

# Comportement de suspensions granulaires soumises à des vibrations: mesures rhéologiques et caractérisation par diffusion de la lumière

C. Hanotin <sup>a</sup>, S. Kiesgen de Richter <sup>a</sup>, