Caractérisation par acoustique non linéaire des effets de vieillissement dans les milieux granulaires non cohésifs et désordonnés

Jean-Baptiste Legland

▶ **To cite this version:**

Jean-Baptiste Legland. Caractérisation par acoustique non linéaire des effets de vieillissement dans les milieux granulaires non cohésifs et désordonnés. Autre [cond-mat.other]. Université du Maine, 2012. Français. NNT : 2012LEMA1027 . tel-01019990

HAL Id: tel-01019990

https://theses.hal.science/tel-01019990

Submitted on 7 Jul 2014

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

Académie de Nantes
École Doctorale Sciences pour l'Ingénieur, Géosciences, Architecture
Université du Maine, Le Mans, France

Thèse de doctorat

Spécialité : Acoustique

présentée par

Jean-Baptiste Legland

pour obtenir le titre de Docteur de l'Université du Maine

Caractérisation par acoustique non linéaire des effets de vieillissement dans les milieux granulaires non cohésifs et désordonnés

Soutenue le 10 Mai 2012
devant le jury composé de :

C. Depollier	Professeur, LAUM, Le Mans	Président du jury
A.-C. Hladky-Hennion	Directeur de recherche, IEMN, Lille	Rapporteur
V. Gibiat	Professeur, PHASE, Toulouse	Rapporteur
G. Feuillard	Professeur, Imagerie et cerveau, Tours	Examinateur
C. Inserra	Maître de conférence, LABTAU, Lyon	Examinateur
V. Tournat	Chargé de recherche, LAUM, Le Mans	Directeur de thèse
V. Gusev	Professeur, LPEC, Le Mans	Co-directeur de thèse

Remerciements

Je remercie tout d'abord Monsieur Claude Depollier d'avoir accepté de présider le jury de soutenance.

Je remercie également Madame Anne-Christine Hladky-Hennion et Monsieur Vincent Gibiat d'avoir rapporté mon manuscrit de thèse.

Je remercie tout autant Messieurs Guy Feuillard et Claude Inserra d'avoir examiné mes travaux de thèse.

Je remercie Vincent Tournat et Vitalyi Gusev d'avoir encadré mes travaux tout au long de ce doctorat.

Je remercie Aurélien Merkel, Nikolay Chigarev, Stéphane Letourneur.

Je remercie Emmanuel Brasseur, James Blondeau et Stephane Lebon pour leur sympathie et surtout pour l'aide qu'ils m'ont apportée lors de mes quelques blocages techniques.

Je remercie mes collègues de bureau : Alan Geslain, Gaël Favraud et Jéméry Carabet.

Je remercie mes voisins de bureau : Aroune pour les discussions souvent synchronisées autour d'un café et souvent autour d'un "level 2". Jean-Philippe pour les pause discussion "pause clope" et "Bar'Ouf".

Je remercie les potes du Mans : Ti'tom, Tjasa, Yann, Florent, Tiphaine et Mathieu, et une pensée toute particulière à ma coloc K-Ro.

Je remercie les Nantais (expatriés ou non) : Dr. Yorf, Popov, Manu, Méchanberry, Coline, Florian.

Je remercie les brivistes : Bud, Yannick, Samuel, Baby.

Je souhaite bonne continuation aux actuels doctorants, Lorianne, Balbine, Hélenne, Mathieu, Benjamin, JB, Clément, Damien, Baptiste, Miguel, Navid.

Enfin, je remercie [s-laum] pour tout ceux que j'ai oublié.

If you want a happy ending, that depends, of course, on where you stop your story.

Orson Welles

à Denver,
le dernier dinosaure.

Table des matières

Introduction générale **1**

1 Les milieux granulaires, des milieux complexes **3**
1.1 Introduction . . . 3
1.2 Phénomènes mis en jeu . . . 4
1.2.1 Etude d'une sphère (échelle microscopique) . . . 4
1.2.2 Physique du contact (échelle mésoscopique) . . . 4
1.2.2.1 Contact de Hertz . . . 4
1.2.2.2 Contact de Hertz-Mindlin . . . 5
1.2.3 Milieu effectif (échelle macroscopique) . . . 6
1.3 Evolutions des milieux granulaires non cohésifs . . . 7
1.3.1 Compaction . . . 7
1.3.2 Effets de mémoire . . . 8
1.3.3 Relaxation . . . 8
1.4 Méthodes acoustiques . . . 9
1.4.1 Elasticité non linéaire . . . 10
1.4.2 Dissipation linéaire et non linéaire . . . 11

Bibliographie **13**

2 Dispositifs et protocoles expérimentaux **17**
2.1 Description du banc expérimental . . . 17
2.2 Signaux et méthodes acoustiques . . . 24
2.2.1 Méthode temporelle : Impulsion-Echo . . . 24
2.2.2 Génération d'harmoniques . . . 25
2.2.3 Génération de fréquence différence . . . 27
2.2.4 Réponse en fréquence large bande . . . 27
2.2.5 Résonances non linéaires . . . 29
2.2.6 Mesures résolues en temps des courbes de résonances non linéaires . 32
2.3 Contrôle des sondages acoustiques . . . 33
2.3.1 Compaction "classique" . . . 34
2.3.2 Effets de mémoire . . . 34
2.3.3 Relaxation . . . 34
2.4 Choix et préparation des échantillons . . . 37
2.4.1 Les différents échantillons granulaires utilisés . . . 37
2.4.1.1 Préparation des échantillons . . . 38

2.5 Problèmes éventuels . . . 39
2.5.1 Problèmes d'identification de la première résonance . . . 39

Bibliographie **41**

3 Nonlinear Biot waves in a granular medium **43**
3.1 Introduction . . . 44
3.2 Experimental setup and methods . . . 45
3.2.1 Setup and samples . . . 45
3.2.2 Data analysis and signal processing . . . 46
3.3 Experimental results . . . 47
3.3.1 Analysis of the transfer function . . . 47
3.3.1.1 Characteristic frequency regions of the transfer function . . . 47
3.3.1.2 Discussion on the cut-off frequency . . . 48
3.3.1.3 Elastic parameters of the solid frame . . . 49
3.3.2 Effect of the compaction . . . 50
3.3.3 Second harmonic generation process . . . 51
3.3.4 Influence of the bead diameter . . . 53
3.3.5 Nonlinear self-action process . . . 55
3.4 Summary . . . 59

Bibliographie **61**

4 Nonlinear acoustic characterization of the memory effects in non-cohesive disordered granular media **65**
4.1 Introduction . . . 67
4.2 Experimental Setup . . . 67
4.3 Compaction process . . . 68
4.4 Nonlinear parameters . . . 70
4.5 Results . . . 72
4.5.1 Average compacity . . . 72
4.5.2 Linear parameters . . . 74
4.5.3 Nonlinear parameters . . . 75
4.6 Conclusions . . . 77

Bibliographie **79**

5 Nonlinear acoustic probing of fast relaxation of disordered granular media **81**
5.1 Introduction . . . 82
5.2 Compaction process and experimental setup . . . 82
5.2.1 Compacity . . . 82
5.2.2 Experimental setup . . . 83
5.3 Observation of the relaxation effects . . . 83
5.3.1 Resonance curves as a function of the excitation amplitude . . . 83
5.3.2 Time resolved linear resonances . . . 86
5.4 Mixed Time-Frequency method for the evaluation of time dependent nonlinear hysteretic parameters . . . 88
5.5 Experimental results . . . 91
5.5.1 Linear parameters f_0 and A_0 . . . 91
5.5.2 Nonlinear parameters α_f and α_Q . . . 92

5.5.3 Read number r_m 93
5.6 Interpretations of the experimental results 94
5.7 Conclusions 95

Bibliographie **97**

Conclusion générale **99**

Introduction générale

Les milieux granulaires sont des milieux composés de deux phases. La première, constituée de grains de taille plus ou moins grande, forme le squelette solide. La deuxième est un fluide saturant l'ensemble (eau, air, etc.). Ils peuvent être formés naturellement comme les sables ou alors façonnés par l'homme, comme le ballaste servant pour les rails de chemin de fer. D'un point de vue industriel, ces matériaux sont, après les liquides, les plus utilisés, présentant des enjeux économiques majeurs. Il est donc normal qu'une communauté importante s'intéresse particulièrement à ce type de matériaux. L'industrie agro-alimentaire s'intéresse à leurs comportements lors du stockage de céréales dans des silos. Les géophysiciens s'y intéressent pour étudier les avalanches et les industries pharmaceutiques pour la conception de médicaments réalisés à partir de poudres, par exemples. Un des processus les plus connus, et notamment utilisé par les industriels, est le processus de compaction. Celui-ci consiste à densifier un milieu granulaire non consolidé, c'est-à-dire à augmenter la masse volumique effective du milieu. Il existe deux méthodes principales pour compacter ces milieux. La première est réalisée par compression en appliquant une force extérieure sur le matériau. Elle a le désavantage de ne pas garantir l'intégrité des grains si la force appliquée dépasse le seuil de plasticité des grains. L'autre méthode consiste à secouer ou faire vibrer le matériau. Grâce à l'action de la gravité, le matériau granulaire se densifie au fur et à mesure des sollicitations. Au cours de ces deux méthodes, certains grains vont se mouvoir et occuper progressivement les espaces libres de la partie fluide du matériau. En comblant ces vides, les grains augmentent ainsi la masse volumique du milieu. Qui dit compaction, dit évolution du matériau. Cette dernière peut alors être suivie au cours du processus et notamment son impact sur les comportements et les propriétés mécaniques et élastiques. Il existe plusieurs méthodes pour étudier les comportements, chacune d'elles dépendant essentiellement de l'échelle caractéristique (micro-, méso- ou macroscopique) et de l'état dans lequel se trouve le matériau. En effet, selon qu'ils soient solides, liquides, gazeux voire une combinaison de deux états, leurs comportements diffèrent grandement et les méthodes de sondage doivent alors être judicieusement choisies. Des méthodes visuelles comme la photographie, ou encore la photo-élasticimétrie permettent de décrire les comportements à l'échelle du millimètre, mais elles ne permettent pas de connaître les phénomènes mis en jeu à une échelle plus petite. Les méthodes d'imagerie par résonance magnétique ou radiographie sont aussi utilisées pour la caractérisation mais leur coût reste élevé. Enfin les méthodes acoustiques permettent l'étude des propriétés acoustiques et mécaniques, élastiques et dissipatives. Ces méthodes sont peu coûteuses par rapport à la quantité d'informations qui en est tirée de leur sensibilité et leur flexibilité. Dans ce travail de thèse, nous nous intéressons à des milieux granulaires composés de billes de taille monodisperse et non cohésives, c'est-à-dire qui ne sont pas collées entre elles. Du fait de cette non consolidation,

le milieu peut avoir les comportements d'un solide ou d'un liquide, selon les conditions extérieures et les conditions de préparation. Le milieu granulaire est bien souvent dans un état métastable.

Ces matériaux granulaires présentent des propriétés non linéaires acoustiques très importantes, essentiellement dues à la non-linéarité des contacts entre les grains. D'un point de vue acoustique, plusieurs méthodes peuvent être utilisées pour obtenir des observables non linéaires : génération d'harmoniques et sous-harmoniques, auto-démodulation, résonances non linéaires... Devant la richesse des manifestations d'effets non linéaires, et compte tenu de la méconnaissance de nombreux paramètres importants du milieu, un travail de compréhension est nécessaire. Cette thèse est une contribution à cet effort de compréhension de la propagation acoustique dans les milieux granulaires. De manière plus générale, elle vise à contribuer à une meilleure compréhension de leur élasticité. A ce stade, deux questions se posent. Comment la compacité, les variations de sollicitations mécaniques extérieures, de température et d'hygrométrie agissent sur les non-linéarités acoustiques ? Quelles informations complémentaires sur les propriétés des contacts sont extraites à partir de ces non-linéarités ?

Dans le premier chapitre, un état de l'art sur l'étude des milieux granulaires est présenté. Il fournit des informations générales utiles à la compréhension des phénomènes observés au sein de ces milieux et utilisées par la suite. Le deuxième chapitre présente en détails le banc de mesures mis en oeuvre et utilisé lors de cette thèse ainsi que les différents protocoles de mesures. Une partie importante résume les précautions nécessaires pour la qualité et la reproductivité des résultats expérimentaux.

A la suite de ces deux premières parties, trois chapitres de résultats expérimentaux sont présentés. Ils sont sous la forme d'articles de revues internationales à comités de lecture, soumis et/ou en cours de rédaction. De ce fait, ces chapitres sont auto-suffisants, il apparaît donc des redondances sur l'ensemble de ce manuscrit de thèse, notamment sur la présentation du banc de mesure et la définition des paramètres acoustiques non linéaires. Néanmoins, le chapitre 2 présente ces notions plus en détails pour qui souhaiterait refaire les expériences. Le lecteur notera aussi que chaque chapitre possède sa propre bibliographie.

Dans le chapitre 3, la fonction de transfert acoustique d'une tranche de milieu granulaire est étudiée en détail. L'influence du couplage solide/fluide sur la propagation des ondes acoustiques ainsi que le phénomène de "self action" sont particulièrement analysés. Le chapitre 4 traite des effets de mémoires dans ces milieux soumis à un processus de compaction. Il montre comment les propriétés élastiques et dissipatives linéaires et non linéaires sont affectées par un changement des sollicitations extérieures au cours du processus de compaction. Un candidat pour expliquer les effets de mémoire est proposé. Le chapitre 5 traite des effets de relaxation élastique au cours du temps d'un échantillon granulaire soumis à une seule sollicitation mécanique. L'influence de la température et de l'humidité ambiante est presentée. Enfin une conclusion générale de ce travail est présentée et les perspectives envisagées sont décrites.

Chapitre 1

Les milieux granulaires, des milieux complexes

1.1 Introduction

Les milieux granulaires non cohésifs ont la particularité d'être présents sous diverses formes et tailles. Un milieu ou matériau granulaire est constitué d'un ensemble d'éléments discrets appelés grains. Pour des tailles de grains inférieures à 1 μm, on parle de colloïdes. Pour des tailles de grains comprises entre 1 μm et 100 μm, on parle de poudres. Enfin pour des tailles comprises entre 100 μm jusqu'à quelques kilomètres, on les désigne comme milieux granulaires. Les études effectuées sur ces matériaux sont diverses : études sur les arrangements géométriques, sur les contraintes, ségrégation, paramètres élastiques etc... Les méthodes sont expérimentales, analytiques ou numériques. La plupart des études sur ces milieux granulaires se basent sur la théorie du contact. En 1881, Hertz [15] écrit une théorie qui décrit le comportement non linéaire du contact entre deux sphères. Cette théorie permet de calculer la distance d'interpénétration, la surface de contact ainsi que la constante de raideur en fonction du rayon et des paramètres du matériau constituant les sphères. Il démontre ainsi le caractère non linéaire de la distance d'interpénétration en fonction de la force appliquée aux deux sphères. Mindlin [41, 42, 13] ajoute une force tangentielle à ce contact et démontre aussi une dépendance non linéaire du contact en cisaillement. Dans la théorie du passage micro/macro, les contacts sont moyennés par ensemble, il est donc compréhensible de retrouver le caractère non linéaire des contacts sur l'ensemble d'un milieu composé de grains. La compléxité des milieux granulaires non cohésifs vient en partie de la complexité du contact seul.

Les milieux granulaires évoluent constamment au cours du temps, ils ne sont jamais vraiment dans un état stable. Ils peuvent se présenter sous les trois états de matière : solide quand ils sont confinés dans récipient, liquide quands ils s'ecoulent d'un récipient et enfin gazeux quand ils sont pris dans une tempête de sable par exemple. A l'état solide, les milieux granulaires sont plutôt dans un état métastable proche de celui des milieux amorphes, les verres. N'atteignant jamais réellement d'états stables, il est alors difficile de conclure sur des mesures réalisées à un état donné. Un moyen que nous avons choisi pour suivre l'évolution de ces matériaux de façon répétable, est la compaction. Ce processus a été largement étudié tant de façon expérimentale que de façon numérique et analytique [28, 47, 51, 20]. Le paramètre le plus utilisé caractérisant ce processus est la compacité ϕ.

Il represente le rapport du volume de grains sur le volume occupé par l'ensemble du milieu granulaire (grains et fluide saturant) : $\phi = V_{mat}/V_{tot}$.

Ce chapitre introductif présente un état de l'art utile à la compréhension des phénomènes mis en jeu dans les milieux granulaires non consolidés. Tout d'abord, trois ordres de grandeurs caractéristiques d'observation sont décrits. Ensuite, une partie du chapitre est consacrée à l'évolution des comportements en fonction du temps et des sollicitations (vieillissement) d'un milieu granulaire non cohésif et désordonné. Enfin, la dernière partie du chapitre aborde les méthodes acoustiques existantes pour l'étude des milieux granulaires.

1.2 Phénomènes mis en jeu

Il existe trois échelles de description pour les milieux granulaires [19] : micro-, méso- et macroscopique. L'échelle microscopique ne considère la description que d'un seul grain par l'étude de sa masse, de sa forme ainsi que de ses propriétés mécaniques et éventuellement électriques. Pour un ensemble supérieur ou égal à deux grains, l'échelle mésoscopique est utilisée. Elle décrit un certain nombre de grains par l'étude des interfaces, des forces et torsions ainsi que les lois de conservation interagissant dans cet ensemble [22, 52, 56]. Enfin, l'échelle macroscopique permet la description d'un ensemble beaucoup plus grand, on parle alors de "bulk", qui permet la description du milieu par des relations de contraintes/déformations issues notamment de la mécanique des milieux continus.

1.2.1 Etude d'une sphère (échelle microscopique)

A l'échelle de la sphère, on ne parle pas encore de milieux granulaires mais l'étude d'un seul grain permet tout de même d'avoir un point de départ pour les méthodes d'homogénéisation. Du point de vue microscopique, la sphère est caractérisée par sa forme, sa taille, sa masse, le matériau dans lequel elle est constituée. Les propriétés mécaniques telles que le module d'Young et le coefficient de Poisson sont aussi des paramètres indispensables dans son étude. D'un point de vue acoustique, en 1881 Lamb calcule les modes propres de vibration d'une sphère élastique [31, 16]. Les premiers modes de respiration d'une sphère en métal de 8 mm de diamètre ont une fréquence de plusieurs centaines de kHz. Certaines équipes ont calculé et observé la propagation d'onde de Rayleigh à la surface d'une sphère en acier [8]. Ces fréquences de résonance d'une seule sphère étant très élevées par rapport à celles considérées dans cette thèse, ces modes individuels n'interviennent pas dans cette étude.

1.2.2 Physique du contact (échelle mésoscopique)

1.2.2.1 Contact de Hertz

Les modèles théoriques sont nombreux pour décrire les interactions mécaniques dans les milieux granulaires. Le plus connu est celui de Hertz [15] [24]. En 1881, il utilise la théorie de l'élasticité linéaire des milieux continus pour calculer la relation force/déplacement entre deux sphères en contact. Lorsque deux sphères indéformables sont placées l'une sur l'autre et chargées verticalement par une force normale F_N, le contact entre elles est ponctuel. Cependant, lorsque ces deux sphères sont constituées d'un matériau continuement élastique, la surface de contact prend la forme d'un cercle de rayon a, comme représentée sur la figure 1.1. Hertz propose, pour deux sphères identiques de rayon R, le rayon a du cercle d'inter-contact (équation 1.1) et le déplacement relatif $U^{(n)}$ d'inter-contact (équation 1.2) en fonction de la force de compression F_N, du module de Young E et du coefficient de

Poisson ν. Le rayon a est

$$a = \left(\frac{3F_N R}{4E*}\right)^{1/3}, \tag{1.1}$$

avec $E* = E/2\left(1-\nu^2\right)$.
Le déplacement relatif est :

$$U^{(n)} = \frac{a^2}{R} = \left(\frac{9{F_N}^2}{16RE*^2}\right)^{1/3}. \tag{1.2}$$

La puissance "1/3" présente dans les équations 1.1 et 1.2 montre le caractère non linéaire du contact entre deux sphères.

1.2.2.2 Contact de Hertz-Mindlin

Pour des forces tangentielles additionnées aux forces normales, Mindlin [41, 42, 13, 32] propose une description de l'interaction entre deux sphères. Ce cas d'étude est illustré sur la figure 1.1. Deux situations sont possibles pour une amplitude de force tangentielle donnée. La zone de centrale du contact ne glisse pas et une couronne périphérique du contact glisse. La limite entre les deux situations est donnée par

$$|Q_T| < \mu_s \left|F_N\right|, \tag{1.3}$$

où μ_s est le coefficient de friction statique. Dans ce cas de non glissement, le déplacement tangentiel linéaire $U^{(t)}$ est écrit en fonction des forces tangentielles Q_T sous la forme

$$U^{(t)} = \frac{Q_T}{4a}\frac{(2-\nu)}{G}, \tag{1.4}$$

avec G le module de cisaillement du matériau constituant les billes. Cependant, lorsque les forces tangentielles sont telles qu'un processus d'adhésion/glissement s'opère, la relation force/déplacement prend alors la forme,

$$U^{(t)} = \frac{3\mu_s F_N}{8a}\frac{(2-\nu)}{G}\left[1-\left(1-\frac{Q_T}{\mu_s F_N}\right)^{2/3}\right]. \tag{1.5}$$

Cette relation entre le déplacement tangentiel et la force normale est non linéaire et conduit à un comportement hystérétique selon la charge du contact.

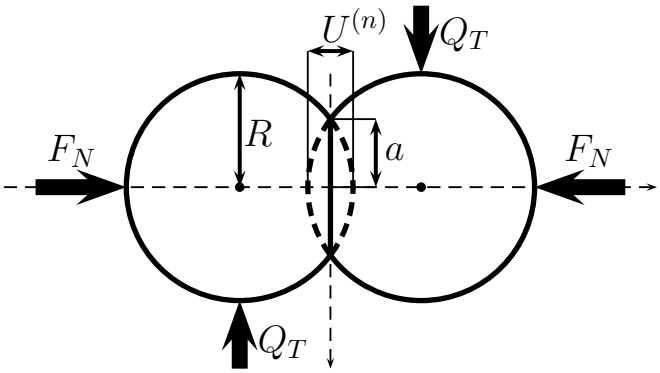


Figure 1.1 – Schéma du contact entre deux billes

1.2.3 Milieu effectif (échelle macroscopique)

Une difficulté dans l'étude des milieux granulaires est de pouvoir transposer les phénomènes de l'échelle microscopique à l'échelle macroscopique. Plusieurs équipes travaillent spécialement sur cette problématique. Emeriault [14] construit un modèle macroscopique de l'élasticité à partir du contact de Hertz/Mindlin (lois d'élasticité non linéaire) en utilisant une technique d'homogénéisation dont le principe est montré sur la figure 1.2. Dans ce modèle, le module d'Young d'un milieu granulaire soumis à une pression de confinement est obtenu. Cependant ce passage micro/macro n'est pas trivial et demande l'assistance de systèmes informatiques. Cette méthode nécessite de plus une discrétisation des grains qui reste grossière. D'autres équipes mettent au point des méthodes qui permettent notamment d'obtenir des modules d'Young de façon analytique. Tous s'accordent sur le fait que l'élasticité joue un rôle majeur dans la description des milieux granulaires. Emeriault [14] montre que le module élastique varie avec la pression de confinement. Dans une série de trois articles successifs, Agnolin [1, 2, 3] étudie un milieu granulaire soumis à une contrainte isotrope. Il montre qu'une faible variation dans la contrainte de confinement n'est pas à première vue évidente à déceler, mais qu'elle affecte grandement les réseaux de contacts. Le module élastique de volume permet alors d'obtenir des informations sur le nombre de coordination entre grains "z". Ce module dépend alors de la contrainte de confinement et de la compacité du milieu [11, 59, 23] :

$$K \propto P^{1/3} (z\phi)^{2/3}, \tag{1.6}$$

où P est la pression de confinement, z le nombre de coordination entre grains et ϕ la compacité du milieu. Makse [39] montre que l'élasticité ne suffit pas à la description d'un milieu granulaire quand il est soumis à une pression de confinement. Selon ses travaux, ll faut prendre en compte les mécanismes de relaxation liés aux désordres structurels.

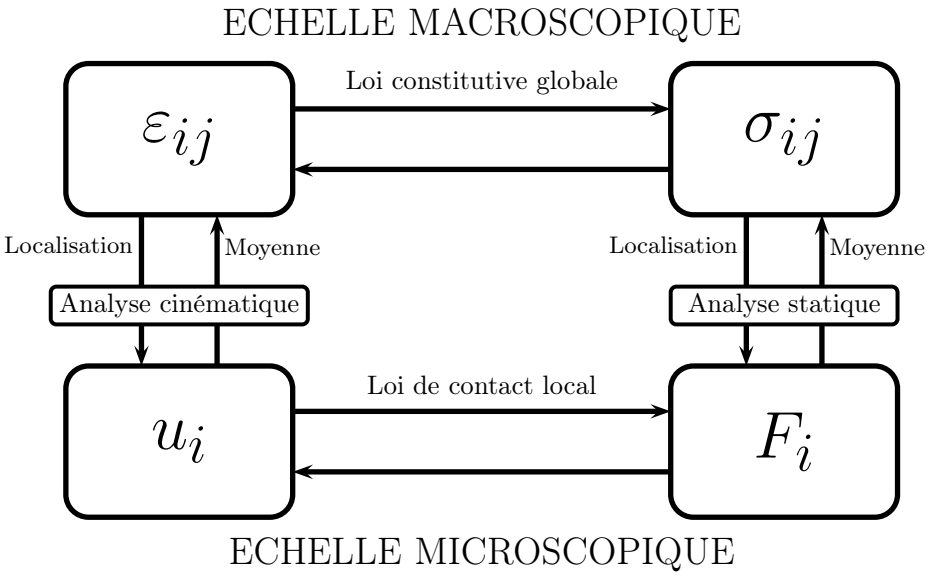


Figure 1.2 – Schéma de la technique d'homogénéisation où F_i est la force de contact, u_i le déplacement relatif au point de contact, ε_{ij} la déformation et σ_{ij} la contrainte.

1.3 Evolutions des milieux granulaires non cohésifs

1.3.1 Compaction

Un des phénomènes courants dans les milieux granulaires non consolidés est celui de la compaction [28, 47, 51, 20]. Celui-ci est lié à l'augmentation de la densité volumique du milieu au cours du temps. S'il peut être naturel et non maîtrisé, il est contrôlé pour des expérimentations en laboratoire. Il existe plusieurs façons de compacter le milieu. Tout d'abord en contraignant le milieu par une force normale mais cette méthode n'assure pas l'intégrité des grains. Au delà d'une certaine force certains grains peuvent se détériorer. Une autre méthode consiste à soumettre le milieu à des sollicitations mécaniques le laissant se densifier de lui-même grâce à l'action de la gravité. Des vibrations longitudinales et/ou tangentielles [49, 45, 35], des sollicitations discrètes appelées "tap" [48, 47, 38, 36, 12], ou encore des flux de gaz [28] sont utilisés. Toutes ces méthodes sont équivalentes au sens où elles imposent des déplacements de grains au sein de l'ensemble du milieu. Les grains s'organisent géométriquement grâce aux actions combinées des taps et de la gravité. L'amplitude des sollicitations appliquées au milieu est notée Γ et correspond à l'accélération normalisée par la valeur de l'accélération gravitationnelle, $\Gamma = A/g$. Le terme "compacité [1]", noté ϕ est défini comme le rapport entre le volume grains et le volume occupé par l'ensemble du milieu granulaire (Eq. 1.9). Pour un milieu constitué exclusivement de sphères de taille monodisperse (de rayon R), la compacité est définie en fonction du nombre de grains n contenus dans un volume donné (Eq. 1.7),

$$\phi = \frac{4n\pi R^3}{3V_{tot}}. \tag{1.7}$$

Lorsque le nombre de sphères est inconnu, la compacité est alors estimée par un rapport des masses volumiques. Si

$$\phi = \frac{V_{mat}}{V_{tot}}, \tag{1.8}$$

alors

$$\phi = \frac{V_{mat}}{V_{tot}} = \frac{\rho_{eff} M_{mat}}{\rho_{mat}\left(M_{mat} + M_f\right)}, \tag{1.9}$$

où M_f et M_{mat} sont respectivement les masses du fluide saturant et du matériau. Cependant, si l'ordre de grandeur entre les masses volumiques du fluide et du matériau respecte $\rho_f << \rho_{mat}$, ce qui est le cas pour des sphères solides saturées d'air, alors $M_f << M_{mat}$. Finalement la compacité est estimée par

$$\phi \approx \frac{\rho_{eff}}{\rho_{mat}}. \tag{1.10}$$

Expérimentalement, il a été montré que non seulement l'amplitude des taps régie la dynamique de compaction [28] mais elle détermine aussi la compacité critique. Ce seuil est la compacité maximale que le milieu granulaire peut atteindre, il dépend essentiellement de l'amplitude des taps [47]. Expérimentalement, pour les milieux désordonnés, la compacité ϕ minimale est $\phi \approx 0.55$ pour l'état le plus lâche où le potentiel de mouvement de chaque grain est le plus élevé. Cet état métastable est appelé arrangement aléatoire lâche ou "random loose packing" (*rlp*) [46]. Quant à la compacité maximale, elle est de $\phi \approx 0.64$, elle correspond à l'état où le potentiel de mouvement des grains est le plus faible, voir nul. Le

1. Dans la physique des milieux poreux, les termes ϕ ou Φ sont utilisés pour caractériser la porosité d'un matériau. Dans ce travail de thèse, nous considérons ϕ comme étant la compacité et Φ la porosité. Ces deux termes sont alors liés par la relation suivante, $\phi = 1 - \Phi$.

milieu ne se densifie plus, on parle alors d'arrangement aléatoire dense ou "random close packing" (*rcp*). Il est à noter que certaines équipes parlent même de *rvlp* ou "random very loose packing" [7]. Cependant, l'arrangement géométrique cubique faces centrées des cristaux granulaires [40, 4], dont la compacité est $\phi \approx 0.74$, n'est pas atteint dans les milieux désordonnés [54], mais des équipes ont observé la cristallisation d'un milieu granulaire désordonné soumis à des vibrations dans les trois directions de l'espace [49, 35]. Après seulement quelques dizaines de minutes et avec une fréquence et une amplitude bien déterminées, le milieu atteint un état proche de celui d'un cristal *cfc*. Cette valeur a été montrée dans la conjecture de KEPLER, qui présente comment ranger le maximum de sphères dans un minimum de place. On notera finalement que la compacité peut atteindre la valeur limite $\phi = 1$ dans le cas des structures appoloniennes. Ces structures sont composées de sphères de plus en plus petites afin de combler les espaces libres entre les sphères de plus grand rayon. C'est Appolonios qui découvrit et mis en équation cette structure fractale.

Si le milieu est constitué de grains de tailles polydisperses, la valeur du *rcp* peut dépasser $\phi = 0.64$ [9]. Il peut aussi se poser des problèmes de ségrégation entraînant une séparation des grains de tailles différentes au cours du processus de compaction. Un de ces problèmes est largement connu sous le nom d'effet noix du Brésil [44, 43] où un mélange de sphères de deux tailles différentes est secoué par des vibrations. Au début de l'expérience les sphères de grand diamètre sont placées au fond d'un récipient puis sont recouvertes par des sphères de plus petit diamètre. Après un certain temps les grosses sphères remontent petit à petit vers la surface jusqu'à ce que les deux familles de sphères aient échangé leurs place dans le récipient. Ce phénomène qui a pu être observé et sondé acoustiquement [33], se caractérise par une compacité et une réponse acoustique linéaire non monotone en fonction du nombre de vibrations. Le maximum atteint dans ces réponses indique que les différentes sphères sont bien mélangées.

1.3.2 Effets de mémoire

D'une manière générale, les effets de mémoire au sein des milieux granulaires sont liés au processus de compaction [26, 21, 6, 53, 5, 60]. En effet, le milieu est compacté à une certaine amplitude de tap pendant un temps donné, il emmagasine alors l'histoire de ces sollicitations. En changeant brusquement l'amplitude des taps (en augmentant ou en diminuant), l'effet de mémoire est alors observé sur la valeur de la compacité. Si l'amplitude des taps est augmentée, alors le milieu se décompacte pendant un cours instant [26] et reprend ensuite une évolution de compaction connue. Au contraire, si l'amplitude est diminuée, on observe une brève augmentation de la compacité en fonction du nombre de tap. Cependant ces deux effets restent faibles, la densité effective du milieu ne varie seulement d'environ 1%. L'explication de cette évolution qui n'est pas forcement évidente, vient du fait que le milieu s'organise d'une certaine façon pour une certaine amplitude de sollicitations. La compacité ne suffit pas à caractériser totalement l'état du système, il faut alors se pencher sur l'échelle mésoscopique pour comprendre ces phénomènes et surtout prendre en compte le fait que ces milieux ont de nombreux états métastables. Selon l'amplitude des taps, le milieu va s'orienter vers un puits de potentiel donné et alors se retrouver au fur et à mesure de la compaction près d'un autre puits, il suffit alors d'une action inhabituelle pour que le milieu bascule brusquement vers un autre puits de potentiel parfois très différent.

1.3.3 Relaxation

Les milieux granulaires non cohésifs et désordonnés sont de nature instable, si bien qu'ils évoluent avec le temps. Dans le cadre de la compaction cette évolution temporelle

est observable après chaque tap. En fait, les sollicitations extérieures perturbent le milieu. Il se réorganise micro-localement, entraînant de ce fait une modification des paramètres élastiques. Ce phénomène est lié au contact entre chaque grain. Il existe plusieurs raisons à cette évolution du contact. Tout d'abord le coefficient de friction évolue au cours du temps. Losert [37] a montré ce phénomène en tirant une masse posée sur un milieu granulaire après un temps de pose de plus en plus grand. Il montre ainsi que le coefficient de friction augmente avec le temps. Il peut aussi apparaître de la condensation au niveau du contact [50]. Un pont liquide de forme sur le contact augmentant ainsi la force d'adhésion entre les grains. Des équipes [30, 29] ont observé par fluorescence la formation de ponts liquides dans un échantillon granulaire. Ils montrent ainsi que les milieux granulaires voient leurs comportements se modifier en présence d'un liquide additionnel. Le nombre de coordination par grains est aussi modifié par l'apport de liquide et augmente avec le taux d'humidité dans l'échantillon. Ainsi la vitesse de propagation dans le matériau augmente avec la présence d'eau saturant les grains [27]. Tout ces effets font que les milieux granulaires se relaxent lentement après chaque sollicitation mécanique.

1.4 Méthodes acoustiques

Il existe différents moyens expérimentaux pour étudier les milieux granulaires, chacun étant adapté à l'ordre de grandeur caractéristique de l'étude. La radiographie et l'imagerie par résonance magnétique permettent une étude très précise de la géométrie du milieu mais ces deux moyens sont coûteux. La photoélasticimétrie permet d'étudier par une méthode visuelle, les contraintes mécaniques et les chaînes de force au sein de milieux granulaires [17, 34]. Cependant, ces mesures nécessitent de gros moyens expérimentaux et sont limitées aux expérimentations en laboratoires sur des milieux à deux dimensions. Dans le but d'obtenir des paramètres élastiques et dissipatifs, les trois méthodes citées précédemment sont utilisables mais les méthodes acoustiques ont plusieurs avantages et peuvent se révéler très performantes. En effet, celles-ci ont l'avantage d'être résolues en temps, en trois dimensions, elles sont sensibles et versatiles [10, 18, 55, 57, 58]. Il existe deux méthodes acoustiques linéaires majeures pour étudier les milieux granulaires. Tout d'abord, une méthode temporelle consiste à mesurer le temps de vol d'un onde acoustique se propageant entre deux transducteurs. Elle permet d'estimer la vitesse de propagation des ondes longitudinales ou transversales, selon la configuration de l'expérimentation. La deuxième méthode est une méthode fréquentielle. Elle consiste à mesurer la fonction de réponse en fréquence d'une tranche de matériau placée entre deux transducteurs acoustiques. Elle permet d'observer les différents modes de propagation acoustique et les modes de résonance du matériau. Pour ces deux méthodes acoustiques, les réponses du matériau aux sollicitations acoustiques sont linéaires si les amplitudes de déformations acoustiques sont faibles ($\varepsilon_A < 10^{-7}$ pour le matériau utilisé dans cette thèse). Pour un régime de déformations fortes, c'est-à-dire pour des amplitudes de déformations acoustiques fortes ($\varepsilon_A > 10^{-7}$), le milieu ne réagit plus linéairement avec l'amplitude. Il existe plusieurs non-linéarités dont les relations contraintes/déformations sont montrées sur la figure 1.3.

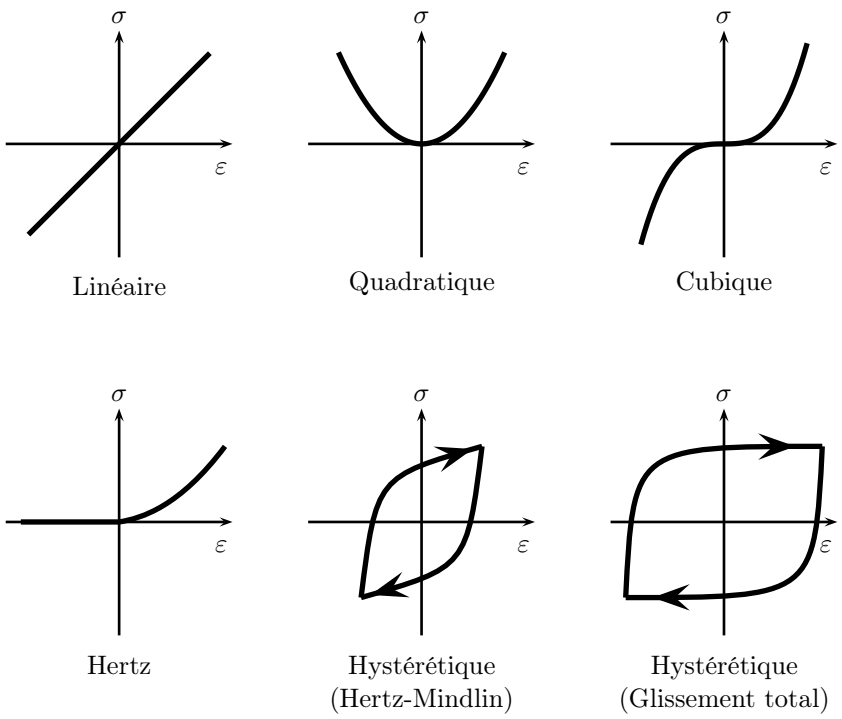


FIGURE 1.3 – Schémas des différentes relations contraintes/déformations des non-linéarités possibles au sein des milieux granulaires.

Les réponses aux sollicitations acoustiques sont alors non linéaires. Les méthodes acoustiques pour ces régimes de déformations sont plus nombreuses : générations d'harmoniques, auto-démodulation, génération de fréquence différence, résonances non linéaires etc.

1.4.1 Elasticité non linéaire

Un des phénomènes non linéaires observables dans les matériaux granulaires est le décalage de la fréquence de résonance en fonction de l'amplitude des excitations acoustiques, cet effet est montré sur la figure 1.4. Appelé "softening", ce phénomène de ramollissement du matériau se traduit par une diminution de la fréquence de résonance et du facteur de qualité pour des excitations d'amplitudes croissantes. Dans le cadre de la théorie non linéaire classique de LANDAU [32], la contrainte dans un système unidimensionnel s'écrit :

$$\sigma = E_0\varepsilon\left(1 + \beta\varepsilon + \delta\varepsilon^2 + ...\right), \tag{1.11}$$

où E_0 est le module d'Young linéaire du matériau, β et δ les paramètres non linéaires classiques du second et troisième ordres. L'équation du mouvement 1D en ondes de compression est donnée par :

$$\rho\frac{\partial^2 u}{\partial t^2} = \frac{\partial \sigma}{\partial x}. \tag{1.12}$$

En reportant l'équation 1.11 dans l'équation 1.12, l'équation du mouvement est :

$$\rho\frac{\partial^2 u}{\partial t^2} = \frac{\partial}{\partial x}\left(E_0\varepsilon\left(1 + \beta\varepsilon + \delta\varepsilon^2 + ...\right)\right) \tag{1.13}$$

avec c la vitesse des ondes définie par

$$c^2 = c_0^2 \frac{1}{\rho} \frac{\partial \sigma}{\partial \varepsilon} = \frac{1}{\rho} \left(E_0 + \beta \varepsilon + \sigma \varepsilon^2 \right) \tag{1.14}$$

où $c_0^2 = E_0/\rho_0$ est la vitesse linéaire des ondes. La vitesse dépend donc du niveau de déformation $\varepsilon = \partial u/\partial x$. Le sens de cette variation en fonction de l'excitation dépend du signe des paramètres non linéaires β et δ. Lors du phénomène de résonance, la déformation est nulle en moyenne sur une période $< \varepsilon >= 0$, dans ce cas, en omettant les puissances supérieures à deux (pour des déformations faibles), le décalage de la fréquence de résonance est dans la théorie non linéaire classique :

$$\frac{f - f_0}{f_0} \propto \delta \varepsilon^2 \tag{1.15}$$

La fréquence de résonance $f = c/2L$ d'une tranche de matériau dépend de la vitesse de propagation dans le milieu et de son épaisseur égale à la demi longueur d'onde. f_0 est la fréquence de résonance linéaire du mode obtenu pour de faibles amplitudes d'excitation. D'un point de vue expérimental, un paramètre α_f, caractérisant les non-linéarités élastiques est obtenu en mesurant la tension détectée au pic de la résonance de fréquence f :

$$\alpha_f \sim \frac{1}{V_{mes}} \frac{\Delta f}{f}, \tag{1.16}$$

La dépendance linéaire du décalage fréquentiel en fonction de la tension détectée à la résonance est le signe de non-linéarités où un terme d'hystérésis non linéaire doit être ajouté à la relation contrainte/déformation. Cette relation est alors dépendante du signe de la variation de la déformation :

$$\sigma = E_0 \varepsilon \left(1 + \beta \varepsilon + \delta \varepsilon^2 + ... \right) + \alpha F \left(\varepsilon, sign \left(\frac{\partial \varepsilon}{\partial t} \right) \right) \tag{1.17}$$

Le coefficient α quantifie l'importance de l'hystérésis dans cette relation et F est une fonction décrivant l'hystérésis.

1.4.2 Dissipation linéaire et non linéaire

Pour de faibles amplitudes d'excitation ($\varepsilon \approx 10^{-7}$), le milieu a un comportement quasi-linéaire. C'est-à-dire que la fréquence de résonance ne varie pas avec l'amplitude acoustique. Il en est de même pour l'amplitude du pic de résonance. Donc, pour un milieu élastique linéaire, le facteur de qualité linéaire Q_0 est :

$$Q_0 = \frac{2}{\pi} \frac{\Delta W}{W}, \tag{1.18}$$

qui relie la quantité d'énergie élastique stockée dans le système W sur l'énergie dissipée en une période de l'onde acoustique ΔW. Expérimentalement, le facteur de qualité est obtenu par ajustement avec une courbe lorentzienne. Mais, lorsque le niveau d'excitation devient plus fort et que le milieu devient non linéaire, cet ajustement n'est pas réalisable car les courbes de résonance sont moins marquées et moins symétriques. Dans [25], Johnson et Sutin proposent une approche expérimentale adaptée aux milieux fortement non linéaires, où l'atténuation non linéaire est donnée par :

$$\Delta \left(1/Q \left(\varepsilon \right) \right) = \frac{1}{Q_0} \left(\frac{V \varepsilon_{A_0}}{V_0 \varepsilon_A} - 1 \right), \tag{1.19}$$

avec ε l'amplitude de la déformation détectée pour la tension d'excitation acoustique V . De manière identique au paramètre non linéaire élastique, un paramètre α_Q caractérisant la non-linéarité dissipative est introduit :

$$\alpha_Q \sim \frac{\Delta\left(1/Q\left(\varepsilon_A\right)\right)}{\varepsilon_A}. \tag{1.20}$$

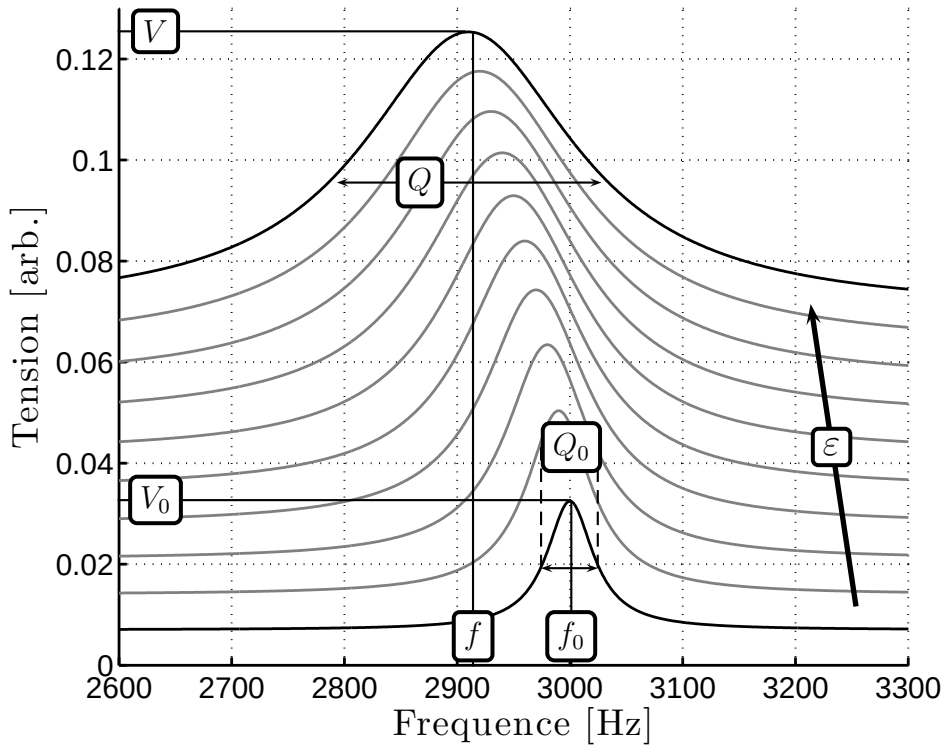


FIGURE 1.4 – Illustration du phénomène de softening d'un matériau. La succession de courbes correspond à une série de courbes de résonance avec l'amplitude d'excitation croissante. Plus l'amplitude d'excitation est élevée, plus la fréquence de résonance et le facteur de qualité diminuent.

Les paramètres non linéaires élastiques et dissipatifs α_f et α_Q sont obtenus par la méthode des résonances non linéaires. Une description détaillée de cette méthode est présentée dans le paragraphe 2.2.5 de cette thèse.

Dans ce chapitre, les différents phénomènes observables au sein des milieux granulaires non consolidés ont été présentés, notamment sur un aspect lié au temps et aux sollicitations extérieures. De plus, une notion de non-linéarités acoustiques a été abordée. Le chapitre suivant s'attache donc à la mise en place de méthodes expérimentales acoustiques linéaires et non linéaires pour la caractérisation des phénomènes présentés au cours de ce chapitre.

Bibliographie

[1] I. Agnolin and J.-N. Roux, *Internal states of model isotropic granular packings. i. assembling process, geometry, and contact networks*, Phys. Rev. E **76** (2007), 061302.

[2] ———, *Internal states of model isotropic granular packings. ii. compression and pressure cycles.*, Phys. Rev. E **76** (2007), 061303.

[3] ———, *Internal states of model isotropic granular packings. iii. elastic properties.*, Phys. Rev. E **76** (2007), 061304.

[4] J. Anfosso and V. Gibiat, *Elastic wave propagation in a three-dimensional periodic granular medium*, Europhys. Lett. **67** (2004), no. 3, 376–382.

[5] D. Arsenović, S. B. Vrhovac, Z. M. Jakšić, Lj. Budinski-Petković, and A. Belić, *Simulation study of granular compaction dynamics under vertical tapping*, Phys. Rev. E **74** (2006), no. 6, 061302.

[6] A. Barrat and V. Loreto, *Memory in aged granular media*, Europhysics Letters **53** (2001), no. 3, 297–303.

[7] M. P. Ciamarra and A. Coniglio, *Random very loose packings*, Phys. Rev. Lett. **101** (2008), 128001.

[8] D. Clorennec and D. Royer, *Investigation of surface acoustic wave propagation on a sphere using laser ultrasonics*, Applied physics letters **85** (2004), no. 12, 2435–2437.

[9] M. Danisch, Y. Jin, and H. A. Makse, *Model of random packings of different size balls*, Phys. Rev. E **81** (2010), 051303.

[10] O. Dazel and V. Tournat, *Nonlinear biot waves in porous media with application to unconsolidated granular media*, The Journal of the Acoustical Society of America **127** (2010), no. 2, 692–702.

[11] P. J. Digby, *The effective elastic moduli of porous granular rocks*, Journal of Applied Mechanics **48** (1981), no. 4, 803–808.

[12] J. A. Dijksman and M. Van Hecke, *The role of tap duration for the steady-state density of vibrated granular media*, EPL **88** (2009), no. 4, 44001.

[13] J. Duffy and R. D. Mindlin, *Stress-strain relations and vibrations in a granular medium*, Journal of Applied Mechanics **24** (1957), no. 4, 585–593.

[14] F. Emeriault and B. Cambou, *Micromechanical modelling of anisotropic non-linear elasticity of granular medium*, International Journal of Solids and Structures **33** (1996), no. 18, 2591 – 2607.

[15] H. Hertz, *Ueber die berührung fester elastischer körper*, Journal für die reine und angewandte Mathematik (1881), 156–171.

[16] A.-C. Hladky-Hennion, F. Cohen-Tenoudji, A. Devos, and M. de Billy, *On the existence of subresonance generated in a one-dimensional chain of identical spheres*, Journal of the Acoustical Society of America **112** (2002), no. 3, 850–855.

[17] G. Huillard, X. Noblin, and J. Rajchenbach, *Propagation of acoustic waves in a one-dimensional array of noncohesive cylinders*, Phys. Rev. E **84** (2011), 016602.

[18] X. Jacob, V. Aleshin, V. Tournat, P. Leclaire, W. Lauriks, and V. E. Gusev, *Acoustic probing of the jamming transition in an unconsolidated granular medium*, Phys. Rev. Lett. **100** (2008), 158003.

[19] H. M. Jaeger, *Chicago experiments on convection, compaction, and compression*, Proceedings of the NATO/ASI Workshop on Dry Granular Materials (Cargese), 1997.

[20] H. M. Jaeger, S. R. Nagel, and R. P. Behringer, *The physics of granular materials*, Physics Today **49** (1996), no. 4, 32–38.

[21] J. Javier Brey and A. Prados, *Linear response of vibrated granular systems to sudden changes in the vibration intensity*, Phys. Rev. E **63** (2001), no. 6, 061301.

[22] S. Job, F. Santibanez, F. Tapia, and F. Melo, *Wave localization in strongly nonlinear hertzian chains with mass defect*, Phys. Rev. E **80** (2009), 025602.

[23] D. L. Johnson, H. A. Makse, and N. Gland, *Nonlinear elasticity of granular media*, Physica B **279** (2000), 134–138.

[24] K. L. Johnson, *Contact mechanics*, Cambridge University Press, 1985.

[25] P. A. Johnson and A. M. Sutin, *Slow dynamics and anomalous nonlinear fast dynamics in diverse solids*, Journal of the Acoustical Society of America **117** (2005), no. 1, 124–130.

[26] C. Josserand, A. V. Tkachenko, D. M. Mueth, and H. M. Jaeger, *Memory effects in granular materials*, Phys. Rev. Lett. **85** (2000), no. 17, 3632–3635.

[27] M. Kimura, *Frame bulk modulus of porous granular marine sediments*, Journal of the Acoustical Society of America **120** (2006), no. 2, 699–710.

[28] J. B. Knight, C. G. Fandrich, C. N. Lau, H. M. Jaeger, and S. R. Nagel, *Density relaxation in a vibrated granular material*, Phys. Rev. E **51** (1995), no. 5, 3957–3963.

[29] M. M. Kohonen, D. Geromichalos, M. Scheel, C. Schier, and Herminghaus S., *On capillary bridges in wet granular materials*, Physica A **339** (2004), 7–15.

[30] A. Kudrolli, *Sticky sand*, Nature materials **7** (2008), 174–175.

[31] H. Lamb, *On the vibrations of an elastic sphere*, Proceedings of the London Mathematical Society **s1-13** (1881), no. 1, 189–212.

[32] L. D. Landau and E. M. Lifschitz, *Theory of elasticity*, Pergamon, 1986.

[33] J.-B. Legland, V. Tournat, and V. E. Gusev, *Characterization of segregation in bidispersed granular media by linear and nonlinear acoustic methods*, Physics Procedia **3** (2010), no. 1, 443 – 450, International Congress on Ultrasonics, Santiago de Chile, January 2009.

[34] D. Lesniewska and D. Muir Wood, *Photoelastic and photographic study of a granular material*, GEOTECHNIQUE **61** (2011), no. 7, 605–611.

[35] C. X. Li, X. Z. An, R. Y. Yang, R. P. Zou, and A. B. Yu, *Experimental study on the packing of uniform spheres under three-dimensional vibration*, Powder Technology **208** (2011), no. 3, 617 – 622.

[36] S. J. Linz and A. Döhle, *Minimal relaxation law for compaction of tapped granular matter*, Phys. Rev. E **60** (1999), no. 5, 5737–5741.

[37] W. Losert, J.-C. Géminard, S. Nasuno, and J. P. Gollub, *Mechanisms for slow strengthening in granular materials*, Phys. Rev. E **61** (2000), 4060–4068.

[38] F. Ludewig, S. Dorbolo, T. Gilet, and N. Vandewalle, *Energetic approach for the characterization of taps in granular compaction*, EPL (Europhysics Letters) **84** (2008), no. 4, 44001.

[39] H. A. Makse, N. Gland, D. L. Johnson, and L. Schwartz, *Granular packings : Nonlinear elasticity, sound propagation, and collective relaxation dynamics*, Phys. Rev. E **70** (2004), no. 6, 061302.

[40] A. Merkel, V. Tournat, and V. E. Gusev, *Experimental evidence of rotational elastic waves in granular phononic crystals*, Phys. Rev. Lett. **107** (2011), 225502.

[41] R. D. Mindlin, *Compliance of elastic bodies in contact*, Journal of Applied Mechanics **16** (1949), no. 3, 259–268.

[42] R. D. Mindlin and H. Deresiewics, *Elastic spheres in contact under varying oblique forces*, J. of Appl. Mech. **20** (1953), 327–344.

[43] M. E. Möbius, X. Cheng, P. Eshuis, G. S. Karczmar, S. R. Nagel, and H. M. Jaeger, *Effect of air on granular size separation in a vibrated granular bed*, Phys. Rev. E **72** (2005), 011304.

[44] M. E. Möbius, B. E. Lauderdale, S. R. Nagel, and H. M. Jaeger, *Size separation of granular particles*, Nature **414** (2001), 270.

[45] M. Nicolas, P. Duru, and O. Pouliquen, *Compaction of a granular material under cyclic shear*, The European Physical Journal E **3** (2000), no. 4, 7.

[46] G. Y. Onoda and E. G. Liniger, *Rondom loose packings of uniform spheres and the dilatancy onset*, Phys. Rev. Lett. **64** (1990), no. 22, 2727–2730.

[47] P. Philippe and D Bideau, *Compaction dynamics of a granular medium under vertical tapping*, Europhysics Letters **60** (2002), no. 5, 677–683.

[48] M. Pica Ciamarra, M. Nicodemi, and A. Coniglio, *Granular packs under vertical tapping : Structure evolution, grain motion, and dynamical heterogeneities*, Phys. Rev. E **75** (2007), no. 2, 021303.

[49] O. Pouliquen, M. Nicolas, and P. D. Weidman, *Crystallization of non-Brownian Spheres under Horizontal Shaking*, Physical Review Letters **79** (1997), no. 19, 1–4.

[50] F. Restagno, L. Bocquet, T. Biben, and E. Charlaix, *Thermally Activated Dynamics of the Capillary Condensation*, J Phys Condens Matter **12** (1999), 6.

[51] P. Richard, M. Nicodemi, R. Delannay, P. Ribiére, and D. Bideau, *Slow relaxation and compaction of granular systems*, Nature materials **4** (2005), 121–128.

[52] F. Santibanez, R. Munoz, A. Caussarieu, S. Job, and F. Melo, *Experimental evidence of solitary wave interaction in hertzian chains*, Phys. Rev. E **84** (2011), 026604.

[53] G. Tarjus and P. Viot, *Statistical mechanical description of the parking-lot model for vibrated granular materials*, Phys. Rev. E **69** (2004), no. 1, 011307.

[54] S. Torquato, T. M. Truskett, and P. G. Debenedetti, *Is random close packing of spheres well defined ?*, Phys. Rev. Lett. **84** (2000), no. 10, 2064–2067.

[55] V. Tournat and V. E. Gusev, *Acoustics of unconsolidated "model" granular media : An overview of recent results and several open problems*, Acta Acustica united witn Acustica **96** (2010), 208–224.

[56] V. Tournat, V. E. Gusev, and B. Castagnède, *Self-demodulation of elastic waves in a one-dimensional granular chain*, Phys. Rev. E **70** (2004), 056603.

[57] V. Tournat, V. E. Gusev, and B. Castagnède, *Subharmonics and noise excitation in transmission of acoustic wave through unconsolidated granular medium*, Physics Letters A **326** (2004), no. 5–6, 340 – 348.

[58] V.V. Vororina and K.V. Horoshenkov, *Acoustic properties of unconsolidated granular mixes*, Applied Acoustics **65** (2004), 673–691.

[59] K. Walton, *The effective elastic moduli of a random packing of spheres*, Journal of the Mechanics and Physics of Solids **35** (1987), no. 2, 213 – 226.

[60] L.-N. Zou, *Spectral responses in granular compaction*, Phys. Rev. E **81** (2010), no. 3, 031302.

Chapitre 2

Dispositifs et protocoles expérimentaux

Introduction

Ce chapitre présente de manière détaillée le dispositif expérimental conçu et utilisé lors de cette thèse ainsi que les protocoles de mesures. En fin de chapitre, les précautions à prendre pour une bonne fiabilité des résultats sont détaillées.

2.1 Description du banc expérimental

Configuration n°1

-Récipient contenant l'échantillon granulaire

Le dispositif de mesures présenté sur la figure 2.1 est constitué d'une cuve parallélépipédique usinée en Makrolon®. C'est un matériau transparent en polycarbonate qui permet dans notre cas de suivre visuellement les expériences. Les dimensions de la cuve sont de 8×2 cm à sa base et de 15 cm de haut. La rigidité des parois est assurée par leur épaisseur (1 cm) empêchant leur déformation lors du versement de l'échantillon. Ce volume n'est pas fermé, en effet le fond est constitué d'une pièce libre de bouger verticalement pour qu'un pot vibrant sollicite mécaniquement l'échantillon granulaire par des vibrations discrètes appelées "taps". Deux transducteurs piézo-électriques sont disposés sur les deux parois verticales les plus grandes (en vis-à-vis et espacées de 2 cm). Il y a respectivement un émetteur et un récepteur acoustique. En prenant en compte leurs réponses fréquentielles, le dispositif peut sonder un échantillon sur une gamme de fréquences comprises entre 1 kHz et 100 kHz.

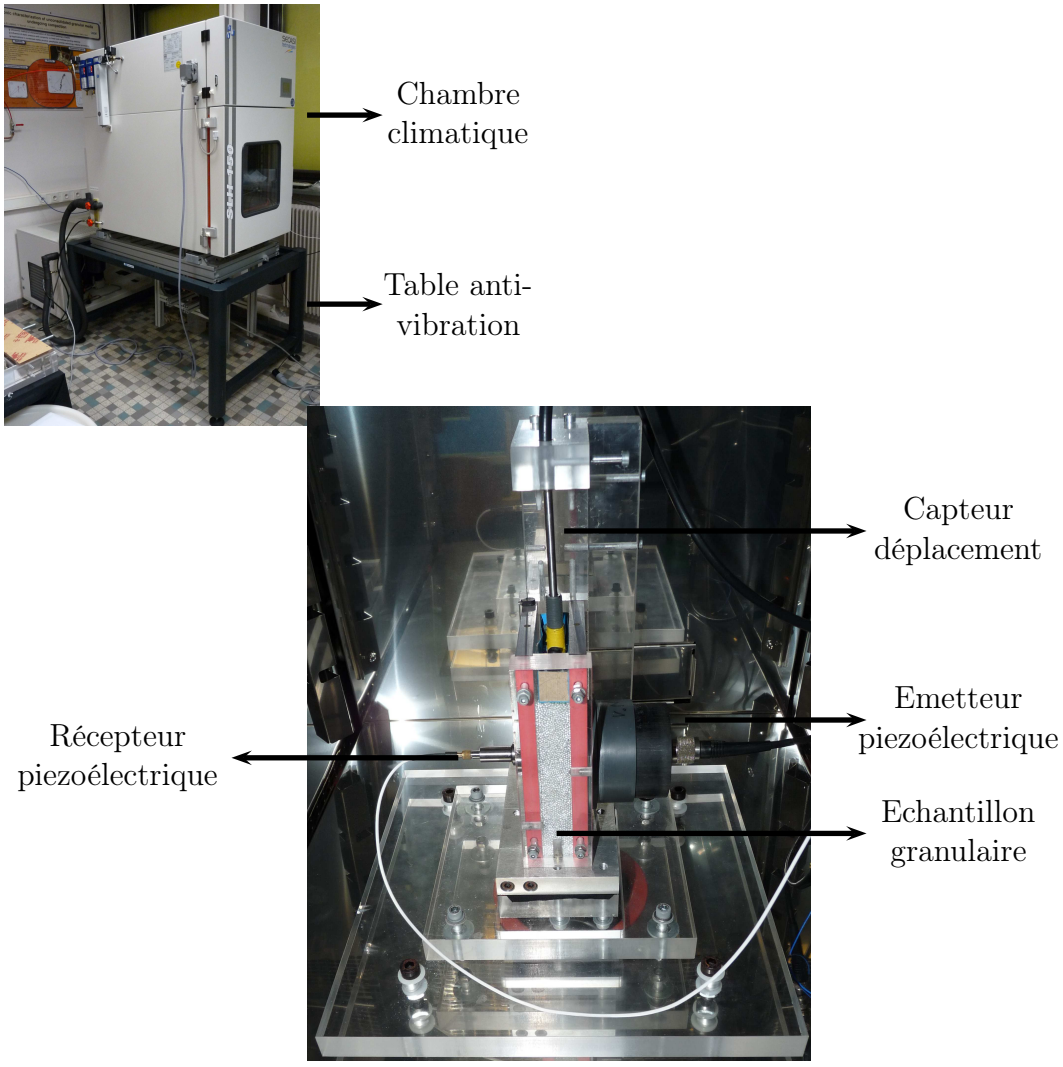
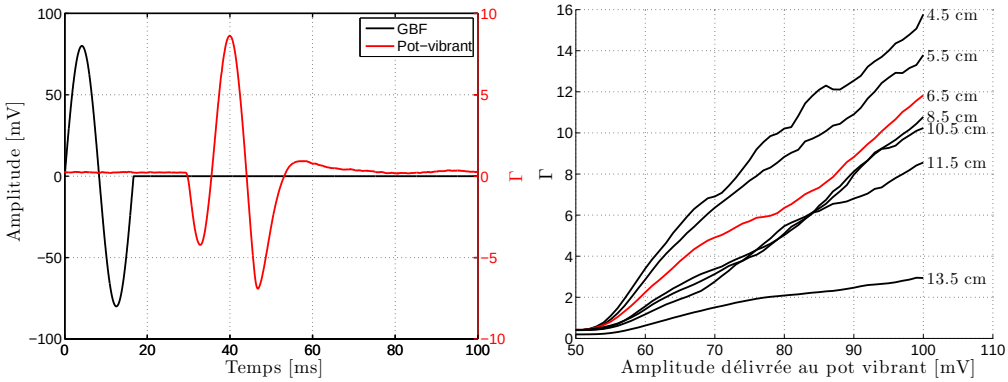


FIGURE 2.1 – Photographies du banc de mesures expérimentales

-Pot vibrant

Le pot vibrant est un LDS V406 alimenté par un amplificateur LDS PA100E. Il transmet des déplacements verticaux, appelés "taps", à la pièce mobile. Ils sont générés par un générateur de basses fréquences HP 33120A. Le type de signal électrique utilisé pour les taps, est un signal constitué d'une période de sinusoïde de fréquence f_{tap} et d'amplitude A_{tap}. L'allure de ce signal est présentée sur la figure 2.2(a). Un accéléromètre est fixé sur la partie mobile du pot-vibrant pour mesurer et contrôler l'accélération normalisée des taps. Durant le processus de compaction, un tap est généré par seconde.



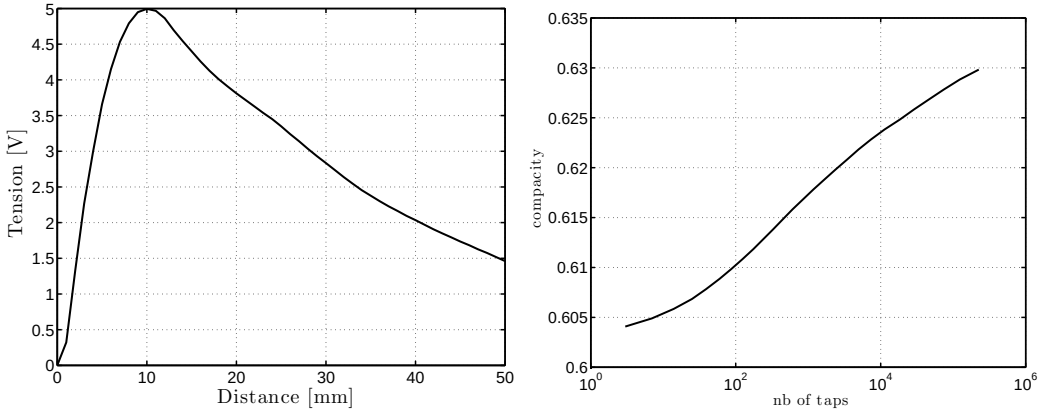
(a) (b)

FIGURE 2.2 – (a) Allures temporelles du signal généré par le GBF (en rouge sur la figure) et de l'accélération relative mesurée sur le pot vibrant (en noire). Dans ce cas, la fréquence f_{tap} est fixée à 60 Hz et l'amplitude A_{tap} vaut 80 mV. (b) Accélération relative des taps en fonction de l'amplitude fournie au pot vibrant et de la profondeur où est placé l'accéléromètre. La courbe rouge correspond à l'accélération relative mesurée au niveau des transducteurs acoustiques.

Le processus de compaction est plus ou moins rapide en fonction de l'amplitude des taps. Cette amplitude, notée Γ, est l'accélération relative définie par $\Gamma = A_{tap}/g$ où A_{tap} est l'accélération et g l'accélération gravitationnelle. Γ est mesurée de plusieurs façons car ses valeurs sont difficilement comparables à celles observées dans la littérature. En effet, pour le processus de compaction "classique", l'amplitude de Γ est comprise entre 0.5 et 6. Au-delà de 6, l'empilement aléatoire dense (*rcp*) n'est plus atteint. Sur le banc actuellement utilisé, Γ a été mesuré avec des valeurs pouvant atteindre 20. Sur la figure 2.2(b) on peut observer que Γ atteint 16. Cette différence vient du fait que l'échantillon n'est sollicité qu'au niveau de la pièce mobile inférieure. L'échantillon dans notre cas, ne bouge pas en bloc à cause des phénomènes de friction sur les parois de la cuve contrairement, aux autres travaux où toute la cuve bouge [1, 2, 4, 5, 8, 10, 11, 12]. Les valeurs de Γ sont alors dépendantes de la profondeur dans le milieu. Comme le montre la figure 2.2(b), Γ est plus élevé (jusqu'à 16) vers le fond de la cuve que près de la surface (≈ 3).

-Capteur de déplacement

La partie supérieure de la cuve est ouverte afin d'y positionner un capteur de déplacement laser (PHILTEC D171-D). Ce dernier permet de mesurer la hauteur occupée par l'échantillon et d'estimer la compacité du milieu granulaire. Ce capteur est relié à un multimètre qui fournit une tension en fonction de la distance entre le capteur et un miroir réfléchissant disposé au sommet de l'échantillon. La tension délivrée est ensuite comparée à la courbe de calibration du capteur (figure 2.3(a)) et donne finalement les variations de hauteur de l'échantillon au cours du processus de compaction.



(a) (b)

FIGURE 2.3 – Resultats de la compaction classique : (a) Courbe de calibration du capteur de déplacement laser. Cette courbe affiche la tension fournie par le capteur en fonction de la distance. La calibration est réalisée grâce à un système de déplacement asservi dont la précision est de l'ordre du micromètre. (b) Evolution de la compacité moyenne en fonction du nombre de taps. La compacité augmente de façon monotone avec le nombre de sollicitations mécaniques.

A chaque tap mécanique appliqué à l'échantillon, le milieu se tasse (se densifie) et donc son volume effectif diminue. Le capteur de déplacement mesure la hauteur qu'occupe l'échantillon au cours du processus de compaction. La hauteur du milieu granulaire en fonction du nombre de taps vaut alors

$$h\,(n) = h_0 - (d\,(n) - d_0)\,, \tag{2.1}$$

où h_0 est la hauteur initiale occupée par l'échantillon, d_0 est la distance initiale entre le capteur et le haut de l'échantillon et $d\,(n)$ celle variant au cours de l'expérience. Ces deux distances sont obtenues grâce à la courbe de calibration du capteur de déplacement. La compacité moyenne ϕ est alors évaluée à partir de la masse volumique effective elle-même calculée grâce à la masse de l'échantillon et la hauteur $d\,(n)$ mesurée. En fonction du nombre de taps, la compacité s'écrit

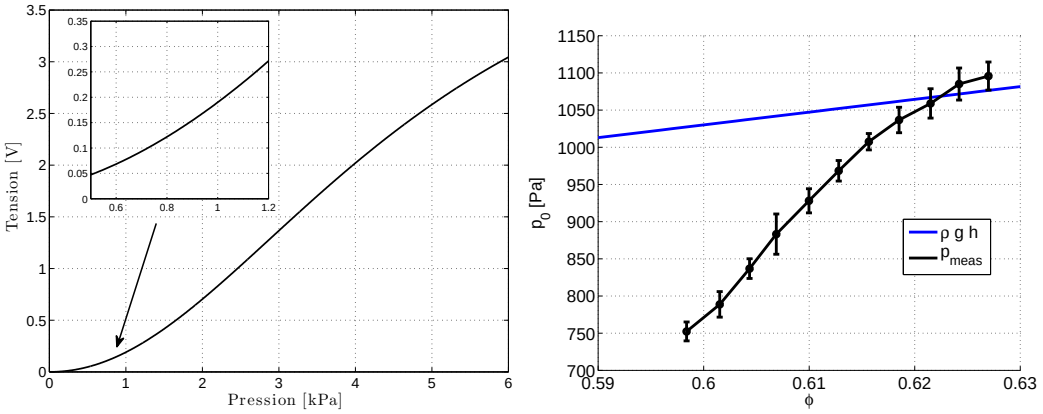
$$\phi\,(n) = \frac{\rho\,(n)_{eff}}{\rho_{mat}} = \frac{m/\,(l \cdot L \cdot h\,(n))}{\rho_{mat}}, \tag{2.2}$$

où ρ_{eff} et ρ_{mat} sont respectivement la masse volumique effective de l'échantillon et la masse volumique du matériau constituant les billes, m est la masse de l'échantillon, h est la hauteur occupée par l'échantillon, l et L sont les dimensions latérales de la cuve.

Lors d'un processus de compaction classique, la compacité moyenne varie entre $\phi_0 \approx 0.55$ et $\phi_\infty \approx 0.64$. Dans le cadre de nos mesures, la compacité au début du processus est fixée à $\phi_0 \approx 0.59$ par soucis de répétabilité. Cependant, la dynamique du processus est essentiellement contrôlée par l'amplitude relative des taps. Cette influence a été observée lors de la thèse de Inserra [6]. La figure 2.3(b) présente l'allure typique de la dynamique de compacité en fonction du nombre de taps.

-Capteur de force

Un capteur de force de type "force sensing resistor" (*fsr*) permet de mesurer la pression statique p_0 au sein du milieu granulaire. Son principe de fonctionnement est de modifier sa résistance électrique en fonction de la force qui lui est appliquée. L'intérêt de ce capteur est de pouvoir mesurer des forces de l'ordre du kilopascal. Grâce à sa faible épaisseur (≈ 2 mm) et quand il est collé aux parois de la cuve, il est très faiblement intrusif. Le capteur est conditionné par un pont diviseur de tension, ce qui permet de mesurer facilement une tension au bornes du conditionneur grâce à un multimètre. Cette tension est ensuite comparée à la courbe de calibration (montrée sur la figure 2.4(a)) du capteur dans le but d'obtenir la pression statique correspondante. Les résultats moyennés de cinq expériences en fonction de la compacité ϕ sont présentés sur la figure 2.4(b). Sur le graphique, une comparaison avec la pression hydrostatique $p_{hydro} = \phi\rho_{mat}gh$ y est faite. Celle-ci ne suit pas la même dynamique mais l'ordre de grandeur est équivalent. En fait le milieu granulaire ne se comporte pas comme un fluide quand il est conditionné dans un récipient. Le coefficient de friction entre les grains et les parois de la cuve modifie l'allure de la pression statique en fonction de la profondeur [7].



(a) (b)

Figure 2.4 – (a) Courbe de calibration du capteur fsr conditionné par un pont diviseur de tension. ; (b) Evolution de la pression statique p_0 en fonction de la compacité moyenne ϕ. Les barres d'erreurs montrent les écarts types obtenus pour la moyenne de 5 mesures. La courbe de couleur bleue représente la pression hydrostatique équivalente de l'échantillon.

-Emetteur acoustique

L'émetteur acoustique (PANAMETRICS V3052) est un transducteur piézo-électrique. Il fournit un déplacement acoustique grâce à la tension délivrée à ses bornes. Compte tenu de sa bande passante, montrée sur la figure 2.5, ce transducteur est utilisable sur une gamme fréquentielle comprise entre 1 et 100 kHz. Jusqu'à 100 kHz, le transducteur émet des ondes en mode piston plan. Son diamètre est de 4 cm, sa surface émettrice est d'environ 13 cm^2. Le nombre de billes en contact avec la surface émettrice est supérieur à 1300 pour des billes d'un diamètre de 1 mm. L'impédance mécanique du composant piézo-électrique est plus élevée que l'impédance du milieu granulaire, le transducteur impose donc son déplacement dont l'amplitude de déformation acoustique est comprise dans le milieu entre $\varepsilon_A \approx 0.5.10^{-7}$ et $\varepsilon_A \approx 10^{-5}$. Le transducteur émet un signal de type "sinus glissant" issu de la source d'un analyseur de spectre (STANFORD SR785) et amplifié par un amplificateur de puissance (B&K Type 2713). Grâce au large diamètre du transducteur, les effets de diffraction de la source sont négligeables. En effet, la longueur de diffraction L_d est estimée par

$$L_d \sim \frac{\pi a^2}{\lambda_\omega}, \tag{2.3}$$

où a est le rayon du transducteur et λ_ω la longueur d'onde à la pulsation ω. Dans notre système, cette longueur est estimée à $L_d \approx 2.7$ cm pour la première fréquence de résonance de l'échantillon. Cette longueur de diffraction est supérieure à la distance entre les deux transducteurs ($d = 2$ cm).

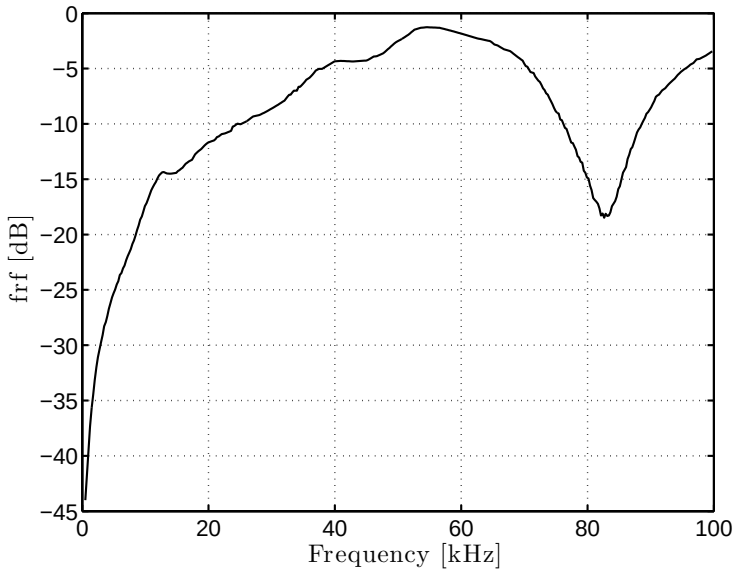


FIGURE 2.5 – Réponse en fréquences de l'émetteur piézo-électrique PANAMETRICS V3052.

-Récepteur acoustique

Le récepteur est un capteur de pression dynamique (PCB 106B52) utilisé ici comme un microphone de contact. Il est utilisable pour des fréquences comprises entre 2.5 Hz et plus de 40 kHz. Dans cette gamme, sa réponse en fréquences est linéaire avec une sensibilité de 725 mV/Pa et les non-linéarités sont inférieures à 1%. Sa surface de contact est d'environ 2 cm^2, le nombre de billes en contact avec le microphone est supérieur à 180 pour des billes d'un diamètre de 1 mm.

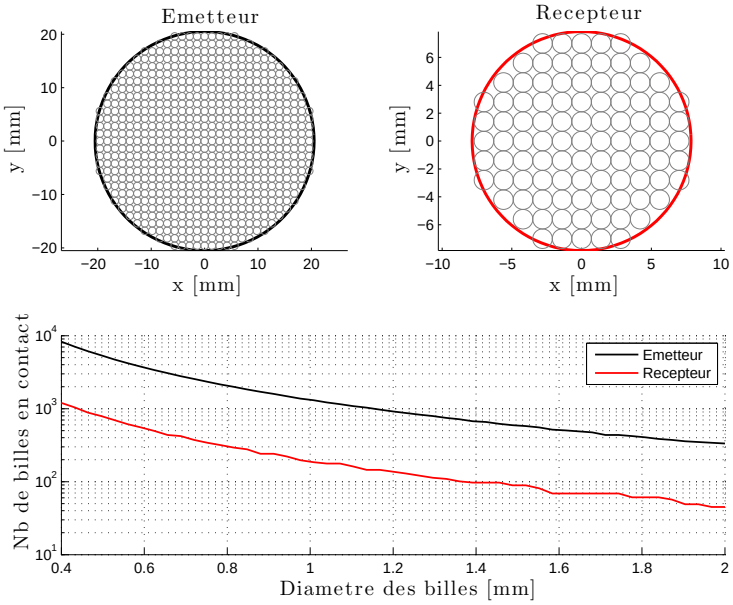


FIGURE 2.6 – Estimation du nombre de billes en contact avec la surface des transducteurs acoustiques. Sur les deux figures supérieures, les cercles de couleur grise représentent des billes d'un diamètre de 1 mm.

Configuration n°2

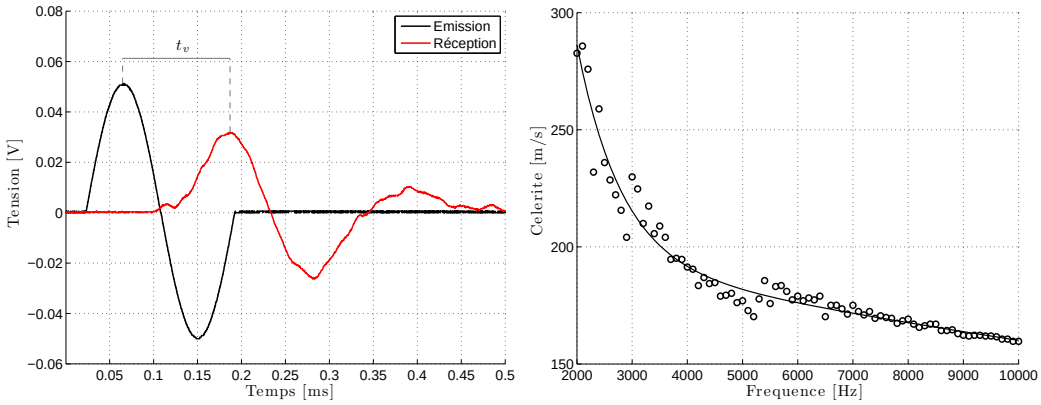
Cette configuration utilisée à l'origine et mise en œuvre au cours de la thèse de C. Inserra [6] reprend les mêmes dispositifs acoustiques avec l'ajout d'un amplificateur de puissance B&K pour l'excitation acoustique afin d'obtenir des niveaux de déformation de l'ordre de $\varepsilon \approx 10^{-5}$. Les dimensions de la cuve sont différentes de la configuration n°1 : sa base mesure 8×8 cm et sa hauteur est de 15 cm. L'inconvénient de cette configuration est que les résonances longitudinales se situent à basses fréquences ($f_0 < 1500$ Hz), en limite de la bande passante du transducteur. Son avantage, en revanche, est de pouvoir mesurer les effets acoustiques non linéaires cumulatifs nécessitant une distance de propagation suffisamment grande (génération d'harmoniques, auto-démodulation). Cette cuve est tout de même utilisée et les résultats sont présentés dans le chapitre 3.

2.2 Signaux et méthodes acoustiques

Afin de caractériser l'évolution du milieu granulaire d'un point de vue acoustique, plusieurs méthodes ont été mises en œuvre et testées. Elles ne permettent pas toutes d'obtenir les mêmes informations concernant le milieu étudié. Cette section présente les principes de ces diverses méthodes et les paramètres acoustiques obtenus.

2.2.1 Méthode temporelle : Impulsion-Echo

Il s'agit d'une méthode acoustique temporelle.Elle consiste à émettre une impulsion acoustique d'un coté de l'échantillon et à recevoir le signal transmis de l'autre coté de l'échantillon. On mesure alors le temps de vol t_v entre l'impulsion émise et le signal reçu. Connaissant la distance de propagation d, on peut facilement calculer la vitesse de propagation $C = d/t_v$ de l'onde dans le matériau. Cette méthode nous permet d'estimer la vitesse de propagation en basse fréquence (~ 200 m.s^{-1}). L'estimation des non-linéarités est possible à l'aide de cette méthode. Comme illustré sur la figure 2.8, les résultats montrent que la vitesse de propagation des ondes est dépendante de l'amplitude de la source acoustique. Cependant, la variation de vitesse reste faible par rapport à celle mesurée grâce à la méthode des résonances non linéaires. Cela s'explique dans notre cas car la distance entre les deux transducteurs (2 cm) n'est pas suffisamment grande pour que les effets cumulatifs des effets non linaires ne soient clairement observables.



(a) (b)

FIGURE 2.7 – (a) Mesure du temps de vol t_v à travers le milieu granulaire d'une épaisseur de 2 cm. La mesure est réalisée pour une fréquence centrale de 6 kHz. (b) Courbe de dispersion où la vitesse des ondes est modifiée en fonction de la fréquence.

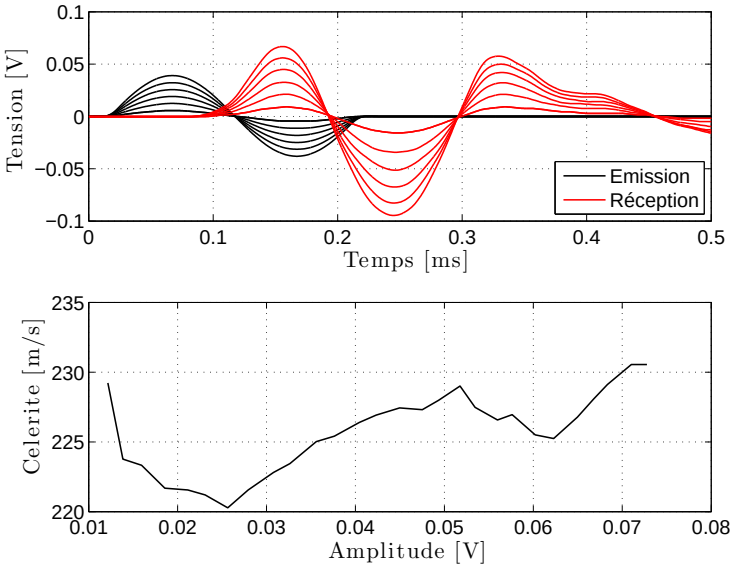


FIGURE 2.8 – Allures des signaux temporels pour des amplitudes d'excitation croissantes de la source. La vitesse de propagation de l'onde semble augmenter avec l'amplitude de la source.

2.2.2 Génération d'harmoniques

La génération d'harmoniques est une méthode acoustique très utilisée dans la caractérisation de non-linéarités d'un matériau. Si la vitesse de propagation des ondes dans le matériau dépend de l'amplitude acoustique, il apparaît alors un phénomène de distorsion de l'onde (voir figure 2.9). Lorsque la vitesse de propagation augmente avec l'amplitude de déformation acoustique, une onde de forme initialement sinusoïdale se distord en une onde de choc. Cette distorsion correspond dans le domaine fréquentiel, à l'apparition de raies correspondant aux harmoniques de la fréquence fondamentale (voir figure 2.9). Le paramètre de non-linéarité β qui quantifie l'importance de ces effets est donné par

$$\beta \approx \frac{8A_2{c_0}^2}{{A_1}^2\omega^2 x}, \tag{2.4}$$

où A_1 et A_2 sont respectivement les amplitudes de la fréquence fondamentale et de l'harmonique deux, c_0 est la vitesse de propagation linéaire des ondes, ω la pulsation de la fréquence fondamentale et x la distance de propagation. Dans notre cas, nous réalisons la mesure en choisissant une fréquence fondamentale $f_0 = 3600$ Hz correspondant à la première résonance d'un échantillon d'une épaisseur de deux centimètres. Sur la figure 2.10(a) on peut voir l'apparition de raies aux fréquences $2f_0 = 7200$ Hz et $3f_0 = 10800$ Hz pour une distance de propagation $x = 2$ cm. Ainsi, les amplitudes de ces raies sont comparées à l'amplitude de pompage (figure 2.10(b)) pour estimer les non-linéarités. Dans le cas où la mesure est effectuée en fin de compaction, β est d'environ 600. Il est possible de suivre ce paramètre au cours du processus de compaction [6]. Cependant cette méthode est limitée car elle ne permet de réaliser la mesure qu'à une seule fréquence. Une alternative à cette limite est une autre méthode dont le principe et les résultats sont présentés dans le chapitre 3 de cette thèse. Cette méthode permet de pouvoir estimer l'amplitude et la phase de l'harmonique deux pour plusieurs fréquences d'excitation en réalisant une déconvolution non linéaire d'un signal temporel de type "chirp".

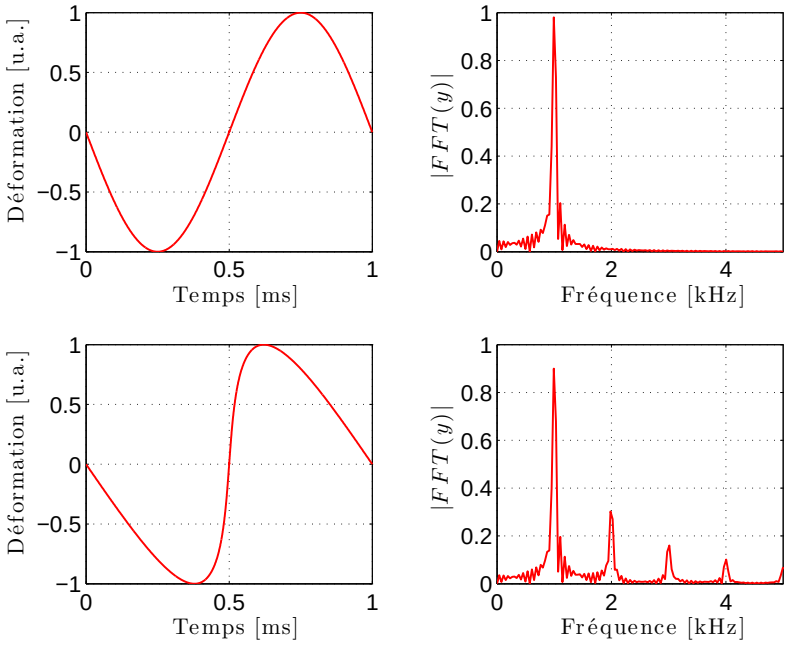
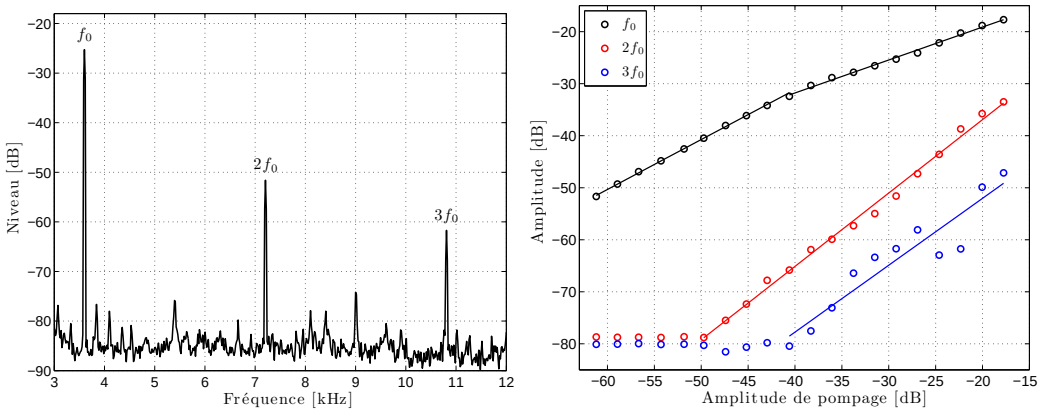


FIGURE 2.9 – Déformation d'une onde sinusoïdale de fréquence $f_0 = 1000$ Hz et génération d'harmoniques supérieures.



(a) (b)

FIGURE 2.10 – (a) Spectre du signal reçu (b) Amplitudes de la fréquence fondamentale ainsi que les deux premières harmoniques en fonction de l'amplitude de pompage.

2.2.3 Génération de fréquence différence

Le principe de cette mesure est d'exciter le milieu granulaire avec un signal composé de deux signaux sinusoïdaux de fréquence f_1 et f_2. Les non-linéarités sont visibles par l'apparition d'harmoniques supérieures multiples des deux fréquences fondamentales et aussi par l'apparition de nouvelles fréquence correspondant soit à la somme $f_1 + f_2$, soit à la différence $f_2 - f_1$ des deux fréquences d'excitation. Selon les fréquences utilisées pour le sondage et la distance de propagation, les harmoniques supérieures peuvent ne pas apparaître. En effet, comme l'illustrent les figures 2.11(a) et 2.11(b), lorsque les fréquences d'excitation ne sont pas très élevées (4 et 6 kHz pour la figure 2.11(a)), une distance de 2 cm ne suffit pas à atténuer les harmoniques supérieures. Sur la figure 2.11(b), les fréquences d'excitation sont de 10 et 12 kHz, les harmoniques supérieures sont largement atténuées. Dans les deux cas, la fréquence différence $f_2 - f_1 = 2$ kHz est bien visible.

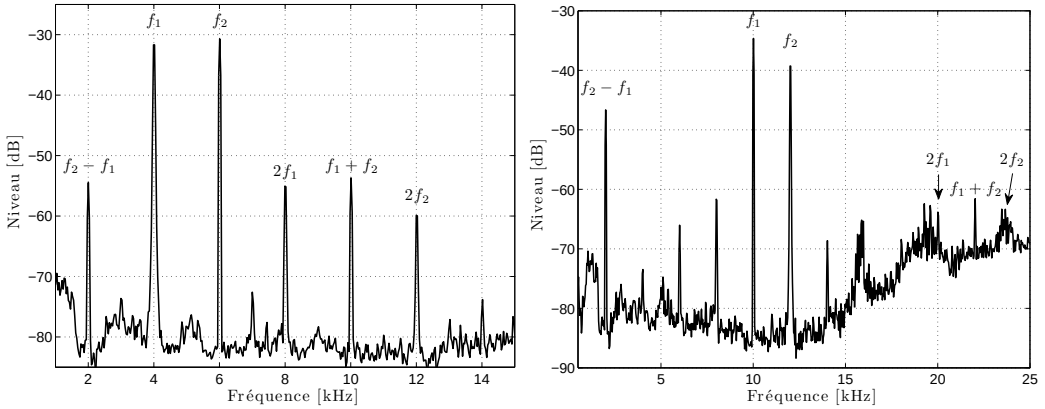


FIGURE 2.11 – Génération de fréquence différence. (a) Les fréquences des signaux d'excitation sont $f_1 = 4$ kHz et $f_2 = 6$ kHz. (b) Les fréquences des signaux d'excitation sont $f_1 = 10$ kHz et $f_2 = 12$ kHz.

2.2.4 Réponse en fréquence large bande

En réalisant une fonction de transfert acoustique de la tranche granulaire sur une large bande (1 kHz à 80 kHz), on étudie le comportement des ondes acoustiques large bande du matériau. Le signal d'excitation est un sinus glissant dont la fréquence de départ est $f_{start} = 1$ kHz et la fréquence de fin est $f_{end} = 80$ kHz. Sur les résultats, deux zones distinctes sont identifiées, elles sont présentées sur la figure (2.12(b)). La première zone (jusqu'à 20 kHz) correspond principalement à une propagation des ondes dans la partie solide du matériau [3]. La seconde zone est associée à une propagation principalement dans la partie fluide du matériau. Le suivi de la fonction de réponse en fréquence au cours du processus de compaction montre que la propagation dans le squelette solide évolue plus. En effet, la fréquence de coupure entre les deux zones augmente avec la compacité moyenne du milieu granulaire. Sur la figure 2.13, l'évolution de la fréquence de coupure pour plusieurs états de compacité est présentée. Ces résultats sont analysés en détail dans le chapitre 3.

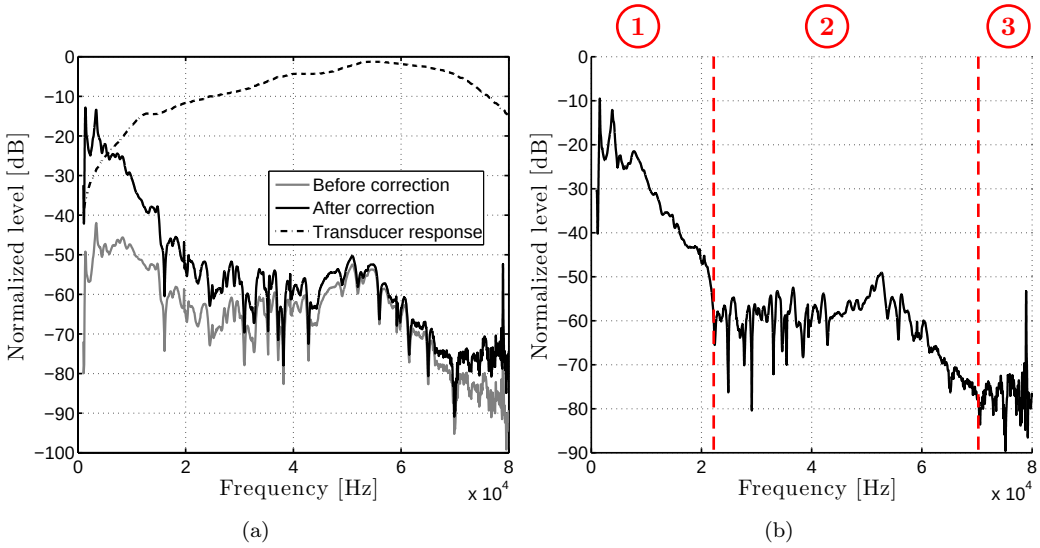


FIGURE 2.12 – (a) Fonctions de transfert de l'échantillon entre les deux transducteurs avec et sans correction par la réponse en fréquences des transducteurs. (b) Réponse en fréquences de l'échantillon. Zone 1. Propagation des ondes essentiellement dans la partie solide. Zone 2. Propagation en fluide équivalent. Zone 3. Diffusion des ondes.

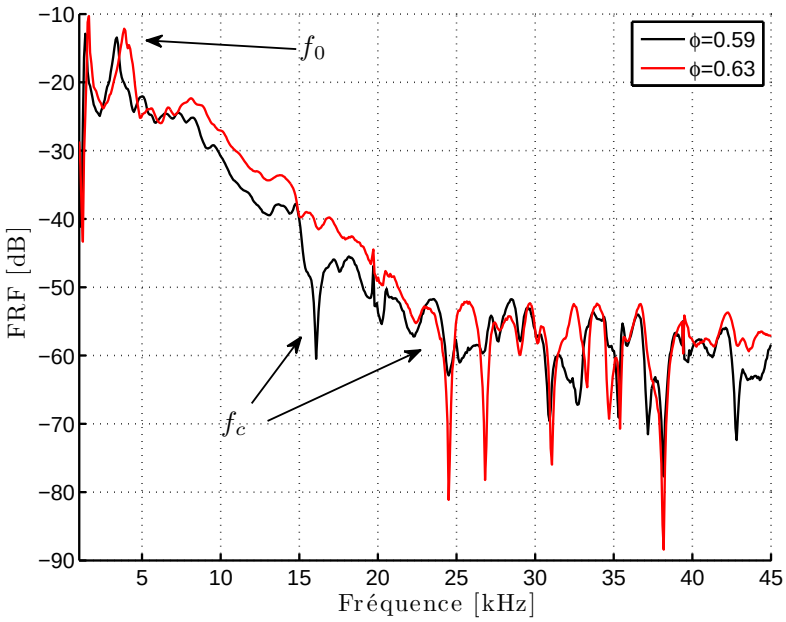


FIGURE 2.13 – Influence du processus de compaction sur la réponse en fréquence large bande de l'échantillon. L'augmentation de la compacité fait varier la fréquence de coupure f_c entre la propagation dans la squelette solide et la propagation en fluide équivalent. La fréquence f_0 correspond à la première résonance longitudinale de l'échantillon.

2.2.5 Résonances non linéaires

A partir des mesures des réponses en fréquence large-bandes, la première fréquence de résonance est identifiée (figure 2.13). Son origine s'explique par la présence d'ondes stationnaires entre les deux transducteurs. En effet, les transducteurs sont plus rigides que le milieu granulaire étudié. La tranche étudiée résonne quand la longueur d'onde λ de la fréquence d'excitation est égale à deux fois la distance d entre les deux transducteurs. Une fonction de transfert du matériau entre les deux transducteurs est réalisée pour des fréquences proches de la première résonance (entre 2 et 5 kHz). L'étude de cette résonance fournie une fréquence f_0 et un facteur de qualité Q_0.

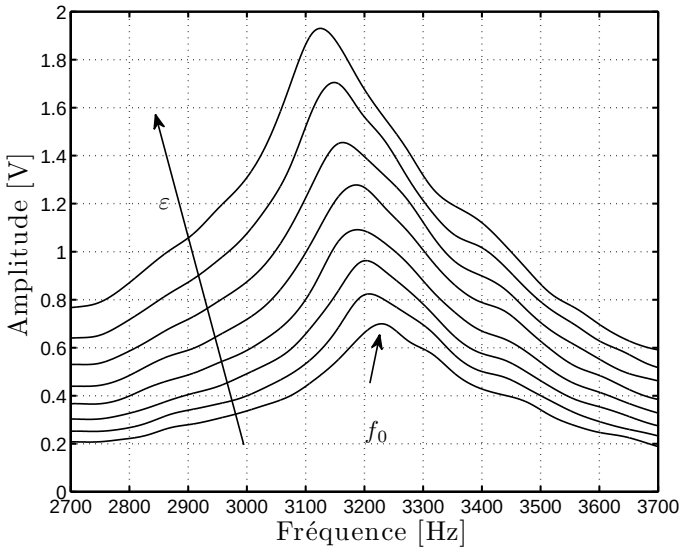


FIGURE 2.14 – Phénomène de "softening" du matériau, la fréquence de résonance et le facteur de qualité diminuent avec l'amplitude croissante de la source.

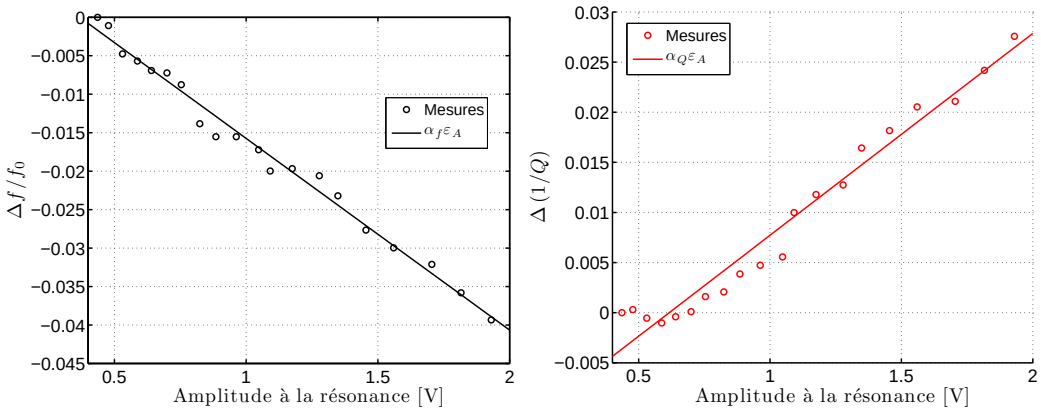
Connaissant alors la fréquence de résonance f_0, la vitesse de propagation des ondes longitudinales est obtenue par la relation $C_0 = 2 \cdot d \cdot f_0$. Cette vitesse correspond à la vitesse de propagation linéaire, c'est-à-dire pour des amplitudes de déformation acoustique faibles. En augmentant l'amplitude de la source, la fréquence de résonance peut varier avec l'amplitude. C'est le signe de la présence de non-linéarités (le plus souvent hystérétiques). Dans le cas de nos échantillons, la fréquence de résonance et le facteur de qualité diminuent avec l'amplitude, ce phénomène est appelé ramollissement ou "softening" du milieu. Deux paramètres de non-linéarité sont alors estimés grâce aux mesures de réponses en fréquence pour des amplitudes d'excitation croissantes. Les non-linéarités élastiques α_f sont estimées par la relation suivante entre le décalage fréquentiel $\Delta f/f_0$ et l'amplitude mesurée à la résonance ε_A :

$$\alpha_f = \frac{1}{\varepsilon_A}\frac{\Delta f}{f_0}. \tag{2.5}$$

Les non-linéarités dissipatives α_Q sont estimés par la relation suivante entre le facteur de qualité linéaire Q_0, les amplitudes mesurées aux résonances linéaires et non linéaires ε_{A_0} et ε_A, ainsi que l'amplitude électrique au niveau le plus faible V_0 et les autres niveaux V de la source acoustique :

$$\alpha_Q \sim \frac{\Delta\left(1/Q\left(\varepsilon_A\right)\right)}{\varepsilon_A} = \frac{1}{Q_0}\left(\frac{V\varepsilon_{A_0}}{V_0\varepsilon_A} - 1\right)\frac{1}{\varepsilon_A}. \tag{2.6}$$

Dans le cadre de cette thèse, les amplitudes de déformation de la source sont comprises entre $\varepsilon_{min} \approx 5.10^{-8}$ et $\varepsilon_{max} \approx 10^{-5}$. Les sondages sont effectués pour une vingtaine d'amplitudes réparties sur une échelle logarithmique comprise entre les deux valeurs de déformation ε_{min} et ε_{max}. Les allures typiques des résonances lors du phénomène de "softening" sont montrées sur la figure 2.14. Le décalage des résonances en fonction de l'amplitude d'excitation est ainsi visible. Sur les figures 2.15(a) et 2.15(b), les paramètres élastique et dissipatif non linéaires sont présentés en fonction de l'amplitude détectée à la résonance. L'ajustement montre que ces paramètres évoluent linéairement avec l'amplitude détectée à la résonance.



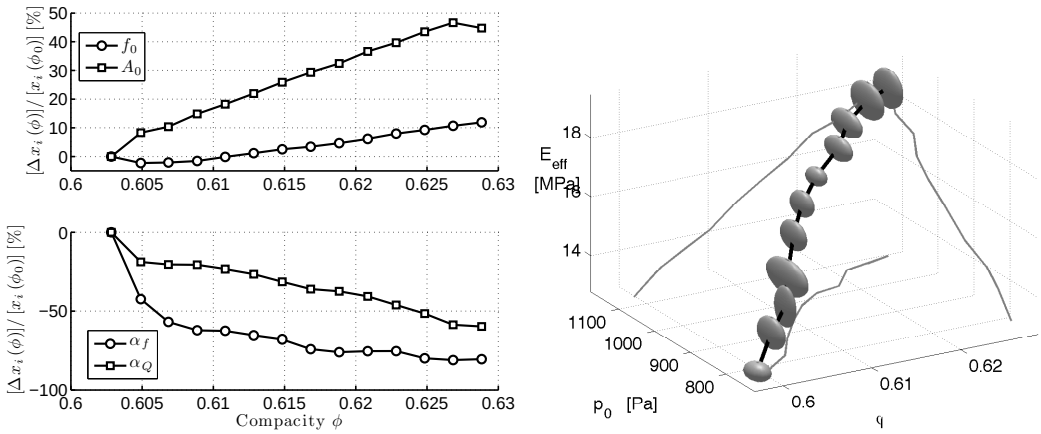
(a) (b)

FIGURE 2.15 – (a)- Evolution du décalage fréquentiel relatif en fonction de l'amplitude détectée à la résonance. (b)- Evolution de l'atténuation non linéaire relative en fonction de l'amplitude détectée à la résonance. Dans les deux cas, la variation des paramètres non linéaires est linéaire avec l'amplitude détectée.

En mesurant la première fréquence de résonance et son amplitude, les paramètres élastiques linéaires et non linéaires sont estimés en fonction de la compacité. Ces résultats sont présentés en figure 2.16(a). Avec la fréquence de résonance et la compacité, le module élastique effectif linéaire est donné par :

$$E_0 = \rho_{mat} \phi \left(2 L f_0\right)^2 , \tag{2.7}$$

où ρ_{mat} est la masse volumique du matériau constituant les billes, ϕ la compacité moyenne, L la distance entre les deux transducteurs et f_0 la fréquence de résonance du mode $\lambda/2$. Le facteur de qualité de la résonance Q_0 est aussi mesuré, néanmoins son estimation est délicate car les résonances se présentent sous une forme non symétrique. En utilisant les équations 2.5 et 2.6, les paramètres élastiques et dissipatifs non linéaires, α_f et α_Q sont calculés. Ces quatre paramètres mesurés sont par la suite étudiés en fonction de la compacité moyenne. Les deux paramètres linéaires augmentent quasiment linéairement avec l'augmentation de compacité alors que les paramètres non linéaires diminuent avec l'augmentation de compacité. Si le module élastique est mesuré en fonction de la compacité ϕ et de pression statique p_0, cela peut permettre de tracer un diagramme de phase de l'échantillon [9]. Ce diagramme (figure 2.16(b)) montre que le module élastique linéaire augmente autant en fonction de la compacité que de la pression statique.



(a) (b)

FIGURE 2.16 – (a) Evolution des paramètres linéaires et non linéaires élastiques et dissipatifs en fonction de la compacité moyenne. (b) Diagramme de phase le où module élastique effectif linéaire est tracé en fonction de la pression isostatique et de la compacité moyenne ϕ. Les ellipsoïdes d'erreurs montrent les écarts types obtenus pour une moyenne de 5 mesures.

2.2.6 Mesures résolues en temps des courbes de résonances non linéaires

Pour cette méthode, le principe de sondage est identique à celui des résonances non linéaires. En considérant que les paramètres α_f et α_Q sont constants avec l'amplitude détectée (évolution linéaire des décalages relatifs de f_0 et de Q_0 en fonction de l'amplitude de déformation acoustique), le sondage est effectué avec seulement deux amplitudes d'excitation. Le protocole de cette méthode est schématisé sur la figure 2.17. L'intérêt de cette mesure est sa résolution temporelle. En effet, la durée d'un sondage acoustique est principalement déterminée par le matériel de mesure utilisé. L'analyseur de spectre définit le temps d'un sondage en fonction du nombre de points. La précision et la rapidité de la mesure sont respectivement proportionnelles et inversement proportionnelles à la largeur fréquentielle et du nombre de points du sondage acoustique. Plus le nombre de points est important et plus la largeur fréquentielle est faible, plus la résolution fréquentielle est importante (et donc la qualité de la mesure). Avec la méthode des résonances non linéaires, un sondage acoustique pour une vingtaine d'amplitudes d'excitation dure environ 40 secondes si la bande fréquentielle est de 2 kHz et le nombre de points est de 50. Les paramètres non linéaires sont donc obtenus toutes les 40 secondes. Si les sondages ne sont effectués qu'avec deux amplitudes, les paramètres non linéaires sont obtenus toutes les deux secondes. Cela permet alors de suivre l'évolution des paramètres non linéaires au cours du temps, notamment après que le milieu soit sollicité mécaniquement (c'est-à-dire juste après un "tap"). En effet, un milieu granulaire non consolidé est très sensible aux conditions extérieures. L'influence d'un "tap", par exemple, est très importante sur le comportement du milieu et il est intéressant de suivre le comportement du milieu lorsqu'il se relaxe. Les résultats obtenus avec cette méthode sont présentés dans le chapitre 5.

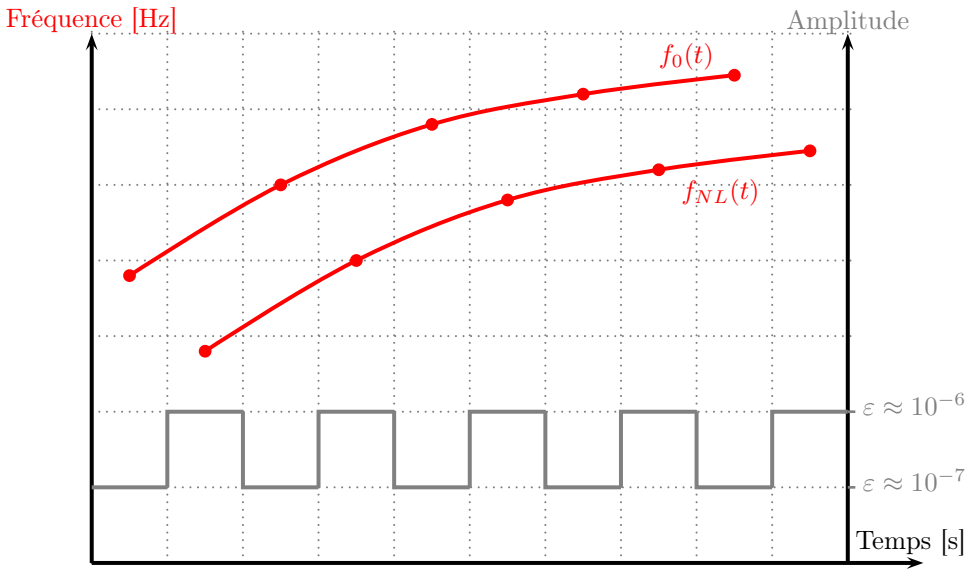


FIGURE 2.17 – Protocole de sondage acoustique. L'amplitude d'excitation de la source acoustique est alternativement faible (régime linéaire) et forte (régime non linéaire).

2.3 Contrôle des sondages acoustiques

Le processus de compaction est essentiellement contrôlé par le nombre et l'amplitude des taps, respectivement nb_{taps} et Γ. Cependant, un autre facteur doit être pris en compte, il s'agit du temps de relaxation entre chaque tap t_r. Cette section présente comment sont gérés ces trois paramètres et comment interviennent les sondages acoustiques pour trois processus de compaction différents.

Tout d'abord, sur la figure 2.18, le schéma de branchement de tous les appareils de mesure et de contrôle est présenté. Cette configuration est commune aux trois processus de compaction étudiés. Ce banc expérimental est entièrement automatisé grâce à un script écrit pour le logiciel Octave. Les commandes sont envoyées aux différents appareils de mesure par liaison GPIB. La compaction est un processus qui peut être très long (de quelques heures à quelques jours). Il est donc nécessaire que le banc de mesure soit automatisé. Ainsi, chaque expérimentation est autonome, il suffit juste à l'expérimentateur de remplir la cuve d'un matériau granulaire et d'entrer les conditions initiales dans le programme d'acquisition. Les conditions initiales d'une expérimentation sont :

- la masse de l'échantillon, m ;
- la hauteur occupée initialement par l'échantillon dans la cuve, h_0 ;
- l'amplitude des taps Γ ;
- les fréquences limites des sondages acoustiques f_{start} et f_{end} ;
- le nombre de points entre ces deux fréquences n_{frf} ;
- les amplitudes minimum et maximum des sondages acoustiques ε_{min} et ε_{max} ;
- le nombre d'amplitudes pour le sondage acoustique, n_{prob} ;
- le temps de relaxation entre chaque tap, t_r.

Enfin, une série de valeurs pour la quantité suivie est définie pour déclencher les sondages acoustiques. Ce vecteur peut être défini soit en nombre de taps soit en valeurs de compacité moyenne. Dans le premier cas, les sondages acoustiques sont réalisés tous les "n" taps, alors que dans le deuxième cas, les sondages sont réalisés quand le milieu granulaire atteint une certaine valeur de compacité moyenne ϕ.

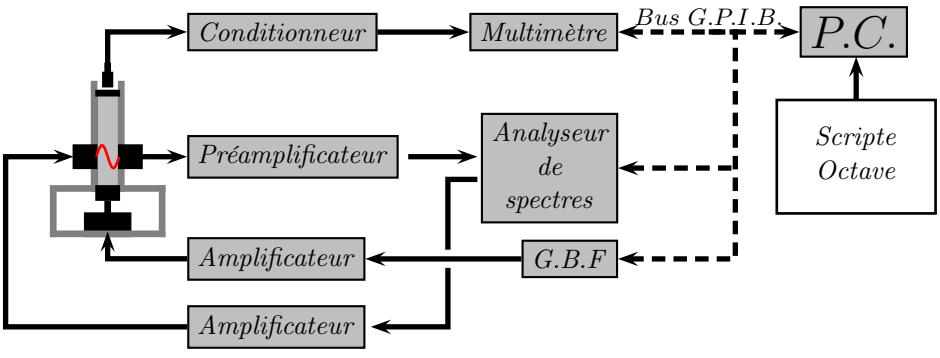


FIGURE 2.18 – Schéma de principe du banc expérimental. Les flèches en traits pleins représentent les liaisons filaires des signaux d'excitation et de réception. Les flèches en traits pointillés représentent les liaisons de communication entre les différents appareils.

2.3.1 Compaction "classique"

Lors du processus de compaction dite "classique", c'est-à-dire quand l'amplitude des taps reste identique tout au long de l'expérience, les sondages acoustiques se font tous les "n" taps répartis sur une échelle logarithmique. A chaque "n" atteint, le programme d'acquisition lance la réalisation d'une vingtaine de réponses en fréquences dont l'amplitude d'excitation de chacune croît linéairement. Pour chaque amplitude d'excitation, la fréquence de résonance, son amplitude ainsi que son facteur de qualité sont mesurés afin de calculer les coefficients d'élasticité et de dissipation linéaires et non linéaires.

2.3.2 Effets de mémoire

Lors de ce processus de caractérisation des effets de mémoire, l'amplitude des taps est modifiée : lorsque la compacité moyenne atteint un seuil préalablement fixé (par exemple $\phi = 0.62$, ce processus est présenté sur la figure 2.20. Un certain nombre de tests a été effectué pour déterminer les deux amplitudes de taps et le seuil de compacité afin d'être capable d'observer des effets associés à la mémoire. Tout d'abord il convient d'estimer la compacité initiale, cela permet de définir les différentes valeurs de compacité où les sondages acoustiques sont effectués. Le processus consiste alors à réaliser des taps entre deux valeurs successives de compacité. Quand la valeur de compacité est atteinte, le programme d'acquisition commande l'analyseur de spectres afin d'effectuer une série de fonction de transfert. Un organigramme complet du programme d'acquisition est présenté sur la figure 2.19.

2.3.3 Relaxation

Un phénomène de relaxation est observable après que l'échantillon soit sollicité mécaniquement par un tap. Plusieurs effets peuvent avoir lieu à la suite d'une sollicitation mécanique et influent sur la dissipation d'énergie, les contacts, les ponts liquides etc... Le sondage acoustique permet de visualiser cet effet. Le protocole mis en place pour la mesure est un sondage par fonction de transfert autour de la fréquence de résonance de l'échantillon. Cependant, dans ce cas il faut que les sondages soient réalisés rapidement. Le meilleur rapport temps/précision fréquentielle existe pour des fonctions de transfert de 50 points avec une bande passante de 2 kHz, cela permet d'effectuer un sondage acoustique toutes les 1 ou 2 secondes. Ensuite, pour caractériser les non-linéarités durant cette relaxation, il suffit d'alterner une amplitude d'excitation faible et forte. On considère que le décalage de la fréquence de résonance varie linéairement avec l'amplitude de la source, deux amplitudes différentes suffisent donc à évaluer les non-linéarités mises en jeu au sein de l'échantillon. Ce principe de mesure est présenté sur la figure 2.17. Ces réponses en fréquences résolues en temps permettent de suivre l'évolution des non-linéarités en fonction du temps. Les résultats obtenus sont présentés dans le chapitre 5.

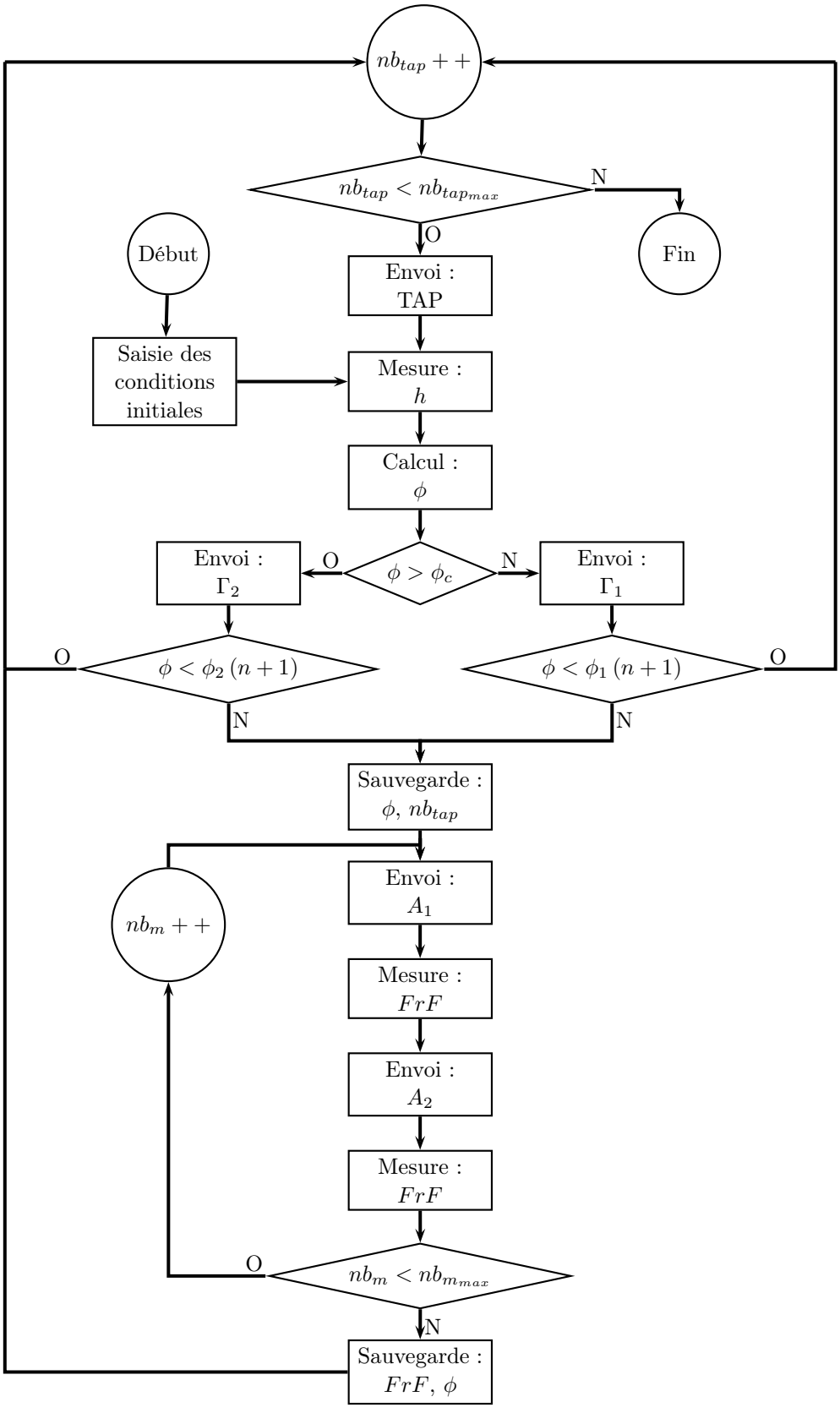


FIGURE 2.19 – Organigramme du programme d'acquisition

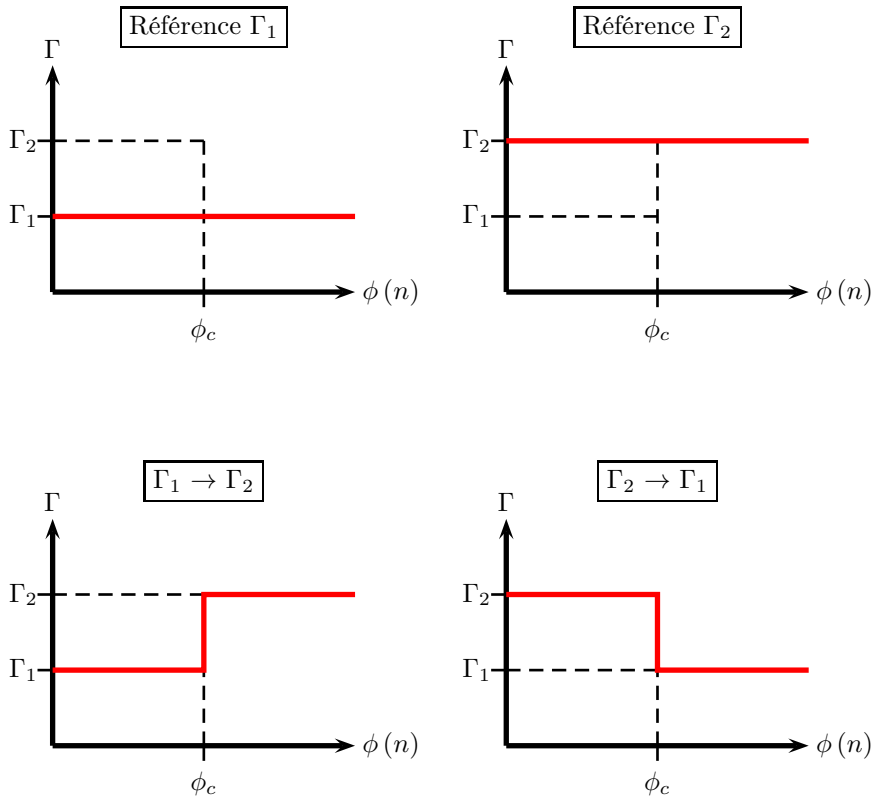


FIGURE 2.20 – Schéma des quatre protocoles de compaction. $\phi(n)$ est la compacité moyenne atteinte pour n taps, ϕ_c est la compacité moyenne où s'effectue le changement d'amplitude de taps, Γ_1 et Γ_2 sont les deux amplitudes de taps utilisées.

2.4 Choix et préparation des échantillons

2.4.1 Les différents échantillons granulaires utilisés

Plusieurs types d'échantillon ont été étudiés. Selon la nature des grains (taille, matière) il peut apparaître des différences de réactions. Au cours des campagnes de mesures, deux matières de grains ont été principalement utilisées : le verre et l'acier inoxydable (AISI 420 et AISI 420C). Pour que la condition de milieu effectif soit respectée, le diamètre des billes est choisi pour qu'il y ait au minimum 10 billes sur la distance entre les deux transducteurs. Dans cette thèse, la largeur de la cuve est de 20 mm, il faut donc des billes dont le diamètre n'excède pas 2 mm. Pour des raisons pratiques nous utilisons des billes en verre dont le diamètre moyen est compris entre $d = 0.3$ mm et $d = 1.4$ mm. Ces différentes billes sont présentées sur la figure 2.21.

Verre, $r \approx 0.15$ mm
$\rho_{mat} \approx 2500$ kg.m^{-3}

Verre, $r \approx 0.35$ mm
$\rho_{mat} \approx 2500$ kg.m^{-3}

Inox 420C, $r \approx 0.5$ mm
$\rho_{mat} \approx 7750$ kg.m^{-3}

Verre, $r \approx 0.7$ mm
$\rho_{mat} \approx 2500$ kg.m^{-3}

Verre, $r \approx 1$ mm
$\rho_{mat} \approx 2500$ kg.m^{-3}

Inox 420, $r \approx 1$ mm
$\rho_{mat} \approx 7750$ kg.m^{-3}

FIGURE 2.21 – Photographies de différents types de billes étudiées.

2.4.1.1 Préparation des échantillons

Avant toute expérimentation, il est important de bien préparer l'échantillon à caractériser. En effet, afin de pouvoir moyenner les résultats, il faut que les conditions initiales soient identiques dans la mesure du possible. Il existe plusieurs méthodes pour remplir la cuve avec un échantillon de billes. Elle peut être remplie en bloc, c'est-à-dire en mettant tout l'échantillon d'un coup. Elle peut être aussi remplie par pluviation, c'est-à-dire en saupoudrant les billes dans la cuve. Enfin, elle peut être remplie à l'aide d'un entonnoir. Cependant ces trois méthodes ont l'inconvénient de ne pas garantir une compacité initiale proche du "random loose packing" (*rlp*). La meilleure méthode consiste à placer une grille amovible au fond de la cuve. Premièrement, l'échantillon est pesé pour un volume moyen remplissant à 80% la cuve. En fonction du matériau constituant les sphères, cette masse est comprise entre 300 g et 1000 g. Ensuite, l'échantillon est versé dans la cuve où la grille a été préalablement placée. La taille des mailles de la grille est environ dix fois plus grande que le rayon des billes. Une fois remplie, la grille est ôtée verticalement. Cette manipulation garantie une compacité moyenne initiale proche de $\phi \approx 0.59$. La cuve doit être remplie de façon à ce que les transducteurs se situent à une profondeur supérieure à la largeur de la cuve (8 cm). Cette condition doit être respectée afin que la pression statique soit saturée, c'est-à-dire qu'il n'y ait pas de gradient vertical de pression entre les transducteurs.

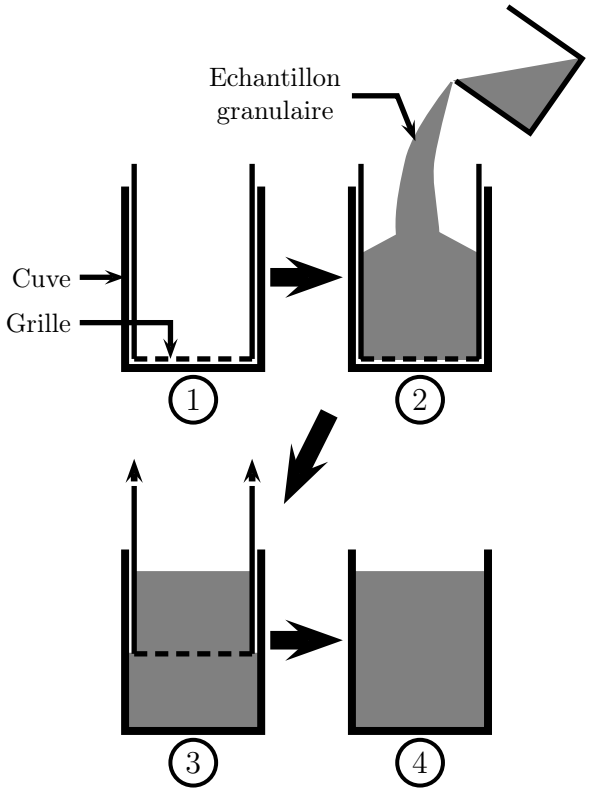


FIGURE 2.22 – Protocole de remplissage de la cuve : 1. Une grille est placée au fond de la cuve ; 2. La cuve est remplie d'un échantillon granulaire ; 3. La grille est extraite verticalement ; 4. L'échantillon est prêt à l'emploi avec une compacité moyenne répétable de $\phi \approx 0.59$.

2.5 Problèmes éventuels

Les milieux granulaires sont très sensibles aux petites variations des conditions extérieures. Il se peut alors qu'une petite variation des conditions extérieure puisse changer considérablement la configuration des contacts et du milieu, et donc des paramètres acoustiques. Pour y remédier le mieux possible, le banc est isolé mécaniquement du sol, ainsi aucune vibration extérieure non désirée ne perturbe le milieu. Les conditions climatiques peuvent aussi modifier le milieu granulaire. La température et l'humidité changent la nature des contacts et donc de l'élasticité du milieu granulaire. Contre l'influence de ces changements non désirés, le banc de mesure est placé dans une chambre climatique contrôlant et fixant température et hygrométrie. Cependant ce système n'a été disponible que pour le chapitre 5 de cette thèse. Certaines mesures n'ont pas été retenues à cause de changement rapides dans les conditions météorologiques (un orage soudain modifie grandement la température et l'humidité en quelques minutes).

2.5.1 Problèmes d'identification de la première résonance

Des problèmes d'identification de la première résonance peuvent survenir dans certains cas. En effet, pour certaines valeurs de compacité si l'impédance acoustique de l'échantillon est proche de celle des parois de la cuve, les conditions aux limites sur les parois ne peuvent plus être considérées comme parfaitement rigides. Il apparaît alors un phénomène de doubles résonances rendant difficile l'identification de la résonance liée seulement à l'échantillon. Une attention particulière est alors portée sur le type de matériau étudié, les billes en acier inoxydable sont alors abandonnées dans la configuration actuelle du banc de mesure. Afin de rendre compte de ces phénomènes, deux simulations dont les résultats sont présentés sur les figures 2.23 a) et b) ont été réalisées. Dans les deux cas la somme de deux résonances est visible. Cependant dans le cas des billes en inox les deux résonances ont des amplitudes équivalentes alors que dans le cas des billes en verre, la résonance liée aux parois est négligeable par rapport à la résonance propre de l'échantillon.

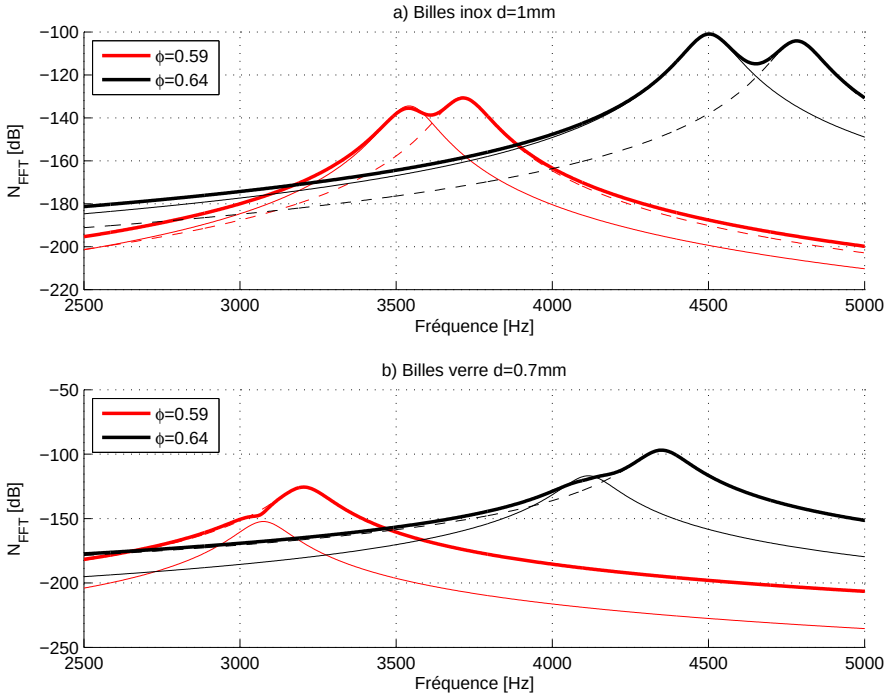


FIGURE 2.23 – Simulations des résonances entre les transducteurs distants de 2 cm pour deux valeurs de compacité. Les courbes en pointillés correspondent à la résonance seule de l'échantillon, en fin trait plein à la résonance de l'échantillon combinée à celle des parois, enfin en trait plein épais à la somme des deux résonances. a) Cas d'un échantillon de billes en inox. b). Cas d'un échantillon de billes en verre.

Au cours de ce deuxième chapitre, plusieurs méthodes acoustiques de caractérisation d'un milieu granulaire ont été présentées. Aux vues des avantages et inconvénients de chacune d'elle, il en ressort que la méthode des résonances non linéaire est la plus adaptée lors du suivi d'un processus de compaction. Deux paramètres non linéaires d'élasticité et de dissipation sont ainsi aisément mesurés en fonction de la compacité moyenne du milieu granulaire non consolidé. Pour toutes les méthodes acoustiques employées, la qualité et la reproductibilité des résultats exigent que les protocoles d'expérimentation et l'influence des conditions extérieures soient gérés ou contrôlés avec précision. Enfin, les principaux résultats expérimentaux ainsi que leurs interprétations sur trois aspects du vieillissement d'un milieu granulaire désordonné et non cohésif, sont présentés successivement dans les trois chapitres suivants.

Bibliographie

[1] X.Z. An, C.X. Li, R.Y. Yang, R.P. Zou, and A.B. Yu, *Experimental study of the packing of mono-sized spheres subjected to one-dimensional vibration*, Powder Technology **196** (2009), 50–55.

[2] J. Brujić, P. Wang, C. Song, D. L. Johnson, O. Sindt, and H. A. Makse, *Granular dynamics in compaction and stress relaxation*, Phys. Rev. Lett. **95** (2005), no. 12, 128001.

[3] O. Dazel and V. Tournat, *Nonlinear biot waves in porous media with application to unconsolidated granular media*, The Journal of the Acoustical Society of America **127** (2010), no. 2, 692–702.

[4] J. A. Dijksman and M. Van Hecke, *The role of tap duration for the steady-state density of vibrated granular media*, EPL **88** (2009), no. 4, 44001.

[5] J. E. Fiscina, G. Lumay, F. Ludewig, and N. Vandewalle, *Compaction dynamics of wet granular assemblies*, Phys. Rev. Lett. **105** (2010), 048001.

[6] C. Inserra, *Caractérisation de la compaction granulaire par des méthodes d'acoustique linéaires et non linéaires*, Ph.D. thesis, Université du Maine, 2007.

[7] H. A. Janssen, *Versuche über Getreidedruck in Silozellen*, Zeitschr. d. Vereines deutscher Ingenieure **39** (1895), no. 35, 1045–1049.

[8] J. B. Knight, C. G. Fandrich, C. N. Lau, H. M. Jaeger, and S. R. Nagel, *Density relaxation in a vibrated granular material*, Phys. Rev. E **51** (1995), no. 5, 3957–3963.

[9] J.-B. Legland, V. Tournat, and V. E. Gusev, *Ultrasonic characterization of unconsolidated granular media undergoing compaction*, 2009 IEEE International Ultrasonics Symposium, IEEE, September 2009, pp. 1989–1991.

[10] G. Lumay and N. Vandewalle, *Experimental study of granular compaction dynamics at different scales : Grain mobility, hexagonal domains, and packing fraction*, Phys. Rev. Lett. (2005), 028002.

[11] M. Massalska-Arodz-acute, J. Mayer, J. Bran-acutekowski, A. Ostrowicz, and E. Lisiecki, *Experimental observations of structural relaxation in granular matter*, Phys. Rev. E **55** (1997), no. 1, 1225–1227.

[12] A. L. Sellerio, D. Mari, G. Gremaud, and G. D'Anna, *Glass transition associated with the jamming of vibrated granular matter*, Phys. Rev. E **83** (2011), 021301.

Chapitre 3

Nonlinear Biot waves in a noncohesive granular medium slab : self-action and second harmonic generation

J.-B. Legland[1], V. Tournat[1], O. Dazel[1], A. Novak[1], Vitalyi Gusev[2]

[1]LAUM, CNRS, Université du Maine, Av. O. Messiaen 72085 Le Mans, France.

[2]LPEC, CNRS, Université du Maine, Av. O. Messiaen 72085 Le Mans, France.

Avant-propos

Ce chapitre, rédigé en anglais, est présenté sous la forme d'un article de revue internationale à comité de lecture. A l'heure de la rédaction de ce manuscrit de thèse, cet article est accepté au *Journal of the Acoustical Society of America*. Sa parution est prévue pour le mois de juin 2012 (volume 131, issue 6). Dans ce chapitre, les caractéristiques acoustiques principales d'une tranche de milieu granulaire sont étudiées dans un premier temps. Trois zones fréquentielles principales sont observées et permettent de comprendre l'influence des propriétés élastiques et géométriques du milieu sur la propagation des ondes acoustiques (solide, fluide équivalent, diffusion). Un modèle basé sur les équations de Biot est aussi proposé.

Abstract : Experimental results are reported on second harmonic generation and self-action in a noncohesive granular medium supporting wave energy propagation both in the solid frame and in the saturating fluid. The acoustic transfer function of the probed granular slab can be separated into two main frequency regions : a low frequency one where the wave propagation is controlled by the solid skeleton elastic properties and a higher frequency one where the behavior is dominantly due to the air saturating the beads. Experimental results agree well with a recently developed nonlinear Biot wave model [1]. The linear transfer function, second harmonic generation and self-action effect are studied as a function of bead diameter, compaction step, excitation amplitude and frequency. This parametric study allows to isolate different propagation regimes involving a range of described and interpreted linear and nonlinear processes that are encountered in granular media experiments. In particular, a theoretical interpretation is proposed for the observed strong self-action effect.

3.1 Introduction

Grains and grain assemblages (granular media) are involved in a large number of industrial and natural processes [2, 3] and are the subject of intense fundamental research efforts, from the properties of a single contact at the nanoscale to collective effects involving thousands of particles [4, 5, 6, 7, 8, 9]. The interests to these media are particularly shared among researchers in fluid mechanics, contact mechanics, soft matter physics, geophysics, and acoustics. For most of the studied processes, both static and dynamic, the nature of the saturating fluid is a determinant property of the medium. For instance, the fluid can modify strongly the contact properties [10, 11], leading to completely different static and dynamic behaviors of the packings in comparison with the case of the grains in vacuum. Even a small amount of humidity can induce strong differences in contact properties and packing elasticity [12, 13].

The acoustic properties can also be completely modified depending on the saturating fluid, independently of the contact property influence. It is well-known that the fluid properties play an important role on the propagation of sound in porous media, in particular in the context of Biot waves [14, 15, 16]. Numerous studies have been carried out and specific models derived for marine sediments, i.e. water saturated granular media, with applications to sea-floor sounding [17, 18, 19]. When the ratio of skeleton-to-fluid acoustic impedances is modified (by the elasticity or density modification), the coupling between acoustic energy in the solid skeleton and acoustic energy in the fluid is modified. Such constitutive parameters as the fluid flow resistivity, the characteristic thermal and viscous lengths, for instance, are fluid dependent. These parameters also depend on the geometry of the porous sample. In particular, for disordered granular packings composed of the same spherical beads, the geometrical parameters of the packing depend mainly on the bead diameter d and the compacity Φ (defined as the volume occupied by the beads over the total volume of the packing) [20]. For instance, the bead diameter d plays a role on the acoustic parameters of the "equivalent fluid" [16, 21], through the diameter dependence of the flow resistivity $\sigma \propto d^{-2}$ or viscous characteristic length $\Lambda \propto d$.

There are numerous studies of acoustic wave propagation through the solid skeleton of granular packings neglecting the influence of the saturating air [22, 23, 24, 9, 25, 26, 27, 28, 29, 30]. Also, there exist several reported results on the acoustic propagation through granular media considered as "equivalent fluids", i.e. without considering acoustic motion of the solid skeleton [31, 21, 32, 33]. However, only few articles report results where the coupling of waves in the solid skeleton of granular packings and the saturating air takes place. In Ref. [34], there have been observations of energy transfer from the solid skeleton (the beads and their contacts) to the saturating air in a nonlinear self-demodulation experiment in granular media. In this work [34], the excited wave packet was launched in the medium and self-demodulated in the highly nonlinear solid skeleton of the packing. With a microphone, it was possible to detect the self-demodulated signal in air, after energy transfer from solid skeleton to air. This process was found to be dependent on the static pressure applied on the grains. The influence of bead diameter and compaction step has not been studied however.

Recently, laboratory and numerical studies of the compaction process were performed in order to solve basic scientific questions that are still open [35], and also to provide efficient protocols for producing high density, rigid and stable granular packings in practical applications.

While the most used experimental parameter characterizing the compaction process is the compacity Φ of the packing, the same value of Φ could correspond to granular media in rather different mechanical states because of different statistical distributions of the intergrain contact interaction forces [35, 36, 37]. Thus it is obvious that for both industrial and

fundamental studies, the monitoring of the granular packing elasticity during compaction is relevant and of primary importance. The measurements of linear mechanical properties of the granular packing provide information mainly on average (effective) characteristics of the contact forces distribution [25, 38], which, however, is still insufficient for a unique identification of the mechanical state. The simplest theoretical arguments [25] indicate that the weak contacts could provide a dominant contribution to nonlinear mechanical properties of the granular media. It has been recently proven experimentally that nonlinear acoustic methods (based on monitoring of the modification of the acoustic field spectrum with increasing field amplitude) provide complementary information on the statistical distribution of the weak inter-grain forces, which is inaccessible by linear acoustic methods [38].

However, in order to achieve such needed accurate acoustic probing of the granular packing elasticity, one has to understand the effect of the saturating air on the linear and nonlinear acoustic responses of these media. These responses depend in general of many factors, including for instance the bead size, the compacity, or the static pressure.

In this work, we present an experimental parametric study of the acoustic transmission through a granular medium slab. We are able, with our experimental setup, to vary the compacity of the packing from $\Phi \simeq 0.58$ to $\Phi \simeq 0.63$, the bead diameter ($d \simeq 0.7$, 1.4 and 2 mm respectively), and the excitation amplitude by two orders of magnitude. Linear transmission as well as second harmonic generation and self-action effects are analyzed. Results are compared to theoretical modeling of Biot wave propagation and second harmonic Biot wave generation [1]. Explanation for the observed strong nonlinear self-action effect is provided.

First the setup and methods are presented, in particular the signal processing analysis. Second, results are presented for the linear acoustic transfer function of the granular slab. The effect of compaction on the acoustic transmission (both in the solid skeleton and the saturating air) is then analyzed. After, the second harmonic generation process is studied for different bead diameters and compaction steps. Finally, we report observation of strong self-action effects of the fundamental wave, for some particular frequency bands.

3.2 Experimental setup and methods

3.2.1 Setup and samples

Our samples consist of random packing of glass beads, contained in a rectangular based box of height 100 mm and lateral size $L \times \ell = 80 \times 80$ mm (Fig. 3.1). The initial configuration is obtained by quickly pouring the beads in the container, with a metallic grid placed inside at the bottom. Then, the grid is slowly moved through the medium up to the top of the container. This provides an initial compacity value $\Phi \simeq 59\%$, reproducible for a given bead sample within 0.5%. In order to mechanically excite the granular column, a shaker delivering discrete vertical pulses, or "taps", with a 1 Hz repetition rate, is placed below the container. Each shaker pulse consists of a sinus period of frequency 60 Hz, monitored by an accelerometer mounted on the membrane supporting the granular sample. The typical maximum acceleration used for each tap is $a \simeq 3g$ at the bottom of the granular column. The measurement of the packing height relative variations, leading to a measure of the compacity change, is achieved through a laser displacement sensor with a precision better than 1 μm. Relative change in packing compacity is then measured with a precision of 0.05%. The static pressure applied by gravity on the granular packing at the location of the acoustic probing is of the order of 1 kPa.

Two piezo-electric transducers embedded in the vertical walls of the container constitute a resonator for the acoustic waves launched in the granular medium. The frequency of the

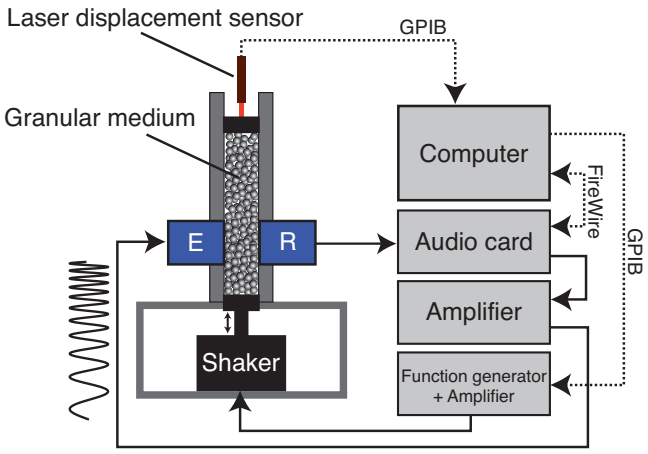


FIGURE 3.1 – Experimental setup. E and R are the piezo-emitter and the piezo-receiver. The experiment is computer controlled, with packing volume measure, solicitation by mechanical taps via the low-frequency shaker, and acoustic probing.

fundamental resonance for the longitudinal mode is $f_0 = c_0/2L$, for the rigid boundary conditions of our configuration where the linear sound speed c_0 at the initial stage of compaction was estimated to be $\sim$ 160 m/s from an independent acoustic time-of-flight experiment conducted in the same configuration.

3.2.2 Data analysis and signal processing

The method implemented here allows within one single measurement of time length $T \simeq 2$ s, to characterize the nonlinear system in both amplitude and phase, not only for the fundamental harmonic as usual with a spectrum analyzer, but also for nonlinearly generated higher harmonics [39]. Consequently, it allows to estimate the transfer of energy, not only on the first harmonic, but also on higher harmonics. Energy transfer to higher harmonics is estimated through the so-called higher-order frequency response functions (FRFs) [39, 40]. This method also provides estimation of the phase spectra of the higher-order FRFs.

The analysis procedure is divided into two parts. First, the input swept-sine signal $s(t)$ is generated to excite the nonlinear system (the granular slab here) whose response $y(t)$ is synchronously recorded. Next, the convolution between the output $y(t)$ and an inverse filter is calculated. The use of the inverse filter, for separating higher-order components was proposed in [41], and corresponds to the time-reversal of the excitation signal, equalized with a slope of -6dB/oct (time-reversal mirror plus whitening filter). When convolving the output $y(t)$ and the inverse filter, the result yields in setting of nonlinear impulse responses. They can be easily separated by windowing and their Fourier Transforms are equal to the higher-order FRFs.

Here we make use of only the two first order FRFs since the acquisition sampling frequency is limited to 192 kHz. The second harmonic wave is consequently analyzed up to a maximum frequency of excitation of 48 kHz. All results in the following are shown up to a 45 kHz fundamental excitation frequency.

3.3 Experimental results

In the following, we report on the characteristic effects that have been observed along a series of parametric experiments on controlled granular slabs. The studied parameters are the bead size, the compaction step and the excitation amplitude. The frequency is swept from 500 Hz to 45 kHz in the presented transfer functions. We first analyze the fundamental transfer function and provide interpretations based on a previously developed model [1, 42]. Then, we report the observation of second harmonic generation and strong self-action effect. Interpretations for the observed effects are then proposed and discussed.

3.3.1 Analysis of the transfer function

3.3.1.1 Characteristic frequency regions of the transfer function

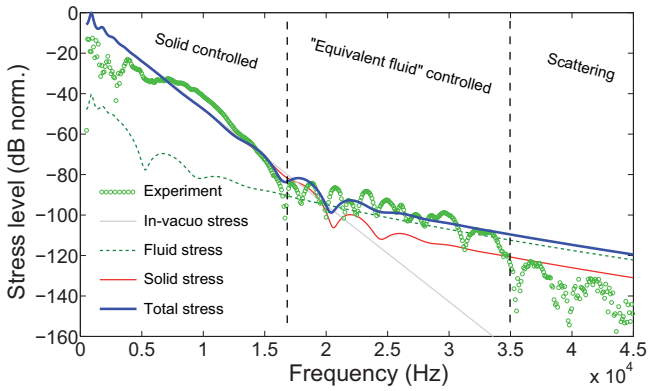


FIGURE 3.2 – Acoustic transfer function of a 8 *cm* thick granular medium slab composed of 0.7 *mm* in diameter glass beads. A compaction process with 5000 taps was applied. The experimental frequency response is corrected by the emitter and receiver sensitivities. All the curves are normalized to the maximum of the theoretical total stress.

In Fig. 3.2, the experimental acoustic transfer function of a granular slab is compared to theoretical results based on the modeling of Biot waves from [1]. In the studied configuration, with a longitudinal acoustic wave generated on one side of the granular slab and detected one the other side, the geometry is considered as one-dimensional. Consequently, only two Biot modes exist, involving both motion of the solid skeleton and saturating fluid. These two propagation modes contribute to the experimentally detected total stress on the detection side. Theoretically and numerically, it is possible to isolate two different contributions to the detected total stress σ_t : the stress in the solid skeleton σ_s (denoted by solid stress in Fig. (3.2)) and the acoustic pressure in the saturating fluid P_f or fluid stress $\sigma_f = -P_f$. These acoustic stresses verify

$$\sigma_t = \sigma_s - P_f. \tag{3.1}$$

Solutions of the acoustic problem with longitudinal Biot waves in the one-dimensional slab are given in the form [1]

$$\begin{aligned} u^s &= [A_1 \sin(k_1 x) + A_2 \sin(k_2 x) \\ &+ B_1 \cos(k_1 x) + B_2 \cos(k_2 x)] e^{j\omega t}, \end{aligned} \tag{3.2}$$

$$\begin{aligned} u^t &= [\mu_1 A_1 \sin(k_1 x) + \mu_2 A_2 \sin(k_2 x) \\ &+ \mu_1 B_1 \cos(k_1 x) + \mu_1 B_2 \cos(k_2 x)] e^{j\omega t}, \end{aligned} \tag{3.3}$$

where u^s is the solid displacement and u^t the total displacement (a combination of the solid and fluid displacement), x the coordinate in the propagation direction, t the time and ω the cyclic frequency [43]. The terms A_i, B_i, μ_i and k_i are in general frequency dependent, and can be expressed using physical, mechanical and geometrical parameters of the medium, such as the air flow resistivity, the characteristic viscous and thermal length, the tortuosity, the solid skeleton longitudinal elastic modulus, the air and solid densities. The whole set of parameters and their expressions for granular media are given in [1]. Rigid boundary conditions are considered, i.e. $u^s = u^t = 0$ at the detection face of the slab and $u^s = u^t = u_0(\omega)\cos(\omega t)$ for the excitation boundary ($u_0(\omega)$ is the frequency dependent displacement sensitivity of the emitter). The stresses associated to the displacements in Eqs. (3.2-3.3) above are

$$\sigma_s = E\frac{\partial u^s}{\partial x}, \tag{3.4}$$

$$\sigma_f = -P_f = M\frac{\partial u^t}{\partial x}, \tag{3.5}$$

where E is the solid skeleton longitudinal elastic modulus and M the equivalent compressibility of the air.

In Fig. 3.2, it is possible to split the acoustic transfer function into three characteristic frequency bands. In the lowest frequency band, the solid stress dominates over the fluid pressure and is the main contribution to the total stress. The acoustic transfer function depends mainly on the solid skeleton properties. In the middle frequency band, the fluid pressure becomes the main contribution to the total stress. The medium can in this case be considered as an "equivalent fluid", with acoustic properties independent of the solid elasticity (the wave energy propagates in the saturating fluid mainly and independently of the solid). The third frequency band, at higher frequencies, exhibits deviation of the model compared to the experimental total stress. We believe that the long wavelength (homogenization) limit is not fulfilled anymore and scattering effects in the equivalent fluid may occur.

3.3.1.2 Discussion on the cut-off frequency

The characteristic frequency where a transition occurs from solid stress controlled to equivalent fluid controlled regimes, has already been defined as a cut-off frequency f_c [1]. In the vicinity of this cut-off frequency, the solid stress and fluid pressure have comparable magnitudes which enables interferences leading often to a non monotonous frequency dependence of the total stress with local minima and maxima. This behavior is observed for both the experimental and the theoretical total stresses in Fig. 3.2.

Note that in principle, the transition frequency f_c from solid stress controlled to equivalent fluid controlled regimes is a non trivial function of the bead size, wave attenuation in both solid and fluid, propagation distance, compacity, static stress... A theoretical accurate description of f_c is beyond the scope of the present article. However, due to the strong drop in solid stress level just before the transition between the two regimes, it appears that the main effect controlling f_c is the attenuation (by scattering) of the solid stress wave. As a consequence, f_c is mostly determined by the scattering properties of the solid stress wave.

Note also that this cut-off frequency f_c could be put in relation with the cut-off frequency of a one-dimensional granular chain corresponding to the limit of the Brillouin zone of the lattice $F_c = c_0/(\pi d)$ where c_0 is the low frequency limit of the wave velocity in the system [44, 45, 46]. For the low frequency wave velocities observed in the disordered granular slab that range between $c \simeq 100$ m/s and $c_0 \simeq 160$ m/s, the estimated one dimensional chain cut-off frequency is estimated as $F_c \simeq$ 45-72 kHz for d =0.7 mm and $F_{c_0} \simeq$ 16-25 kHz for d =2

mm. These values, suitable for an ordered one-dimensional granular system, over-estimate the values of f_c observed here for a disordered packing by a factor of 3-4. This is expected because the presence of disorder (both geometrical and in the contact forces) produces wave scattering at wavelengths larger than the bead diameter, i.e. at lower frequencies than the estimated F_c.

As an estimate, the observed cut-off frequency $f_c \simeq 16$ kHz in Fig. 3.2, corresponds to a product $k_s d \simeq 0.44$, between the wavenumber in the solid skeleton k_s and the bead diameter d (with a wave velocity $c_0 \simeq 160$ m/s). In Fig. 3.6, at the cut-off frequencies $f_c \simeq 10$ and 12 kHz observed for the two other bead sizes $d = 1.4$ and 2 mm, our estimates give $k_s d \simeq 0.66$ and $k_s d \simeq 0.78$ respectively. These three values are relatively close, considering the fact that the slab thickness is the same in the three cases, i.e. it represents more diameters for small beads than for large beads and thus more possible scattering events.

The expected scattering at the limit between the middle and the third characteristic frequency bands of the transfer function occurs at ~ 35 kHz in Fig. 3.2. By estimating the equivalent fluid wave velocity using its high frequency asymptotic limit $c_a/\sqrt{\alpha_\infty} \simeq 287$ m/s, where $c_a \simeq 340$ m/s is the wave velocity in air and $\alpha_\infty \simeq 1.4$ is the tortuosity, the product between the equivalent fluid wavenumber k_a and the bead diameter d is estimated, at the transition frequency of 35 kHz, to be $k_a d \simeq 0.54$. It is comparable to the products $k_s d$ at the cut-off frequency between the first (solid controlled) and second (equivalent fluid controlled) characteristic frequency bands.

We also found that the process of Rayleigh scattering producing the observed transmission drop close to the characteristic frequency f_c for the solid stress wave, does not saturates right above f_c. In Ref. [47], simulations on the elastic energy transport through random loose rigid sphere packings have been carried out in the context of thermal transport in glasses. The normal modes of vibrations of packings of spheres interacting through a one-sided harmonic potential (just repulsion forces) have been calculated for different geometrical configurations close to jamming. From the normal modes of vibration, the energy diffusivity is obtained as a function of frequency. One of the conclusions about the elastic wave scattering is that there exists a characteristic frequency f_d of transition between a weak (Rayleigh) scattering regime and a strong scattering regime (with a smaller frequency dependence). For the longitudinal waves considered here, and using the simulation results of Fig. 2 in [47], we derive the following formula,

$$f_d \simeq \frac{n}{2\pi}\frac{c_0}{d}, \tag{3.6}$$

where $n \simeq 2-3$ is a pre-factor deriving from d_0 in [47] and from the disordered character of the packing, and c_0 is the longitudinal wave velocity in the solid skeletton. For $c_0 = \sqrt{E/\rho} \simeq 160$ m/s, $d = 0.7$ mm, and $n \simeq 2$, we obtain $f_d \geq 70$ kHz. The fact that the estimate of f_d is well above f_c shows that the transition observed in Fig. 3.2 at ~ 16 kHz is not associated to a transition from weak to strong scattering regimes but rather from the dominance of weak scattering of the solid stress wave (leading to the strong drop in amplitude as a function of frequency) to the dominance of the fluid stress contribution.

3.3.1.3 Elastic parameters of the solid frame

Due to the frequency scale chosen in Fig. 3.2, the resonances are not clearly seen. Still, they exist for both experimental and theoretical total stresses. These resonances in the solid part of the granular medium can be used for characterization of the elastic properties of the packing, as in Ref. [38]. The evaluation of the longitudinal elastic modulus of the solid skeleton was obtained through the first resonance frequency measurement. Its frequency

dependence and imaginary part have to be found. The other constitutive parameters of the model developed in [1] are known a priori from the bead size, bead material and packing geometry.

For the model presented in Fig 3.2, the longitudinal elastic modulus of the solid skeleton is taken in the form

$$E = E_0(1 + i\eta). \tag{3.7}$$

Experimental observations in the solid-controlled region can be reasonably well fitted, assuming the attenuation proportional to frequency, i.e. a constant value η=0.33, already observed in various granular media [48]. The derived value for the real part of the elastic modulus is E_0=3e7 Pa.

It is important to note here that only the elastic parameter of the solid skeleton is adjusted, all the other parameters being included in the model without optimization. The behavior of the acoustic transfer function in the middle frequency band, is well captured by the model, in particular the oscillating behavior and the slowly decreasing trend as a function of frequency. This observation, among others presented in the following, confirms the predominant role of the fluid in this frequency range : the granular packing saturated by air behaves as an equivalent fluid. In the low frequency region however, the agreement between theory and experiment is only qualitative : existence of slab resonances and decrease of the transfer function with frequency. More elaborated models for the solid skeleton elasticity are certainly needed, but there is a lack of information on the frequency dependence of both the real and imaginary parts of the elastic modulus. In Fig. 3.4 and the discussion, a model for the frequency dependent imaginary part is proposed and discussed. Besides, the acoustic transfer function is strongly dependent on the compaction step, the applied static pressure, the acoustic excitation level and the bead size, as it will be presented in the following. Consequently, an accurate model optimization of the solid skeleton behavior is at the moment illusory, but the present work could contribute to build such model.

3.3.2 Effect of the compaction

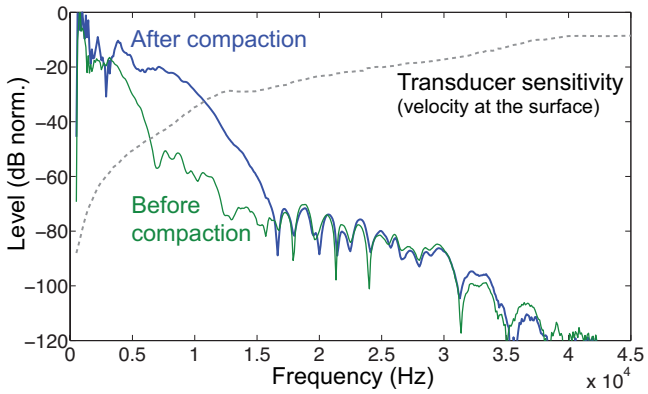


FIGURE 3.3 – Acoustic transfer function for two different medium densities obtained before compaction ($\Phi \simeq 0.59$) and after compaction (5000 taps, $\Phi \simeq 0.63$). Glass beads are 0.7 mm in diameter. The same sensitivity correction as in Fig. 3.2 is applied and curves are normalized to the maximum of the curve "after compaction".

The effect of the compaction level is shown in Fig. 3.3 where the received acoustic level is plotted as a function of frequency for two different amounts of applied taps. The curve "after

compaction" representing the acoustic stress level received through a compacted granular slab corresponds to the same data as the acoustic transfer function of Fig. 3.2 (with a different correction of the transducer sensitivity). This sensitivity correction, leading to the presentation of the real received acoustic level as a function of frequency (and not the acoustic transfer function) is adopted from now because it is more suitable in order to analyze nonlinear effects.

In Fig. 3.3, the main effect of the compaction process occurs below the cut-off frequency of $f_c \simeq 16\ kHz$ separating the low and middle frequency regions discussed above for Fig. 3.2. Consequently, the compaction process influences predominantly the solid skeleton elasticity, through the increase of compacity and possibly the increase in static stress between the beads and the container walls. Note that from other experiments in the same configuration [38], the monitoring of the first resonance frequency of the granular slab submitted to a compaction process shows that the longitudinal velocity increases. Thus, the longitudinal elastic modulus increases much faster than the density (only a few percent change) along a compaction process. This is compatible with an increase of the cut-off frequency (due to the increase of wave velocity and wavelength), as observed in Fig. 3.3, from $f_c \simeq 7\ kHz$ to $f_c \simeq 16\ kHz$.

In the middle frequency region, the few percent change in compacity (or equivalently on porosity) due to compaction, has a weak influence on the received acoustic stress. The equivalent fluid parameters of the medium, that depend on compacity and bead size, are only slightly modified. In this region, the received acoustic stress is independent of the solid skeleton elasticity change, which confirms the equivalent fluid regime predominance. It is interesting to notice that the compaction process can provide for the $\sim 6\ kHz$ to $\sim 12\ kHz$ frequency band, a 40 dB difference in the transmitted acoustic stress level (a factor 100 for the amplitude or 10^4 for the acoustic energy).

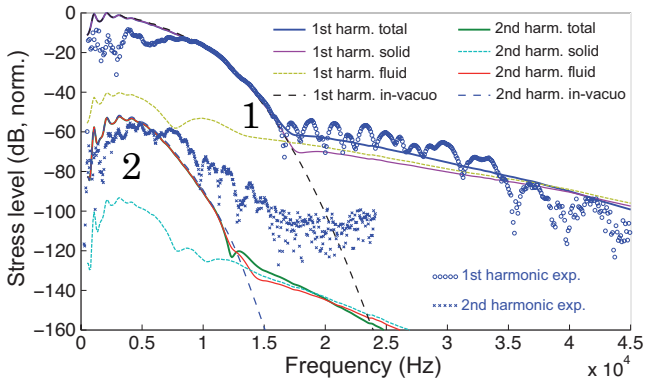


FIGURE 3.4 – Received acoustic stress levels for the fundamental (1st harmonic denoted by 1) and the 2nd harmonic (denoted by 2) components. Glass beads are 0.7 mm in diameter and 5000 taps have been applied (same data as in Fig. 3.2). The received amplitudes have been corrected by the receiver sensitivity only (which is different from Fig. 3.2 and Fig. 3.3), and all the curves are normalized to the maximum of the theoretical total stress.

3.3.3 Second harmonic generation process

The second harmonic generation process is now analyzed over a wide frequency range, thanks to the method presented in Sec. 3.2.2. Similar to Fig. 3.2, the acoustic stress level is presented as a function of frequency in Fig. 3.4. The same data as in Fig. 3.2 is used for the

fundamental (or 1st harmonic) component. Here additionally, the acoustic stress level of the second harmonic is presented. The frequency axis for the second harmonic component is compressed by a factor 2, in order to put in relation the level at the second harmonics for a given fundamental frequency with the fundamental level. In other words, the second harmonic level presented at the (fundamental) frequency of 10 kHz corresponds to the second harmonic level at 20 kHz. The noise level for the experimental results is of the order of -100 dB in this experiment.

In Fig. 3.4, the experimental FRFs of first and second order are compared to the model [1], using the following model for the solid skeleton elasticity :

$$E = E_0\{[(\omega/\omega_c)/\arcsin(\omega/\omega_c)]^2 + i(\eta_1/\omega + \eta_2 + \eta_3\omega^3)\}, \tag{3.8}$$

with E_0 = 4e-7 Pa, η_1 = 0.5e3 rad/s, $\eta_2 = 0.25$, and η_3 = 1.5e-16 $(\text{rad/s})^{-3}$. $\omega_c = 2c/d$ is the cut-off cyclic frequency of the one-dimensional granular chain [46]. For $\omega \ll \omega_c$ the real part of E tends to E_0 as in the model (3.7). The term in η_2 in the imaginary part is similar to the term in η in Eq.(3.7).

The weak agreement observed at the lowest frequencies can be associated to the role of diffraction of the acoustic beams in experiments, leading to a deviation from the ideal one-dimensional geometry, as considered in the model. Consequently the acoustic level is overestimated by the model which does not capture the acoustic energy spreading by diffraction. The term in η_1/ω plays a role for small ω and attempts to depict in an heuristic way the observed plateau at low frequencies, possibly associated to this effect of geometrical attenuation by acoustic beam diffraction. Note that it would be possible to precisely take into account the frequency dependent diffraction effect on the FRF, but it is not the main goal here, and it would not be compatible with the one-dimensional Biot model.

The term in $\eta_3\omega^3$ provides attenuation due to Rayleigh scattering and allows for an accurate fit of the drop in transmission observed between ∼10 and ∼18 kHz in Fig. 3.4. We consequently hypothesize that the rapid decrease observed between ∼ 10 kHz and ∼ 18 kHz is due to scattering of the waves in the disordered solid skeleton. This idea is compatible with the compaction effect observed in Fig. 3.3, which tends to increase the acoustic wavelength and decrease the level of disorder in the medium, providing in turn a lower attenuation by scattering for a frequency in the considered range. This idea is also compatible with the strong self-action effects for this frequency range, reported in section 3.3.5. Note that physically, the Rayleigh type frequency dependent attenuation in the solid should saturate at some point, when frequency increases, as discussed in section 3.3.1.2. However, this transition is expected to occur above frequency $f_d \sim 70$ kHz here. Moreover, when the solid stress contribution is much less than the fluid stress one, the role of attenuation in the solid has a negligible effect on the total stress.

Qualitatively, the observed second harmonic stress level is similar to the one from the model. The only adjusted parameter is the parameter of quadratic nonlinearity of the solid. Modification of this parameter provides only a constant shift in amplitude of the second harmonic at all frequencies. A frequency dependence of this parameter could in principle be introduced but it would be too hypothetical, because the observed small discrepancies can also be attributed to other effects (deviation from the elastic quadratic nonlinearity for instance).

For a single contact between two beads, a Taylor expansion of the stress-strain relationship for a small acoustic perturbation compared to the static compression, provides a parameter of quadratic nonlinearity

$$\beta = \frac{1}{4\varepsilon_0}, \tag{3.9}$$

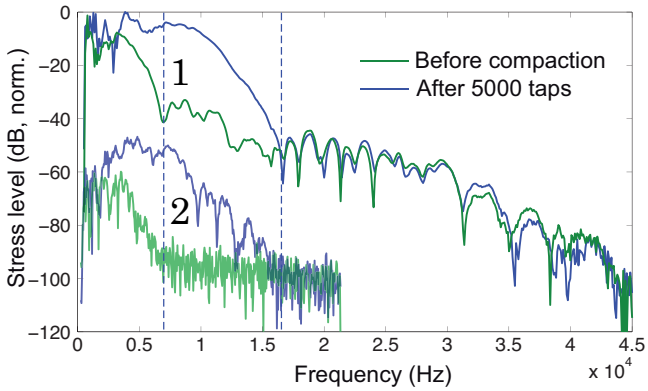


FIGURE 3.5 – Received acoustic stress levels for the first order and second order FRFs, indicated by 1 and 2 respectively). Curves before compaction and after the application of 5000 taps are presented. Glass beads are 0.7 mm in diameter. Curves are normalized to the maximum of the first order FRF with compaction.

where ε_0 is the static deformation of the contact (here taken positive for compression) [25]. For an estimated static stress $\sigma_0 \simeq 750$ Pa and considering an elastic modulus $E_0 = 3e7$ Pa, the contact average static deformation is $\varepsilon_0 \simeq 2.5e\text{-}5$ and the parameter of quadratic nonlinearity is $\beta \simeq 1e4$. In Fig. 3.4 the value found to fit correctly the second harmonic wave amplitude is adjusted to $\beta = 3e4$, larger than the estimated value. The discrepancy, corresponding to a factor 3, can be attributed to the uncertainty of the second harmonic level fit, which can easily reach $\pm$ 5 dB (see Fig. 3.4). Also the estimation is based on the average static deformation while there exists a distribution of contact deformations, including contacts with weaker static deformations than the average and exhibiting consequently higher nonlinearity [25, 49, 50]. So there is an uncertainty on the value of β adjusted with experiments, and the estimated value of β using the average static deformation may underestimate β in the case of a distribution of static deformations. Still, the two parameters of quadratic nonlinearity derived differently are of the same order of magnitude and provide a useful estimation.

3.3.4 Influence of the bead diameter

Effects of the bead diameter on the first order and second order FRF are now analyzed. In Fig. 3.6, the first order FRFs obtained for three granular samples composed of different bead diameters are plotted. The cut-off frequencies f_c between the solid controlled region and the fluid controlled region are estimated visually. They tend to increase with decreasing bead diameter as expected from the theory when attenuation in the solid skeleton due to scattering is taken into account (as in Eq. 3.8). This observation also confirms the interpretation that the fast transmission drop in the solid skeleton is related to scattering as discussed earlier. The maximum transmitted acoustic stress is observed to be similar for the different bead diameters, showing that dissipation in the solid skeleton at frequencies lower than 5 kHz is not drastically different. However, for frequencies larger than 5 kHz and up to the cut-off frequencies f_c, large level differences are observed, depending on the sample bead size. This observation could be put in relation with the modification of the FRF by a compaction process as shown in Fig. 3.5, where the cut-off frequency increases with the compaction step. It could be concluded that compaction, by increasing the average number of contacts (providing a higher density of acoustic path through the packing), and certainly

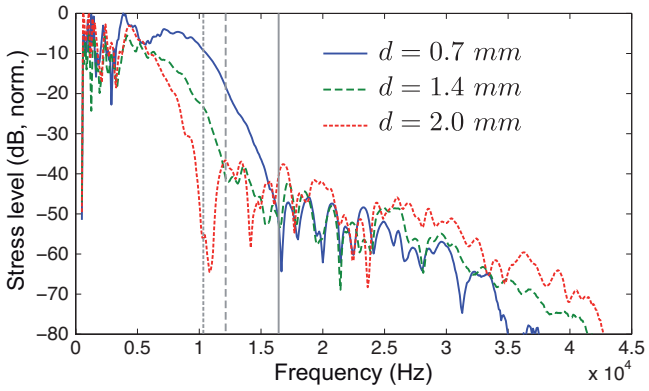


FIGURE 3.6 – Received acoustic stress levels at the fundamental frequency (first order FRF) for three granular samples composed of different bead diameters d. All three samples are compacted with 5000 taps. Vertical lines show estimates of the cut-off frequencies f_c for each FRF. Curves are normalized to the maximum of the first order FRF for d =0.7 mm.

increasing static pressure (by mobilizing more and more friction with the container walls), tends to diminish the effects of acoustic scattering in the solid skeleton of the granular packing.

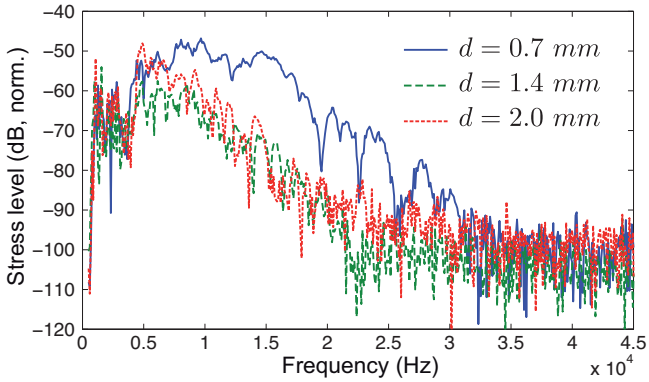


FIGURE 3.7 – Received acoustic stress levels at the second harmonic frequency (second order FRF) for three granular samples composed of different bead diameters d. All three samples are compacted with 5000 taps. Curves are normalized to the maximum of the first order FRF for d =0.7 mm.

For frequencies higher than the cut-off frequencies, the effect of diameter is more difficult to analyze. In average, for a smaller diameter, the transmission level is lower. This is expected from the equivalent fluid model, where air flow resistivity increases ($\sigma \propto d^{-2}$) and where characteristic thermal and viscous lengths decrease ($\Lambda' \propto \Lambda \propto d$) with decreasing diameter (complete formula of the equivalent fluid model for disordered granular media in air are given in [1]).

Concerning the second harmonic generation, the picture is less clear. Fig. 3.7 shows the second order FRFs for the three granular samples having different bead diameters. The noise level is -100 dB. The excitation amplitude corresponds to an acoustic deformation of 1e-6. The technique and set-up accuracy allows to observe only the second harmonic signal when it is solid based, in the low frequency region below the cut-off frequency f_c.

This can be attributed to the fact that nonlinearity of the solid skeleton is much larger than nonlinearity of air. Together with a weak air-solid coupling and a quickly increasing attenuation in the solid skeleton as a function of frequency, it provides a much lower second harmonic level for frequencies above f_c compared to the low frequency region below f_c. Considering the noise level, it is not possible here to observe a second harmonic above 30 kHz in the best case.

The main difference observed when the bead diameter is modified, is a higher level of the second harmonic for the smallest beads d =0.7 mm. This is directly related to the higher level of fundamental wave at the origin of the second harmonic. However, there is no particular difference between the two other bead diameters d =1.4 mm and d =2 mm.

3.3.5 Nonlinear self-action process

Other nonlinear effects or amplitude dependent effects have been observed on the first order FRF (i.e. at the fundamental excitation frequency). Such effects are known as self-action effects.

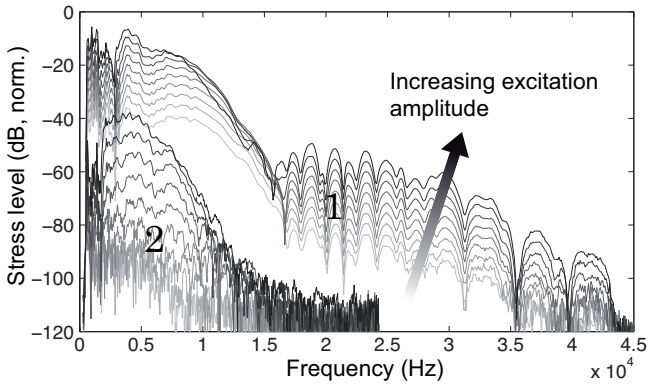


FIGURE 3.8 – Received acoustic stress levels for increasing excitation amplitudes at the fundamental frequency (indicated by 1) and at the second harmonic frequency (indicated by 2). The sample is composed of 0.7 mm in diameter glass beads and was submitted to 5000 taps.

In Fig. 3.8, the first order and second order FRFs are plotted for increasing excitation level (-40, -36, -32, -28, -24, -20, -16, -12, and -8 dB), the maximum 0 dB corresponds to a 5 nm displacement of the emitter membrane at 10 kHz. FRFs obtained for higher excitation levels are not shown for clarity because they overlap with the other ones. Focusing on the first order FRF, there are frequency regions where the received level increases constantly by steps of 4 dB, i.e. proportionally to the excitation level. It is the case for instance in the region 20-30 kHz. In contrary, in the frequency region 10-17 kHz, the received level does not increase regularly and even can diminish : strong self-action effects occur.

In order to depict in a more visible way the self-action effects, the received acoustic stress are averaged over four different frequency bands for each excitation level. In Fig. 3.9, these averaged stresses are plotted as a function of the excitation level, up to 0 dB.

For the three first frequency bands, chosen in the “solid controlled region” and in the frequency region of transition from solid controlled to fluid controlled regions, the nonlinear self-action effects are clearly observed : the received averaged stress level deviate from the linear increase denoted by the dashed lines. Still for the three first frequency bands, the observed deviation from linear behavior is more and more important when the frequency

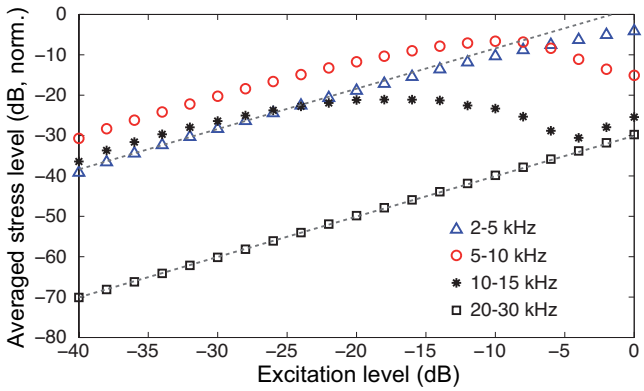


FIGURE 3.9 – Received acoustic stress levels averaged over 4 different frequency bands (indicated in the figure) as a function of the excitation level. The reference 0 dB corresponds to a 5 nm displacement of the emitter membrane at 10 kHz. The raw data are those of the first order FRF of Fig. 3.8. The dashed lines show the linear dependence, i.e. an averaged stress level proportional to the excitation level.

increases. This can be partly explained by the increasing emitter efficiency with frequency, leading to larger excitation levels at high frequencies and thus more pronounced nonlinear effects. The observed self-action effect is particularly important for the frequency band $10-15$ kHz, close to the cut-off frequency. For instance, the received averaged stress level is less for an excitation level of -4 dB than for an excitation level of -25 dB. From previous considerations on the model and the analysis of the first order FRF, it is expected that scattering plays an important role in this frequency range. Consequently, the coexistence of strong nonlinear self-action effects and at the same time strong scattering, leads to the hypothesis that nonlinear scattering could occur at these frequencies. Nonlinear scattering can be seen as dynamic modifications of the complex propagation paths in the solid skeleton due to the acoustic wave itself [51]. Modifications can in principle be geometric (opening, closing of contacts for instance), due to average force variations (contact force).

In the "fluid controlled" region of the first order FRF, i.e. above the cut-off frequency $f_c \simeq 17$ kHz, almost no self-action is observed. The received stress level behaves linearly as a function of the excitation level : the received averaged level between 20 and 30 kHz follows precisely the linear dependency. Most of the received acoustic energy propagates in this case through the fluid, with a much lower nonlinearity than the solid skeleton.

Assuming a one-way plane wave propagating in the medium, its amplitude evolution as a function of distance obey the following equation,

$$\frac{\partial A}{\partial x} + \alpha(A)A = 0, \tag{3.10}$$

where $A(x)$ is the wave amplitude, and $\alpha(A)$ the amplitude-dependent attenuation coefficient. Eq. (3.10) can be rewritten in the form

$$\frac{dA}{\alpha(A)A} = -dx. \tag{3.11}$$

Integrating this equation between the boundaries of the slab 0 and L, we obtain,

$$\int_{A(0)}^{A(L)} \frac{dA'}{\alpha(A')A'} = -x. \tag{3.12}$$

Writing from now $A = A(L)$ and $A_0 = A(0)$, and deriving Eq. (3.12) with respect to A_0 provides the following relation,

$$\frac{1}{\alpha(A)A}\frac{\partial A}{\partial A_0} - \frac{1}{\alpha(A_0)A_0} = 0, \tag{3.13}$$

which can be rewritten,

$$\frac{\partial A}{\partial A_0} = \frac{\alpha(A)A}{\alpha(A_0)A_0} > 0. \tag{3.14}$$

The fact that the quantity $\partial A/\partial A_0$ is necessarily positive ensures that it is not possible to predict the observed effect in Fig. 3.9 of decreasing received amplitude A with increasing excitation amplitude A_0.

However, if we consider that the detected signal S (proportional to the total stress applied on the transducer membrane) is the sum of the stress in the solid σ_s and the stress in the fluid σ_f, we write,

$$\bar{S} = A(A_0)e^{i(\omega t+\phi(A_0))} + BA_0e^{i\omega t}, \tag{3.15}$$

where $\bar{S}$ is the complex notation for S, and A_0 the excitation displacement amplitude. The first term of the right-hand-side corresponds to the solid stress contribution, with possible amplitude and phase nonlinear dependence on A_0 to account for nonlinear self-action and nonlinear softening of the medium. The second term of the right-hand-side corresponds to the fluid stress contribution, supposed to behave linearly, with an amplitude proportional to A_0. The coefficient B accounts for the attenuation of the fluid stress wave in the medium over the distance L and for the solid-fluid impedance mismatch (the same excited acoustic displacement for the fluid and the solid at $x = 0$ leads to different solid and fluid excited stresses).

The main assumptions in Eq. (3.15) is that the solid and the fluid waves are uncoupled in the medium, except at the transducer surface where the stresses are summed, and that there are no resonance in the slab. For the nonlinear self-action process in Fig. 3.9, the quantity of interest is

$$\frac{\partial|\bar{S}|}{\partial A_0} = \frac{\partial}{\partial A_0}\sqrt{A^2 + 2ABA_0\cos\phi + B^2A_0^2}\ , \tag{3.16}$$

$$\frac{\partial|\bar{S}|}{\partial A_0} = \frac{\frac{\partial(A^2)}{\partial A_0} + 2B\frac{\partial(AA_0\cos\phi)}{\partial A_0} + 2B^2A_0}{2(A^2 + 2ABA_0\cos\phi + B^2A_0^2)^{1/2}}, \tag{3.17}$$

$$\frac{\partial|\bar{S}|}{\partial A_0} = \frac{\frac{2\alpha A^2}{\alpha_0 A_0} + 2BA_0[\frac{\alpha A}{\alpha_0 A_0}\cos\phi + \frac{A}{A_0}\cos\phi - A\frac{\partial\phi}{\partial A_0}\sin\phi + B]}{2(A^2 + 2ABA_0\cos\phi + B^2A_0^2)^{1/2}}, \tag{3.18}$$

where $\alpha = \alpha(A)$ and $\alpha_0 = \alpha(A_0)$. In the general case, this expression for $\partial|\bar{S}|/\partial A_0$ is not necessarily positive, unlike Eq. (3.14).

In particular, if the solid stress wave amplitude is close to saturation, i.e. $\partial A/\partial A_0 \simeq 0$, Eq. (3.17) can be rewritten as

$$\frac{\partial|\bar{S}|}{\partial A_0} = \frac{AB}{|\bar{S}|}\left[\frac{BA_0}{A} + \cos\phi + A_0\frac{\partial(\cos\phi)}{\partial A_0}\right]. \tag{3.19}$$

From Eq. (3.19), it follows that the most favorable conditions for the realization of the observed $\partial|\bar{S}|/\partial A_0 < 0$ in Fig. 3.9 could be $\cos\phi < 0$ and $\partial(\cos\phi)/\partial A_0 < 0$. It also seems from Eq. (3.19) that another favorable condition could be $A \gg BA_0$. However, the latter is not true because directly from Eq. (3.15), it follows that when $A \gg BA_0$, $|\bar{S}| \simeq A(A_0)$

and $\partial A/\partial A_0 \simeq \alpha A/\alpha_0 A_0 > 0$ as in Eq. (3.14). The received signal S exhibits a "classical" nonlinear self-action as for a single one-way wave. This is observed in Fig. 3.9 for the frequency band 2-5 kHz where the solid stress contribution dominates over the fluid one, i.e. when the condition $A \gg BA_0$ holds.

It also follows directly from Eq. (3.15), that in the opposite limiting case $A \ll BA_0$, the amplitude of the total signal is $|\bar{S}| \simeq BA_0$ and as a consequence, $\partial A/\partial A_0 \simeq B > 0$. This is the case in Fig. 3.9 for the frequency band 20-30 kHz where the fluid pressure contribution dominates ($A \ll BA_0$) : the received amplitude grows as the excitation amplitude and the process is linear.

It can be concluded that the adequate condition for the experimental realization of $\partial|\bar{S}|/\partial A_0 < 0$ and even of the oscillations in $|\bar{S}|$ is rather $A \sim BA_0$. For $A \simeq BA_0$ without assumption of the saturation of the amplitude $A(A_0)$, Eq. (3.18) leads to

$$\frac{\partial|\bar{S}|}{\partial A_0} \simeq B\left[\left(\frac{\alpha}{\alpha_0}+1\right)|\cos\frac{\phi}{2}| - sign(\cos\frac{\phi}{2})\left(A\frac{\partial\phi}{\partial A_0}\right)\sin\frac{\phi}{2}\right] \tag{3.20}$$

In this case, it is not obvious to extract the general behavior of $\partial|\bar{S}|/\partial A_0$ and its negative value is only ensured assuming peculiar inequalities for the amplitude rate change of the different terms.

Our experimental observations where $\partial|\bar{S}|/\partial A_0 < 0$ occur when the growth of A is saturated, while the continuous increase of A_0 leads the system to the transitional regime $A \sim BA_0$ (see the regime where the excitation amplitude A_0 is -20 to -15 dB for the detected stress in the frequency range 10-15 kHz in Fig. 3.9). When $A \simeq BA_0$ is substituted in Eq. (3.19), we obtain,

$$\frac{\partial|\bar{S}|}{\partial A_0} \simeq \frac{B}{2|\cos\frac{\phi}{2}|}\left[1+\cos\phi + A_0\frac{\partial}{\partial A_0}(\cos\phi)\right]. \tag{3.21}$$

As a consequence, the most favorable condition for the observation of $\partial|\bar{S}|/\partial A_0 < 0$ is $\phi \simeq \pi$, leading to the minimization of $1+\cos\phi$ and to $\partial(\cos\phi)/\partial A_0 < 0$. Assuming that $\phi = \pi + \varepsilon$ ($|\varepsilon| \ll 1$), we transform Eq. (3.21) in the asymptotic form

$$\frac{\partial|\bar{S}|}{\partial A_0} \simeq B\left[\frac{|\varepsilon|}{2} + A_0\frac{\partial|\varepsilon|}{\partial A_0}\right]. \tag{3.22}$$

This result indicates that $\partial|\bar{S}|/\partial A_0 < 0$ is possible if the phase ϕ approaches the value π (corresponding to the anti-phase condition of the solid-based and fluid-based modes at the receiver) faster than $\propto 1/\sqrt{A_0}$, i.e. for instance $|\phi-\pi| = |\varepsilon| \propto A_0^{-\gamma}$ with $\gamma > 1/2$. Considering hysteretic quadratic nonlinearity as the nonlinearity at the origin of the accumulated phase delay ϕ of the solid stress relative to the fluid stress (as shown from several previous studies on nonlinear softening for instance [38, 27], we have in this case $\partial\phi/\partial A_0 = C$ where C is a positive constant. Consequently, when $|\varepsilon|$ approaches 0, $\partial|\varepsilon|/\partial A_0 = -C$ and there is necessarily a small enough ε such that $|\varepsilon| < A_0 C$ providing $\partial|\bar{S}|/\partial A_0 < 0$ in Eq. (3.22).

Note that the same type of reasoning could hold for the interferences of a direct solid wave with scattered waves in the solid arriving with a relative phase delay, and the same qualitative effects could be expected. In this case, with increasing excitation amplitude, the nonlinear wave scattering would increase the phase delay and the scattered amplitude relative to the direct coherent wave.

These strong self-action effects on the fundamental frequency have influence on the efficiency of the second harmonic generation. A saturation mechanism for the second harmonic generation exists, and exhibits qualitatively the same frequency behavior as the self-action effect on the fundamental wave.

3.4 Summary

This analysis of the acoustic transmission through granular slabs under different conditions (compacity, bead diameter) has led to several observations and interpretations.

First, the acoustic transfer function of granular slabs can be qualitatively separated in different characteristic frequency bands. A low frequency band where the acoustic character of the propagation is mainly controlled by the properties of the solid skeleton of the bead packing (the bead and their contacts). In this case, the energy transports dominantly in the solid part of the granular medium. Above a cut-off frequency f_c, there is a second (middle) frequency band, where the acoustic propagation is mainly influenced by the "equivalent fluid" properties of the medium. The received energy in this case has dominantly been transported in the air saturating the beads. The third frequency band corresponds to the occurrence of scattering in the fluid, and the deviation from the equivalent fluid model.

The essential different behaviors of the solid controlled low frequency band and of the fluid controlled (equivalent fluid) middle frequency band are supported by the following consistent observations :

- The cut-off frequency f_c, interpreted to be mainly associated to the transmission drop associated to scattering in the solid skeleton, decreases with increasing bead diameter.
- The compaction process has a strong influence on the "solid controlled" frequency band (modification of the propagation paths, coordination number, static pressure...).
- The compaction process has almost no influence on the "equivalent fluid" frequency band (equivalent fluid parameters only weakly depend on the compacity [1]).
- Nonlinear effects (second harmonic and importantly self-action) only occur in the "solid controlled" frequency band and are particularly marked when the solid stress amplitude approaches the fluid stress one, just below f_c. No nonlinear effect has been observed in the "equivalent fluid" controlled frequency region due to the much lower nonlinearity of air compared to solid skeleton.

Second, the strong drop in transmitted level at frequencies just below the cut-off frequency f_c is found to be associated to scattering of the waves in the solid skeleton. This is also consistent with the above listed observations. The strong self-action effects observed in the frequency band 10-15 kHz (see Fig. 3.9) could be associated to nonlinear scattering by dynamic modifications of the propagation paths for the acoustic waves in the solid skeleton, nonlinear softening and nonlinear dissipation together with the interferences on the receiver surface of the solid and fluid stresses. A developed qualitative model supports this idea and shows that necessary conditions for such observed strong self-action effects are the comparable amplitudes and opposite phases between solid stress and fluid stress at the receiver and nonlinear saturation of the solid stress wave.

Third, the comparison of the experimental results at the fundamental frequency and at the second harmonic frequency with the model [1] leads to the following conclusions. Except for the very low frequency part where the one-dimensional character of the model does not capture the possible experimental diffraction effects, a good agreement is obtain between the model and the experimental linear transfer functions. Only the elastic parameter of the solid skeleton is a priori unknown and has to be measured independently or adjusted. The measurement of the frequency dependent real and imaginary parts of the longitudinal elastic parameter of the solid skeleton is extremely complicated because of the several dependencies on experimental parameters (compaction step, bead diameter, static pressure, humidity, time, ...). A whole characterization of this parameter would be highly desirable. A fair agreement is also observed for the second harmonic generation process. However, the model [1] does not account for the strong nonlinear self-action effects observed here experimentally.

We believe that this work sheds light on acoustic effects in granular media that can be of relevance for studies related to the acoustic probing of granular flows, avalanches, pre-avalanches [52, 53], surface waves on granular media [54, 55], waves in nonlinear porous media. It also shows that air saturating a granular packing cannot in the general case be neglected, as it is often done.

Acknowledgements

This study has been supported by ANR project “STABINGRAM” ANR-2010-BLAN-0927-03. We acknowledge Claude Inserra for having initiated the observation of some of the effects reported here, during his PhD thesis.

Bibliographie

[1] O. Dazel and V. Tournat. Nonlinear biot waves in porous media with application to unconsolidated granular media. *J. Acoust. Soc. Am.*, 127 :692, 2010.

[2] H.M. Jaeger and S.R. Nagel. Physics of the granular state. *Science*, 255 :1523–1531, 1992.

[3] H.M. Jaeger, S.R. Nagel, and R.P. Behringer. The physics of granular materials. *Phys. Today*, 49 :32–38, 1996.

[4] R.D. Mindlin and H. Deresiewicz. Elastic spheres in contact under varying oblique forces. *J. Appl. Mech.*, 20 :327–344, 1953.

[5] K.L. Johnson. *Contact mechanics*. Cambridge University Press, Cambridge UK, 1985.

[6] C-H. Liu and S.R. Nagel. Sound in sand. *Phys. Rev. Lett.*, 68 :2301, 1992.

[7] C-H. Liu and S.R. Nagel. Sound in a granular material : disorder and nonlinearity. *Phys. Rev. B*, 48 :15646–15650, 1993.

[8] C.S. O'Hern, L.E. Silbert, A.J. Liu, and S.R. Nagel. Jamming at zero temperature and zero applied stress : The epitome of disorder. *Phys. Rev. E*, 68 :011306, 2003.

[9] H.A. Makse, N. Gland, D.L. Johnson, and L. Schwartz. Granular packings : nonlinear elasticity, sound propagation, and collective relaxation dynamics. *Phys. Rev. E*, 70 :061302, 2004.

[10] S. Job, F. Santibanez, F. Tapia, and F. Melo. Nonlinear waves in dry and wet hertzian granular chains. *Ultrasonics*, 48(6-7) :506–514, 2008.

[11] T. Brunet, X. Jia, and P. Mills. Mechanisms for acoustic absorption in dry and weakly wet granular media. *Phys. Rev. Lett.*, 101(13) :138001, 2008.

[12] L. Bocquet, E. Charlaix, S. Ciliberto, and J. Crassous. Moisture induced ageing in granular media. *Nature*, 396 :735–737, 1998.

[13] C.-J. Hsu, D. Johnson, R. Ingale, J. Valenza, N. Gland, and H. Makse. Dynamic effective mass of granular media. *Phys. Rev. Lett.*, 102(5) :058001, 2009.

[14] M.A. Biot. Theory of propagation of elastic waves in a fluid-filled-saturated porous solid. *Journal of the Acoustical Society of America*, 28 :168–191, 1956.

[15] M. Biot. Mechanics of deformation and acoustic propagation in porous media. *Journal of Applied Physics*, 33(4) :1482–1498, 1962.

[16] J.F. Allard and N. Atalla. *Propagation of Sound in Porous Media : Modelling Sound Absorbing Materials, 2nd Edition*. Pages 1-358, John Wiley & Sons Ltd UK, 2009.

[17] M. J. Buckingham. Wave propagation, stress relaxation, and grain-to-grain shearing in saturated, unconsolidated marine sediments. *J. Acoust. Soc. Am.*, 108 :2796, 2000.

[18] R. D. Stoll. Velocity dispersion in water-saturated granular sediment. *J. Acoust. Soc. Am.*, 111 :785, 2002.

[19] M. J. Buckingham. On pore-fluid viscosity and the wave properties of saturated granular materials including marine sediments. *J. Acoust. Soc. Am.*, 122 :1486, 2007.

[20] P. Richard, P. Philippe, F. Barbe, S. Bourlès, X. Thibault, and D. Bideau. Analysis by x-ray micro-tomography of a granular packing undergoing compaction. *Phys. Rev. E*, 68 :020301, 2003.

[21] J.-F. Allard, M. Henry, J. Tizianel, L. Kelders, and W. Lauriks. Sound propagation in air-saturated random packings of beads. *J. Acoust. Soc. Am.*, 104 :1–4, 1998.

[22] I.Y. Belyaeva, V.Y. Zaitsev, and E.M. Timanin. Experimental study of nonlinear elastic properties of granular media with nonideal packing. *Sov. Phys. Acoust.*, 40 :789, 1994.

[23] X. Jia, C. Caroli, and B. Velicky. Ultrasound propagation in externally stressed granular media. *Phys. Rev. Lett.*, 81 :1863, 1999.

[24] V. Tournat, B. Castagnède, V.E. Gusev, and Ph. Béquin. Self-demodulation acoustic signatures for non-linear propagation in glass beads. *C. R. Mecanique*, 331 :119–125, 2003.

[25] V. Tournat, V. Yu. Zaitsev, V.E. Gusev, V.E. Nazarov, P. Béquin, and B. Castagnède. Probing weak forces in granular media through nonlinear dynamic dilatancy : clapping contacts and polarization anisotropy. *Phys. Rev. Lett.*, 92(8) :85502, 2004.

[26] V. Tournat, V.E. Gusev, and B. Castagnède. Subharmonics and noise excitation in transmission of acoustic wave through unconsolidated granular medium. *Phys. Lett. A*, 326(5-6) :340–348, 2004.

[27] P.A. Johnson and X. Jia. Nonlinear dynamics, granular media and dynamic earthquake triggering. *Nature*, 437 :871–874, 2005.

[28] V. Tournat, V.Yu. Zaitsev, V.E. Nazarov, V.E. Gusev, and B. Castagnède. Experimental study of nonlinear acoustic effects in a granular medium. *Acoust. Physics*, 51(5) :543–553, 2005.

[29] V.Yu. Zaitsev, V.E. Nazarov, V. Tournat, V. Gusev, and B. Castagnède. Luxembourg-gorky effect in a granular medium : probing perturbations of the material state via cross-modulation of elastic waves. *Europhys. Lett.*, 70(5) :607–613, 2005.

[30] S.R. Hostler and C.E. Brennen. Pressure wave propagation in a granular bed. *Phys. Rev. E*, 72 :031303, 2005.

[31] K. Attenborough. Models for the acoustical characteristics of air filled granular materials. *Acta Acustica*, 1 :213–226, 1993.

[32] K. V. Horoshenkov and J. Swift. The acoustic properties of granular materials with pore size distribution close to log-normal. *J. Acoust. Soc. Am.*, 110 :2371–2378, 2001.

[33] G. Pispola, K. V. Horoshenkov, and F. Asdrubali. Transmission loss measurement of consolidated granular media. *J. Acoust. Soc. Am.*, 117 :2716–2719, 2005.

[34] A. Moussatov, B. Castagnède, and V. Gusev. Observation of nonlinear interaction of acoustic waves in granular materials : demodulation process. *Phys. Lett. A*, 283 :216, 2001.

[35] M. Nicomedi, R. Delannay, P. Ribière, D. Bideau, and P. Richard. Slow relaxation and compaction of granular systems. *Nature Mat.*, 4 :121, 2005.

[36] C. Josserand, A.V. Tkachenko, D.M. Mueth, and H.M. Jaeger. Memory effects in granular materials. *Phys. Rev. Lett.*, 85 :3632, 2000.

[37] D.M. Mueth, H.M. Jaeger, and S.R. Nagel. Force distribution in a granular medium. *Phys. Rev. E*, 57 :3164–3169, 1998.

[38] C. Inserra, V. Tournat, and V.E. Gusev. Characterization of granular compaction by nonlinear acoustic resonance method. *Appl. Phys. Lett*, 92 :191916, 2008.

[39] A. Novak, L. Simon, F. Kadlec, and P. Lotton. Nonlinear system identification using exponential swept-sine signal. *IEEE Trans. Instrum. Meas.*, 59(8) :2220–2229, 2010.

[40] A. Novak, M. Bentahar, V. Tournat, R. El Guerjouma, and L. Simon. Nonlinear acoustic characterization of micro-damaged materials through higher harmonic resonance analysis. *NDT&E International*, 45 :1–8, 2012.

[41] A. Farina. Nonlinear convolution : A new approach for the auralization of distorting systems. In *AES 108th convention*, Amsterdam, 2001.

[42] D. M. Donskoy, K. Khashanah, and T. G. Jr. McKee. Nonlinear acoustic waves in porous media in the context of biot's theory. *J. Acoust. Soc. Am.*, 102 :2521–2528, 1997.

[43] O. Dazel, B. Brouard, C. Depollier, and S. Griffiths. An alternative biot's displacement formulation for porous materials. *J. Acoust. Soc. Am.*, 121 :3509–3516, 2007.

[44] C. Coste, E. Falcon, and S. Fauve. Solitary waves in a chain of beads under hertz contact. *Phys. Rev. E*, 56 :6104–6117, 1997.

[45] C. Coste and B. Gilles. On the validity of hertz contact law for granular material acoustics. *Eur. Phys. J. B*, 7 :155–168, 1999.

[46] V. Tournat, V.E. Gusev, and B. Castagnède. Self-demodulation of elastic waves in a 1d granular chain. *Phys. Rev. E*, 70 :56603, 2004.

[47] N. Xu, V. Vitelli, M. Wyart, A. Liu, and S. Nagel. Energy transport in jammed sphere packings. *Phys. Rev. Lett.*, 102(3) :038001, 2009.

[48] M. J. Buckingham. Compressional and shear wave properties of marine sediments : Comparisons between theory and data. *J. Acoust. Soc. Am.*, 117 :137, 2005.

[49] V. Tournat, V.E. Gusev, V.Yu. Zaitsev, and B. Castagnède. Acoustic second harmonic generation with shear to longitudinal mode conversion in granular media. *Europhys. Lett.*, 66(6) :798–804, 2004.

[50] V. Tournat and V.E. Gusev. Acoustics of unconsolidated "model" granular media : an overview of recent results and several open problems. *Acta-Acustica United with Acustica*, 96 :208–224, 2009.

[51] V. Tournat and V.E. Gusev. Nonlinear effects for coda-type elastic waves in stressed granular media. *Phys. Rev. E*, 80 :011306, 2009.

[52] V. Yu. Zaitsev, P. Richard, R. Delannay, V. Tournat, and V.E. Gusev. Pre-avalanche structural rearrangements in the bulk of granular medium : experimental evidence. *EPL*, 83 :64003, 2008.

[53] S. Kiesgen de Richter, V.Y. Zaitsev, P. Richard, R. Delannay, G. Le Caer, and V. Tournat. Experimental evidence of ageing and slow restoration of the weak-contact configuration in tilted 3d granular packings. *J. Stat. Mech.*, page P11023, 2010.

[54] X. Jacob, V. Aleshin, V. Tournat, P. Leclaire, W. Lauriks, and V. Gusev. Acoustic probing of the jamming transition in an unconsolidated granular medium. *Phys. Rev. Lett.*, 100 :158003, 2008.

[55] L. Bonneau, B. Andreotti, and E. Clement. Evidence of rayleigh-hertz surface waves and shear stiffness anomaly in granular media. *Phys. Rev. Lett.*, 101(11) :118001, 2008.

Chapitre 4

Nonlinear acoustic characterization of the memory effects in non-cohesive disordered granular media

J.-B. Legland[1], V. Tournat[1], Vitalyi Gusev[2]

[1]LAUM, CNRS, Université du Maine, Av. O. Messiaen 72085 Le Mans, France.
[2]LPEC, CNRS, Université du Maine, Av. O. Messiaen 72085 Le Mans, France.

Avant-propos

Ce chapitre, rédigé en anglais, est présenté sous la forme d'un article de revue internationale à comité de lecture. A l'heure de la rédaction de ce manuscrit de thèse, cet article est en cours de préparation pour une soumission prochaine. Cet article étant auto-suffisant, le lecteur pourra relever quelques redondances avec les chapitres précédents. Le chapitre précédent présente les propriétés élastiques d'un milieu granulaire sur une large bande fréquentielle. Ce chapitre, quant à lui, s'intéresse à l'élasticité linaire et non linéaire d'un milieu granulaire pour une gamme de fréquences beaucoup plus réduite (proche de la première résonance longitudinale d'une tranche de matériau). Des phénomènes complexes y sont abordés, principalement les effets de mémoires au cours du processus de compaction. Ceux-ci se manifestent par une chute soudaine des paramètres élastiques linaires et non linéaires juste après un changement d'amplitude des sollicitations mécaniques répétées régulièrement.

Abstract

In this work we present how the nonlinear acoustic techniques can describe the behaviors of a non-cohesive granular media subjected to a change of amplitude of mechanical solicitations during a compaction process. This changing in "taps" amplitude allows to observe memory effects in the medium manifesting on its average compacity and especially on its acoustic parameters. The visible effects on the geometry (average compacity) of the

medium are very small while they can be drastic for the elastic parameters which appear to be very sensitive to the history of the compaction process. The nonlinear resonance method is used to extract linear and nonlinear elastic and dissipative parameters (α_f and α_Q) of the medium. We also introduce two new purely nonlinear parameters $\alpha_{M'}$ and $\alpha_{M''}$, derived from α_f, α_Q and the linear elastic modulus, and only dependent on the nonlinearity of the medium. We show how the distribution of weak contacts inside the sample can be estimated with the extracted hysteretic parameters α_f and α_Q. Finally we conclude that the memory effects are closely linked to the history of the weak contacts.

4.1 Introduction

The understanding of the granular media peculiar behaviors has been recently improved by the use of linear and also nonlinear acoustic methods [16]. As already stated in thesis introduction, granular media can be considered to be, sometimes at the same time, in different or not well defined states of matter [7]. In the present case, in solid or pseudo solid states, the elastic moduli are important parameters to describe how the granular media behave when subjected to external solicitations (compression, shear, taps...) [5]. However these parameters are not sufficient to fully characterize the granular packings because, as shown later, memory effects can occur, but more generally, the same elastic parameters could correspond to completely different packings (with different compacities, coordination numbers for instance). The same remark applies for the compacity, which is not able, alone, to fully characterize the state of a medium (although it has after been chosen as the only control parameter in many previous studies) [1, 2, 3, 12].
Several methods have been used to probe the evolution of a granular probing geometry along a compaction proceeds [8, 11, 13, 15]. To our knowledge, no experimental study except [6] has been reported on the elasticity probing of a granular packing undergoing compaction. In [6], linear and nonlinear acoustic methods were applied to extract the linear elastic bulk modulus and two nonlinear parameters associated to the nonlinear softening effect and the nonlinear attenuation effect. Implications on the contact strain distribution, especially for the weak contact part were drawn.
The classic compaction process experiments have shown that the average compacity increases monotonously with the number of mechanical solicitations and that the linear and non linear elastic moduli respectively increase and decrease monotonously with the increasing average compacity [6]. However, all the above mentioned experiments have been carried out for a constant excitation amplitude along the compaction process. When the tap amplitude is changed peculiar effects on the compaction dynamics can be observed, like for instance a sudden decompaction following an increase in tap amplitude [4]. This anomalous compaction dynamics has been found to be associated to memory effects, in the sense that the medium remembers the tapping history, and does not exhibit the usual compaction dynamics at the given tap amplitude [10]. It has been found however that the packing fraction (or compacity ϕ) is not sufficient to describe this peculiar effect. More elaborated processes occur at the moment when the tap amplitude changes, compared to ones of the medium state are necessary to better characterize the memory process, such as information on the contact strain distribution for instance, in the elastic parameters.

4.2 Experimental Setup

In order to observe memory effects on the acoustic parameters, we especially built an experimental setup, presented on FIG. 4.1, which is composed of a parallelepipeddic container ($8 \times 2 \times 15$ cm) with a movable bottom, vibrated by a low frequency shaker generating discrete taps (one period of sinus with $f = 60$ Hz). At the top of the container, a laser displacement sensor is placed to measure the average compacity. On two opposite walls, two ultrasonic transducers are used to excite and detect acoustic waves in the studied sample. Finally the system is mounted on an anti-vibrational table to avoid all mechanical external perturbations. An automated script allows to control a spectrum analyzer generating swept sines and executing transfer function measurements of the slab between the two transducers. In this way it is possible to extract the first resonance frequency corresponding to an half-wavelength resonance of the granular slab. From the measured resonance curve,

the resonance and the quality factor are extracted. We use the resonance method because of the (almost rigid) boundary conditions allow to observe standing waves. The resonance frequency is linked to the distance between the two transducers. This frequency is equal to $f_0 = c_0/2L$, where c_0 is the linear wave velocity and L is the distance between the transducers. Typically with a distance of $L = 2$ cm, the resonance frequency is about $f_0 \approx 3000$ Hz at the beginning of the experiment and $f_0 \approx 4000$ Hz at the end of the experiment. Simultaneously the packing fraction is calculated by measuring the effective volume occupied by the sample with a laser displacement sensor.

Several types of media like beads, sands and powders can be studied with this experimental set up. Here, we use a sample composed of 300 g of 0.7 mm in diameter glass beads with a material density $\rho = 2500$ kg/m^3. The experimental protocol consists in filling up the container with the sample in order to start experiments for a packing fraction ϕ in a loose packing between $\phi \simeq 0.59$ and $\phi \simeq 0.60$.

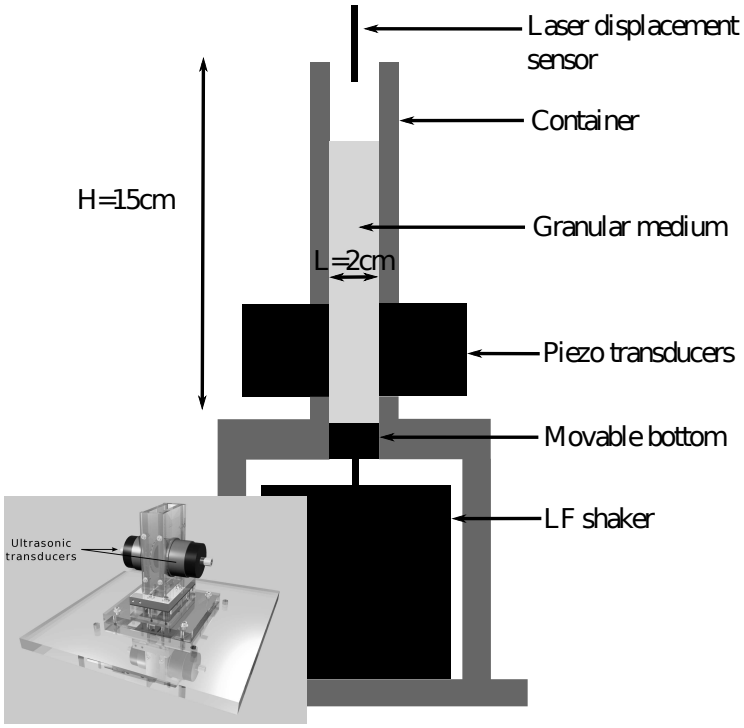


FIGURE 4.1 – Schematic representation and 3-D model of the experimental setup. The low frequency shaker vibrates the sample with discrete taps. After each tap, the volume is measured. Then, the acoustic probing is achieved with the two ultrasonic transducers.

4.3 Compaction process

To compact the medium, the low frequency shaker produces vibrations called "taps". The time between two taps is fixed to one second. The average compacity ϕ is calculated by measuring the height h occupied by the medium. For this measure we use a laser displacement sensor of which the precision is $\delta h \approx 10^{-6}$ meters. So the average compacity is estimated with an experimental precision near $\delta\phi \approx 5.10^{-5}$.

There are two steps of shaking during experiments. First the sample is vibrated until the

average compacity equals to $\phi = 0.62$ at an amplitude of normalized tap acceleration Γ_1. In a second step of the experiment, the acceleration is increased to Γ_2. Several tests have been done to find the best configuration to observe a decompaction effect like [10]. These tests are presented on the table 4.1. The best configuration we found is for a compaction process with a change in amplitude when $\phi = 0.62$. The 0.7 mm in diameter glass beads are chosen because of their lower acoustic impedance (which makes the system closer to a perfect rigid-rigid boundary condition). We also made other experiments but we inverted Γ_1 and Γ_2. We define

- "case 1" : when we increase the tap amplitude ($\Gamma_1 \rightarrow \Gamma_2$)
- "case 2" : when we decrease the tap amplitude ($\Gamma_2 \rightarrow \Gamma_1$).

During these two parts acoustic probing are carried out. Because of the relaxation, a waiting time is necessary to be sure that the sample is stable. After one minute, the medium is found to be sufficiently stable to be probed.

Material	Diameter [mm]	A_{Γ_1} mV	A_{Γ_2} mV	Condition of changing in tap amplitude	Decompaction effect
stainless	1	20	25	$nb_{taps} = 100$	no
stainless	1	20	30	$nb_{taps} = 100$	no
stainless	1	20	40	$nb_{taps} = 1000$	no
stainless	1	20	25	$\phi = 0.62$	no
stainless	1	30	40	$\phi = 0.625$	no
stainless	1	30	50	$\phi = 0.635$	yes
glass	1.4	60	80	$\phi = 0.62$	yes
glass	0.7	30	40	$\phi = 0.62$	yes (but weak)
glass	0.7	50	60	$\phi = 0.62$	no
glass	0.7	50	60	$\phi = 0.61$	no
glass	0.7	60	80	$\phi = 0.62$	yes

TABLE 4.1 – Research of the best configuration to observe a decompaction effect. A_{Γ_1} and A_{Γ_2} are the electrical amplitudes sent to the low frequency shaker.

4.4 Nonlinear parameters

The linear acoustic probing is done with an amplitude of strain excitation of $\varepsilon \approx 10^{-7}$. Then the amplitude of the source is risen up to $\varepsilon \approx 10^{-6}$ in ten steps on a logarithmic scale. The nonlinear resonance method consists in exciting the system with a swept sine with an acoustic amplitude which is increased step by step (FIG. 4.2. a)) in order to observe the nonlinear effects (softening of the media). In fact the resonance frequency decreases linearly with the amplitude of the source and we extract the hysteretic parameters of the medium by using the following formula [9],

$$\alpha_f \varepsilon = \frac{\Delta f}{f_0}, \tag{4.1}$$

and

$$\alpha_Q \varepsilon = \frac{1}{Q_0}\left(\frac{V\varepsilon_0}{V_0\varepsilon} - 1\right), \tag{4.2}$$

where f_0 is the resonance frequency at low amplitude, Δf is the frequency shift, ε is the detected strain amplitude (ε_0 at low amplitude), V is the amplitude of the source (V_0 at low amplitude) and Q_0 is the linear quality factor.

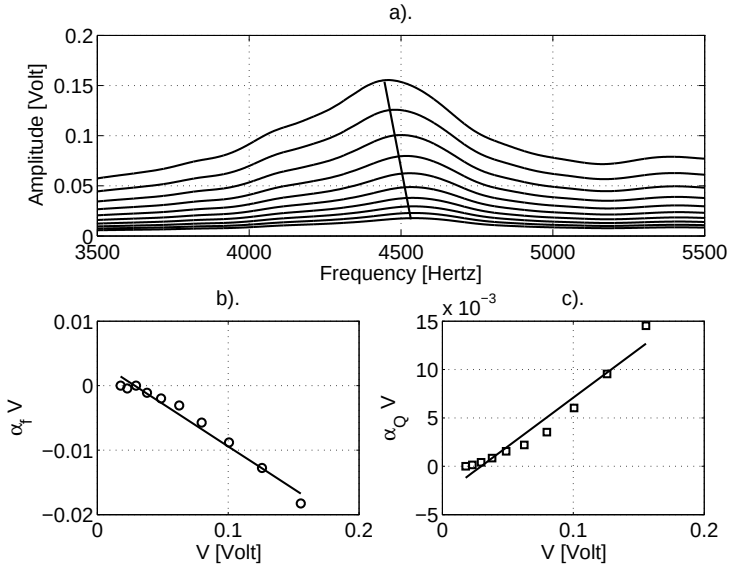


FIGURE 4.2 – a)Resonance curves of the granular layer for increasing amplitudes of excitation. b) Relative resonance frequency shift as a function of the amplitude at the resonance. c) Inverse quality factor shift of the resonance as a function of the amplitude at the resonance.

Equations 4.1 and 4.2 are used at each acoustic measurement, the results are shown in FIG. 4.2 b) and FIG. 4.2 c). In these figures, the softening effect is observed through the decrease in resonance frequency. The attenuation increase is observed through the amplitude at the resonance. In order to obtain the nonlinear parameters α_f and α_Q, a curve fitting is done with the ten points corresponding to different amplitudes of excitation. We also extract the modified Read number r_m [6] which characterizes the ratio of the dissipative

nonlinearity over the elastic nonlinearity, and is defined as :

$$r_m = \frac{2\pi}{Q_0} + r, \tag{4.3}$$

where $r = \pi\,(\alpha_f/\alpha_Q)$ is the classic Read number introduced in [14]. It quantifies the ratio of the dissipative nonlinearities to the elastic nonlinearities.
However, it is found that α_f and α_Q depend not only on the nonlinear properties of the medium but also on its linear elastic properties. Along the compaction process (and consequently when memory effect are tested), both the linear and the nonlinear elastic parameters change. It is useful to define purely nonlinear elastic parameters that do not depend on the linear ones, in order to extract the evolutions linear and nonlinear properties independently. We accordingly introduce two new nonlinear parameters $\alpha_{M'}$ and $\alpha_{M''}$. They are defined starting from the real part M' and the imaginary part M'' of the complex elastic modulus M^* :

$$M^* = \Re\mathrm{e}\left\{M^*\right\} + i\Im\mathrm{m}\left\{M^*\right\} = M' + iM'', \tag{4.4}$$

where M' is the effective Young's modulus E of the granular medium. In order to obtain $\alpha_{M'}$ and $\alpha_{M''}$ we start from the relation of the resonance frequency which is in our case :

$$f = \frac{c}{\lambda}, \tag{4.5}$$

where f is the resonance frequency, c is the longitudinal wave velocity and λ is the wavelength. In terms of the elastic parameter M' and the effective density ρ of the medium, we rewrite f as :

$$f = \frac{1}{\lambda}\sqrt{\frac{M'}{\rho}}. \tag{4.6}$$

The variation in f is written,

$$\mathrm{d}f = \frac{1}{2\lambda\sqrt{\frac{M'}{\rho}}}\left(\frac{\mathrm{d}M'}{\rho} - \frac{M'}{\rho^2}\mathrm{d}\rho\right), \tag{4.7}$$

$$\frac{\mathrm{d}f}{f} = \frac{1}{2}\left(\frac{\mathrm{d}M'}{M'} - \frac{\mathrm{d}\rho}{\rho}\right). \tag{4.8}$$

Relying on the experimental observations, we assume that the effective density ρ is not modified by the acoustic probing. The variation in density $\mathrm{d}\rho/\rho$ is now neglected, so we have,

$$\frac{\mathrm{d}f}{f} \approx \frac{1}{2}\left(\frac{\mathrm{d}M'}{M'}\right). \tag{4.9}$$

Consequently the variation of M' is

$$\mathrm{d}M' = 2M'\frac{\mathrm{d}f}{f}. \tag{4.10}$$

We introduce $\alpha_{M'}$, the nonlinear elastic parameter as

$$\alpha_{M'} = 2M'\alpha_f, \tag{4.11}$$

where $\alpha_{M'}\varepsilon = \mathrm{d}M'$ and $\alpha_f\varepsilon = \mathrm{d}f/f$. The $\alpha_{M'}$ parameter includes now an additional dependence on ρ through the dependence on M'.

Now we look at the dissipation properties defined by

$$\frac{1}{Q} = -\frac{M''}{M'}, \tag{4.12}$$

where M' and M'' are respectively the real part and the imaginary part of the total elastic modulus M and Q is the quality factor of the resonance.

So the variation of M'' is

$$\mathrm{d}M'' = -\frac{1}{Q}\mathrm{d}M' - M'\mathrm{d}\left(\frac{1}{Q}\right). \tag{4.13}$$

We define the parameter $\alpha M''$ as

$$\alpha_{M''} = -\frac{1}{Q}\alpha_{M'} - M'\alpha_Q, \tag{4.14}$$

where $\alpha_{M''} = \mathrm{d}M''\varepsilon$, $\alpha_{M'} = \mathrm{d}M'\varepsilon$ and $\alpha_Q = \mathrm{d}\left(\frac{1}{Q}\right)\varepsilon$. We rewrite this equation by using equation 4.11 to finally obtain :

$$\alpha_{M''} = -\frac{2M'}{Q}\alpha_f - M'\alpha_Q. \tag{4.15}$$

Finally $\alpha_{M'}$ and $\alpha_{M''}$ can be extracted from the nonlinear parameters α_f and α_Q and the elastic modulus M'. The variations of $\alpha_{M'}$ and $\alpha_{M''}$ are different than α_f and α_Q due to the influence of the elastic modulus.

4.5 Results

4.5.1 Average compacity

First we observe the evolution of the average compacity (shown on FIG. 4.3 and FIG. 4.4) for the two cases of increasing and decreasing tap amplitude transition. A decompaction effect is observable in the first case even if the dynamics of the compaction is different for each experiment.

