

**2EME PARTIE :**

**REALISATION ET CARACTERISATION DES EMPILEMENTS**

## B. FABRICATION DES ECHANTILLONS

Le principe de réalisation des empilements consolidés consiste en un frittage partiel d'un empilement non consolidé de billes de verre de même diamètre. Deux procédés de fabrication, indépendants de la taille des billes utilisées, ont été mis au point : l'un au Laboratoire, l'autre au Laboratoire Central des Ponts et Chaussées (L.C.P.C.) avec lequel nous avons collaboré. Nous allons donc présenter les deux techniques proposées puis préciser les raisons qui nous ont conduits à n'en retenir qu'une seule.

### I. Procédés de fabrication des empilements consolidés

#### 1. Procédé utilisé au Laboratoire

##### a. Mise en forme

Après tamisage (à l'aide d'un pinceau), les billes de verre (environ 5 g) sont versées, à l'aide d'une spatule vibrante, à l'intérieur d'un moule en acier composé de trois éléments : la base, le cylindre évidé et le piston (Figure B.I.1.). L'empilement est ensuite légèrement tassé (en faisant heurter brutalement la base du moule sur une paroi). Le piston est ensuite placé sur l'empilement, exerçant sur ce dernier une légère pression (de l'ordre de 1,5 kPa). Le tout est ensuite placé à l'intérieur d'un four à moufle (HERAEUS M 110) à un endroit bien précis, identique d'un échantillon à l'autre, où il est soumis à un traitement thermique.

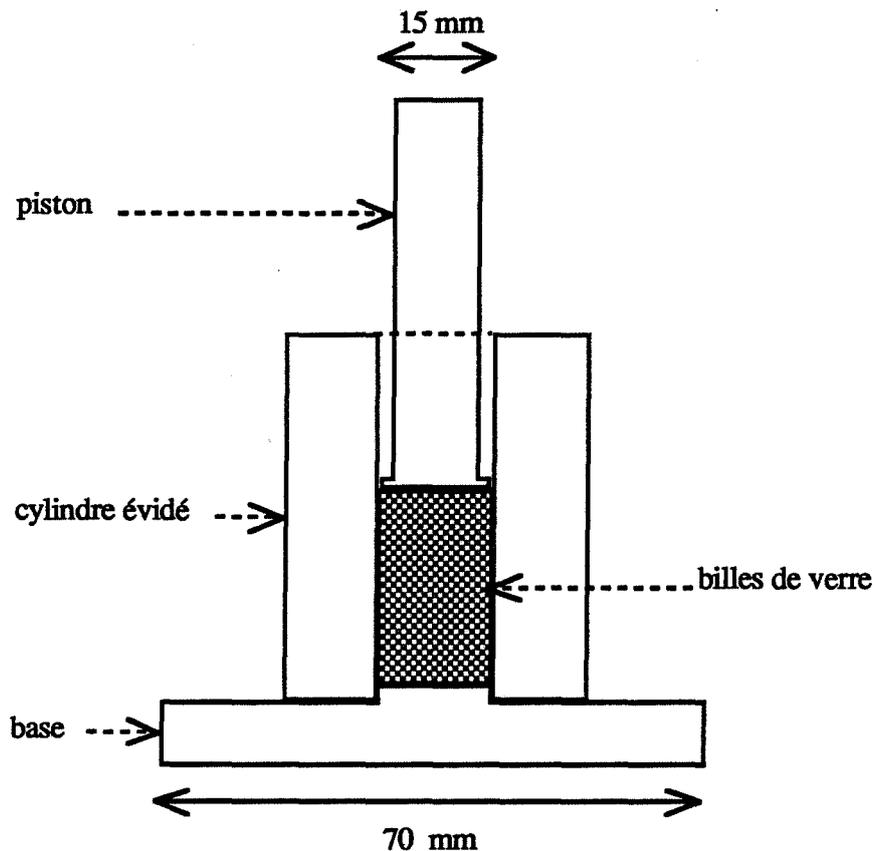
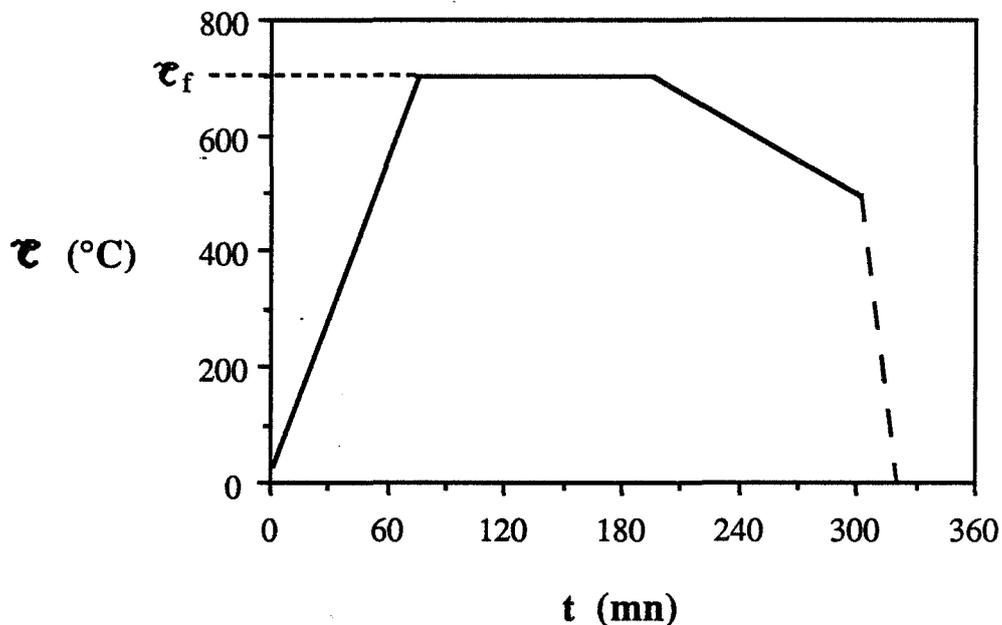


Figure B.I.1. : Coupe longitudinale du moule utilisé pour réaliser les empilements consolidés selon le procédé mis au point au Laboratoire.

### *b. Traitement thermique*

Ce dernier se déroule de la façon suivante (Figure B.I.2.) :

- un passage de la température ambiante à la température dite de frittage  $\tau_f$ , à la vitesse de  $9^\circ\text{C}/\text{mn}$ . La température de frittage est de  $673^\circ\text{C}$  (resp.  $700^\circ\text{C}$ ) pour les empilements réalisés à partir des billes de diamètre  $D_{p1}$  (resp.  $D_{p2}$ )
- un palier d'une durée variable de 0 à 8 h, à la température de frittage  $\tau_f$
- une diminution de la température, selon la vitesse de refroidissement maximale du four, jusqu'à  $500^\circ\text{C}$ . Le moule est alors retiré du four. Après refroidissement, le démoulage peut être effectué : le piston et la base se retirent facilement du cylindre évidé ; l'empilement, lui, reste attaché aux parois du cylindre : après avoir retiré la base, une force suffisante appliquée, à l'aide d'un étau, sur le piston permet de faire glisser l'empilement à l'extérieur du cylindre.



**Figure B.I.2. : Traitement thermique utilisé pour consolider, selon le protocole mis au point au Laboratoire, les empilements de billes de verre de diamètre  $D_{p2}$ .**

### *c. Caractéristiques géométriques de l'empilement*

Ainsi réalisé, l'empilement consolidé est un cylindre d'environ 2 cm de hauteur et de 1,5 cm de diamètre qui présente la particularité d'être déformé : le retrait provoqué par le frittage partiel ne s'effectuant certainement pas de façon homogène, l'échantillon est plus évasé du côté de la base que du côté du piston. D'autre part, pour des raisons probablement liées aux défauts d'empilement initiaux créés par les effets de paroi, il présente également deux régions privilégiées où sa résistance mécanique est plus faible qu'ailleurs ; l'opération de démoulage nécessitant l'application d'une force, elle provoque la séparation de ces zones privilégiées (un cône à chaque extrémité de l'empilement) du reste de l'empilement.

Après polissage grossier (au carbure de silicium 120) permettant d'obtenir des surfaces planes à chaque extrémité de l'empilement, l'échantillon est un cylindre de 1,5 cm de hauteur qui a un diamètre légèrement plus élevé du côté de la base que du côté du piston : l'écart entre ces deux diamètres est d'autant plus fort que le retrait total est important.

## 2. Procédé utilisé par le L.C.P.C.

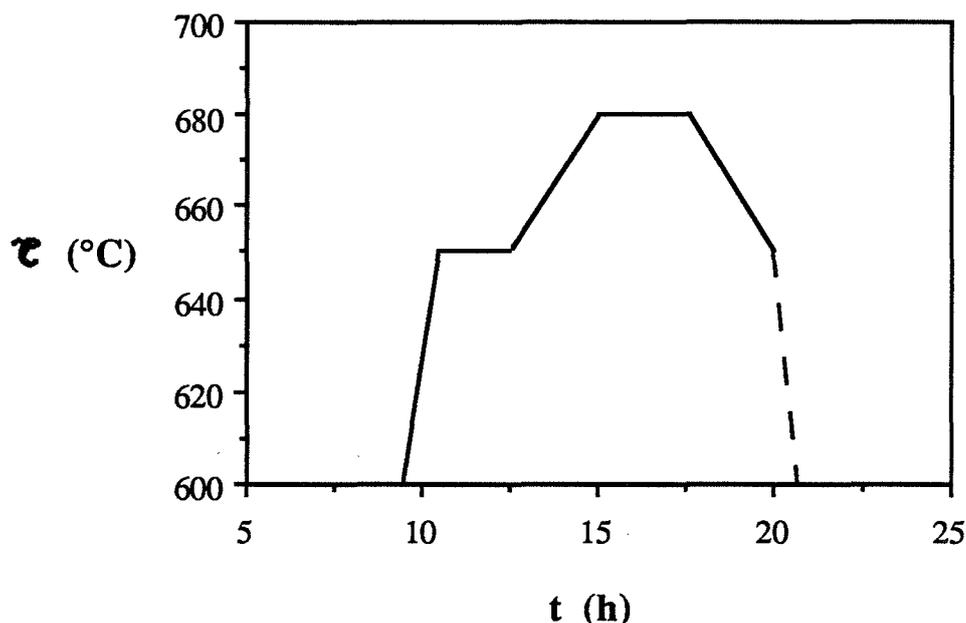
### a. Mise en forme

Après tamisage (automatique), les billes de verre sont introduites à l'intérieur d'un creuset cylindrique en graphite de 8 cm de diamètre et de 20 cm de hauteur. Contrairement au cas précédent, le mode de mise en place des billes est parfaitement contrôlé : le débit des particules tombant du réservoir d'alimentation est constant, et, par rotation du creuset et translation du réservoir, la hauteur de chute est constante (Gauthier). Dans ces conditions, nous pouvons supposer un empilement homogène des particules.

### b. Traitement thermique

Le creuset, muni de son couvercle, est placé dans un four à moufle (de taille suffisante pour y recevoir quatre creusets similaires occupant chacun une position fixée). Le traitement thermique auquel il est soumis, se compose (Figure B.I.3.) :

- d'une augmentation de la température, à la vitesse de  $1^{\circ}\text{C}/\text{mn}$ , jusqu'à une température  $\mathcal{T}_e$  inférieure de  $30^{\circ}\text{C}$  à la température de frittage  $\mathcal{T}_f$  ;
- d'un palier, d'une durée de 2h, destiné à équilibrer la température dans la totalité de l'échantillon ;
- d'une augmentation de la température, à la vitesse de  $0,2^{\circ}\text{C}/\text{mn}$ , jusqu'à la température de frittage. Cette faible vitesse réduit les écarts de température à l'intérieur de l'échantillon ;
- d'un palier à la température de frittage d'une durée comprise entre 0 et 12 heures. La température de frittage est de  $645^{\circ}\text{C}$  (resp.  $680^{\circ}\text{C}$ ) pour les empilements réalisés à partir des billes de diamètre  $D_{p1}$ , (resp.  $D_{p2}$ ) ;
- d'une diminution de la température, à la vitesse de  $0,2^{\circ}\text{C}/\text{mn}$ , jusqu'à  $\mathcal{T}_e$  ;
- d'une diminution de la température jusqu'à l'ambiante selon la vitesse de refroidissement du four (obtenue par coupure de l'alimentation).



**Figure B.I.3. :** Traitement thermique utilisé par le L.C.P.C. pour consolider les empilements de billes de verre de diamètre  $D_{p2}$  : le cycle total dure environ 48 heures.

### *c. Caractéristiques géométriques de l'empilement*

Les échantillons ainsi obtenus sont eux aussi légèrement plus larges en bas qu'en haut, permettant ainsi un démoulage n'engendrant aucune détérioration, ni de l'empilement, ni du creuset. Des échantillons parfaitement cylindriques de 1,5 cm de diamètre et de hauteur réglable (nous avons travaillé avec des hauteurs de 1 ou 2 cm) sont alors prélevés, par carottage, à l'intérieur des empilements et parallèlement à l'axe du cylindre. Ayant vérifié l'existence d'un gradient de porosité de bas en haut des empilements dont sont issus les carottages, les échantillons ainsi prélevés présentent un faible gradient de porosité.

## II. Echantillons étudiés

### 1. Choix du procédé de fabrication

La description faite ci-dessus de chacun des procédés de réalisation des échantillons fait apparaître clairement que la technique utilisée par le Laboratoire Central des Ponts et Chaussées conduit à des résultats meilleurs que ceux obtenus selon notre protocole :

- une géométrie de l'échantillon parfaitement définie
- une homogénéité plus grande dans la répartition des particules composant l'empilement initial
- un traitement thermique favorisant un retrait homogène.

Toutes ces raisons nous ont donc conduits à utiliser les échantillons fournis par le L.C.P.C. Notons cependant qu'une étude réalisée avec des échantillons fabriqués selon notre protocole opératoire (cf. § B.I.1.) a abouti à des résultats tout à fait similaires à ceux présentés par la suite (cf. § D., E. et F.) (Jacquet et Thomas).

## 2. Type d'échantillons analysés

Les résultats présentés par la suite (cf. § D., E. et F.) ont été obtenus à partir d'empilements consolidés, réalisés par le L.C.P.C. selon le protocole opératoire décrit précédemment (cf. § B.I.2.), constitués de billes de verre de même diamètre, dont les caractéristiques seront données plus loin (cf. § D.I.).

Deux séries d'échantillons notées I et II ont été étudiées : la série I regroupe les échantillons réalisés à partir des billes de diamètre  $D_{p1}$  ( $50 < D_{p1} < 62 \mu\text{m}$ ), la série II ceux réalisés à partir des billes de diamètre  $D_{p2}$  ( $290 < D_{p2} < 320 \mu\text{m}$ ). Dans chacune des séries, la porosité globale des empilements varie de 0,0 à 0,40 environ.

Tous les échantillons sont des cylindres de diamètre  $D = 1,5 \text{ cm}$  et de hauteur  $H = 2 \text{ cm}$ .

Seuls les échantillons de la première série présentant une faible porosité -inférieure à 0,20- ont une hauteur de 1 cm.

Notons également que chaque échantillon fourni a été caractérisé, au préalable, par le L.C.P.C. : nous disposons ainsi, pour chaque échantillon, d'une mesure de sa porosité  $\phi'$  obtenue par une technique de pesées.



## C. METHODES D'ANALYSE DE LA TEXTURE POREUSE

Nous avons vu dans la première partie (cf. § A.I.2.a. et II.2. et II.3.) que la caractérisation des écoulements dans les milieux poreux nécessitait la mesure de certaines grandeurs (porosité, surface spécifique, etc...) représentatives de la texture poreuse. Toutes ces grandeurs sont accessibles à la fois par analyse d'image (mesure directe) et par porosimétrie au mercure (mesure indirecte), deux techniques disponibles au laboratoire.

### I. Porosimétrie au mercure

#### 1. Principe

Le principe de cette technique est simple : un liquide non mouillant, comme le mercure, ne peut pénétrer à l'intérieur des pores, supposés cylindriques et de rayon d'entrée  $r_e$ , d'un matériau que sous l'effet d'une pression  $p$ . Celle-ci est d'autant plus forte que  $r_e$  est petit. Ces deux grandeurs sont reliées par la relation de Washburn et Jurin (Charpin J. et Rasneur B.) établie dans l'annexe 2.

$$p = 2 \frac{\gamma_0 \cos \theta}{r_e} \quad (\text{C.I.1.})$$

- où  $\gamma_0$  : est la tension superficielle du liquide  
 $p$  : est la pression appliquée  
 $\theta$  : est l'angle de contact du mercure  
 $r_e$  : est le rayon d'entrée d'un pore, supposée circulaire.

Une analyse par porosimétrie au mercure consiste donc à augmenter graduellement la pression du mercure de 10 Pa environ, à une pression maximale  $p_{\max}$  autour d'un échantillon de masse  $m_e$ . En faisant varier la pression de  $p_i$  à  $p_{i+1}$ , un volume ( $V_{p_{i+1}} - V_{p_i}$ ) de mercure a pénétré à l'intérieur du milieu poreux ;  $V_{p_i}$  est le volume poreux accessible par le mercure sous l'effet de la pression  $p_i$  : ces deux grandeurs sont mesurées (Figure C.I.1.). A partir de la courbe  $V_p(p)$  et de l'équation (C.I.1.), il est facile de déduire la variation de  $V_p$  en fonction de  $r_e$ , c'est-à-dire la distribution de taille de pores (Figure C.I.1.b.). Celle-ci va nous permettre d'accéder à différentes grandeurs caractéristiques de l'espace poreux.

#### 2. Grandeurs mesurées

##### a. La porosité

Mesurée par porosimétrie au mercure, elle sera notée  $\phi_{\text{Hg}}$ . Connaissant la densité  $D_e$  du matériau constituant le milieu poreux, et la masse  $m_e$  de l'échantillon analysé,  $\phi_{\text{Hg}}$  est calculée à partir de l'expression suivante :

$$\phi_{\text{Hg}} = \frac{\left( \frac{V_{p_{\max}}}{m_e} \right)}{\left( \frac{V_{p_{\max}}}{m_e} \right) + \frac{1}{D_e}} \quad (\text{C.I.2.})$$

dans laquelle  $V_{p_{\max}}$  est le volume total de mercure qui a pénétré dans le milieu.

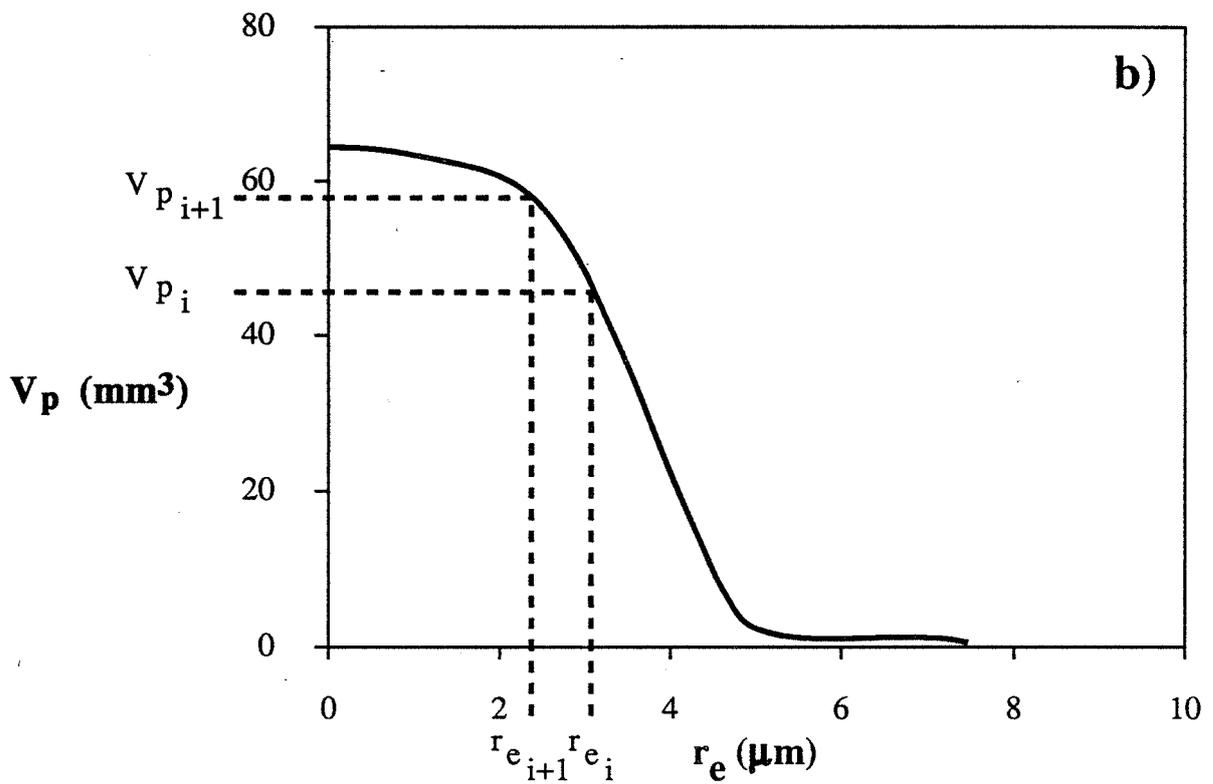
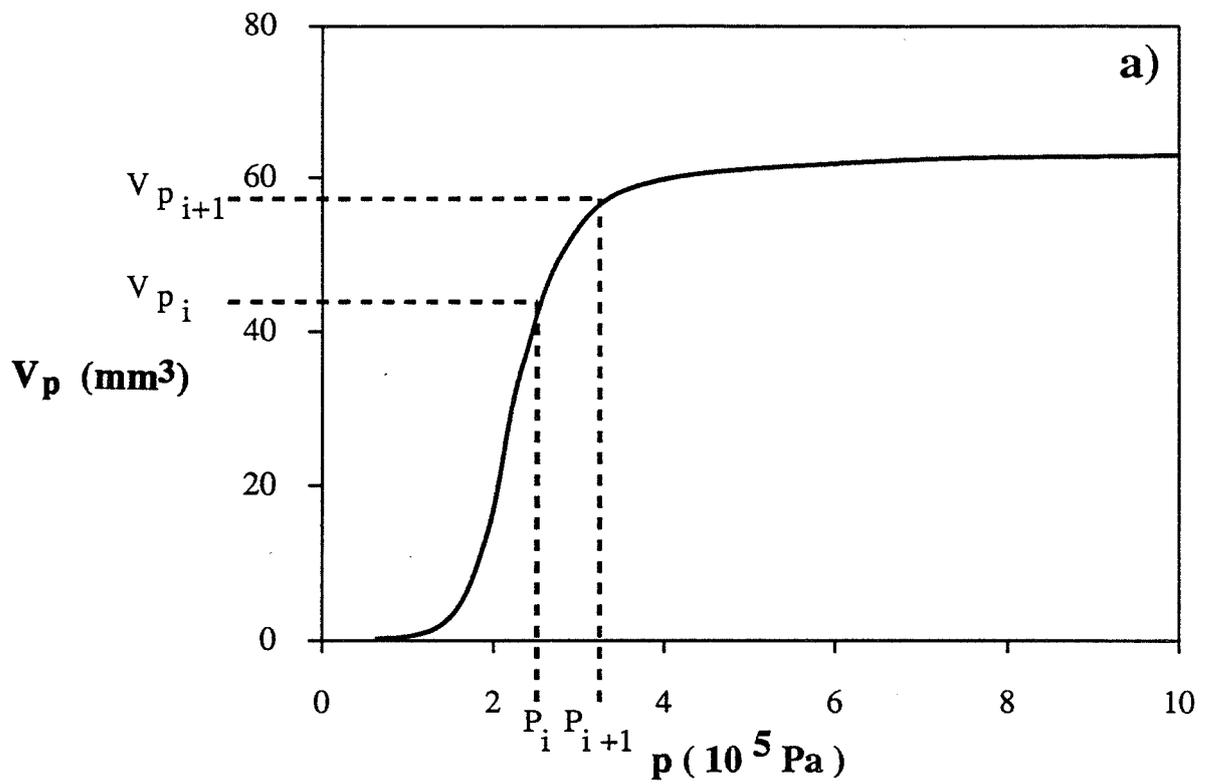


Figure C.I.1. : Exemple de courbes expérimentales obtenues par porosimétrie au mercure :  
 a) volume poreux en fonction de la pression  $p$  appliquée  
 b) distribution cumulée de taille de pores.

**b. La distribution de taille de pores**

La variation de  $V_p$  en fonction de  $r_e$  nous permet de calculer, selon les lois classiques de probabilité, le rayon moyen  $\bar{r}_e$  d'entrée des pores, supposés cylindriques et de même longueur ainsi que l'écart type  $\sigma(r_e)$  de la distribution :

$$\bar{r}_e = \sum_{i=1}^{n_p} \left[ \left( \frac{V_{p_i}}{V_{p_{\max}}} \right) \cdot r_{e_i} \right] \quad (\text{C.I.3.})$$

$$\sigma(r_e) = \left\{ \sum_{i=1}^{n_p} (\bar{r}_e - r_{e_i})^2 \frac{V_{p_i}}{V_{p_{\max}}} \right\}^{1/2} \quad (\text{C.I.4.})$$

où  $n_p$  est le nombre de mesures effectuées.

*Remarque :* Notons dès à présent que cette technique "privilégie" les "petits" pores : en réalité, de grosses cavités dans l'espace poreux peuvent n'être accessibles que par des petits orifices ; ainsi, un volume poreux important est associé à un faible rayon d'entrée.

**c. La surface volumique  $S'_V$**

L'expression de  $S'_V$ , l'aire développée par l'unité de volume de solide, varie selon la modélisation de l'espace poreux choisie. Deux cas ont été étudiés : l'espace poreux est identique :

- à un faisceau de pores cylindriques : nous obtenons aisément :

$$S'_V = \sum_{i=1}^{n_p} \frac{2}{r_{e_i}} (V_{p_i} - V_{p_{i-1}}) \frac{De}{m_e} \quad (\text{C.I.5.})$$

- à un faisceau de plaques d'épaisseur  $r_{e_i}$  :

$$S'_V = \sum_{i=1}^{n_p} \frac{1}{r_{e_i}} (V_{p_i} - V_{p_{i-1}}) \frac{De}{m_e} \quad (\text{C.I.6.})$$

### 3. Conditions expérimentales

L'appareil utilisé est un "POROSIMETER 2000 SERIES" CARLO ERBA et piloté par un ordinateur IBM. Nous avons fait varier la pression de  $10^2$  Pa (vide primaire) à  $10^7$  Pa (100 bars) permettant ainsi d'avoir accès aux pores de rayon d'entre  $r_e$  compris entre 40 et  $10^{-1}$   $\mu\text{m}$ .

Cette opération s'effectue dans la réalité en deux étapes décrites en annexe 2.

Les échantillons analysés sont des quarts de cylindre (de 1,5 cm de diamètre) de masse  $m_e$  comprise entre 0,8 et 1,2 g permettant ainsi d'avoir des volumes poreux représentatifs (de 80 à 200  $\text{mm}^3$ ). Ils font tous partie exclusivement de la série I : les échantillons de la série II ont des pores de rayon d'entrée de l'ordre de 50  $\mu\text{m}$  (Frost et Raj) non quantifiables avec notre appareil.

Les logiciels (fournis par CARLO ERBA) utilisés pour le traitement des données, nous donnent accès directement à la distribution de taille de pores  $V_p(r_e)$  et aux surfaces spécifiques  $S_v$  pour les différents cas exposés précédemment. Les calculs de la porosité, du rayon moyen  $\bar{r}_e$  et de l'écart type  $\sigma(r_e)$  ont été réalisés par ailleurs selon les expressions mentionnées précédemment.

## II. Analyse d'image

### 1. Principe

L'échantillon analysé est composé impérativement d'au moins deux phases discernables. A partir de l'observation d'un plan de coupe, convenablement choisi, de cet échantillon, nous allons évaluer certaines grandeurs le caractérisant. Ces dernières, sont, dans la pratique, déduites de l'étude d'une seule phase : la phase privilégiée est appelée objet, elle est notée X.

Très souvent, la grandeur  $g$  intéressante caractérise l'échantillon considéré dans l'espace de dimension 3 (exemple : surface spécifique, taille de grains, etc...). Or, en pratique, nous ne disposons que d'un plan de section sur lequel nous ne pouvons effectuer des mesures que dans des espaces de dimension 2, 1 ou 0. La stéréologie a pour but de relier une grandeur dans un espace de dimension  $n$  à une mesure dans un espace de dimension  $n - 1$ .

En résumé, l'analyse d'un échantillon s'effectue en quatre étapes :

- sélectionner un plan de coupe  $\mathcal{E}$  de l'échantillon selon certains critères précisés en annexe 3 ;
- retenir, dans un domaine  $\mathcal{D}$  de ce plan  $\mathcal{E}$ , une seule phase ou objet : cette opération est rendue possible grâce, en partie, à la morphologie ;
- réaliser une mesure sur cet objet considéré comme un espace de dimension 2, 1 ou 0 ; ceci est rendu possible grâce, ici aussi, à des transformations morphologiques ;
- évaluer, si c'est possible, à l'aide des relations stéréologiques une grandeur caractérisant l'objet considéré comme un espace de dimension 3, 2 ou 1.

Chacune de ces étapes est reprise en détails dans l'annexe 3.

A partir de maintenant, nous supposons que le lecteur dispose de toutes les connaissances nécessaires à la compréhension de ce qui suit. Si ce n'est pas le cas, qu'il se reporte à l'annexe 3.

## 2. Les différentes grandeurs utilisées

Les grandeurs utilisées pour l'analyse de nos échantillons sont de deux types : elles sont soit métriques, soit générales (cf. Annexe 3). Les premières sont obtenues par application d'une relation stéréologique ; les secondes sont déduites de différentes distributions de taille de pores.

### a. Paramètres stéréologiques

Dans ce paragraphe, nous noterons, sauf avis contraire, de la même façon la grandeur stéréologique et sa valeur moyenne.

Nous avons utilisé uniquement les grandeurs stéréologiques qui caractérisent un espace de dimension 3.

#### α. La porosité $\phi$

La porosité  $\phi$  qui est, avec les notations de l'annexe 3, la fraction volumique  $V_V(X)$  de la phase poreuse (notée X). Elle est déduite d'un dénombrement (Tableau 3.1.) ne nécessitant aucune correction de bords. Sa valeur moyenne et l'erreur réalisée sur sa mesure sont calculées selon les expressions (3.3.) et (3.8.) respectivement.

Contrairement à la porosité qui, elle, privilégie l'espace poreux, les deux grandeurs suivantes caractérisent l'interface entre la phase poreuse et la phase granulaire. Pour cette raison, elles peuvent être évaluées en privilégiant l'une ou l'autre des deux phases. Dans la pratique, elles ont été calculées en prenant comme phase objet, la phase granulaire.

#### β. La surface spécifique

Elle est notée  $S_V(X)$ , définie comme la surface développée par la phase granulaire par unité de volume. Sa valeur est déduite d'un dénombrement (Tableau 3.1.) nécessitant une correction de bords. Elle est non biaisée, sur le masque de mesure  $Z'$  tel que (cf. Annexe 3) :

$$Z' = \bigcap_{i=0}^2 E^{B_i^c}(Z)$$

et où :

$$B_0^c = \begin{pmatrix} x & x & 1 & x & 1 \\ x & x & & x & \end{pmatrix}; B_1^c = \begin{pmatrix} x & x & 1 & 1 & x \\ x & x & & x & \end{pmatrix}; B_2^c = \begin{pmatrix} x & x & 1 & x & x \\ x & x & & 1 & x \end{pmatrix}$$

Par la suite, nous serons amenés à utiliser la surface volumique notée  $S'_V$  (de dimension  $[L]^{-1}$ ), définie comme le rapport de la surface développée par la phase granulaire et du volume de la phase granulaire. Avec nos notations, nous obtenons aisément :

$$S'_V(X) = \frac{S_V(X)}{1 - \phi} \quad (\text{C.II.1})$$

*$\gamma$ . L'intégrale de courbure moyenne par unité de volume  $M_V(X)$  et la courbure moyenne  $\bar{H}(X)$*

Pour les définir, nous devons faire quelques rappels de géométrie.

En un point quelconque  $\mathcal{M}$  d'une surface  $\mathcal{Y}$  (de dimension 3), paramétrée selon l'abscisse curviligne  $s$ , il existe un seul plan  $\mathcal{P}$  tangent en  $\mathcal{M}$  à la surface  $\mathcal{Y}$ . Par contre, il existe une infinité de plans contenant la normale à la surface au point  $\mathcal{M}$  considéré. Parmi ceux-ci, deux plans  $\mathcal{P}_1$  et  $\mathcal{P}_2$ , dits plans principaux, sont tels que les lignes d'intersection  $\mathcal{C}_1$  et  $\mathcal{C}_2$  de ces plans avec la surface  $\mathcal{Y}$  présentent la particularité d'avoir des rayons de courbure qui prennent une valeur minimale noté  $\mathcal{R}_1$  pour  $\mathcal{C}_1$  et maximale, notée  $\mathcal{R}_2$  pour  $\mathcal{C}_2$  (Figure C.II.1.). Les plans  $\mathcal{P}_1$  et  $\mathcal{P}_2$  sont perpendiculaires (Connes., p. 19).

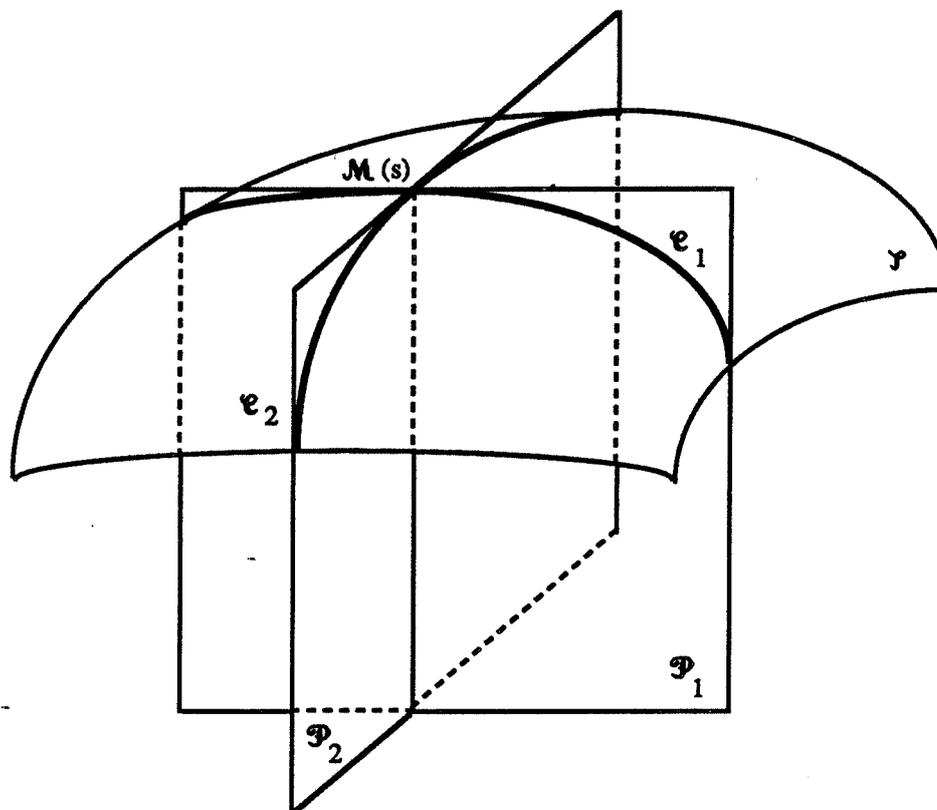


Figure C.II.1. : Représentation des plans principaux d'une surface  $\mathcal{Y}$  en un point  $\mathcal{M}$ .

Nous rappelons que le rayon de courbure d'une courbe en un point  $\mathcal{M}$  est égal au rayon du cercle osculateur.

Ainsi,  $\mathcal{R}_i$  ( $i = 1, 2$ ) est le rayon du cercle tangent en  $\mathcal{M}$  à  $\mathcal{C}_i$  ( $i = 1, 2$ ) et contenu dans le plan  $\mathcal{P}_i$ . Nous pouvons maintenant définir le rayon moyen de courbure  $\mathcal{R}(s)$  et la courbure moyenne  $H(s)$  d'une surface  $\mathcal{Y}$  en un point  $\mathcal{M}$  d'abscisse curviligne  $s$  par (Bass, p. 473) :

$$\frac{1}{\mathcal{R}(s)} = \frac{1}{2} \left[ \frac{1}{\mathcal{R}_1(s)} + \frac{1}{\mathcal{R}_2(s)} \right] \quad (\text{C.II.2.})$$

et :

$$H(s) = \frac{1}{\mathcal{R}(s)} \quad (\text{C.II.3.})$$

Cas particulier : Si  $\mathcal{Y}$  est une sphère de rayon  $R_p$ , en tout point de la sphère :  
 $H(s) = 1/R_p$ .

La phase privilégiée  $X$  (objet de dimension 3) est contenue à l'intérieur d'une surface  $\mathcal{Y}$ , paramétrée par l'abscisse curviligne  $s$ . Nous allons définir la courbure moyenne de cette surface par :

$$\bar{H}(X) = \frac{\int_{s \in \mathcal{Y}} H(s) ds}{\int_{s \in \mathcal{Y}} ds} \quad (\text{C.II.4.})$$

où :

$$M(X) = \int_{s \in \mathcal{Y}} H(s) ds \quad (\text{C.II.5.})$$

n'est autre que l'intégrale de courbure moyenne de la phase  $X$  définie dans  $R^3$ .

Si  $\bar{H}(X)$  est exprimé dans un volume unitaire, nous obtenons la courbure moyenne par unité de volume définie par :

$$\bar{H}(X) = \frac{M_V(X)}{S_V(X)} \quad \frac{mm^{-2}}{mm^{-1}} = mm^{-1} \quad (\text{C.II.6.})$$

Or,  $M_V(X)$  et  $S_V(X)$  sont des grandeurs stéréologiques (Tableau 3.1.) auxquelles nous avons accès en effectuant des dénombrements non biaisés explicités en annexe 3.

D'après le tableau (3.1.), nous savons que  $M_V(X)$  est proportionnelle à  $N_A(X)$ . Serra (p. 142) a montré par ailleurs que le nombre de connexité  $N_2(X)$  dans  $R^2$  de la phase  $X$

était égal au nombre de convexité  $N_2^+(X)$  de la phase X diminué du nombre de concavité  $N_2^-(X)$  de la phase X, soit :  $N_2(X) = N_2^+(X) - N_2^-(X)$ . Précisons chacun de ces termes en considérant une section d'un objet 3D à analyser dans laquelle la phase X représentant l'objet est délimitée par une courbe paramétrée par l'abscisse curviligne  $s$  (cf. Figure C.II.2.). En chaque point  $\mathcal{M}$  de la courbe  $\Gamma$ , il est possible de définir un et un seul rayon de courbure  $\mathcal{R}'(s)$  égal au rayon du cercle osculateur qui peut être, selon les cas, dirigé vers l'intérieur ou l'extérieur de la phase X privilégiée. Par convention,  $\mathcal{R}'(s)$  est positif (respectivement négatif) lorsqu'il est dirigé vers l'intérieur (respectivement l'extérieur) de la phase X. Dans ces conditions, Serra établit les relations suivantes :

$$N_2^+(X) = \frac{1}{2\pi} \int_{\substack{s \in \Gamma \\ \mathcal{R}'(s) > 0}} \frac{1}{\mathcal{R}'(s)} ds \quad (\text{C.II.7.})$$

$$N_2^-(X) = \frac{1}{2\pi} \int_{\substack{s \in \Gamma \\ \mathcal{R}'(s) < 0}} \frac{1}{\mathcal{R}'(s)} ds \quad (\text{C.II.8.})$$

Ainsi, le signe de  $M_V(X)$  ou de  $\bar{H}(X)$  dépend de l'importance du nombre de convexité devant le nombre de concavité dans  $R^2$  de la phase X.

Les grandeurs stéréologiques présentées jusqu'ici sont les seules qui caractérisent une phase en la considérant comme un objet de dimension 3. D'autres grandeurs stéréologiques auraient pu nous permettre de caractériser une phase en tant qu'objet de dimension 2, mais elles n'auraient été d'aucune utilité pour l'interprétation des propriétés d'écoulement dans nos échantillons ; elles n'ont donc pas été retenues.

Présentons maintenant les différents paramètres généraux déduits des distributions de taille accessibles par analyse d'image.

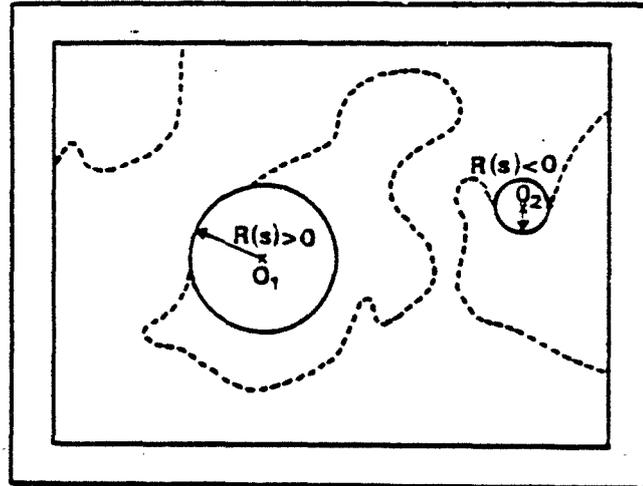


Figure C.II.2. : Courbure dans  $R^2$  (d'après Coster et Chermant, p. 45).

**b. Distributions de taille**

Nous parlerons d'une distribution granulométrique (et d'une distribution de taille de pores) lorsque la phase privilégiée est la phase granulaire (respectivement poreuse). Dans ce paragraphe, la phase objet est soit la phase poreuse, soit la phase granulaire.

**α. Cas général**

Dans la pratique, nous disposons d'une image  $I_b$  dans laquelle la phase X est privilégiée. Celle-ci peut être continue ou discontinue. Nous définissons une distribution de taille par une transformation T qui, appliquée à l'image, modifie la phase X. Si elle est appliquée  $\lambda$  fois, elle est notée  $T_\lambda$ .

La transformation  $T_\lambda$ , après être appliquée, ne retient qu'une partie de la phase X, d'autant plus petite que  $\lambda$  est grand. L'entier  $\lambda$  peut alors être considéré comme un paramètre de taille et une fonction de distribution de taille  $D(\lambda)$  peut être définie.

A partir de la fonction de distribution, nous définissons une taille moyenne :

$$\bar{\lambda} = \int_0^{\lambda_{\max}} \lambda d[D(\lambda)] \quad (C.II.9.)$$

et un écart type de la distribution :

$$\sigma(\lambda) = \left[ \int_0^{\lambda_{\max}} (\lambda - \lambda)^2 d[D(\lambda)] \right]^{1/2} \quad (\text{C.II.10.})$$

mais aussi une fonction densité  $d(\lambda)$  égale à la dérivée par rapport à  $\lambda$  de  $D(\lambda)$ .

L'ouverture selon un élément structurant bien adapté (Missiaen, p. 194) et à préciser, vérifie les propriétés indiquées ci-dessus.

Les ouvertures adaptées et fréquemment utilisées sont l'ouverture linéaire (définie dans  $R^1$ ) et l'ouverture hexagonale (définie dans  $R^2$ ) (Annexe 4). Elles permettent d'établir la distribution des intercepts dans  $R^1$  et la distribution des diamètres du disque inclus dans  $R^2$ . Nous parlerons par la suite de distributions obtenues par **ouverture linéaire (distribution des intercepts)** ou par **ouverture bidimensionnelle (distribution des diamètres du disque inclus)**. Dans chaque cas, il peut s'agir d'une **distribution en nombre** ou d'une **distribution en mesure** (Coster et Coll., p. 123).

Nous allons maintenant expliciter chacune de ces distributions dans le cas d'une analyse locale uniquement ; les expressions diffèrent si l'analyse est globale (Coster, p. 119).

### $\beta$ . Distribution par ouverture linéaire

L'ouverture linéaire de taille  $\lambda$  supprime les parties de  $X$  qui ont une taille inférieure à  $l = \lambda dL_1$ , où  $l$  représente la longueur de l'intercept et  $dL_1$  est la distance qui sépare deux pixels, selon la direction choisie, de la trame, supposée hexagonale. La fonction de distribution par ouverture linéaire exprime la fraction -en nombre (resp. en mesure) s'il s'agit de la distribution en nombre (resp. en mesure)- d'intercepts de longueur supérieure à  $l$ .

Ainsi, la fonction de distribution en nombre s'écrit :

$$F(l) = \frac{N_L(X) - N_L[O^{\lambda(1)}(X)]}{N_L(X)} \quad (\text{C.II.11.})$$

où (1) est l'élément structurant (défini en annexe 4) :

$$\begin{pmatrix} x & x & x \\ x & 1 & x \\ x & x & x \end{pmatrix}$$

et la fonction de distribution en mesure s'écrit :

$$G(l) = \frac{L_L(X) - L_L[O^{\lambda(1)}(X)]}{L_L(X)} \quad (\text{C.II.12.})$$

$N_L(X)$  : nombre de connexité dans  $R^1$  de  $X$  par unité de longueur  
 $L_L(X)$  : longueur de l'objet  $X$  par unité de longueur  
 $O^{\lambda(1)}(X)$  : l'ouverture de taille  $\lambda$  de  $X$  selon l'élément structurant (1).

Dans la pratique, ces distributions sont calculées à partir d'une fonction  $P(l)$  telle que :

$$P(l) = \frac{A[E^{\lambda(1)}(X) \cap E^{\lambda(1)}(Z)]}{A[E^{\lambda(1)}(Z)]}$$

$A(X)$  : l'aire occupée par l'objet  $X$   
 $E^{\lambda(1)}(X)$  : l'érodée de taille  $\lambda$  de  $X$  selon l'élément structurant (1).

Les relations existant entre  $P(l)$  d'une part et  $F(l)$  et  $G(l)$  d'autre part, sont explicitées dans la thèse de Missiaen (p. 203).

A partir de la distribution en nombre (resp. en mesure), nous définissons un intercept moyen en nombre  $\bar{I}_n$  (respectivement en mesure  $\bar{I}$ ) et un écart type moyen  $\sigma(l_n)$  (resp.  $\sigma(l)$ ) selon les équations C.II.9. et C.II.10.

#### *$\gamma$ . Distribution par ouverture bidimensionnelle*

L'ouverture hexagonale (définie en annexe 4) de taille  $\lambda$  supprime les parties de la phase  $X$  privilégiée dans lesquelles est inclus un hexagone de taille  $\delta = \lambda dL_1$ . La fonction de distribution par ouverture bidimensionnelle exprime la fraction numérique (surfactive) des parties  $X$  dans lesquelles peut s'inscrire un hexagone de taille inférieure à  $\delta$ . Contrairement au cas précédent, la distribution numérique obtenue par ouverture bidimensionnelle n'est définie que si la phase  $X$  est composée d'objets disjoints convexes (Missiaen, p. 195). Ces fonctions de distribution numérique et surfactive s'écrivent respectivement :

$$F(\delta) = \frac{N_A(X) - N_A(O^{\lambda(H)}(X))}{N_A(X)} \quad (\text{C.II.13.})$$

$$G(\delta) = \frac{A_A(X) - A_A(O^{\lambda(H)}(X))}{A_A(X)} \quad (\text{C.II.14.})$$

$N_A(X)$  et  $A_A(X)$  sont respectivement le nombre de connexité dans  $R^2$  de la phase  $X$  par unité d'aire et l'aire de la phase  $X$  par unité d'aire. Ces grandeurs sont accessibles par analyse d'image (Tableau 3.1.).

(H) est l'élément structurant où tous les pixels du voisinage, de même que celui du centre prennent la valeur 1 (Annexe 4).

Ces distributions ne sont pas biaisées si elles sont calculées sur le masque de mesure :

$$Z' = E^{\lambda_{\text{mes}}(H)}(Z).$$

A partir de la distribution en nombre (resp. en mesure), nous calculons selon les équations C.II.9. et C.II.10., le diamètre moyen -sous-entendu du disque inclus (l'hexagone étant assimilable au disque)- en nombre  $\bar{\delta}_n$  (respectivement en mesure  $\bar{\delta}$ ) et l'écart type  $\sigma(\delta_n)$  (resp.  $\sigma(\delta)$ ).

### $\delta$ . Exploitation des distributions de taille

Notons dès maintenant que les distributions en mesure présentent un caractère plus général que les distributions en nombre. Ces dernières n'ont de sens que si la phase étudiée est composée d'objets distincts (cas de nos empilements non consolidés).

Si, de plus, les objets sont sphériques, il est possible d'établir, à partir de  $F(l)$  et  $F(\delta)$  la distribution de taille  $F(D_p)$  des particules considérées non plus comme des objets à une dimension (intercept) ou à deux dimensions (diamètre du disque) mais comme des objets de dimension 3 (diamètre  $D_p$  des sphères). Le passage de l'une à l'autre peut s'effectuer selon les relations rapportées par Coster (p. 147).

Pour notre étude, nous n'avons pas effectué ces transformations, nous avons préféré utiliser une autre méthode.

#### $\delta$ .1. Distribution par ouverture linéaire

Elle donne accès, dans le cas général, à des paramètres généraux.

Toutefois, lorsque la phase est composée d'objets disjoints, l'intercept moyen  $\bar{l}_n$  est relié à une grandeur moyenne caractéristique de la particule, assimilée à une forme géométrique particulière.

Si la particule est supposée sphérique de diamètre  $\bar{D}_p$ , nous aurons, d'après Underwood (p. 91) :

$$\bar{l}_n = \frac{2}{3} \bar{D}_p \quad (\text{C.II.15.})$$

D'autre part, quelle que soit la phase  $X$  étudiée, la fonction  $P(l)$  définie précédemment, permet d'accéder à la fonction étoile (Coster, p. 143) notée  $St_3(X)$  (respectivement  $St_2(X)$ ) si elle est définie dans  $R^3$  (resp. dans  $R^2$ ). Nous n'explicitons que  $St_3(X)$  car nous n'utiliserons pas, en pratique,  $St_2(X)$ .

$St_3(X)$  représente le volume moyen directement accessible par un point quelconque de la phase  $X$  (Figure C.II.3.). Sa valeur est :

$$St_3(X) = \frac{4}{P(0)} \int_0^{l_{\max}} l^2 P(l) dl$$

avec  $l_{\max} = \lambda_{\max} dL_1$ .



**Figure C.II.3. : Représentation de la fonction étoile dans  $R^2$  pour un point  $x$  de la phase poreuse : la surface hachurée correspond à l'ensemble des points d'une phase poreuse (en noir) directement accessible à partir de  $x$  (d'après Coster et Chermant, p. 143).**

### 8.2. Distribution par ouverture bidimensionnelle

Si la phase X étudiée est composée d'objets ni disjoints, ni sphériques, cette distribution doit être considérée comme un paramètre général.

Dans la pratique, nous analyserons essentiellement les distributions de taille de pores pondérées en mesure, obtenues par ouvertures linéaire et bidimensionnelle de la phase poreuse. Quant aux distributions de taille de grains, elles ne peuvent être évaluées dans de bonnes conditions et avec les méthodes présentées ci-dessous, que lorsque les empilements ne sont pas ou peu frittés. Nous nous sommes contentés d'établir les distributions de taille des grains uniquement pour l'étude des empilements non consolidés mais selon une autre méthode, dite de Saltykov (Underwood, p. 123) particulièrement bien adaptée à la forme des particules utilisées. En effet, elle nous donne accès à une distribution numérique des diamètres  $D_p$  des particules (et non des disques) supposées parfaitement sphériques. La méthode est explicitée en annexe 5.

## **3. Protocole opératoire**

### *a. Préparation des sections analysées*

Pour être analysés, les échantillons doivent d'une part être sectionnés, et d'autre part, présenter deux phases discernables : la phase granulaire ne pose pas de problèmes particuliers par contre, la phase poreuse doit être concrétisée. Cette opération, appelée imprégnation de l'échantillon, consiste à remplir l'espace poreux d'une résine, substance solide.

Notons dès maintenant que les empilements frittés sont sectionnés puis imprégnés alors que les empilements non consolidés sont imprégnés, afin de les consolider, puis sectionnés.

### *α. Choix du plan de section*

#### - Les empilements frittés :

Le mode de fabrication des échantillons cylindriques consolidés est tel que les éventuelles inhomogénéités susceptibles d'exister dans la structure des empilements sont négligeables (cf. § B.II.1.).

Nous supposons donc que ces échantillons sont homogènes. Dans ces conditions, une seule section de l'échantillon est réalisée (cf. annexe 3.III.). Pour des raisons pratiques, la direction parallèle à l'axe du cylindre est privilégiée : la coupe de l'échantillon conduit (grossièrement) à deux demi-cylindres.

*Remarque :* Afin de permettre leur imprégnation, les demi-cylindres de 2 cm de hauteur ont été coupés de façon à obtenir deux demi-cylindres de 1 cm de hauteur. Deux imprégnations ont alors été nécessaires pour l'analyse d'un seul échantillon.

#### - Les empilements non frittés :

Nous supposons qu'ils sont isotropes aléatoires et homogènes (cf. Missiaen, p. 120). Dans ces conditions aucune difficulté n'apparaît pour le choix de la section. Pour des raisons pratiques, nous avons coupé l'échantillon perpendiculairement à l'axe du cylindre.

### *β. Imprégnation*

La résine dont il est question dans ce paragraphe est en fait un mélange, selon les proportions indiquées par le fournisseur (STRUERS), d'une résine et d'un durcisseur Epofix auquel ont été ajoutées quelques gouttes d'un colorant liquide pour peintures (BHV). Ce colorant est nécessaire pour rendre opaque la résine qui, naturellement, est transparente.

Sans cette précaution, les échantillons étant observés sous microscope optique, les billes de verre situées sur la surface polie, mais aussi en profondeur, diffusent la lumière du faisceau incident dans toutes les directions. La surface présente alors une luminosité uniforme ne permettant aucun contraste entre les phases.

Par ailleurs, la couleur du colorant n'a aucune influence sur la qualité du contraste final, obtenu après polissage, entre la phase granulaire et la phase poreuse. Nous avons en effet, essayé les couleurs jaune et noire ; nous avons choisi d'utiliser le colorant jaune qui possède des caractéristiques physiques meilleures que celles du noir (fluidité, homogénéité).

La technique d'imprégnation diffère selon la nature des échantillons.

#### - Les empilements frittés :

Chaque échantillon est placé dans un moule cylindrique (diamètre : 2 cm, hauteur : 2 cm), puis partiellement immergé dans une résine Epoxy fluide préalablement chauffé au bain marie (50°C). Le tout est mis sous vide, pendant 5 minutes environ, à l'intérieur d'une enceinte (diamètre : 6 cm, hauteur : 4 cm). Le vide est obtenu à l'aide d'une trompe à eau. La pression mesurée est de l'ordre de 5 kPa. Le tout est ensuite laissé à l'air ambiant (une durée de dégazage trop importante conduit apparemment à une détérioration des propriétés de la résine). Au bout de 12 heures environ, la polymérisation de la résine, qui s'effectue sans retrait, est terminée. Le polissage peut être effectué.

**- Les empilements non frittés :**

Ils sont réalisés en versant les billes de verre à l'intérieur d'un creuset en résine Epoxy (de 1 cm de diamètre et 1 cm de hauteur) de façon à former un lit de 0,5 cm de hauteur. La résine et le creuset sont maintenus au bain marie à 50°C (cf. Missiaen, p. 120). La résine est ensuite déposée goutte à goutte, à l'aide d'une micro-seringue, à la surface de l'empilement. Comme elle est très fluide, la totalité de l'espace poreux est remplie. Le creuset est ensuite retiré du bain marie et laissé à l'air ambiant.

Une opération de dégazage sous vide, analogue à celle utilisée pour imprégner les empilements frittés, n'a pas été envisagée par crainte d'une modification de la position des grains les uns par rapport aux autres.

***γ. Polissage***

La polisseuse utilisée est le modèle Mecapol-2B de PRESI. Le protocole de polissage est identique à tous les échantillons. Les différentes étapes qui le constituent sont rassemblées dans le tableau (C.II.1.). Les particules abrasives sont toujours des particules de diamant. Les références concernant les tissus et les lubrifiants organiques utilisés sont celles de chez PRESI. Les durées indiquées pour chaque étape sont en réalité des valeurs minimales. Elles peuvent varier de façon notable d'un échantillon à l'autre. La vitesse de rotation du disque est faible (de l'ordre de 150 tours/mn) afin d'éviter des arrachements.

Caractéristique du support des particules abrasives	Référence des tissus	Taille des particules abrasives (µm)	Lubrifiant	Durée (min)
Plateau diamanté		20	eau	1 - 5
Tissu "tissé"	NWF	8 - 15	LD 31	8
Tissu "tissé"	NWF	4 - 8	LD 31	8
Tissu "non tissé"	NWUF	2 - 4	LD 31	6
Tissu "velouté"	TFR	< 1	eau	1

**Tableau C.II.1. : Récapitulatif des différentes étapes du polissage.**

#### *δ. Optimisation du contraste*

Le protocole de polissage décrit précédemment conduit à des résultats globalement satisfaisants. Cependant, la caractérisation par analyse d'image n'est pas envisageable à ce stade de la préparation. En effet, aucun contraste entre les deux phases (phases poreuse et granulaire) n'apparaît.

Pour résoudre ce problème, nous avons trois possibilités : la première consistait à modifier le dispositif d'éclairage du microscope pour qu'il permette un meilleur contraste (lumière rasante, etc...), la seconde trouver une résine qui ait les mêmes propriétés que celle utilisée (fluidité, faible retrait) et un indice de réfraction très différent de celui du verre. Tous les essais réalisés dans chacune de ces deux directions n'ont pas abouti.

La troisième possibilité consiste à faire subir à la surface polie un traitement (thermique ou chimique) sous l'effet duquel un seul des deux composants (la résine ou le verre) réagira. Or, la silice du verre est attaquée par l'acide fluorhydrique, et nous avons vérifié que cet acide était sans effet sur la résine. Le contraste entre les phases granulaire et poreuse a donc été obtenu par voie chimique en faisant réagir, dans des conditions précisées en annexe 6, l'acide fluorhydrique et la silice, rendant le verre dépoli.

*Remarque :* Coronel (p. 13) s'est lui aussi heurté au problème de contraste inexistant entre une résine et des billes de verre. Pour le résoudre, il a préféré n'effectuer qu'un polissage partiel des échantillons. Nous avons également utilisé cette solution mais les résultats obtenus ne sont pas reproductibles ; ils semblent dépendre des conditions de polissage et plus particulièrement de la propreté des tissus et de la quantité de lubrifiant utilisée.

#### ***b. Conditions expérimentales***

Lorsque les échantillons ont été polis et traités à l'acide fluorhydrique, l'analyse proprement dite peut être réalisée.

##### *α. Description du dispositif expérimental*

Le schéma général d'un analyseur d'image est présenté sur la figure 3.IV.1. Dans le cas qui nous concerne, l'échantillon est placé sous un microscope optique (Axioscop de ZEISS) en lumière réfléchi. La prise de vue est assurée par une caméra vidéo noir et blanc à tube Chalnicon HAMAMATSU C 2400 - 01. L'analyseur d'image proprement dit est le Morphopericolor de S.E.P. IMAGES commandé par un micro-ordinateur OLIVETTI M 380. Ce dernier possède parmi ses périphériques, une souris SUMMA MOUSE RS 232 C.

Nous ne détaillerons pas les différentes opérations qui permettent de passer de l'image vidéo à l'image numérique. Précisons simplement que les images numériques et binaires sont des tableaux de 512 x 512 pixels : ces derniers sont répartis selon une trame hexagonale. A chaque pixel d'une image numérique est associé un niveau de gris, codé sur 6 bits, variant de 0 à 63. A chaque pixel d'une image binaire est associée la valeur 1 ou 0.

##### *β. Choix du grossissement*

Des études antérieures menées au laboratoire (Missiaen, p. 131) ont montré que le grossissement adapté pour l'étude d'un milieu devait conduire à une valeur du paramètre de résolution  $k_R$  supérieure à 50 ;  $k_R$  étant défini comme le rapport d'une taille moyenne caractérisant le milieu et de la longueur associée à un pixel.

En prenant pour taille moyenne caractéristique du milieu le diamètre des particules, le grossissement adapté pour l'étude de nos échantillons est de 400 (obtenu avec l'objectif 20 x 10,50) pour ceux réalisés à partir des billes de diamètre  $D_{p1}$  ( $50 < D_{p1} < 62 \mu\text{m}$ ) et de 100 (objectif 5 x 10,50) pour les autres : la valeur du paramètre de résolution est, dans le premier cas, proche de 50 et, dans le second cas, voisine de 70.

### *$\gamma$ . Définition du masque de mesures*

Pour chaque échantillon, le masque de mesures est constitué de 12 champs de mesures. Chacun de ces champs est prélevé de façon aléatoire sur la ou le(s) section(s) polie(s) de l'échantillon de telle sorte qu'il soit totalement inclus dans le plan de section d'une part, et qu'aucun recouvrement entre les champs ne se produise d'autre part.

### *c. Acquisition des images*

L'acquisition des images diffère selon la nature du milieu et plus précisément selon la taille des particules le constituant et le fait qu'il soit consolidé ou non.

#### *$\alpha$ . Cas des empilements réalisés à partir des billes de 290-320 $\mu\text{m}$*

Les milieux réalisés à partir des billes de diamètre compris entre 290 et 320  $\mu\text{m}$  offrent un contraste plus marqué que les autres échantillons (cf. figure C.II.5.) : l'acquisition est ainsi facilitée : aucun traitement numérique n'a été nécessaire. Le traitement binaire utilisé diffère si l'empilement est consolidé ou non ; dans les deux cas, il nécessite peu de corrections ponctuelles réalisées à l'aide de la souris. Des exemples des images binaires ainsi obtenues sont présentées sur la figure C.II.4.

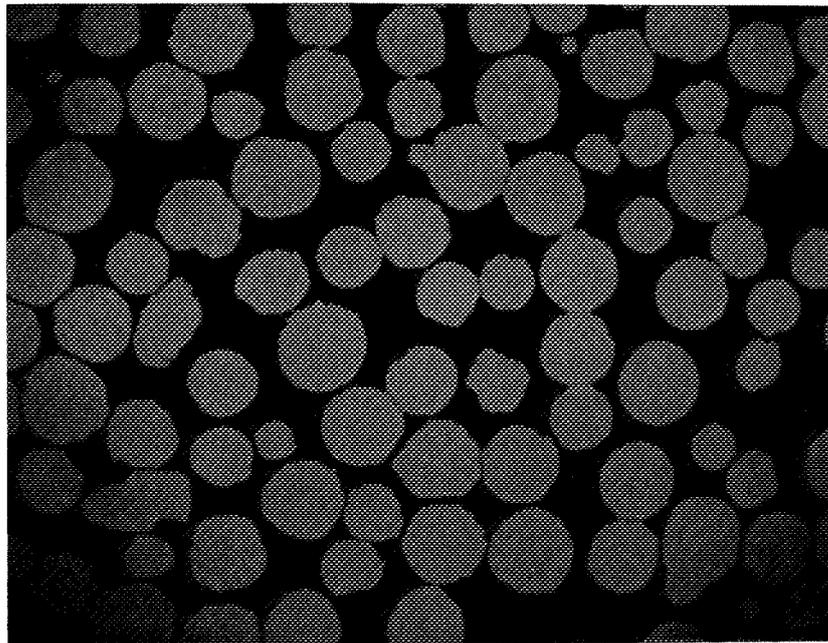
#### *$\beta$ . Cas des empilements réalisés à partir des billes de 50-62 $\mu\text{m}$*

Dans ce cas, le contraste offert est nettement moins marqué que précédemment (cf. figure C.II.5.) et tous les contours de la phase granulaire n'apparaissent pas clairement : l'acquisition est donc plus difficile. Elle nécessite un traitement numérique (addition à l'image numérique initiale de son gradient) et un traitement binaire où de nombreuses interventions ponctuelles, effectuées manuellement (tracé de certains contours, etc...) sont indispensables. Celles-ci tendent à augmenter notablement la durée de l'acquisition sans pour autant conduire à une grande qualité des images binaires. Nous prendrons pour exemple le fait que les particules dont une partie du contour a été dessinée à l'aide de la souris, ne sont pas parfaitement circulaires (cf. figure C.II.4.).

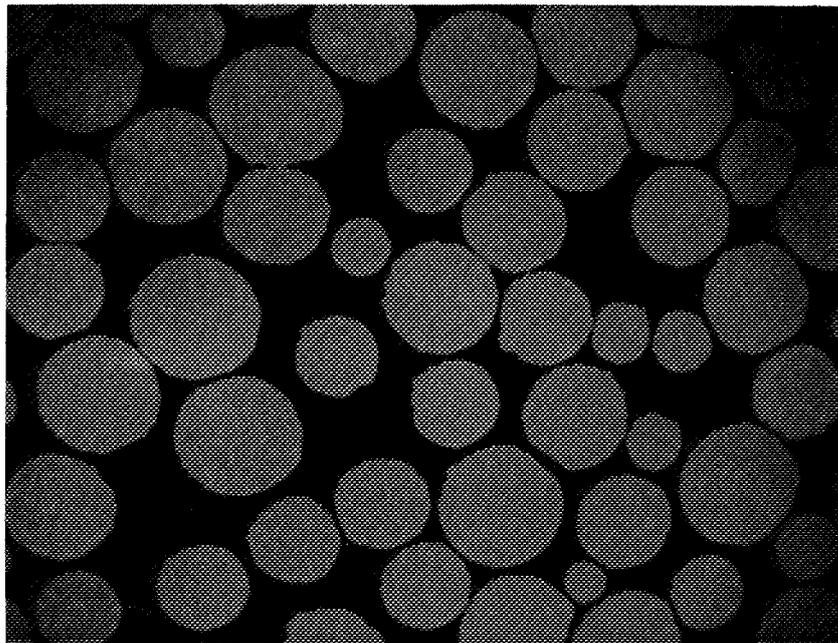
Après la présentation des différents paramètres retenus et de la mise en oeuvre de la méthode, nous allons maintenant exposer les principaux résultats expérimentaux obtenus.



1)



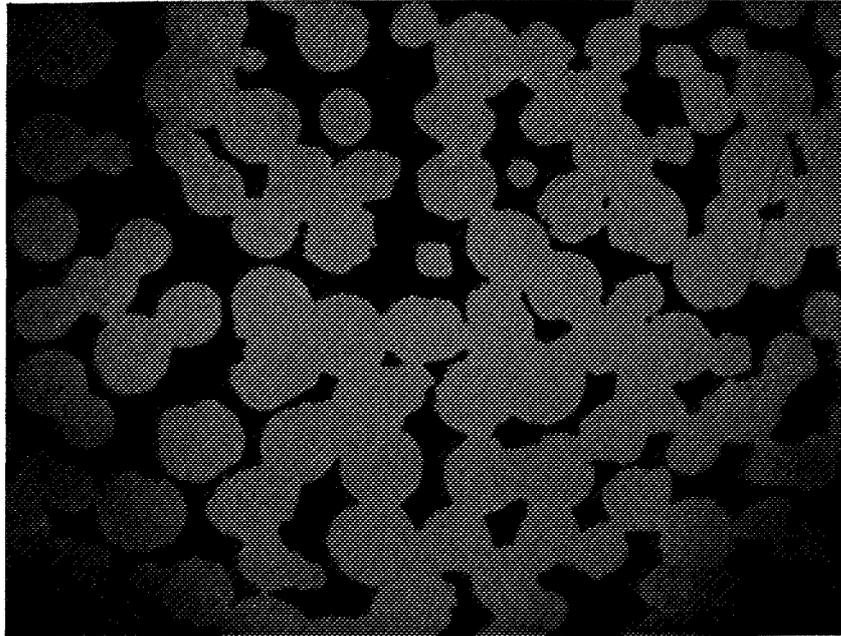
2)



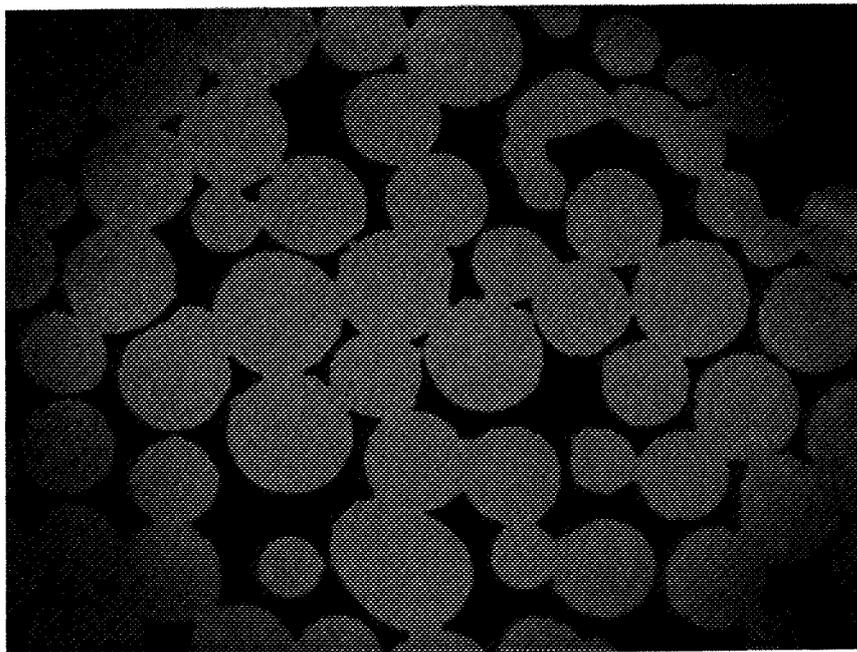
**Figure C.II.4.a. : Images binaires issues d'une section réalisée sur des empilements non consolidés de billes**  
1) de 55  $\mu\text{m}$  de diamètre  
2) de 300  $\mu\text{m}$  de diamètre.  
La longueur de l'image est égale à :  
1) 0,5 mm  
2) 2,2 mm.



1)



2)



**Figure C.II.4.b. : Images binaires issues d'une section réalisée sur des empilements consolidés ( $\phi_{AI} \approx 0,3$ ) de billes**

1) de 55  $\mu\text{m}$  de diamètre

2) de 300  $\mu\text{m}$  de diamètre.

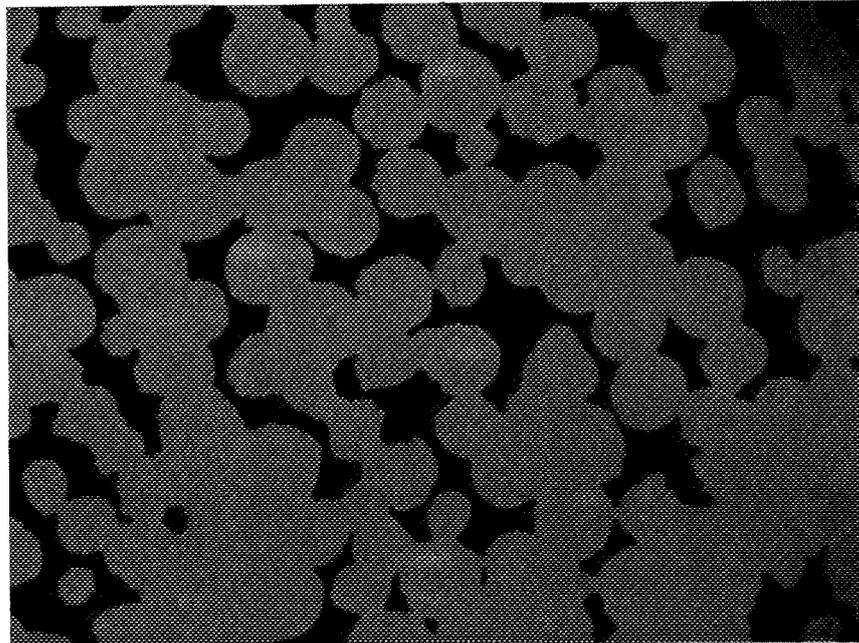
La longueur de l'image est égale à :

1) 0,54 mm

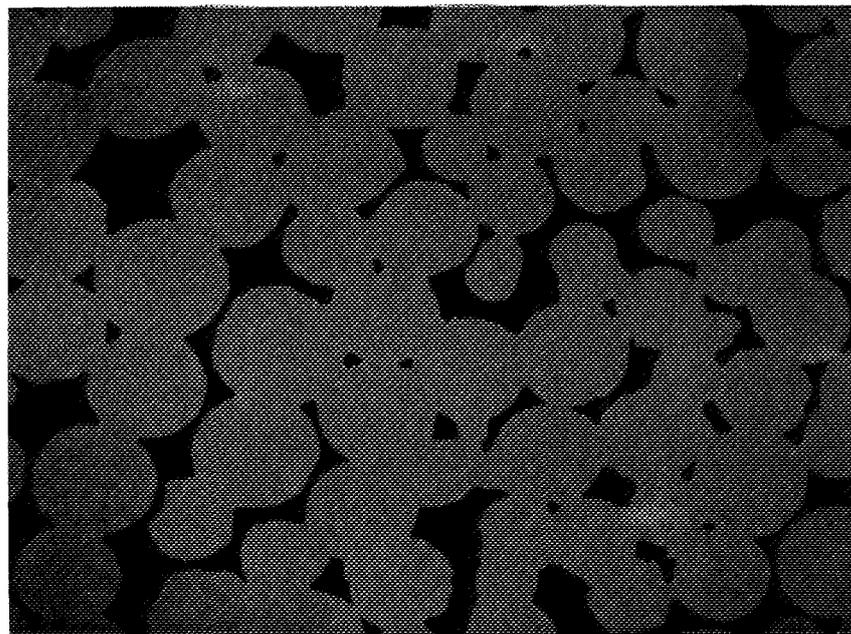
2) 2,2 mm.



1)



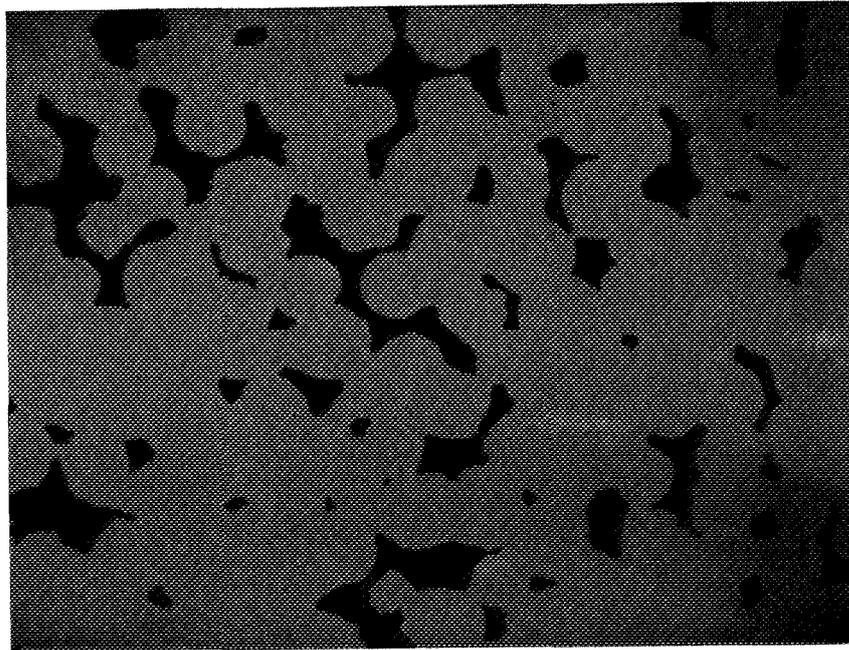
2)



**Figure C.II.4.c. : Images binaires issues d'une section réalisée sur des empilements consolidés ( $\phi_{AI} \approx 0,2$ ) de billes**  
1) de 55  $\mu\text{m}$  de diamètre  
2) de 300  $\mu\text{m}$  de diamètre.  
La longueur de l'image est égale à :  
1) 0,5 mm  
2) 2,2 mm.



1)



2)



**Figure C.II.4.d. : Images binaires issues d'une section réalisée sur des empilements consolidés ( $\phi_{AI} \approx 0,1$ ) de billes**

**1) de 55  $\mu\text{m}$  de diamètre**

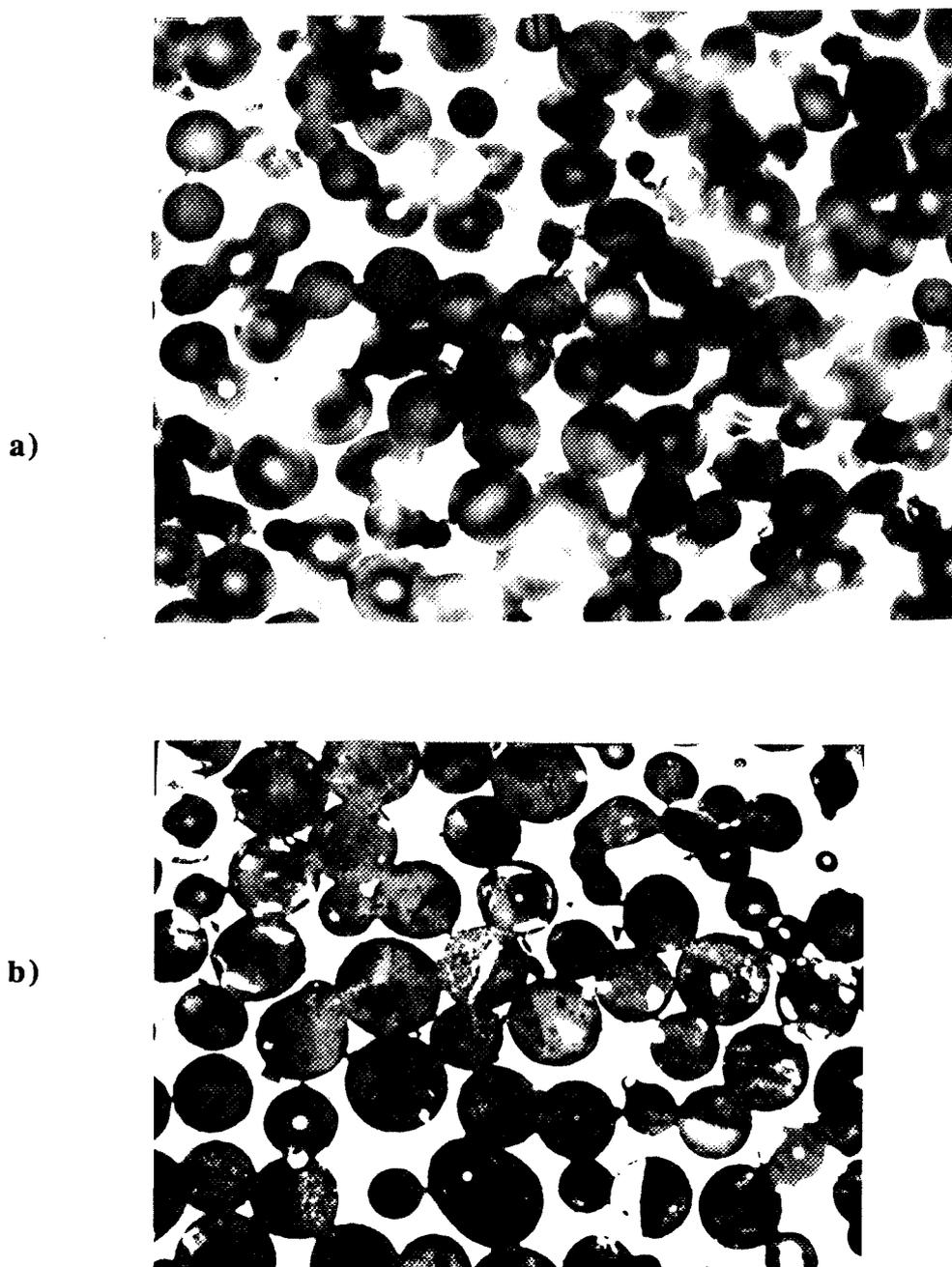
**2) de 300  $\mu\text{m}$  de diamètre.**

**La longueur de l'image est égale à :**

**1) 0,5 mm**

**2) 2,2 mm.**





**Figure C.II.5. :** Vue partielle d'une section polie traitée à l'acide fluorhydrique et réalisée sur des empilements non consolidés de billes :  
a) de 55  $\mu\text{m}$  de diamètre  
b) de 300  $\mu\text{m}$  de diamètre.  
La longueur de l'image représente :  
1) 0,5 mm  
2) 2,2 mm.