment sans tension. Les variations de longueur associées aux variations de température sont réparties tout au long du fil dans des mouvements latéraux hors de l'axe (situation 1).

- Le fil est fixé fermement en haut de la colonne, alors qu’une masse de quelques centaines de grammes est accrochée en bas. Dans ces conditions, le déplacement vertical du fil est proportionnel à la distance au point d’ancrage. Le cisaillement mécanique imposé par le fil est donc maximal à la base de la colonne granulaire (situation 2).
- Le fil est fixé en bas et est tendu au moyen d’un ressort dans la partie supérieure. Dans ce cas, le point fixe de la dilatation du fil métallique se trouve en bas de la colonne et le cisaillement mécanique imposé par le fil est proportionnel à la distance au bas de la colonne.
En effet, la constante de raideur du ressort utilisé est de l’ordre de 10^3N.m^{-1} et le ressort est allongé lors de la préparation du système expérimental afin qu’il reste en tension tout au long des expériences. Comme la constante de raideur du fil k est d’environ $7 \times 10^3 \text{N.m}^{-1}$, lors de la dilatation thermique du fil ($\Delta l \sim 100 \mu\text{m}$), le ressort adapte sa longueur pour vérifier l’équilibre mécanique du système. De plus le ressort est suffisamment raide pour que la force élastique qu’il applique au fil domine les forces de friction appliquées par les grains sur ce dernier. Dans cette situation, le cisaillement mécanique imposé sur l’axe de la colonne est bien maximal au sommet (situation 3).

On observe, sur la figure 2.15, les courbes d’évolution de la hauteur de la colonne en fonction du nombre de cycles N pour ces trois conditions mécaniques. On remarque tout d’abord que le cisaillement mécanique influence de manière importante la dynamique de compaction de la colonne. Plus précisément, lorsque le cisaillement est localisé sur la partie basse de la colonne, le système se compacte plus rapidement que lorsque le cisaillement est concentré sur la partie haute de la colonne. De plus, en optimisant la résolution de la mesure (qq microns) et en choisissant une amplitude de température grande ($\Delta T = 10 \text{K}$) et une fréquence basse ($f = 0.005 \text{Hz}$) pour augmenter la dilatation de l’empilement (de l’ordre de $\kappa_g \times \Delta T \times h = 30 \mu\text{m}$), nous n’observons pas de dilatation de la surface libre.

L’interprétation proposée de ce résultat est la suivante : lors d’une augmentation de la température, la contrainte moyenne dans le matériau augmente puisque les grains se dilatent dans un volume imposé. Ainsi, la force de friction entre le fil et les grains augmente lors des échauffements. Au contraire, lors de la diminution de la température, la force de friction diminue. Ainsi, le déplacement vers le bas, lors d’un échauffement, du fil tendu par une masse est plus efficace pour déplacer les grains vers le bas que le déplacement vers le bas, lors d’un refroidissement, du fil tendu en haut par le ressort. Au contraire, lors d’un refroidissement, le fil qui se déplace vers le

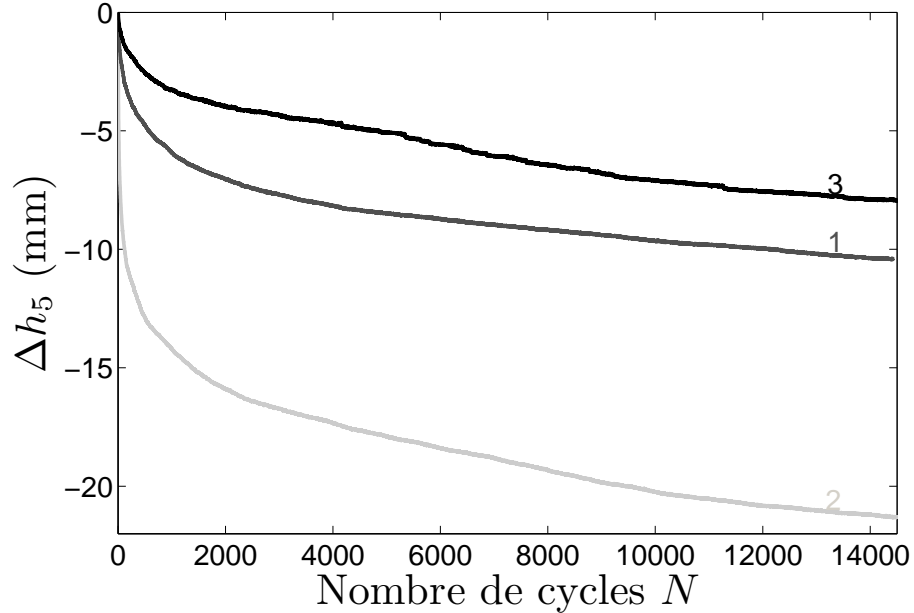


FIGURE 2.15 – Déplacement de la surface libre Δh_5 en fonction du nombre de cycle N à une fréquence de 0.02Hz pour une amplitude de cycle de température pic à pic d'environ 10°C pour différents cisaillement mécanique induits. En gris clair (2), une masse d'une centaine de grammes est pendue au bas du fil. En gris foncé (1), le fil lâche est fixé aux deux extrémités de la colonne. En noir, le fil (3) est tendu à l'aide d'un ressort placé en haut de la colonne.

haut dans la région inférieure de la colonne est peu efficace pour entraîner les grains vers le haut alors que le fil tendu par le ressort est efficace pour entraîner les grains dans son mouvement ascendant. On comprend ainsi pourquoi la compaction est beaucoup plus efficace pour le fil encastré en haut et tendu par la masse.

Quelques ordres de grandeur sont ici nécessaires pour valider ce scénario. Nous voulons estimer les variations de contraintes engendrées par les cycles de température. Pour cela, nous devons estimer le module d'Young du matériau granulaire Y_g . L'expression de la vitesse de propagation des ondes de compression dans un matériau est donnée par $c = \sqrt{\frac{Y_g}{\rho}}$ avec ρ sa masse volumique. Dans un matériau granulaire, c et ρ sont respectivement de l'ordre de $50\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$ et de $2000\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$. Le module d'Young typique de l'empilement est alors $Y_g \sim c^2\rho \sim 5 \times 10^6\text{Pa}$. Ainsi lors d'un échauffement moyen ΔT , l'accroissement de la pression normale moyenne engendrée par le tube sur

le milieu granulaire est estimé à $Y\kappa\Delta T \sim 5.10^6 \times 4.10^{-6} \Delta T \sim 20\Delta T \text{Pa}$. Cette contrainte normale engendrée par une dilatation thermique est à comparer à la contrainte normale moyenne au repos imposée par le récipient sur le matériau granulaire. Elle équivaut au poids de grains contenus dans une colonne de diamètre D_v (D_v étant le diamètre de la colonne en verre) et de hauteur D_v également [29], c'est-à-dire $\rho g D_v \sim 2000 \times 10 \times 15.10^{-3} \sim 300 \text{Pa}$. Pour des variations de température moyenne de quelques degrés, la contrainte normale oscille relativement à sa valeur au repos de quelques dizaines de pourcents. Il n'est donc pas aberrant de croire que le matériau granulaire est entraîné préférentiellement par le mouvement du fil lorsque la température du milieu granulaire est dans une alternance positive. Dans ce scénario, la situation 1 pour laquelle le fil induit un cisaillement de plus faible amplitude, constitue une situation intermédiaire. C'est ce qu'on observe expérimentalement sur la figure 2.15.

2.2.4 Sans perturbation mécanique

Au cours des expériences précédentes, nous avons mis en évidence le rôle des perturbations mécaniques engendrées par le fil sur l'efficacité de la compaction du matériau granulaire d'une part et sur la texturation du système d'autre part. Lorsque nous avons accroché un ressort au bout du fil chauffant, nous avons pris garde à choisir un ressort de constante de raideur suffisamment importante pour le maintenir sous tension mais suffisamment faible afin d'observer une elongation du fil. Garder le fil tendu même lorsque sa longueur naturelle (c'est-à-dire sa longueur sans tension) change et imposer un déplacement nul à ces deux extrémités sont les 2 conditions permettant d'annuler ses déplacements verticaux tout au long de la colonne et de minimiser les perturbations mécaniques. Expérimentalement, nous décidons de réaliser cette condition, en fixant simplement le fil tendu à chaud aux 2 extrémités de la colonne. Grâce à cette méthode, on réduit de manière drastique les perturbations engendrées par le fil. En effet, lorsqu'il est fixé aux 2 extrémités sans être préalablement tendu, le déplacement typique engendré sur sa longueur est $L\kappa\Delta T$. Ce déplacement induit une contrainte de cisaillement cyclique d'amplitude égale à $\frac{LK\Delta T}{kd}$, kd représentant la longueur de la bande de cisaillement d'un matériau granulaire. A cette contrainte cisailante s'ajoute la contrainte compressive due à la dilatation radiale. Ce déplacement $r\kappa\Delta T$ conduit à une contrainte compressive de l'ordre de $\kappa\Delta T$. Dans le cas du fil sous contrainte, on élimine la contrainte cisailante, en gardant seulement la contrainte compressive constante. Par cette méthode on réduit les perturbations mécaniques induites par le fil d'un facteur $\frac{L}{kd} \sim 100$.

Munis de cette nouvelle méthode, nous étudions à nouveau la dynamique

de compaction du matériau granulaire, plus précisément l'effet de la fréquence sur l'efficacité de la compaction. La méthode utilisée consiste à appliquer les cycles de température dès le début de l'expérience et à déclencher l'enregistrement à partir d'une certaine hauteur (méthode 1).

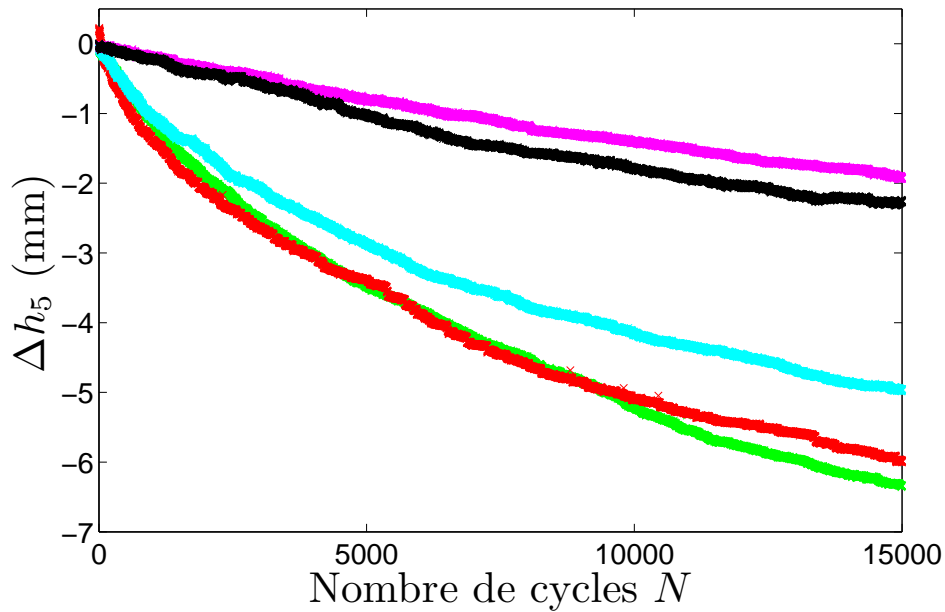


FIGURE 2.16 – Déplacement de la surface libre Δh_5 en fonction du nombre de cycles N à différentes fréquences de cycle ($f=0.01\text{Hz}$ en rouge, $f=0.02\text{Hz}$ en vert, $f=0.025\text{Hz}$ en cyan, $f=0.03\text{Hz}$ en noir, $f=0.05\text{Hz}$ en violet) pour une amplitude de cycle de température pic à pic d'environ 10°C . Le fil est sous tension, encastré aux deux extrémités de la colonne.

Le premier résultat important est que pour les 5 fréquences testées, le matériau granulaire se compacte en "l'absence" de perturbations mécaniques (Fig.2.16). La forme des courbes de compaction est très similaire à celle obtenue dans les expériences précédentes réalisées en présence de perturbations mécaniques. Un décalage de l'origine des temps permettrait également de superposer les courbes obtenues. Cela montre que la hauteur initiale de la colonne lorsque les cycles de température sont appliqués est d'une importance capitale. Il est connu que pour une compaction par tapping [61] ou par cisaillement [60], la densité moyenne ne suffit pas à décrire la sensibilité du système à une perturbation. Son histoire est un paramètre essentiel à sa caractérisation. Nous montrons ici que la compaction par dilatation thermique

partage cette caractéristique également.

Pour s'affranchir de "l'histoire thermique du système", deux options sont alors possibles :

-On applique directement les cycles de température après décompaction et on regarde l'effondrement du système à partir de cette hauteur initiale quelconque. Nous observons sur la figure 2.17 que pour une même fréquence, les courbes de compaction du système sont également largement distribuées, si bien que l'effet de la fréquence est noyé dans ce bruit. On ne peut donc pas conclure sur la dépendance de l'efficacité de la compaction avec la fréquence. On remarque tout de même sur l'encadré de cette figure que le déplacement de la surface libre après 10000 cycles thermiques est corrélé avec la hauteur initiale de la colonne. Plus la colonne est initialement décompactée, plus la vitesse de compaction moyenne du système est grande. La compacité initiale de l'empilement est donc un paramètre contrôlant la sensibilité du système à des cycles de température.

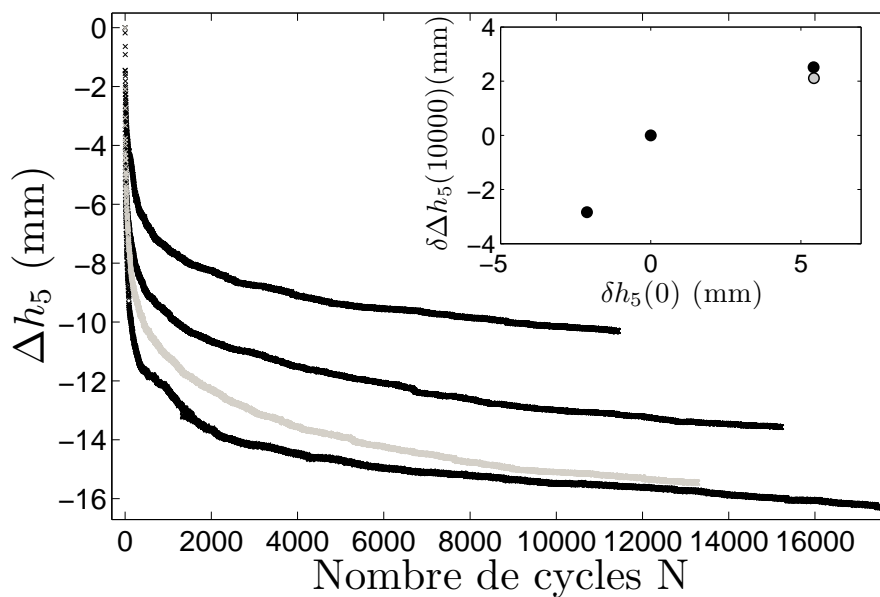


FIGURE 2.17 – Déplacement de la surface libre Δh_5 en fonction du nombre de cycles N à différentes fréquences de cycle ($f=0.1\text{Hz}$ en noir, $f=0.025\text{Hz}$ en gris) pour une amplitude de cycle de température pic à pic d'environ 7.6°C . Le fil est sous tension, encastré aux deux extrémités de la colonne.

-On compacte le matériau jusqu'à une hauteur définie à partir de laquelle on déclenche les cycles de température. Nous explorons plus en détail cette deuxième option.

Hauteur contrôlée

Afin de déclencher le système à la même hauteur et à une texture équivalente d'un point de vue des cycles thermiques, nous utilisons un vibreur électromagnétique pour que la colonne se compacte jusqu'à une hauteur désirée. Nous étudions le rôle de la fréquence sur la vitesse de compaction

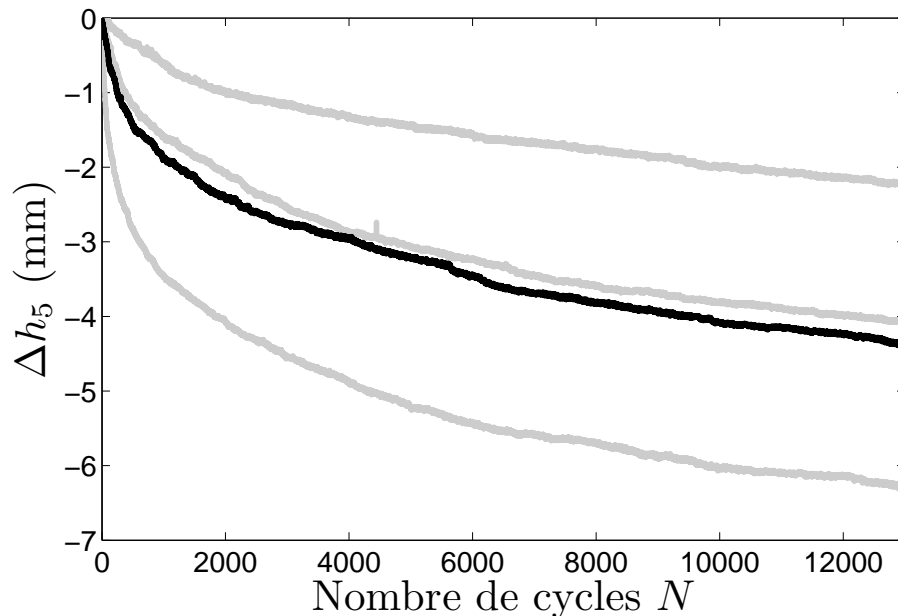


FIGURE 2.18 – Déplacement de la surface libre Δh_5 en fonction du nombre de cycle N à différentes fréquences de cycle ($f=0.1\text{Hz}$ en gris, $f=0.05\text{Hz}$ en noir) pour une amplitude de cycle de température pic à pic d'environ 7.6°C . Le fil est fixé à chaud aux 2 extrémités de la colonne rendant ainsi les effets de cisaillement mécanique par le fil négligeable. La colonne est compactée initialement à l'aide d'un tapeur électromagnétique pour éviter la texturation due à l'application des cycles thermiques

de la colonne. Les résultats présentés sur la figure 2.18 nous montrent qu'il est difficile de conclure sur l'importance de la fréquence des cycles de température dans l'efficacité de la compaction. Une étude statistique n'est pas

envisageable parce qu'à la fréquence la plus grande, l'expérience dure déjà 36 heures.

Nous décidons tout de même d'explorer plus en détail cette absence de reproductibilité en répétant cette expérience 10 fois dans des conditions expérimentales similaires. La hauteur de la colonne de grains est également enregistrée au cours des secousses mécaniques (Fig. 2.19). La figure 2.20 présente les

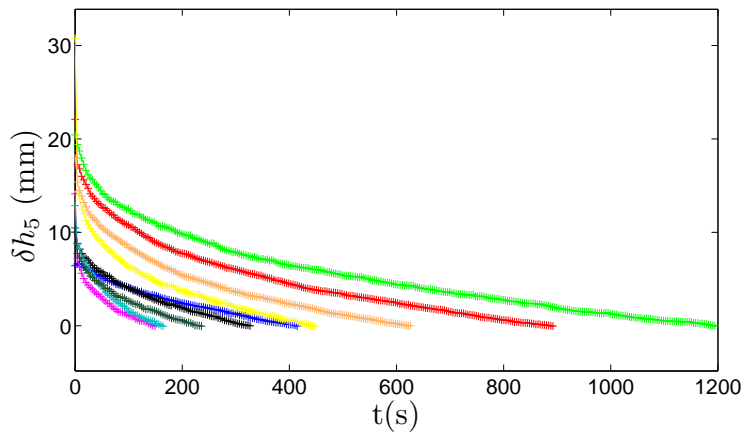


FIGURE 2.19 – Déplacement relatif de la surface libre δh_5 en fonction du temps en secondes lors de l'application des secousses mécaniques préalables aux cyclages thermiques. Encadré : Différence des déplacements relatifs après 10000 cycles thermiques en fonction de la hauteur relative de l'empilement au début de l'expérience

résultats de dix expériences similaires. On observe que les courbes de compaction peuvent avoir une vitesse variant du simple au double, conduisant à une hauteur finale largement distribuée autour de la valeur moyenne. Tracant la vitesse de compaction à l'instant où la surface libre atteint la hauteur désirée en fonction de l'effondrement de la colonne de grains après 4000 cycles thermiques (on aurait pu tracer la hauteur après quelques vibrations mécaniques en fonction de l'effondrement de la colonne de grains après 4000 cycles thermiques), on observe une forte corrélation entre ces 2 quantités (Fig.2.21). Les secousses induites par le vibreur électromagnétique préparent certes le système à compacité initiale égale mais ce paramètre ne suffit pas à définir l'état du système. La forte corrélation mise en évidence entre la vitesse de compaction avant l'application des cycles et la hauteur de la colonne de grains après 4000 cycles nous pousse à croire que ce seul paramètre peut contrôler la dynamique de compaction ultérieure.

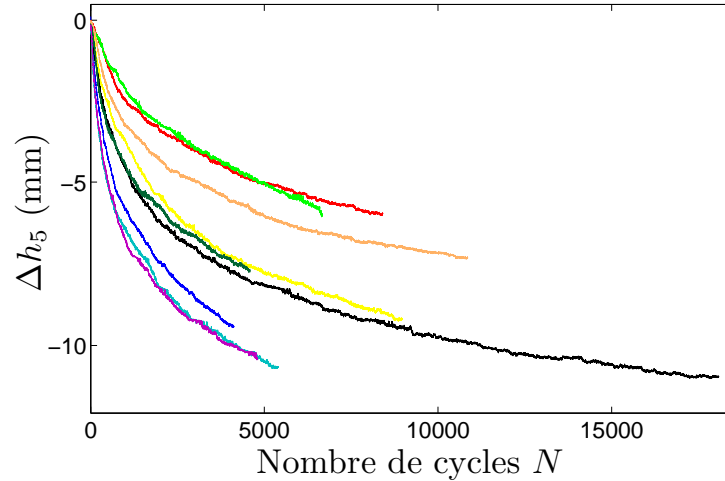


FIGURE 2.20 – 10 courbes de compaction pour une colonne soumise à des cycles de température d'amplitude $\Delta T = 7.6^\circ C$ et de fréquence $f = 0.1 Hz$ déclenchés à la même hauteur après application de secousses électromagnétiques représentant le déplacement de la surface libre Δh_5 en fonction du nombre de cycles N .

A susceptibilité contrôlée ?

La vitesse de compaction caractérise la susceptibilité de l'empilement à une perturbation extérieure. On décide donc d'appliquer les cycles de température non pas à compacité égale mais à variation de compacité égale. On compacte la colonne par secousses mécaniques jusqu'à ce que la vitesse de compaction de l'empilement soit plus faible qu'une valeur choisie arbitrairement (Fig. 2.22). La figure 2.23 montre que dans ces conditions les résultats sont eux aussi très largement distribués. Grâce à cette expérience on remarque également qu'une forte corrélation existe entre l'effondrement de la colonne après l'application de 1000 cycles thermiques et la hauteur relative de la colonne au départ du déclenchement des cycles (Fig. 2.24). La vitesse de compaction initiale (ou la susceptibilité) est certes un paramètre crucial, mais tout de même insuffisant pour caractériser à lui seul la dynamique du système. Il en ressort donc que la dynamique de compaction est sensible au minimum à la densité initiale et à la susceptibilité initiale de l'empilement. Il est donc vraiment difficile, voire impossible, d'obtenir une condition initiale reproductible. On pourrait tenter d'obtenir des systèmes de même compacité et susceptibilité en multipliant les essais mais la durée de la phase de pré-

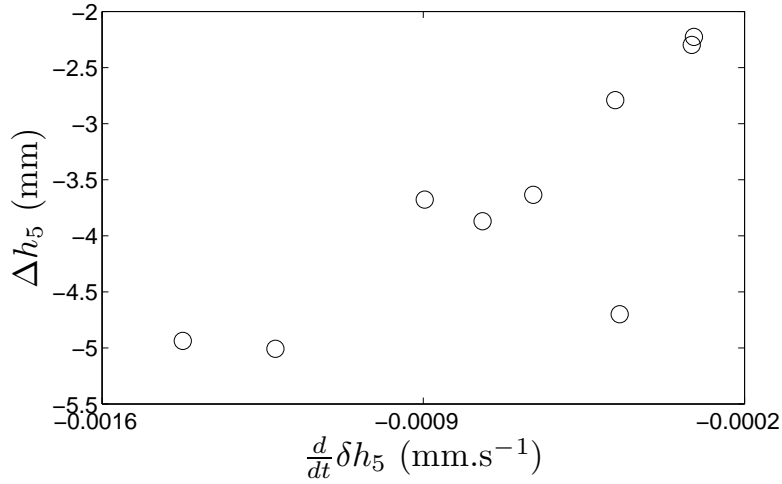


FIGURE 2.21 – Déplacement de la surface libre Δh_5 après 4000 cycles thermiques en fonction de la vitesse de compaction avant l'application des cycles thermiques $\frac{d\delta h_5}{dt}$

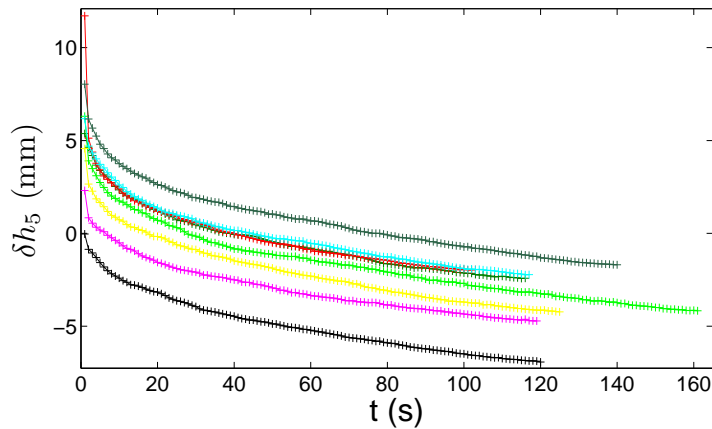


FIGURE 2.22 – Hauteur relative de la surface libre δh_5 en fonction du temps en secondes lors de l'application des secousses électromagnétiques préalables aux cyclages thermiques

paration rend la chose difficile en pratique. De plus, c'est seulement dans le meilleur des cas, que seuls ces deux paramètres suffiraient à contrôler la loi de compaction du système.

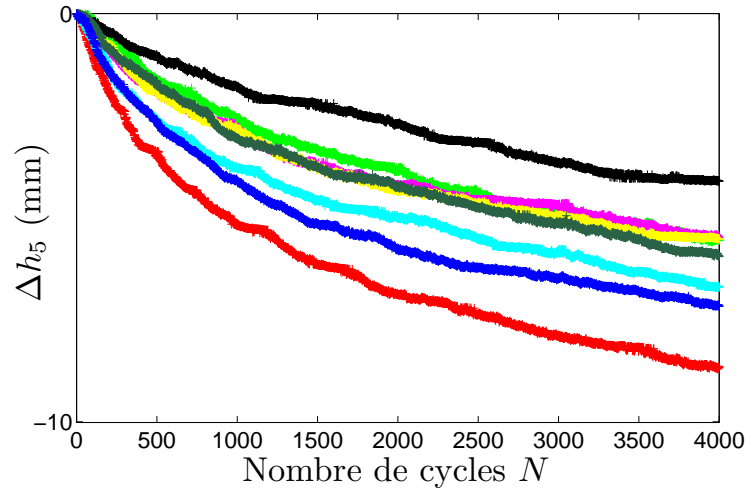


FIGURE 2.23 – 10 courbes de compaction pour une colonne soumise à des cycles de température d'amplitude $\Delta T = 7.6^\circ C$ et de fréquence $f = 0.1 Hz$ déclenchés à la même valeur de la susceptibilité aux secousses mécaniques, représentant l'effondrement relatif de la surface libre Δh_5 en fonction du nombre de cycle N .

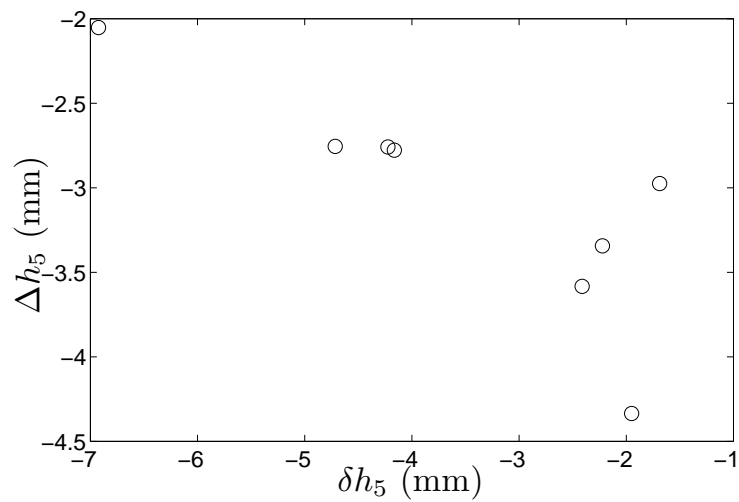


FIGURE 2.24 – Déplacement de la surface libre Δh_5 après 1000 cycles thermiques en fonction de la hauteur relative δh_5 juste avant l'application des cycles

Loi modèle pour la compaction thermique

A l'instar de ce qui a été fait pour les secousses mécaniques [43, 64], on peut ajuster à une des courbes expérimentales typiques les lois modèles d'évolution de la compaction en fonction du nombre de perturbations N . Nous essayons deux types de fonction :

- Une exponentielle étirée [64]

$$\Phi(N) = \Phi_\infty - (\Phi_\infty - \Phi_0) \exp \left[- \left(\frac{N}{N_f} \right)^\beta \right]$$

avec N_f , β et Φ_∞ des paramètres ajustables.

- Une fonction variant avec l'inverse du logarithme du nombre de cycles N [43]

$$\Phi(N) = \Phi_\infty - \frac{\Phi_\infty - \Phi_0}{1 + A \ln(1 + BN)}$$

avec A , B et Φ_∞ des paramètres ajustables

La loi en $\frac{1}{\ln(N)}$ peut être retrouvée par un modèle de parking dont l'idée principale est celle de frustration géométrique [46]. A mesure que l'empilement se compacte, l'espace de vide nécessaire au déplacement des grains a une probabilité d'occurrence de plus en plus faible. La loi en exponentielle étirée résulte de l'équilibre de ce même ralentissement avec un courant de recirculation tendant à décompacter le système. Cette recirculation est observée dans l'empilement lorsque le nombre de grains compris dans une largeur de colonne est de l'ordre de 100 [64]. Rappelons ici que nous utilisons des grains de diamètre moyen égal à $500\mu\text{m}$ pour une colonne de 1.5 cm de diamètre. Il y a donc une trentaine de grains dans la largeur de la colonne.

Lorsque le matériau granulaire est compacté par des secousses mécaniques manuelles, la compacité stationnaire Φ_s obtenue est de 0.6273. Nous considérons que $\Phi_s = \Phi_\infty$. Dans notre expérience $\Phi_0 = 0.6042$. Les 2 courbes sont ajoutées aux mesures expérimentales sur la figure 2.25. On remarque (Fig.2.25) que la compaction thermique respecte une dynamique proche d'une loi en $\frac{1}{\ln N}$. La courbe de compaction par cyclage thermique est similaire à celle de la compaction induite par secousses mécaniques. Elle résulte donc certainement d'un mécanisme comparable. La caractéristique principale de cette dynamique de compaction est son extrême lenteur (une variation de compacité de 0.003 est obtenue après 12000 cycles thermiques). Effectuer des changements de température constitue donc une méthode de sollicitation extrêmement douce.

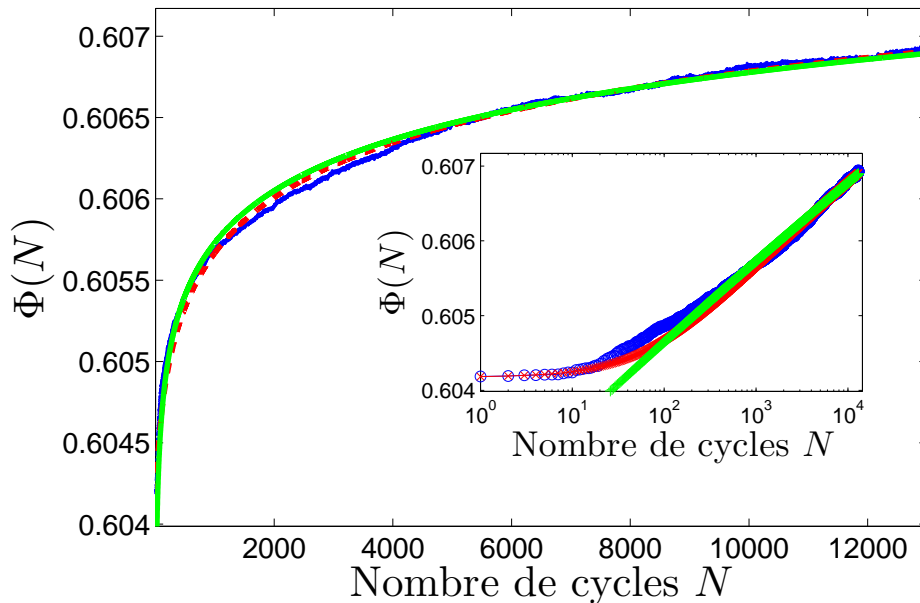


FIGURE 2.25 – Compacité de l'empilement en fonction du nombre de cycles thermiques pour une colonne soumise à des cycles de température d'amplitude $\Delta T=7.6^{\circ}\text{C}$ et de fréquence $f=0.1\text{Hz}$ amenée à la compacité initiale par secousses mécaniques (en bleu). Deux courbes maîtresses sont ajustées aux points expérimentaux (en rouge une fonction variant en $\frac{1}{\ln N}$, en vert une exponentielle étirée [Encadré : Les points expérimentaux et les courbes maîtresses en échelle lin log])

2.2.5 Bilan

Il est bon ici de récapituler les premiers enseignements de ces expériences et de rappeler la question à laquelle nous essayons de répondre.

Nous avons appris que :

- Les perturbations mécaniques imposées par le fil sont responsables d'une partie de la compaction du matériau granulaire. En testant différentes conditions mécaniques appliquées au fil, nous avons mis en évidence une manière de nous affranchir du cisaillement induit par ce dernier.
- Appliquer des cycles de température au matériau granulaire uniquement (le récipient n'est pas chauffé) engendre sa compaction. La dy-

namique d'évolution de la compacité d'une colonne de grains évolue proportionnellement à l'inverse du logarithme du nombre de cycle. Les variations de compacité observées après plus de 10000 cycles thermiques sont de moins de 1% pour des colonnes de compacité initiale valant approximativement 60.4%. Pour comparaison, la compacité maximale de l'empilement obtenue après tapping manuel est de 62.7%

- Le matériau granulaire est extrêmement sensible à l'histoire de ses perturbations. Il se texture sous l'application des cycles de température. Cette texture dépend plutôt du nombre de cycles appliqués que de la compacité absolue du matériau. De plus elle est très sensible à une perturbation mécanique.
- Le matériau granulaire se compacte plus rapidement pour des cycles de température de grande amplitude.

On veut connaître qui du gradient thermique et/ou de la température homogène provoque la compaction de la colonne de grains. Les résultats précédents montrent que l'effet recherché est masqué par la grande dispersion des mesures pour des conditions expérimentales similaires. Pour contourner cette difficulté nous allons solliciter la même colonne de grains avec des perturbations cycliques variant au cours de la même expérience. On s'affranchit ainsi des conditions initiales très variables lors de la préparation de la colonne.

2.3 Réponses

2.3.1 Réponse à un changement d'amplitude

Nous soumettons une même colonne de grains à des cycles de température dont l'amplitude est variée par paliers successifs, d'abord augmentée puis ramenée à l'amplitude initiale. Nous observons la réponse du système à ces changements de conditions de chauffage. Compte tenu de la durée de l'expérience (50 000 cycles), nous travaillons à la fréquence la plus élevée 0.1Hz. L'expérience dure 6 jours. Le fil est tendu à chaud afin de limiter l'influence des perturbations mécaniques sur la compaction du système. On sonde la compaction d'une colonne sous l'effet des cycles de température intrinsèques au matériau granulaire.

On observe sur la figure 2.26 que des cycles de température de plus grande amplitude conduisent à une vitesse de compaction plus élevée. Ce résultat est en accord avec les résultats présents dans la littérature [17, 28] lorsque le matériau granulaire et son récipient sont tous deux soumis à des cycles

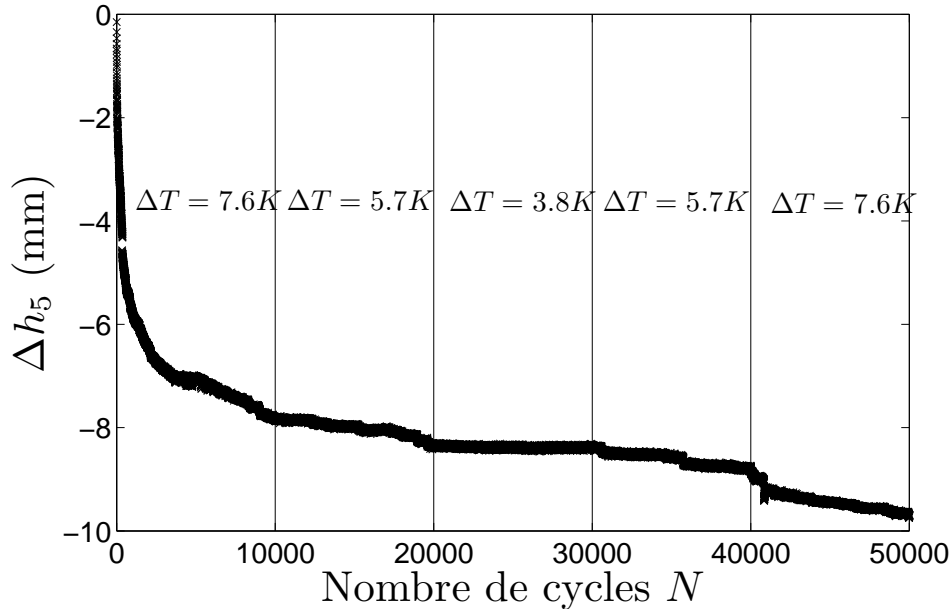


FIGURE 2.26 – Déplacement de la surface libre Δh_5 en fonction du nombre de cycles N . Tous les 10 000 cycles l'amplitude des cycles de température est changée à fréquence constante $f=0.1\text{Hz}$

de température. De plus, on note que pour une amplitude de cycle de température inférieure à environ 4 degrés, la compaction s'arrête. Bien qu'une comparaison *stricto sensu* ne soit pas possible compte tenu des différences entre les systèmes considérés, cette transition entre mouvement et arrêt à amplitude de température finie fait écho à la température critique observée par Divoux [26] entre compaction continue et compaction intermittente d'une part, et à la température critique observée lors de l'étude d'un système frictionnel modèle sur un plan incliné d'autre part [9](Chapitre III).

2.3.2 Réponse à un changement de fréquence

Une étude similaire peut être menée en fréquence. En se plaçant dans des conditions similaires à celles de l'expérience précédente, on perturbe le système en changeant soudainement la fréquence des cycles de température. Un soin particulier est pris pour ajuster l'amplitude des cycles d'intensité afin de conserver une amplitude des cycles de température constante quelle que soit la fréquence. Ce réglage nous permet de sonder le rôle de la fréquence

des cycles sur l'efficacité de la compaction granulaire en gardant les effets mécaniques résiduels constants.

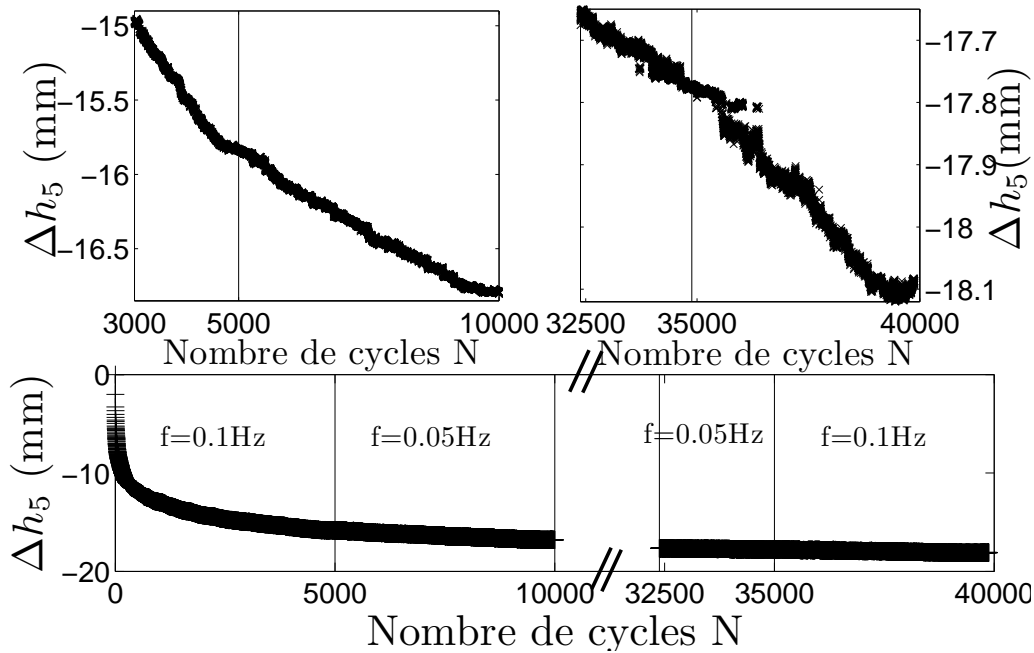


FIGURE 2.27 – Déplacement de la surface libre Δh_5 en fonction du nombre de cycles N pour différentes fréquences et pour une amplitude des cycles de température constante de 7.6°C .

On observe sur la figure 2.27 que la diminution brutale de la fréquence conduit à une diminution brutale de la vitesse d'écoulement et que, réciproquement, une augmentation de la fréquence conduit à une augmentation de la vitesse de fluage. Rappelons tout de même que l'effet que l'on cherche à mesurer est faible. C'est ce que nous ont enseigné les expériences préliminaires présentées précédemment. Ici la principale difficulté réside dans la forme naturelle de la courbe de compaction. Sa courbure masque les possibles changements de pente. Outre cela, nous avons vu le rôle crucial joué par la texturation. Il est possible ici que ce que nous observons ne soient que les effets d'un régime transitoire ou alors extrêmement dépendant de l'enchaînement des sollicitations appliquées au matériau granulaire [39]. La persistance du changement de pente sur 5000 cycles nous conforte cependant dans l'idée que nous sommes dans un régime de compaction établi. Quant à la deuxième interrogation, il serait nécessaire de tester la robustesse de ce résultat en changeant l'histoire des sollicitations appliquées à la colonne.

Dans ces conditions, cette expérience permet d'affirmer qu'une augmentation de la fréquence des cycles de température améliore l'efficacité de la compaction. Ce résultat confirme donc que le cisaillement est responsable de la déstabilisation de la colonne de grains.

2.3.3 Dynamique à différentes hauteurs

La dernière question à laquelle nous aimerions répondre est celle de la dynamique de compaction à différentes hauteurs dans la colonne. Jusqu'à présent nous avons regardé uniquement le niveau de la surface libre. Nous allons mesurer maintenant les déplacements à 5 hauteurs différentes. La résolution temporelle de la mesure est limitée par le temps d'enregistrement des photographies prises aux 5 hauteurs. Une image ne peut être prise et enregistrée en moins de 3 secondes. Nous travaillerons donc à une fréquence de 0.02Hz pour prendre une image à chaque hauteur à chaque cycle. Nous présentons 2 expériences : une sans dilatation du fil (Fig. 2.29) et une pour le fil sans tension initiale (Fig. 2.28).

On remarque tout d'abord que la taille des sauts dans les deux expériences est très différente. Dans un cas, leur taille typique est de quelques centaines de microns, alors que dans l'autre cas, la taille des sauts est de 10 microns, tout juste détectable pour la résolution de notre méthode de mesure (la compaction s'apparente dans ce cas à une compaction continue). Nous remarquons sur plusieurs expériences que la dynamique par "saut" correspond à une compaction proportionnelle à la hauteur. Cela signifierait alors que le matériau se compacte de manière homogène tout au long de la colonne. Dans le cas d'une dynamique de compaction continue, la surface libre se compacte bien plus rapidement à la surface libre qu'aux autres hauteurs. Ni la compacité initiale, ni la préparation initiale du système, ni les conditions de tension du fil, ni la taille des grains, ni l'amplitude ou la fréquence des cycles de température ne contrôlent cette caractéristique de la dynamique. En effet, dans des conditions expérimentales similaires, nous observons aussi bien un régime ou l'autre. Cette différence qualitative entre ces deux types d'écoulement reste donc inexpliquée. Nous pensons que l'écoulement continu est associé à un matériau "ancien" et l'écoulement par saut à un matériau "jeune". En effet, les "vieux" échantillons sont constitués de billes moins rugueuses et "pollués" par de petites particules (jouant ensuite le rôle de lubrifiant pour les contacts solides) apparaissant par abrasion [7, 69].