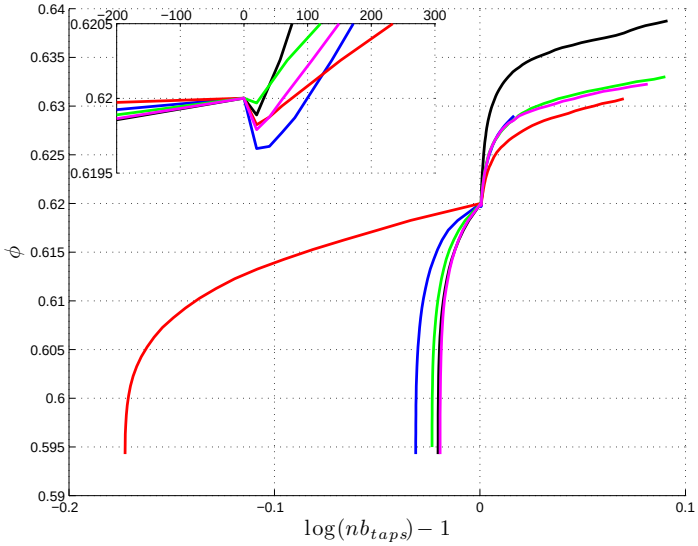


FIGURE 4.3 – Evolution of the average compacity of the sample as a function of the number of taps when tap amplitude is increased from Γ_1 to Γ_2 at $\phi = 0.62$. Due to different dynamics, each curve is centered at zero which corresponds to the tap when the transition $\Gamma_1 \to \Gamma_2$ is performed. [Inset.] Closer view, a decompaction phenomena is observable at the changing in taps amplitude.

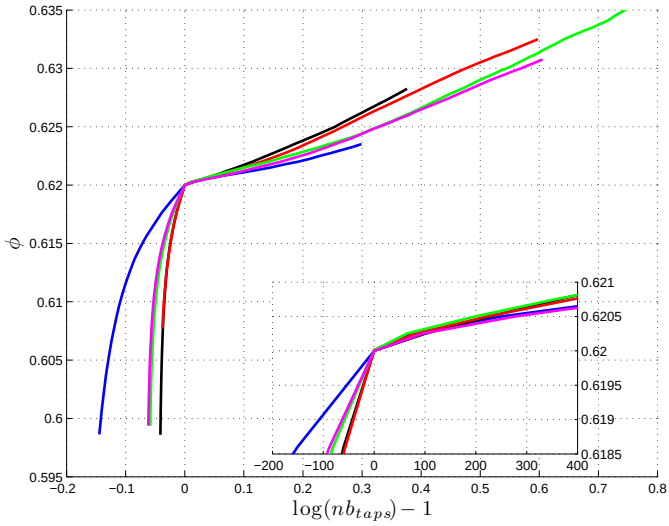


FIGURE 4.4 – Evolution of the average compacity of the sample as a function of the number of taps when tap amplitude is decreased from Γ_2 to Γ_1 at $\phi = 0.62$. Due to different dynamics, each curve is centered at zero which corresponds to the tap when the transition $\Gamma_2 \to \Gamma_1$ is performed. [Inset.] Closer view, no peculiar effect when changing taps amplitude.

4.5.2 Linear parameters

To obtain the linear and nonlinear parameters, we have just, in addition of the average compacity, three variables to measure from the resonance curve of the medium : the first resonance frequency f_0 in Hz, the amplitude at the resonance A_0 in Volt ($A_0 \propto \varepsilon_0$), and the linear quality factor Q_0 of the resonance. The quality factor is estimated by the width of the resonance curve $\Delta f = f_2 - f_1$ when $A(f_i) = A_0/\sqrt{2}$. When we increase the acoustic amplitude of the source, the resonance curves become non-symetric and we can not perform the same type of measurement of the quality factor. So according to the equation (4.2), we estimated the quality factor by measuring the amplitude of the resonance peak.

We particularly study the variation $\Delta X_i(\phi)$ of each parameter during the compaction process. The variation is calculated by comparing the values of each parameter with its first value at the beginning of the experiment, as

$$\Delta X_i(\phi) = 100 \cdot \left(\frac{x_i(\phi) - x_i(\phi_0)}{x_i(\phi_0)} \right), \tag{4.16}$$

where $x_i(\phi)$ is the value of a parameter for an average compacity ϕ and $x_i(\phi_0)$ is its values for the first measured average compacity ϕ_0. So each result is given in "%" and its first value is equal to 0.

All results, averaged over five measurements, are displayed as a function of the average compacity, the gray error-bars are the standard deviations of the obtained values around the average one.

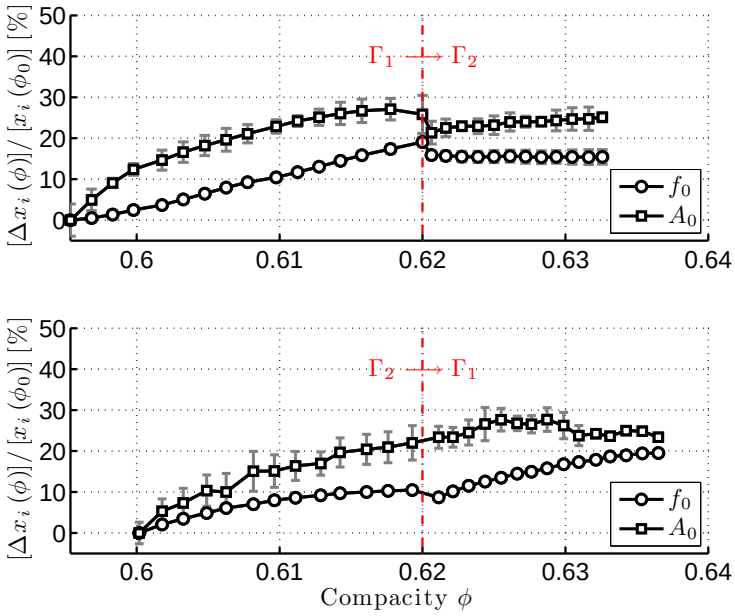


FIGURE 4.5 – Evolution of the two linear acoustic parameters (resonance frequency f_0 and amplitude at the resonance A_0) as a function of the average compacity. a) Case when tap amplitude is increased at $\phi = 0.62$. b) Case when tap amplitude is decreased at $\phi = 0.62$.

We first focus on the analysis of the evolutions of the first longitudinal resonance frequency f_0 and its amplitude A_0 as a function of the average compacity (presented in figure 4.5). In both cases ($\Gamma_1 \rightarrow \Gamma_2$ and $\Gamma_2 \rightarrow \Gamma_1$), f_0 and A_0 increase monotonously with the compacity in the first part of the experiment (until $\phi = 0.62$). Just after changing in tap

amplitude, the frequency and the amplitude of the resonance fall down quickly and then saturate in the first case and continue to increase in the second case.

Interpretations

The increase in resonance frequency and elastic modulus as a function of the compacity shows that the granular medium becomes more rigid. The memory effects (decompaction effect) modifies the two linear parameters but after the changing in taps amplitude the resonance frequency and the elastic modulus seem to stabilize (become independent of the taps) while the compacity is still increasing. It shows by the way that the elasticity of the medium is not only controlled by the compacity (or density).

4.5.3 Nonlinear parameters

After the analysis of linear parameters we now study several nonlinear parameters. First we observe the evolution of the hysteretic nonlinear parameters α_f and α_Q which characterize the nonlinear elasticity and the nonlinear dissipation (figure 4.6). In both cases 1 and 2, α_f and α_Q fall down just after the change in tap amplitude when compacity reaches 0.62. This is a non-trivial effect, it could be expected in the case 1 that hysteretic parameters have an abrupt increase because the compacity falls down. In fact the fall down of the nonlinear parameters is more connected to the contacts between grains in the medium. One possible scenario for explaining the observed effects is the following :

- "case 1", after the changing in taps amplitude, the stronger taps destroy the weakest contacts between grains.
- "case 2", after the changing in taps amplitude, the smaller taps strengthen the weakest contacts between grains

Finally, in both cases the noncohesive granular medium becomes less nonlinear with the average compacity. Concerning Read number r_m and nonlinear elasticity and dissipation $\alpha_{M'}$ and $\alpha_{M''}$ parameters, each one presents a strong fall down just after the change in taps amplitude (figure 4.7 and 4.8). The comparison between all the studied parameters shows that nonlinear parameters are more efficient to characterize a very little variation in the compaction process and its implication on the elasticity of the granular packing.

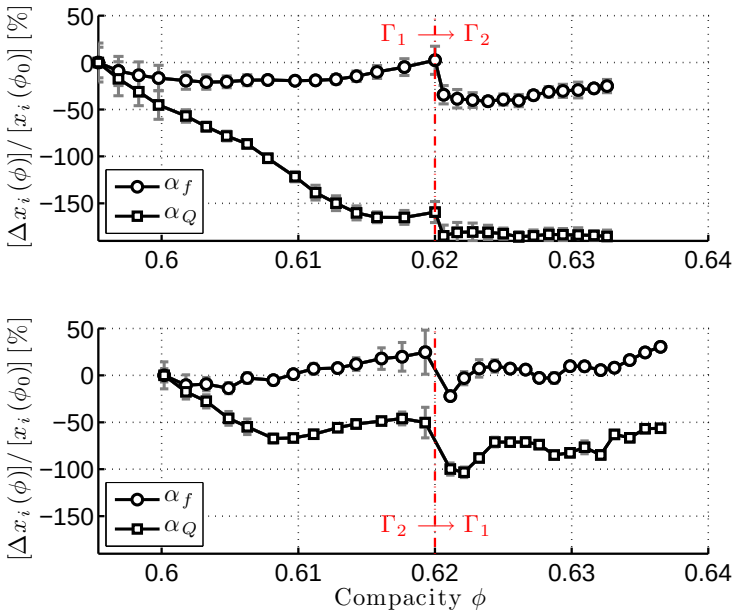


FIGURE 4.6 – Evolution of the variation of the two nonlinear acoustic parameters (nonlinear elasticity α_f and nonlinear dissipation α_Q) as a function of the average compacity. a) Case when tap amplitude increases. b) Case when tap amplitude decreases. The step of tap amplitude increase is performed when the average compacity reaches $\phi = 0.62$.

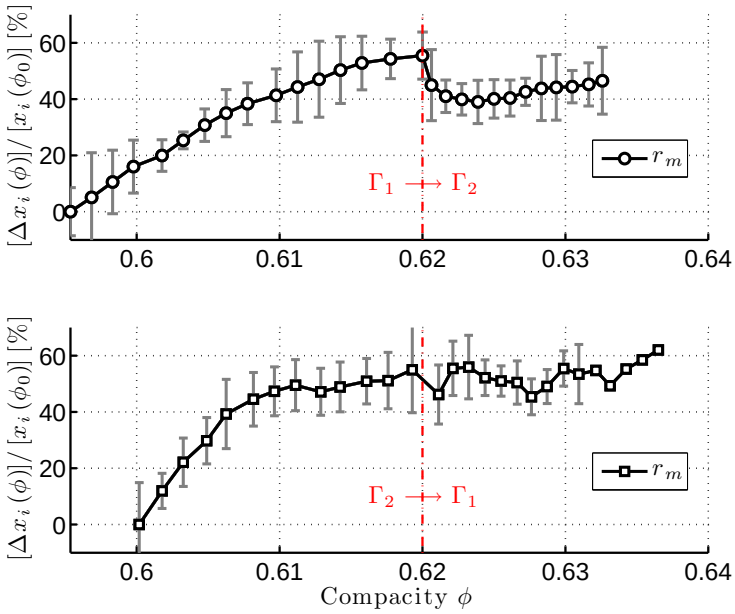


FIGURE 4.7 – Evolution of the variation of the modified Read number r_m as a function of the average compacity. a) Case when tap amplitude increases. b) Case when tap amplitude decreases. The step of tap amplitude increase is performed when the average compacity reaches $\phi = 0.62$.

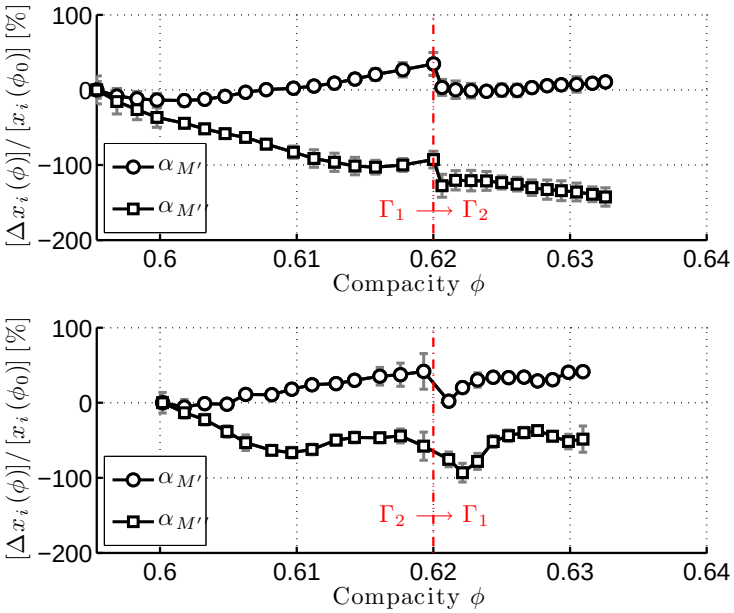


FIGURE 4.8 – Evolution of the variation of the two non-linear acoustic parameters (nonlinear elasticity $\alpha_{M'}$ and nonlinear dissipation $\alpha_{M''}$) as a function of the average compacity. a) Case when tap amplitude increases. b) Case when tap amplitude decreases. The step of tap amplitude increase is performed when the average compacity reaches $\phi = 0.62$.

4.6 Conclusions

Just after the changing in tap amplitude there is an abrupt decrease in the values of the acoustic variables even if there is no visible change on the geometrical parameters of the granular packing. It is not easy to conclude with the linear elasticity and dissipation on the state of the contact network however the informations obtained from the nonlinear parameters allow to understand the evolution of the network of weak contacts inside the medium. When Γ is increased, the weak contacts are destroyed and the hysteretic nonlinearities decrease. But the nonlinear parameters also decreased when Γ is decreased, which could be attributed to the fact that the weak contacts become stronger. In summary we studied the evolution of a noncohesive granular medium during a compaction process with a change in taps amplitude at one particular moment ($\phi = 0.62$). We observed : first, the variation of the elasticity is not only ruled by the variation of the average compacity ; secondly, the compacity has very small variations whereas the nonlinear coefficients are very sensitive to small changes in the tap amplitude history. In order to understand and quantify the evolution of the weak contacts, the impact of the temperature and the humidity on the contacts and the nonlinearies of the sample during the compaction process is currently studied.

This work is supported by ANR project STABility loss IN GRAnular Media 2011-2013

Bibliographie

[1] I. Agnolin and J.-N. Roux, *Internal states of model isotropic granular packings. i. assembling process, geometry, and contact networks*, Phys. Rev. E **76** (2007), 061302.

[2] ———, *Internal states of model isotropic granular packings. ii. compression and pressure cycles.*, Phys. Rev. E **76** (2007), 061303.

[3] ———, *Internal states of model isotropic granular packings. iii. elastic properties.*, Phys. Rev. E **76** (2007), 061304.

[4] A. Barrat and V. Loreto, *Memory in aged granular media*, Europhysics Letters **53** (2001), no. 3, 297–303.

[5] F. Emeriault and B. Cambou, *Micromechanical modelling of anisotropic non-linear elasticity of granular medium*, International Journal of Solids and Structures **33** (1996), no. 18, 2591 – 2607.

[6] C. Inserra, V. Tournat, and V. Gusev, *Characterization of granular compaction by nonlinear acoustic resonance method*, Applied physics letters **92** (2008), no. 19, 191916.

[7] H. M. Jaeger, S. R. Nagel, and R. P. Behringer, *Granular solids, liquids, and gases*, Rev. Mod. Phys. **68** (1996), 1259–1273.

[8] ———, *The physics of granular materials*, Physics Today **49** (1996), no. 4, 32–38.

[9] P. A. Johnson and A. M. Sutin, *Slow dynamics and anomalous nonlinear fast dynamics in diverse solids*, Journal of the Acoustical Society of America **117** (2005), no. 1, 124–130.

[10] C. Josserand, A. V. Tkachenko, D. M. Mueth, and H. M. Jaeger, *Memory effects in granular materials*, Phys. Rev. Lett. **85** (2000), no. 17, 3632–3635.

[11] J. B. Knight, C. G. Fandrich, C. N. Lau, H. M. Jaeger, and S. R. Nagel, *Density relaxation in a vibrated granular material*, Phys. Rev. E **51** (1995), no. 5, 3957–3963.

[12] H. A. Makse, N. Gland, D. L. Johnson, and L. Schwartz, *Granular packings : Nonlinear elasticity, sound propagation, and collective relaxation dynamics*, Phys. Rev. E **70** (2004), no. 6, 061302.

[13] P. Philippe and D Bideau, *Compaction dynamics of a granular medium under vertical tapping*, Europhysics Letters **60** (2002), no. 5, 677–683.

[14] T. A. Read, *The internal friction of single metal crystals*, Phys. Rev. **58** (1940), 371–380.

[15] P. Richard, M. Nicodemi, R. Delannay, P. Ribiére, and D. Bideau, *Slow relaxation and compaction of granular systems*, Nature materials **4** (2005), 121–128.

[16] V. Tournat and V. E. Gusev, *Acoustics of unconsolidated "model" granular media : An overview of recent results and several open problems*, Acta Acustica united witn Acustica **96** (2010), 208–224.

Chapitre 5

Nonlinear acoustic probing of fast relaxation of disordered granular media

J.-B. Legland[1], V. Tournat[1], Vitalyi Gusev[2]

[1]LAUM, CNRS, Université du Maine, Av. O. Messiaen 72085 Le Mans, France.
[2]LPEC, CNRS, Université du Maine, Av. O. Messiaen 72085 Le Mans, France.

Avant-propos

Ce chapitre, rédigé en anglais, est présenté sous la forme d'un article de revue internationale à comité de lecture. A l'heure de la rédaction de ce manuscrit de thèse, cet article est en cours de préparation pour une soumission prochaine. Cet article étant lui aussi auto-suffisant, le lecteur pourra relever encore une fois quelques redondances avec les chapitres précédents. Dans cette partie, le milieu granulaire est étudié au cours du temps après une unique sollicitation mécanique. Grâce à une nouvelle méthode basée sur la méthode des résonances non linéaires, les propriétés acoustiques du matériau sont suivies avec une résolution temporelle inférieure à une seconde. Durant ce temps de relaxation, les paramètres élastiques linéaires augmentent et les paramètres non linéaires diminuent alors que le milieu n'est pas sollicité. Par ailleurs, la température et l'humidité ambiante sont des facteurs pouvant expliquer le phénomène de relaxation, notamment via formation de ponts liquides entre les contacts micro et macroscopiques inter-grains.

5.1 Introduction

It is quite obvious that non-cohesive disordered granular media exhibit various complex and intriguing behaviors [4], that among others, depend on their metastable mechanical states. This makes this type of media very sensitive to external solicitations and conditions : vibrations, temperature, humidity, etc. A way to control at least the geometrical state of the medium, how the beads are arranged and to some level the average number of coordination, is to applied a compaction protocol, well studied in the literature [7, 16, 17, 20, 6]. The principle of a compaction process is to apply mechanical solicitations in order to increase the effective density of a granular medium. Each solicitation can be done by vertical or horizontal vibrations, discrete or continuous. When solicitations are discrete, they are called "taps" in the following. Each solicitation pushes the granular packing in a slightly different metastable state and the succession of taps leads the medium towards a given final state through a collection of controlled metastable states. Several acoustic methods have been used to monitor and measure elastic and dissipative properties of the medium [23]. There exist linear acoustic methods, like the measure of a time of flight, of the resonance frequency, etc. Nonlinear acoustic methods have also been implemented, such as harmonic generation, self-demodulation, nonlinear resonances, etc. [23].

In this work, we use the nonlinear resonance method to probe a granular slab during a compaction process. Such study has already been carried for the whole compaction process, and nonlinear elastic parameter evolution has been characterized [5, 6]. Here our goal is to monitor the elastic parameter relaxation after a single mechanical tap on the medium. With this aim we developed a mixed "time-frequency" experimental method based on the nonlinear resonance method. In other words, we use the nonlinear resonance method able to resolve in time the changes in the medium at the characteristic duration of the order of the second. Our method consists in probing the noncohesive granular slab placed between two ultrasonic transducers and measure successive transfer functions each 2 seconds along time after one tap. The originality of our method is that we are able to follow nonlinear hysteretic parameters α_f and α_Q as a function of the time with a time resolution of the order of one second.

This work is organized as followed :

- first, a quick presentation of the compaction process and the experimental set up are done,
- second, the observable effects of relaxation are shown,
- third, we show the principle of the time resolved acoustic method,
- fourth, we summarize the obtained results,
- finally we give a possible interpretation of our results and propose some directions for future work.

5.2 Compaction process and experimental setup

5.2.1 Compacity

The compaction process is a well know process often used in the industrial and physical research of granular matter and powder materials [7, 16, 20, 14, 12]. The aim of this process is to densify a loose packing of discrete elements (spheres, grains or particles) with external solicitations. Several types of solicitation can be used, like external strain, mechanical vibrations or pulsed gas flow [17]. During the process, the density of the medium increases until a saturated density, which depend of the nature of the grains (material, shapes, dispersion of size). One parameter describing the effective density of the medium is the compacity ϕ. It

is the mostly used variable to describe the medium on a macroscopic scale. The compacity is defined as the ratio between total volume of n grains, of volume V_g each, and the volume occupied by the medium V_{tot} :

$$\phi = \frac{n \cdot V_g}{V_{tot}}. \tag{5.1}$$

If the size of the grains is not the same, the compacity is estimated by the ratio between the effective density of the medium ρ_{eff} and the density of grain material ρ_{mat} :

$$\phi \approx \frac{\rho_{eff}}{\rho_{mat}}. \tag{5.2}$$

For a disordered packing of mono-dispersed spheres, the compacity is measured between $\phi > 0.55$ and $\phi < 0.64$ which respectively corresponds to loose packing [15] and to close packing [22].

In our work we use mechanical solicitations called "taps" to perform the compaction process of a mono-dispersed packing of 0.7 mm in diameter glass beads. Each tap makes the medium more dense and the behavior of the medium is closely linked to the number of taps applied along time as well as the tap amplitude. However the influence of just one tap on the compacity is often very weak and the process is mostly cumulative and requires thousands of taps usually. We study here the time-evolution of the medium elasticity after a single tap and show that it exhibits a strong evolution in time with an important dynamics. The medium elasticity, a property shown to play a crucial role in the stability of granular media [1] for instance, is strongly modified after a tap while the compacity evolution is not detectable. It is consequently a sensitive parameter to look at, able to remember the past solicitation after few minutes at least. The method and the associated set-up for probing acoustically the medium elasticity after a tap is presented in the following section.

5.2.2 Experimental setup

To realize acoustic probing of the granular medium we built an experimental setup which is composed of a semi-opened tank where two ultrasonics transducers are mounted on two opposite walls (figure 5.1). The bottom of the tank is made with a movable piece so that a low frequency shaker performs mechanical solicitations (taps). The top of tank is opened and a laser displacement sensor measures the height of the sample and the average compacity.
The acoustic emitter sends acoustic chirps thought the sample and the acoustic receiver collects the transmitted wave. A spectrum analyzer records the input and output data and calculates the transfer function of the sample between the two transducers. We observe finally the resonance curves of longitudinal waves in the medium. The whole experimental set-up is controlled by a computer via a "g.p.i.b." protocol.

5.3 Observation of the relaxation effects

5.3.1 Resonance curves as a function of the excitation amplitude

From the acoustic probing and the extraction of the resonance curves, two main parameters are obtained : the resonance frequency f_0 and the quality factor of the resonance Q_0. The longitudinal elastic modulus M is calculated from the resonance frequency f_0, the density of the sample $\phi\rho_{mat}$ and the distance L between the two transducers as,

$$M = \phi\rho_{mat} \left(2Lf_0\right)^2. \tag{5.3}$$

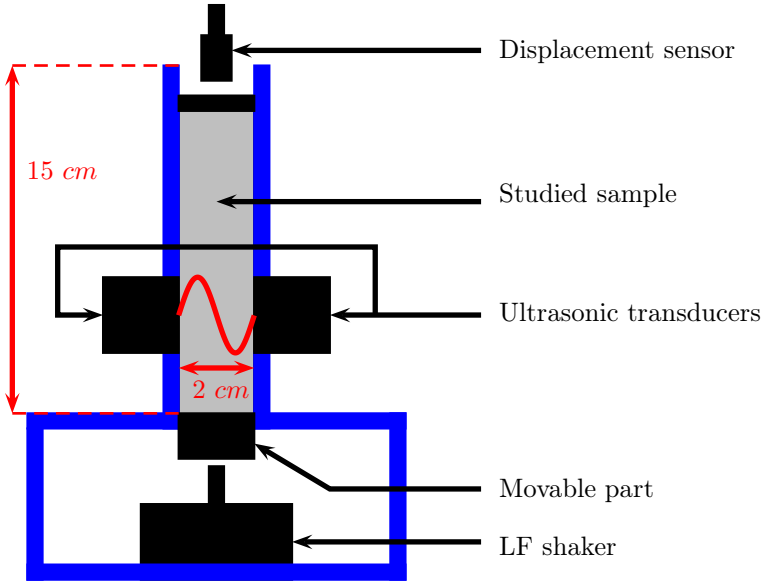


FIGURE 5.1 – Schematics of the experimental setup. The low frequency shaker produces taps to compact the studied sample while the ultrasonic transducers are used to probe the medium. The laser displacement sensor measures the height of the sample.

Consequently, the variation of the medium longitudinal elasticity can be estimated by the variation of the resonance frequency of the granular slab. During a compaction process, one acoustic probing is processed each "n" number of taps in order to observe the evolution of the resonance frequency as a function of the average compacity. If the amplitude of the acoustic source is sufficiently low (a strain amplitude $\varepsilon_A \approx 5.10^{-8}$), the resonance is considered as linear (a slight increase or decrease of the excitation level does not modify the shape and location in frequency or amplitude of the transfer function around the resonance). If the level of the source is sufficiently increased for several increasing excitation amplitudes, the recorded transfer functions will be modified and nonlinear effects are observed [10].

A "hardening" phenomenon appears when the resonance frequency moves up with the increasing amplitude of the source and a "softening" phenomenon appears when the resonance frequency moves down with the increasing amplitude. The “hardening” and “softening” terms relative to the increase or decrease of the resonance frequency as a function of the excitation amplitude, are used because they correspond to an increase and a decrease of the effective elastic parameter of the medium, respectively. By measuring a set of twenty transfer functions for twenty increasing amplitudes, both phenomena are visible (figure 5.2). Note that this effect is often observed in nonlinear resonance experiments but is poorly understood. With these resonance curves we calculate the nonlinear hysteretic parameters α_f and α_Q defined as [11] :

$$\alpha_f \varepsilon_A = \frac{\Delta f}{f_0}, \tag{5.4}$$

and

$$\alpha_Q \varepsilon_A = \frac{1}{Q_0}\left(\frac{V\varepsilon_A}{V_0 \varepsilon_{A_0}} - 1\right), \tag{5.5}$$

where $\Delta f = f - f_0$ is the observed frequency shift, f_0 the linear (low amplitude) resonance frequency, Q_0 is the linear (low amplitude) quality factor of the resonance, ε_{A_0} and ε_A

are the detected amplitudes at linear (low amplitude) and nonlinear (higher amplitude) resonances. V_0 and V are respectively the applied amplitudes of the source at the low level and at higher levels. α_f relates the acoustic strain and the nonlinear relative frequency shift, and α_Q relates the acoustic strain and the nonlinear energy loss (dissipation). The expressions above are obtained in the particular case of the hysteretic quadratic nonlinearity, for which the relative frequency shift and the shift in inverse quality factors exhibit a linear dependence on the acoustic strain amplitude ε_A. However, it is sometimes not the observed dependence. For instance in Fig. 5.3, as expected from the previously observed hardening and softening effects, the evolution of these relative shifts is not monotonous with ε_A. It is difficult to extract the parameters defined previously α_f and α_Q, while it is usually observed that granular media under the present experimental conditions behave quite close to the quadratic hysteretic way. This observation is inherent to the measurement method which takes a given time for registering a single transfer function at a given excitation amplitude. This required time for the measurement is sufficiently large compared to the characteristic relaxation time of the elastic parameters after a tap, to induce a nonlinear probing of the medium resonances in completely different states. The nonlinear resonance method is influenced by the slow (but too fast for the method) relaxation of the linear and nonlinear properties of the medium.

A time resolved probing of the nonlinear resonances is thus necessary, in order to eliminate the relaxation contribution during a single nonlinear resonance measurement. In the following section, such a time-resolved method is presented.

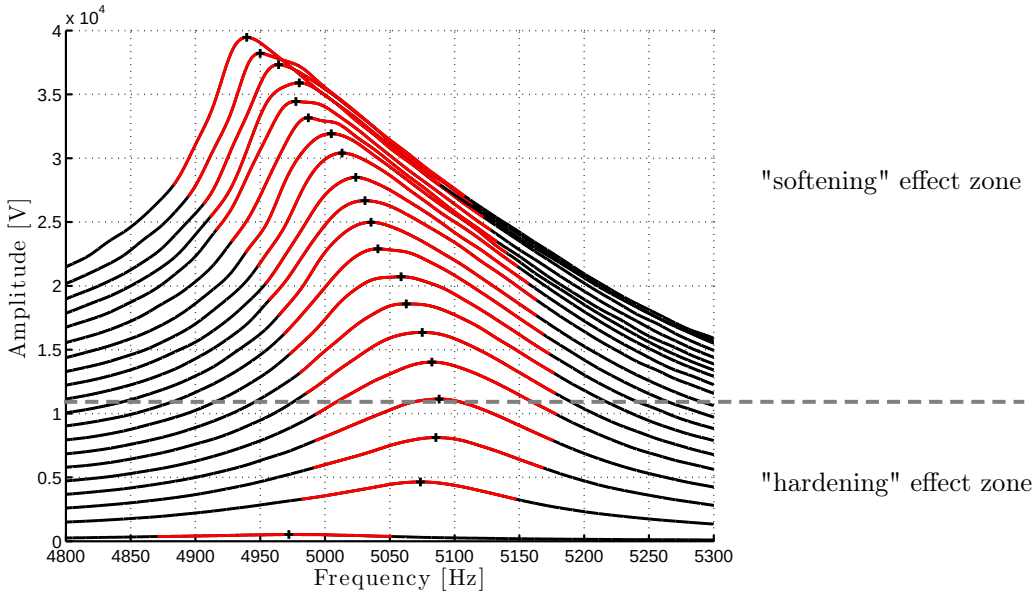


FIGURE 5.2 – Resonance curves of the medium for increasing excitation amplitudes of acoustic wave. The black crosses show the resonance peak, and the red lines show the curve portion on which the quality factor is measured. Both "hardening" and "softening" effects are visible on the resonance curves of the sample as a function of the increased excitation amplitude.

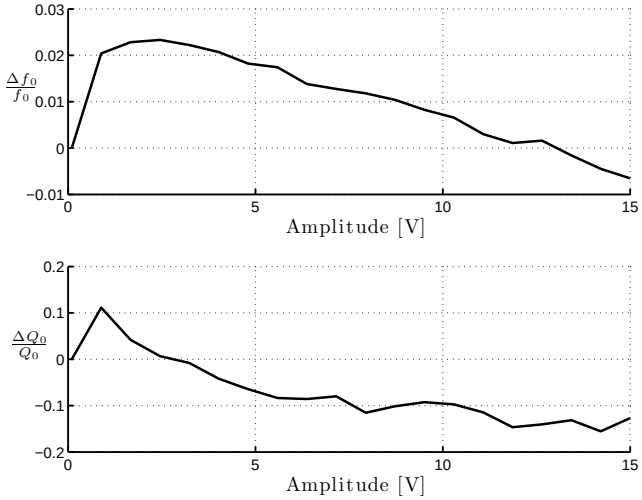


FIGURE 5.3 – Evolution of the relative frequency shift and inverse quality factor shift as a function of the detected acoustic amplitude at the resonance. In both cases the curves are non monotonous.

5.3.2 Time resolved linear resonances

The resonance curves presented in figure 5.2 are made of a 1024 points transfer function. The duration of each frequency response measurement is around 40 seconds. Consequently a linear elastic parameter of the medium is measured every 40 seconds. This classical measurement type is obviously not sufficient to probe the time evolution of the elasticity of the medium after a mechanical tap. Resonance curves could in principle be altered in their shape due to the simultaneous probing of the medium and its evolution in comparable characteristic times. The time resolution of the measurements must be improved by using faster resonance method. By using the a priori knowledge of the resonance location, the frequency window on which the measurements are performed can be reduced importantly. Also, by decreasing the frequency resolution (because frequencies change strongly during the relaxation process), the number of points in the transfer function can be reduced down to 50. In this situation, the measurement time is reduced down to 2 seconds (to be compared to the 40 seconds previously necessary). The results of a linear probing of the medium just after one tap with the probing method lasting 2 seconds are presented in figures 5.4 and 5.5.

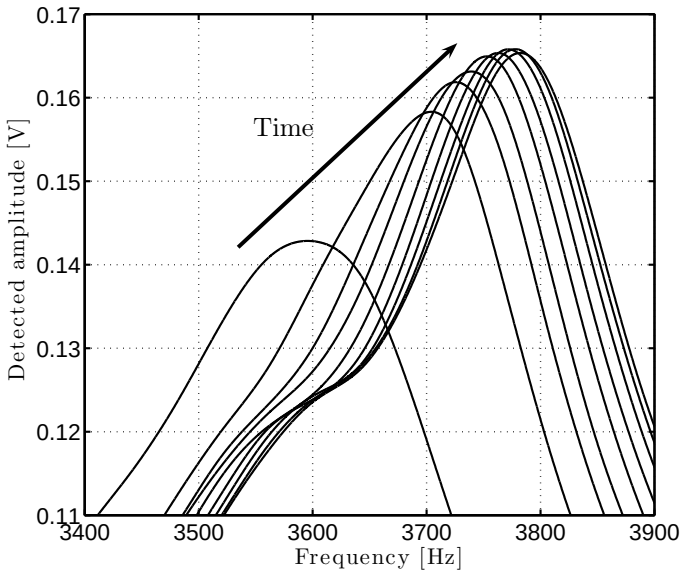


FIGURE 5.4 – Resonance curves of the medium during time of measurement. The resonance frequency and the quality factor increase with time.

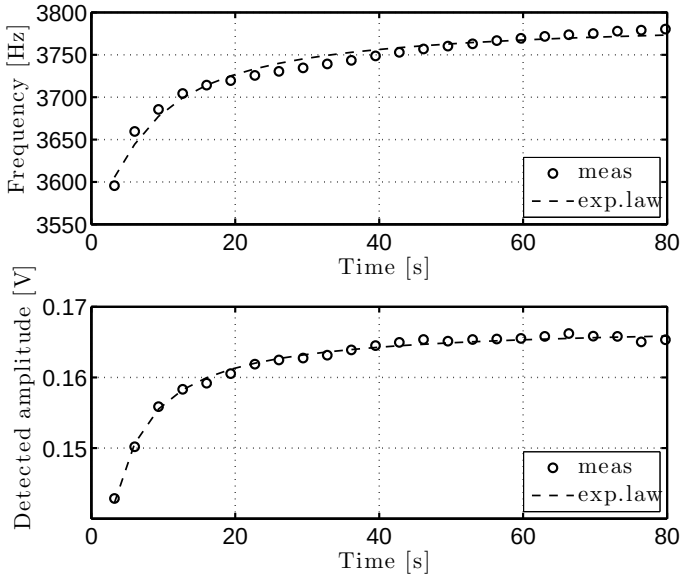


FIGURE 5.5 – Evolution of the frequency and detected amplitude shift as a function of time.

The resonance frequency of the slab increases with time as well as the amplitude at the resonance. Considering a negligible modification of the medium density (not detectable), this evolution means that the medium becomes more and more rigid with time after the tap. With these results we can now affirm that the "hardening" effect shown previously is only due to the elastic relaxation in time of the granular medium. Indeed, in figure 5.3, the change in the sign of the slopes is due to a combination of the relaxation in time of the linear elastic parameters and of the nonlinear effect of down frequency shift with increasing excitation amplitude.
As it is observed that the linear elastic parameters of the medium relax after each tap, it is interesting also to study the evolution of nonlinear hysteretic parameters. In order to do this, we have developed an acoustic method which is able to measure α_f and α_Q as the function of time.

5.4 Mixed Time-Frequency method for the evaluation of time dependent nonlinear hysteretic parameters

After having reduced the acquisition time down to 2 seconds for a single resonance curve, providing a sufficient time resolution of acoustic probing, it is now necessary to excite the medium at different acoustic amplitudes in order to extract its nonlinear elastic properties. The nonlinear hysteretic parameters defined earlier in this thesis α_f and α_Q correspond to the slope of the relative frequency shift and the inverse quality factor shift as a function of the strain amplitude. The dependence of these shifts on acoustic strain is by definition supposed to be linear, which is the expected dependence for the quadratic hysteresis. α_f and α_Q are respectively defined as,

$$\alpha_f \propto \varepsilon_A, \tag{5.6}$$

and

$$\alpha_Q \propto \varepsilon_A. \tag{5.7}$$

Consequently, in principle, a measure of these two parameters could be done with only two amplitudes of excitation.

The low excitation amplitude for the probing has to be sufficiently low not to induce nonlinear effects and obtain a linear reference of the resonance. The second excitation amplitude should be higher in order to induce nonlinear effects but not too high. Actually, this second amplitude should not exceed strains that could induce irreversible changes in the medium as well as conditioning effects. Also, and it is maybe the most restrictive condition, the relatives shifts should remain in the linear dependence in strain amplitude ε_A as supposed in Eq. (5.6) and Eq. (5.7). In the figures 5.6 and 5.7, the relative resonance frequency shift and the inverse quality factor shift are displayed as the function of the detected amplitude of the resonances. The probings are achieved 15 minutes after the mechanical tap to avoid the influence of the relaxation effects of the medium. Concerning the relative resonance frequency shift, the linearity of the relations 5.6 is fairly respected in the three first cases but seems to evolve in power two dependence on strain in fourth case such as,

$$\alpha_f \propto \varepsilon_A + C{\varepsilon_A}^2, \tag{5.8}$$

where C is a constant.

In figure 5.7, the shift in inverse quality factor is linear as a function of the detected amplitude in the two first cases but evolves to a power two dependence on strain in the

third and fourth cases. In the same manner, it can be considered that,

$$\alpha_Q \propto \varepsilon_A + D{\varepsilon_A}^2, \tag{5.9}$$

where D is a constant.

Using these observations the two amplitudes of the source are chosen to perform nonlinear acoustic probing in the linear dependence of the shifts as a function of the detected acoustic strain. The principle of the method is shown in the figure 5.8. The protocol is to excite the medium alternatively with only two amplitudes. The frequency responses are done with 50 points and the frequency bandwidth is equal to 2000 Hz. However, the precision in frequency is $\delta f = 40$ Hz, so a "spline" interpolation is necessary to improve the detection of the resonance peaks. These adjustments finally allow to measure the resonance frequency and the quality factor every two seconds. Interpolations of the resonance parameters obtained at the weak amplitude on one hand, and on the resonance parameters obtained at the high amplitude on the other hand, allows to plot continuous evolution curves for both linear and nonlinear parameters as a function of time.

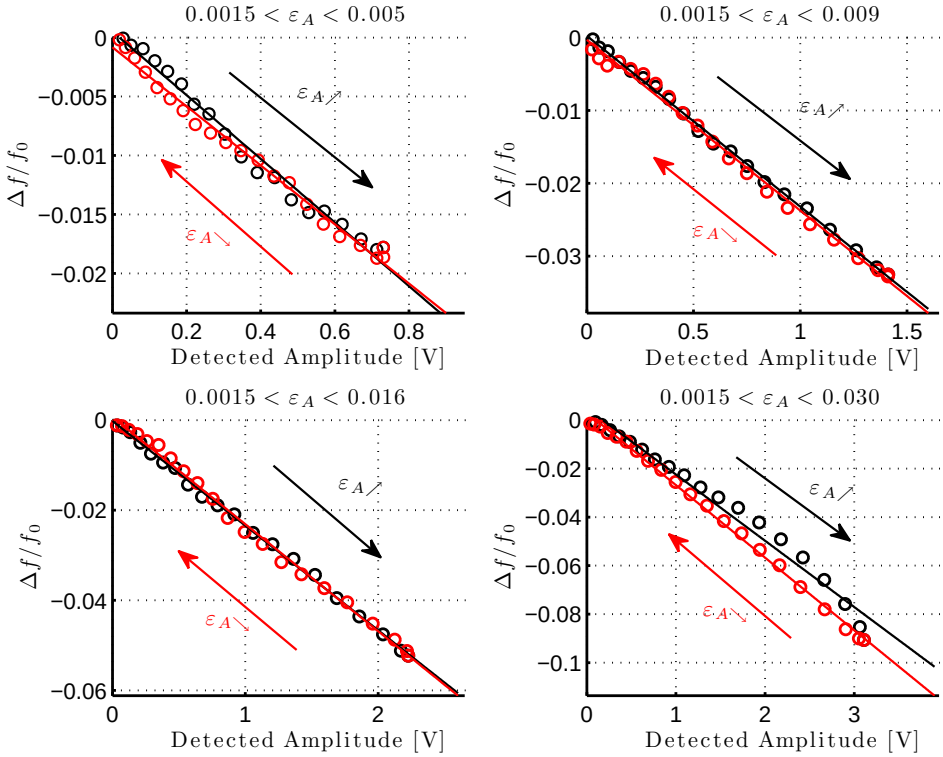


FIGURE 5.6 – Relative frequency shift of the slab resonances for 4 different ranges of excitation amplitudes. The black data are measured by successively increasing the source amplitude and the red ones by successively decreasing it.

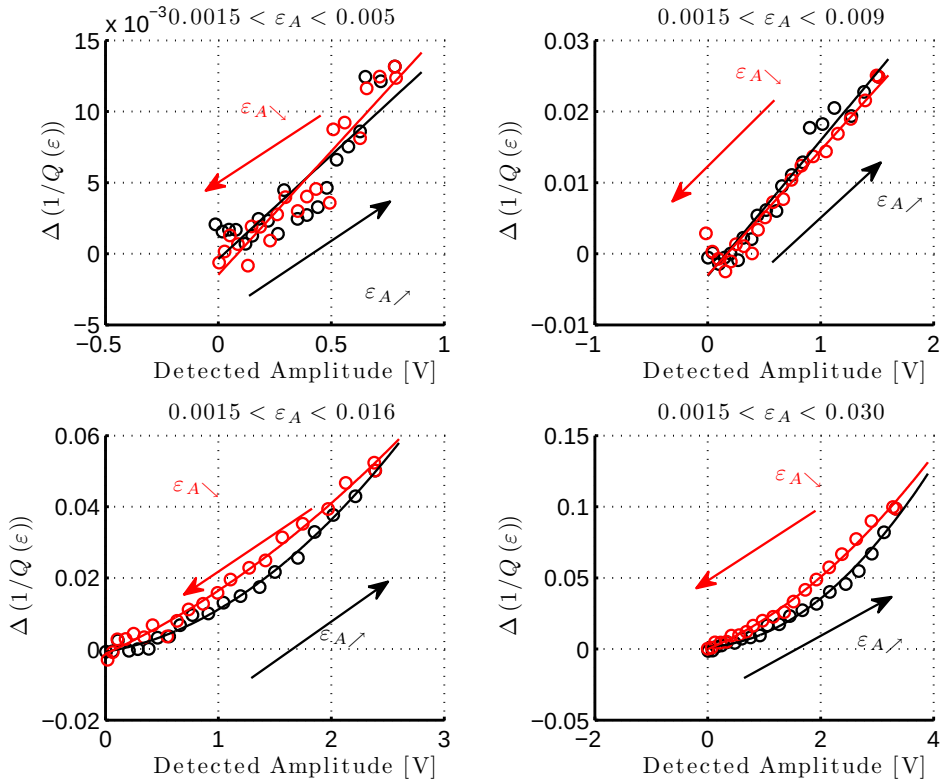


FIGURE 5.7 – Shift in resonant dissipation of the slab for 4 regimes of excitation. The black data are measured by successively increasing the source and the red ones by successively decreasing.

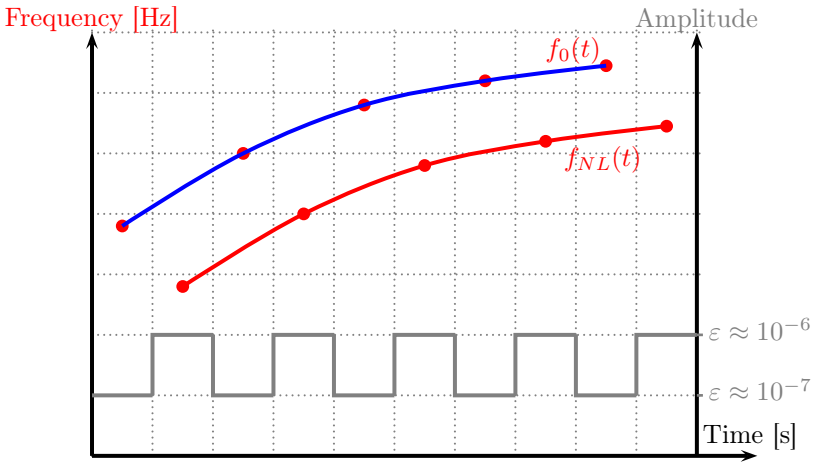


FIGURE 5.8 – Nonlinear acoustic probing protocol with only two excitation amplitudes.

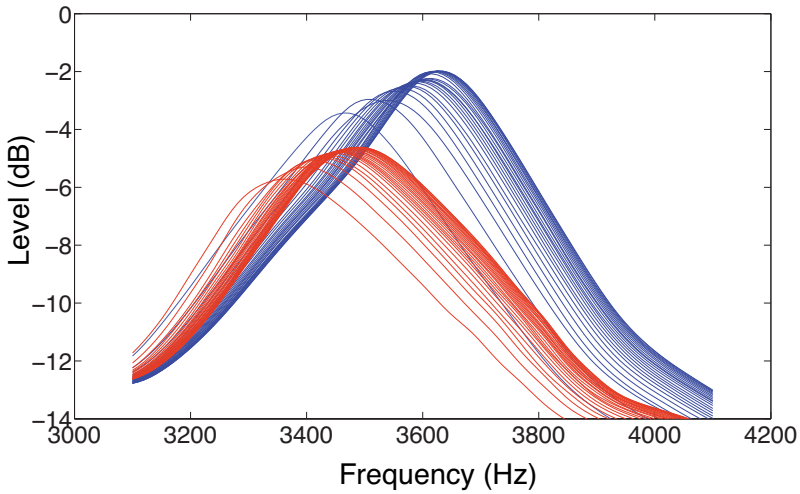


FIGURE 5.9 – Resonance curves recorded as a function of time after a mechanical tap and for two excitation amplitudes. Low excitation amplitude in blue and high excitation amplitude in red (normalized level).

In Fig. 5.9, the recorded resonance curves of the transfer functions are plotted on the same graph. It is observed that the slow evolution in time due to the relaxation process can be distinguished from the nonlinear effects observed for the two excitation amplitudes.

5.5 Experimental results

The following results were obtained when the granular sample was at the end of the compaction process ($\phi \approx 0.635$). The linear and nonlinear parameters are observed as a function of the time during 2 minutes following one tap.

5.5.1 Linear parameters f_0 and A_0

First we observe the temporal evolution of the linear parameters extracted from the resonance at the weak excitation amplitude, the resonance frequency f_0 and the amplitude at the resonance frequency A_0 (figure 5.10). These parameters monotonously increase as the function of the time. The linear elasticity of the medium (characterized by the resonance frequency of the slab) and the acoustic attenuation (characterized by the inverse of the resonance amplitude) increase after the tap. However, it should be noted that the variation of the average compacity is negligible (not detectable) during the acoustic probing. Consequently, the variation of the medium elasticity probe acoustically is not due to the variation of density. The origin of the medium elasticity evolution is due to something else than the geometrical parameters like the packing compacity or the number of contacts between grains. The increase of material rigidity indicates that a number of strong (force carrying) contacts increases in the process of relaxation or that weak contacts become stronger. Hypothesis can be formulated to explain the relaxation phenomenon. The rigidity of the contacts increases either due to increase in their loading [9] or because of water capillary condensation around the nano-contacts [13]. This is somehow equivalent from the elasticity point of view considering an increase in the number of contacts (in coordination number [2]) which could be either due to rearrangement of beads or due to formation of contacts

by liquid bridges [19]. This interpretation is developed later in this chapter.

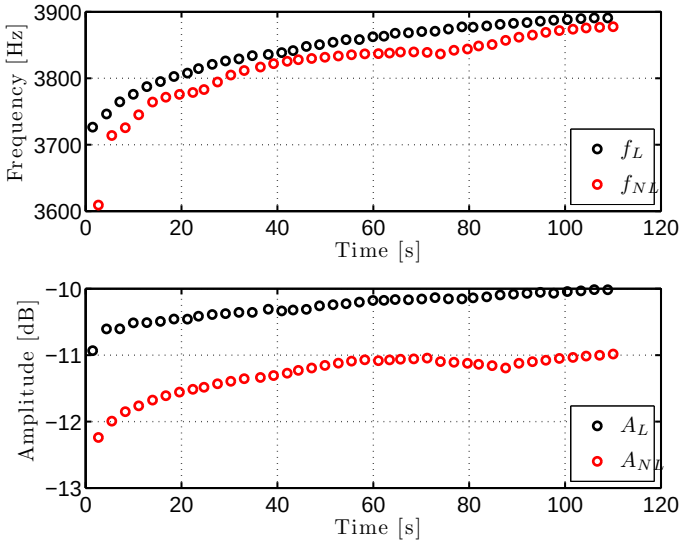


FIGURE 5.10 – Evolution of the resonance frequencies as a function of time after the mechanical tap : black dots for the low excitation amplitude and red dots for the high excitation amplitude.

5.5.2 Nonlinear parameters α_f and α_Q

Nonlinear parameters α_f and α_Q are now studied (figure 5.11). After the mechanical tap they monotonously decrease (in absolute value) as a function of time. This could be an indication that the number of weak contacts, which are providing the dominant contribution to nonlinear phenomena is diminishing along the process of relaxation. The particular

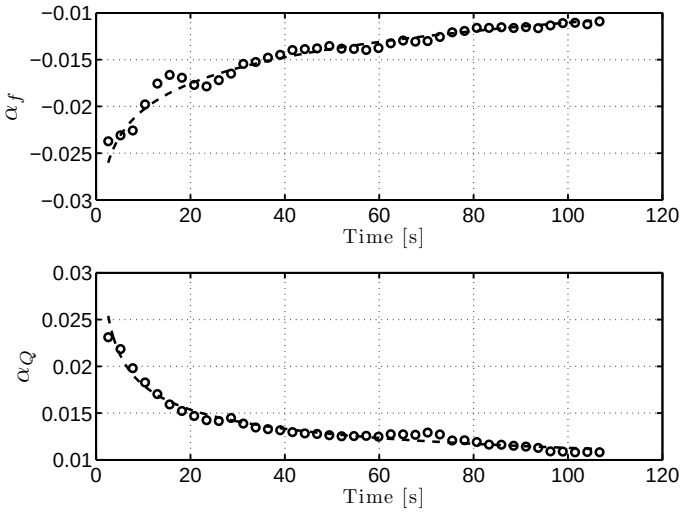


FIGURE 5.11 – Evolution of nonlinear parameters α_f and α_Q as the function of time.

dynamics of the linear and nonlinear parameter evolution with time carries certainly useful information on the physical process involved in the relaxation. This analysis should be carried out next to understand and characterize more quantitatively the process.

5.5.3 Read number r_m

We also study the evolution of the modified Read parameter r_m (figure 5.12) which characterizes the ratio between the nonlinear dissipation and the nonlinear elasticity [6] and is given by,

$$r_m = \frac{1}{Q_0} + \frac{r}{2\pi}, \tag{5.10}$$

where Q_0 is the linear quality factor of the resonance an r is the classical Read number defined for the first time in [18], and defined by :

$$r = \pi \left| \frac{\alpha_Q}{\alpha_f} \right|. \tag{5.11}$$

The evolution of the modified Read number as the function of the time is complicated if the measured data points are used directly. But if the Read number is calculated using the exponential fits (dashed curves in figure 5.11) of α_f and α_Q, the result is non monotonous (dashed curve in figure 5.12). However, one should notice that the variation in r_m is much lower than the variations observed on α_f and α_Q as a function of time. α_f and α_Q exhibit variations close to a factor of 2 while r_m variations reach few percent only, during the relaxation process. Consequently, during the relaxation process, elastic nonlinearity and dissipative nonlinearity vary mostly the same way.

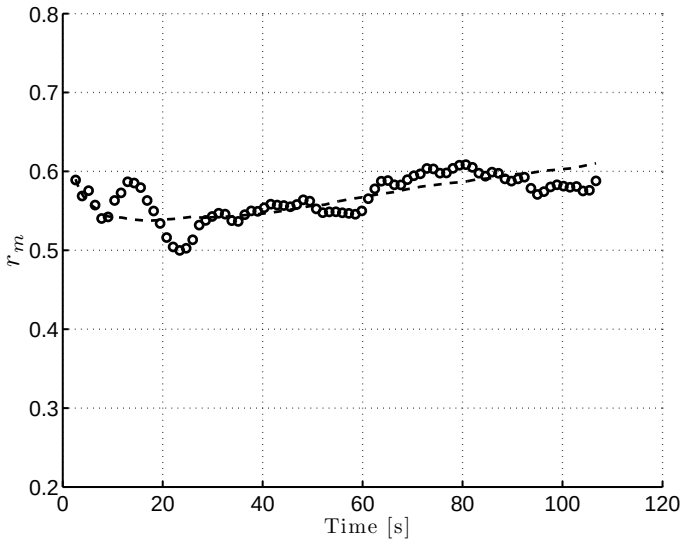


FIGURE 5.12 – Evolution of modified Read number as the function of time after the mechanical tap.

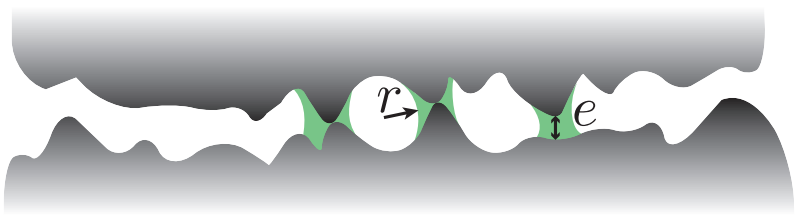


FIGURE 5.13 – Schematic representation of a portion of the bead-bead contact with rugosity and capillary bridges.

5.6 Interpretations of the experimental results

We provide in this section interpretations for the observed effects of relaxation of the linear and nonlinear medium parameters after a mechanical tap. The involved process, which may be responsible for the relaxation dynamics, namely the capillary condensation at the contact asperities, still needs to be experimentally tested. For this purpose, a climatic chamber controlling temperature and humidity of the whole set-up is currently used, which allows repeating the experiment in different ambient conditions. However, final conclusions can not be drawn here because of an important delay in the climatic chamber installation.

Solid friction at the contacts play an important role in granular packings, especially for the stability conditions of disordered packings [8, 21]. The coefficient of static friction between two solids depends on the time during which the solids are in contact. Even Coulomb himself did study the effect of moisture on the friction mechanism between two solids. In granular media, the effect of a small quantity of liquid on the packing behavior can be drastic [4].

Here we hypothesize that the mechanism responsible for the relaxation observations is the capillary condensation of water vapor between the solid surfaces in contact, leading to the formation of water bridges [19]. If this capillary condensation process is assumed to be governed by thermally activated nucleation of bridges, the aging process depend on both temperature and humidity [3]. The important relaxation process observed in fig.5.5 and fig.5.10, is associated to a several % change in the linear elastic parameter along few minutes and to a much larger relaxation amplitude of nonlinear parameters (divided by more than a factor 2). How to explain the relaxation process itself, and why the nonlinear parameters are much more modified and relaxed than the linear ones ?

Several experiments have shown that granular media behavior strongly depends on the ambient humidity. In [3] in particular, the effect of humidity and waiting time have been revealed on the avalanche angle of a granular layer, i.e. on the cohesion of the grains. The Kelvin relation, which relates the radius of curvature r of a liquid interface (figure 5.13), takes the form,

$$\gamma/r = \rho k_B T ln(\frac{P_{sat}}{P_v}), \tag{5.12}$$

where γ is the liquid surface tension, ρ is the liquid density, k_B the Boltzmann constant, T the temperature, P_{sat} the saturated water pressure, and P_v the vapor pressure. For usual conditions, r is of the order of nanometers. Consequently, liquid bridges are formed only at nanometer scale interstices, i.e. at the nano-contacts due to the bead rugosity. In [3], a time dependent model considering the thermal activation of the liquid bridge condensation

is derived and concludes that the adhesion force between two beads with rugosity takes the form,

$$f_{adh}(t) \simeq \frac{\gamma d}{ln(P_{sat}/P_v)} ln(t/\tau_0), \tag{5.13}$$

where $d = 2\pi R/(\lambda \rho a_0^2)$ with R the bead radius, λ the characteristic width of the distribution of distances between the rough surfaces, a_0 a characteristic radius of liquid bridge nucleation area, and τ_0 the characteristic time to condense one liquid layer. Eq. (5.13) shows that the adhesion force at a single contact between two beads depends on time t on a logarithmic manner. This dependence at the level of a single contact is supposed to manifest itself for the whole packing elasticity in some way. This is qualitatively the dependence observed in fig.5.5 and fig.5.10 for the linear elastic parameter evolution and non linear elastic parameters. The reason why the linear parameters are less modified (or relax less) by a mechanical tap may be associated to the fact that qualitatively, the linear rigidity of the granular packing is assured by the strongest contacts in the medium (the contacts that are the more compressed or have the largest surface). However, the nonlinear elastic properties of the granular packing are mostly originating from the weak contact portion of the contact strain distribution in the medium [23]. When a tap is applied to the medium, the weak contacts are strongly rearranged (including the liquid bridges at the asperities). By weak contacts, one should consider also somehow the weak contact asperities belonging to strong macroscopic contacts. Consequently, the nonlinear elastic properties are strongly modified after a mechanical solicitation (as it was observed earlier in [24] for instance), more than the linear elastic properties, because the strong contacts are less affected by the mechanical tap than the weak contacts.

Note that a careful study of the relaxation dynamics should be carried out to understand better how the developed methods of acoustic probing of the relaxation are quantitatively sensitive to the capillary condensation process.

5.7 Conclusions

Experimental observations of the quick relaxation of disordered granular media have been performed with a time dependent nonlinear acoustic resonance method. The linear and nonlinear elasticity and dissipation parameters have been extracted from measurements performed with an adapted nonlinear resonance method. The results show that the granular sample becomes more rigid with increasing time after one mechanical solicitation while the average compacity does not change. The relaxation effect is due to the nature of the contacts between grains. They become stronger as the function of time and their evolution is revealed by the evolution of the nonlinear parameters α_f and α_Q. The modified Read parameter shows that the ratio between nonlinear elasticity and nonlinear dissipation is not strongly modified with time. The experimental observations of the increasing linear rigidity, diminishing linear attenuation and diminishing of both nonlinear rigidity and nonlinear attenuation can be understood as an increase in the relaxation process of the number of strong inter-grain contacts together with an increase of the weak contact deformations. The capillary condensation process has been shown to be a good candidate for explaining this trend. More quantitative analysis of the data should in the future be achieved to draw more definitive conclusions on these observations.

Bibliographie

[1] I. Agnolin and J.-N. Roux, *Internal states of model isotropic granular packings. iii. elastic properties.*, Phys. Rev. E **76** (2007), 061304.

[2] E. Artz, *The influence of an increasing particle coordination on the densification of spherical powders*, Acta Metallurgica **30** (1982), no. 10, 1883 – 1890.

[3] L. Bocquet, E. Charlaix, S. Ciliberto, and J. Crassous, *Moisture induced ageing in granular media*, Nature **396** (1998), 735–737.

[4] J. Duran, *Sables, poudres et grains*, Eyrolles Sciences, 1997.

[5] C. Inserra, *Caractérisation de la compaction granulaire par des méthodes d'acoustique linéaires et non linéaires*, Ph.D. thesis, Université du Maine, 2007.

[6] C. Inserra, V. Tournat, and V. Gusev, *Characterization of granular compaction by nonlinear acoustic resonance method*, Applied physics letters **92** (2008), no. 19, 191916.

[7] H. M. Jaeger, *Chicago experiments on convection, compaction, and compression*, Proceedings of the NATO/ASI Workshop on Dry Granular Materials (Cargese), 1997.

[8] M. Jerkins, M. Schröter, H. L. Swinney, T. J. Senden, M. Saadatfar, and T. Aste, *Onset of mechanical stability in random packings of frictional spheres*, Phys. Rev. Lett. **101** (2008), 018301.

[9] D. L. Johnson, H. A. Makse, and N. Gland, *Nonlinear elasticity of granular media*, Physica B **279** (2000), 134–138.

[10] P. A. Johnson and X. Jia, *Nonlinear dynamics, granular media and dynamic earthquake triggering*, Nature **437** (2005), no. 6, 871–874.

[11] P. A. Johnson and A. M. Sutin, *Slow dynamics and anomalous nonlinear fast dynamics in diverse solids*, Journal of the Acoustical Society of America **117** (2005), no. 1, 124–130.

[12] J. B. Knight, C. G. Fandrich, C. N. Lau, H. M. Jaeger, and S. R. Nagel, *Density relaxation in a vibrated granular material*, Phys. Rev. E **51** (1995), no. 5, 3957–3963.

[13] M. M. Kohonen, D. Geromichalos, M. Scheel, C. Schier, and Herminghaus S., *On capillary bridges in wet granular materials*, Physica A **339** (2004), 7–15.

[14] M. Nicodemi, A. Coniglio, and H. J. Herrmann, *Frustration and slow dynamics of granular packings*, Phys. Rev. E **55** (1997), no. 4, 3962–3969.

[15] G. Y. Onoda and E. G. Liniger, *Rondom loose packings of uniform spheres and the dilatancy onset*, Phys. Rev. Lett. **64** (1990), no. 22, 2727–2730.

[16] P. Philippe and D Bideau, *Compaction dynamics of a granular medium under vertical tapping*, Europhysics Letters **60** (2002), no. 5, 677–683.

[17] M. Pica Ciamarra, M. Nicodemi, and A. Coniglio, *Granular packs under vertical tapping : Structure evolution, grain motion, and dynamical heterogeneities*, Phys. Rev. E **75** (2007), no. 2, 021303.

[18] T. A. Read, *The internal friction of single metal crystals*, Phys. Rev. **58** (1940), 371–380.

[19] F. Restagno, L. Bocquet, T. Biben, and E. Charlaix, *Thermally Activated Dynamics of the Capillary Condensation*, J Phys Condens Matter **12** (1999), 6.

[20] P. Richard, M. Nicodemi, R. Delannay, P. Ribiére, and D. Bideau, *Slow relaxation and compaction of granular systems*, Nature materials **4** (2005), 121–128.

[21] Somfai, E. and van Hecke, M. and Ellenbroek, W. G. and Shundyak, K. and van Saarloos, W., *Critical and noncritical jamming of frictional grains*, Phys. Rev. E **75** (2007), 020301.

[22] S. Torquato, T. M. Truskett, and P. G. Debenedetti, *Is random close packing of spheres well defined ?*, Phys. Rev. Lett. **84** (2000), no. 10, 2064–2067.

[23] V. Tournat and V. E. Gusev, *Acoustics of unconsolidated "model" granular media : An overview of recent results and several open problems*, Acta Acustica united witn Acustica **96** (2010), 208–224.

[24] V.Yu. Zaitsev, V.E. Nazarov, V. Tournat, V. E. Gusev, and B. Castagnède, *Luxembourg-gorky effect in a granular medium : probing perturbations of the material state via cross-modulation of elastic waves*, Europhys. Lett. **70** (2005), no. 5, 607–613.

Conclusion générale

Cette thèse est une contribution à l'étude expérimentale des comportements acoustiques des milieux granulaires non cohésifs et désordonnés. Ces matériaux sont de nature complexe, de même que leur comportement mécanique. Ainsi de nombreux phénomènes particuliers sont observables. De plus, le comportement de tels milieux est très sensible aux interactions avec l'environnement extérieur : vibrations, température, humidité, etc. La notion de temps est un facteur qui entre aussi en jeu, on parle alors de vieillissement du matériau. Plusieurs techniques peuvent être utilisées pour décrire le vieillissement mais les méthodes acoustiques présentent l'intérêt majeur qu'elles permettent d'extraire une quantité importante d'informations. Elles sont de plus faciles à mettre en œuvre.
Au cours de ce travail de thèse, un milieu granulaire non consolidé est soumis à un processus de compaction qui est suivi au moyen de sondages acoustiques. L'élasticité et la dissipation du milieu granulaire sont alors extraites à différents stades du processus de compaction. Selon le niveau d'excitation acoustique transmis au matériau, les effets non linéaires peuvent être très forts. Ceux-ci proviennent principalement des contacts entre les grains constituant le milieu. Les méthodes acoustiques non linéaires sont alors efficaces pour caractériser et quantifier les paramètres non linéaires du matériau granulaire étudié.
Dans le premier chapitre, une étude bibliographique est réalisée afin de relater les différents phénomènes mécaniques et acoustiques qui ont lieu dans les milieux granulaires. L'origine des non-linéarités y est présentée par le caractère non linéaire du contact entre deux sphères.
Le deuxième chapitre présente le dispositif expérimental spécialement conçu lors de cette thèse. Ce banc de mesure, constitué d'une cuve semi-ouverte, permet d'étudier divers matériaux granulaires (sables, poudres, ensemble de billes) et surtout de compacter (densifier) un échantillon granulaire initialement "lâche". Durant une expérience, la densité du milieu est augmentée par l'application de sollicitations mécaniques discrètes appelées "taps". Dans le même temps, la compacité moyenne du matériau est mesurée grâce à un capteur de déplacement. Les comportements acoustiques sont quant à eux suivis grâce à deux transducteurs acoustiques disposés sur deux des parois opposées de la cuve. Plusieurs méthodes de sondage sont présentées (impulsion-écho, génération d'harmoniques, génération de fréquences différences, réponse en fréquence) pour montrer leurs capacités et les différents paramètres acoustiques qui en sont extraits.
Le troisième chapitre est consacré à l'étude expérimentale des caractéristiques acoustiques d'une tranche de matériau granulaire. Grâce à une méthode utilisant la déconvolution non linéaire, des zones fréquentielles caractéristiques de la propagation d'ondes acoustiques sont identifiées. En basses fréquences, c'est-à-dire pour des longueurs d'ondes largement supérieures à la taille des grains, les ondes acoustiques se propagent essentiellement dans le

squelette solide du matériau. En hautes fréquences, seuls les paramètres de fluide équivalent jouent un rôle. La transition entre ces deux zones dépend de la taille des grains constituant l'échantillon : plus les grains sont petits, plus la fréquence de coupure est élevée.
Le quatrième chapitre traite du comportement acoustique lors des effets de mémoires dans les milieux granulaires désordonnés. Lorsque les conditions de sollicitations mécaniques (amplitude des taps) sont modifiées au cours du processus de compaction, le matériau présente des effets notables dans sa dynamique de compacité. Si l'amplitude des taps est augmentée à un moment particulier, le milieu se dé-compacte. L'effet est faiblement visible sur la courbe de compacité alors qu'il est très important sur les paramètres élastiques et dissipatifs du matériau. Que ce soit une augmentation ou une diminution de l'amplitude des taps, les non-linéarités hystérétiques diminuent considérablement juste après le changement d'amplitude des taps. L'information principale qui est déduite est que le nombre de contacts faiblement chargés diminue au profit de celui des contacts forts.
Enfin, dans le cinquième chapitre, la relaxation élastique d'un milieu granulaire soumis à un unique tap est présentée. Juste après une sollicitation mécanique, la rigidité linéaire du matériau augmente avec le temps. Grâce à une nouvelle méthode acoustique résolue en temps mise en œuvre à partir de la méthode des résonances non linéaires, les paramètres non linéaires d'élasticité et de dissipation sont suivis au cours du temps. Il s'avère que ceux-ci diminuent de manière monotone, mais le rapport entre dissipation non linéaire et élasticité non linéaire est quant à lui non monotone. Il atteint un minimum rapidement ($\approx$ 20 secondes) puis croit linéairement avec le temps. L'évolution des paramètres non linéaires α_f et α_Q révèlent également que le nombre de contacts faibles diminue. Une cause de ces observations est probablement l'influence des ponts liquides qui se forment par capillarité au niveau des contacts. Les ponts liquides augmentent le chargement et le nombre de contacts entre les grains, ce qui augmente la rigidité linéaire du matériau.

Pour résumer, l'observation de la compacité ne suffit pas à la caractérisation d'un milieu granulaire, l'étude de l'élasticité est donc primordiale. Les méthodes acoustiques sont très sensibles, elles permettent d'observer des comportements qui sont difficilement observables seulement par la géométrie du matériau. Les paramètres non linéaires hystérétiques semblent être liés au nombre moyen de contacts faibles dans un milieu granulaire non cohésif. En perspective de ce travail quelques phénomènes et hypothèses restent à explorer :

- quelle est l'influence de la taille des grains sur la propagation des ondes, et surtout qu'en est-il de dispersité de taille et de formes des grains ?
- peut-on quantifier la chute des paramètres non linéaires lors des effets de mémoire ? Quelle est l'influence du rapport entre les deux amplitudes de taps qui engendrent les effets de mémoire ?
- l'influence de la température et de l'hygrométrie dans le matériau reste à étudier, y-a-t-il un lien entre ces deux facteurs et le temps caractéristique de relaxation élastique du matériau ?

Toutes ces questions restent ouvertes et des expérimentations sont actuellement menées pour tenter de répondre aux questions posées précédemment.

Résumé

Ce travail de thèse contribue à l'étude acoustique expérimentale des propriétés élastiques des milieux granulaires et de leurs évolutions lentes avec le temps faisant suite à des sollicitations mécaniques. Grâce à un montage expérimental et des protocoles expérimentaux précisément décrits, une étude des caractéristiques acoustiques linéaires et non linéaires d'une tranche de milieu granulaire est réalisée. Des zones fréquentielles caractéristiques de la fonction de transfert acoustique sont identifiées. Dans une zone basse fréquence, les propriétés élastiques du squelette solide (les billes et leurs contacts) régissent le comportement de la fonction de transfert acoustique. A plus hautes fréquences, seuls les paramètres acoustiques du fluide équivalent jouent un rôle. Il est montré que le couplage des modes de propagation au niveau de la détection du signal se manifeste à la transition entre ces zones caractéristiques. Les effets non linéaires d'auto-action et génération d'harmonique 2 dans cette tranche sont analysés pour différentes compacités. L'étude des effets de mémoire d'un échantillon granulaires est réalisée lors de la modification du protocole de compaction (l'amplitude de la sollicitation mécanique change de valeur). Cette modification entraîne des variations soudaines des paramètres élastiques et dissipatifs, linéaires et non linéaires, qui sont interprétées en termes de forces de contacts et distribution de forces de contacts. Pour la première fois, les effets de mémoire sont analysés via l'élasticité du milieu granulaire et non simplement via sa géométrie. Enfin, la relaxation lente des propriétés élastiques, linéaires et non linéaires, est observée suite à une unique sollicitation mécanique, un "tap". L'augmentation du paramètre élastique linéaire, la diminution de l'atténuation linéaire et les diminutions des paramètres non linéaires sont recueillies avec une résolution en temps de l'ordre de la seconde. Les rôles de la température et de l'hygrométrie de l'air ambiant dans les temps caractéristiques de relaxation qui sont de l'ordre de plusieurs minutes sont analysés.
Mots-clefs : milieux granulaires, compaction, mémoire, relaxation, acoustique non linéaire, résonances non linéaires, non-linéarités hystérétiques.

Abstract

This work is a contribution to the experimental acoustic study of the elastic properties of granular media and their slow evolutions during time after mechanical solicitations. With an experimental setup and experimental methods specially adapted, a study of the linear and nonlinear acoustic characteristics of a granular slab is done. Characteristic frequency regions of the acoustic transfer function are identified. In a low frequency band ($\leq$ 10 kHz) the elastic properties of the solid skeleton (beads and theirs contacts) govern the behavior of the acoustic transfer function. In a higher frequency range (15 - 30 kHz), only the acoustic parameters of the equivalent fluid play a role. It is shown that the coupling of propagation modes in the detected signal is visible at the transition between these characteristic frequency regions. The nonlinear effects of self-action and harmonic generation in this slab are analyzed for several compacities. Then the study of the memory effects in a granular sample is performed during the modification of the compaction process (the amplitude of the mechanical solicitation is changed). This modification makes sudden variations of the linear and nonlinear elastic and dissipative parameters. These modifications are interpreted in terms of contact forces and contact force distribution. For the first time, the memory effects are not simply analyzed via packing geometry effects but via elasticity of the granular packing. Finally, the slow relaxation of the linear and nonlinear elastic properties is observed after one single mechanical solicitation called "tap". The increase in the linear elastic parameter, the decrease in the linear attenuation and the decrease in the nonlinear parameters are observed with a less than one second time resolution. Roles of the temperature and the hygrometry of the ambient air in the characteristic relaxation times which are lasting several minutes are analyzed.
Keywords : granular media, compaction, memory, relaxation, nonlinear acoustic, nonlinear resonances, hysteretic nonlinearities.