Au delà de cette différence, le point commun frappant entre ces deux dynamiques de compaction est la corrélation des événements de glissements à différentes hauteurs. Plus précisément la colonne se compacte par sauts

et ces sauts sont simultanés à l'échelle d'un cycle. La dynamique intermittente observée jusqu'à lors à la surface libre uniquement n'est pas due à la remontée progressive de bulles de densité. Dans une colonne de grains stable de rapport d'aspect similaire, il peut y avoir des variations de compacité de l'ordre de 2% [7]. Les zones de faibles densité constituent ce qu'on dénomme des bulles de densité. Dans notre expérience, on voit remonter ces bulles lors de la décompaction de la colonne de grains par injection d'air comprimé. Il est donc très peu probable que la colonne soit préparée dans un état de compacité homogène. Dans ce cas, les zones de faible densité se déstabiliseraient préférentiellement, conduisant à l'augmentation de la compacité de la colonne dans cette zone mais diminuant la compacité de la zone située immédiatement au dessus de la zone effondrée. La simultanéité des effondrements infirme cette hypothèse. Un réarrangement à un endroit de la colonne engendre un réorganisation de tout l'empilement. La colonne se comporte donc comme un empilement isostatique [56].

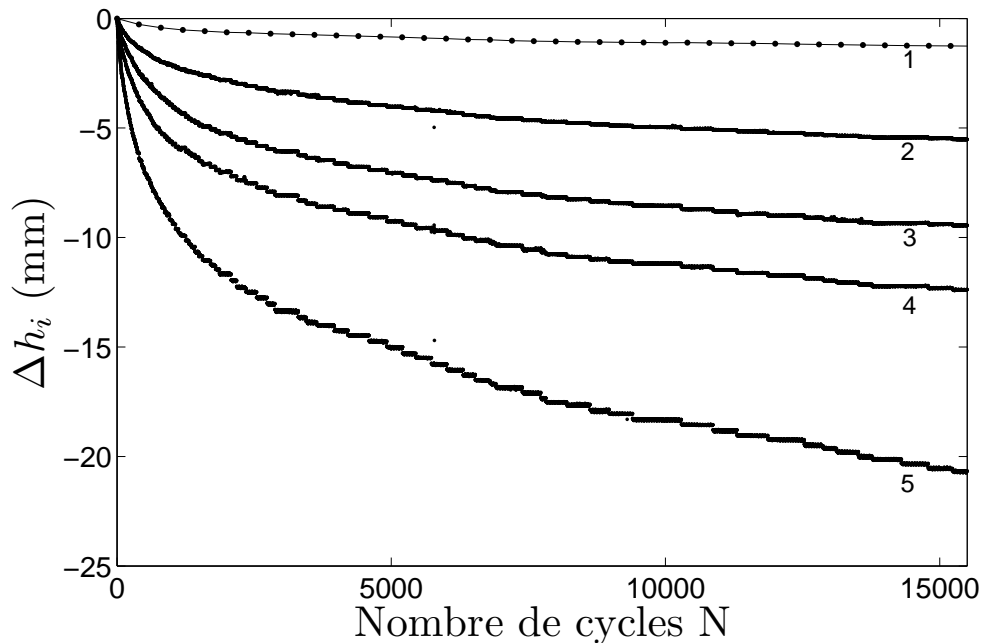


FIGURE 2.28 – Déplacement des grains aux différentes hauteurs Δh_i en fonction du nombre de cycles N . La fréquence et l'amplitude des cycles sont respectivement de 0.02Hz et de 10°C. Le fil est lâche.

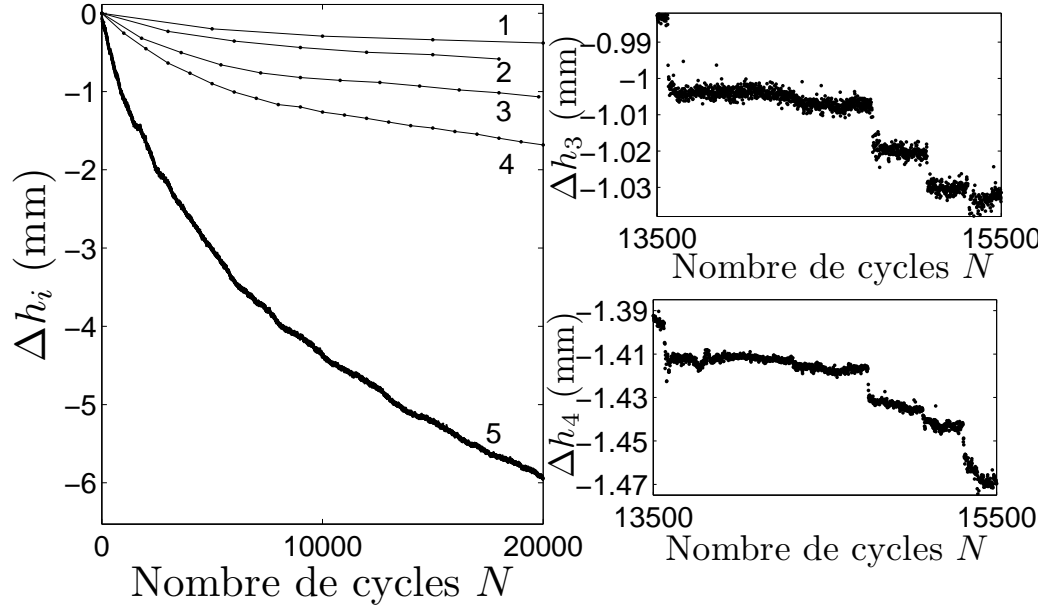


FIGURE 2.29 – Déplacement des grains aux différentes hauteurs Δh_i en fonction du nombre de cycle N . La fréquence et l'amplitude des cycles sont respectivement de 0.02Hz et de 10°C. Le fil est tendu.

2.4 Discussions et perspectives

2.4.1 Discussion des résultats

L'étude du fluage d'une colonne de matériau granulaire soumise à des cycles de température nous a permis de mettre en lumière plusieurs points concernant l'effet des variations de température sur les empilements granulaires.

Tout d'abord, nous avons pris soin de minimiser les perturbations mécaniques engendrées par le récipient. On a ainsi pu étudier la compaction des grains sous la seule influence de leurs dilatations. Le premier résultat marquant est que la colonne se compacte également dans ces conditions.

De plus, nous trouvons que la loi de compaction s'apparente à une loi d'évolution proportionnelle au logarithme du nombre de cycles N mettant en lumière le rôle crucial de la frustration géométrique dans ce type de compaction. Nous avons également montré que la dynamique de compaction du

système dépend de l'histoire des sollicitations. Le matériau se texture sous l'application des cycles de température et la seule donnée de la compacité ne suffit pas à définir son état. Le matériau vieillit.

Par ailleurs, nous observons deux types de compaction très différents : une compaction presque continue (des sauts de l'ordre de 10 μm sont observés) ou une compaction par sauts (la taille typique des sauts est de quelques centaines de microns). Dans les deux cas, ces événements de glissement sont observés simultanément à différentes hauteurs de la colonne (à la résolution temporelle d'un cycle thermique). La dynamique intermittente observée à la surface libre dans les expériences précédentes est donc observée de manière analogue dans l'ensemble de la hauteur de la colonne. Par conséquent, cette observation rejette le scénario expliquant la dynamique intermittente par la remontée de bulles de densité émergeant à la surface libre. De plus, on observe que lorsque la compaction est continue, les déplacements enregistrés aux différentes hauteurs ne sont pas proportionnels à celles ci, la surface libre se compactant bien plus rapidement que le reste du matériau dans le volume. En comparaison, lorsque la compaction suit une dynamique intermittente, la compaction de la colonne est homogène. Il reste cependant que les conditions d'observation d'un régime intermittent ou d'un régime continu ne sont pas clairement identifiées. Aucun des paramètres suivants : la taille des grains, la compacité initiale, la fréquence ou l'amplitude des cycles de température, la préparation initiale du système, les conditions de tension du fil, n'ont pu expliquer cette différence de comportement. Nous pensons que le changement de comportement est dû à l'usure des grains qui sont soumis à l'abrasion au cours de la préparation de la condition initiale et des expériences. Les échantillons "vieux" sont constitués de billes moins rugueuses et contiennent des petites particules résultant de l'abrasion des grains, changeant les propriétés frictionnelles du matériau granulaire. Cette hypothèse reste à vérifier.

En outre, nous confirmons la caractéristique établie dans la communauté qu'une amplitude de cycles de température élevée rend la compaction plus efficace. Une transition entre écoulement et arrêt pour une amplitude finie des cycles de température est même observée.

Quant à l'influence de la fréquence, nos résultats montrent qu'une augmentation de la fréquence améliore l'efficacité de la compaction en accord avec le scénario proposé par Divoux [26]. Rappelons ce raisonnement ici. Le gradient thermique typique appliqué est donné par $\frac{\Delta T}{l_p} = \frac{\Delta T \sqrt{\omega}}{\sqrt{D}}$. Cela implique un déplacement différentiel sur la taille d'un grain de diamètre d de l'ordre de $\kappa d^2 \frac{\Delta T}{l_p}$. Pour une fréquence de 0.01 Hz, une différence de tempé-

rature d'un degré et un diamètre de grains de $500\mu\text{m}$, on trouve un déplacement typique de l'ordre de 2nm . Ce déplacement est comparable à la taille d'une aspérité [2]. Ainsi la compaction de la colonne serait due à la reptation d'une aspérité à l'autre des grains en contact. Une expérience qualitative supplémentaire permet de confirmer ce mécanisme. On étudie pour le même protocole expérimental (fil tendu à chaud, compacité initiale, amplitude et fréquence des cycles d'intensité égales) la dynamique de compaction de la colonne pour 2 tailles de grains différentes ($d_1=250\text{-}400\mu\text{m}$, $d_2=425\text{-}600\mu\text{m}$) (Fig. 2.30). On observe que les grains de plus petit diamètre ne bougent pas. On en déduit que la dilatation de longueur occasionnée par le gradient thermique sur la taille d'un grain devient plus petite que la longueur typique d'une aspérité.

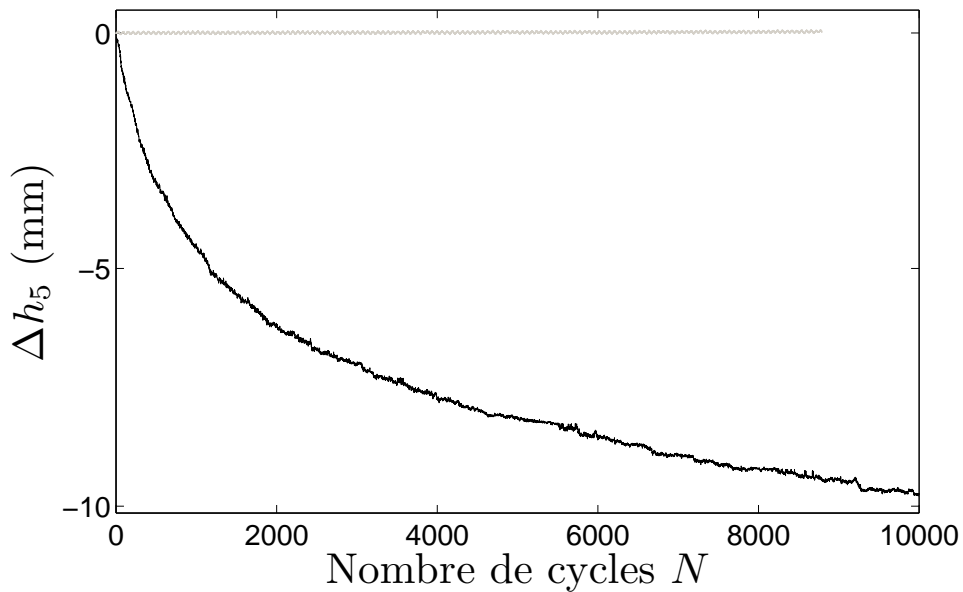


FIGURE 2.30 – Déplacement de la surface libre Δh_5 en fonction du nombre de cycles N pour des grains de diamètre $d_1=250\text{-}400\mu\text{m}$ (en gris) et $d_2=425\text{-}600\mu\text{m}$ (en noir). L'amplitude ($I_1=0.9\text{A}$) et la fréquence ($f=0.1\text{Hz}$) des cycles d'intensité sont les mêmes. La compacité initiale est également la même.

2.4.2 Perspectives

La dynamique de compaction de la colonne de grains soulève encore de nombreuses questions auxquelles nous aimerions répondre.

Nous avons montré que la loi de compaction intrinsèque des matériaux granulaires soumis à des cycles de température varie avec l'inverse du logarithme du nombre de perturbations. Nous aimerions comme pour la compaction par secousses mécaniques [43] relier les valeurs de paramètres libres de la courbe d'interpolation à la fréquence et à l'amplitude des cycles thermiques. Pour augmenter l'effet observé et noyer le large bruit des mesures dû à la préparation initiale et incontrôlable du système, nous voulons utiliser un fil résistif ($R \sim 10\Omega$). Cela nous permettra de garder la plus value de ce système qui permet de minimiser les effets mécaniques induits par le fil grâce à sa mise sous tension tout en augmentant les effets de la compaction thermique.

Nous avons observé que les effets de la fréquence sont très peu marqués sur la colonne. L'une des raisons avancées est la compétition entre deux effets déstabilisants. Le cisaillement est certes un moteur de la compaction mais les respirations thermiques peuvent elles aussi induire le mouvement des grains par des variations de la pression de confinement. Afin de s'affranchir des variations cycliques de pression de confinement, il est envisagé d'étudier le lent mouvement d'une couche de grains sur un plan incliné. Dans ce dispositif, la contrainte normale ne dépend plus des cycles de température, puisqu'elle se réduit au poids de la couche de grains. On peut ainsi étudier l'effet propre du cisaillement sur la stabilité d'un empilement granulaire. A cette occasion, nous pourrions utiliser ce dispositif de plan incliné pour regarder comment le matériau granulaire flue sous un cyclage thermique appliqué à sa surface libre. On contrôle par l'angle que fait le plan incliné avec l'horizontale, la criticalité de la couche de grains. Une lampe suffirait à créer des variations de température [10] sans induire de dilatation du récipient. Pour de fortes variations de température, on s'attend à trouver des résultats comparables à ceux mis en évidence lorsque ce même système est perturbé par des vibrations mécaniques [36]. La très douce sollicitation thermique nous permettrait également d'observer les réarrangements précurseurs à l'avalanche.

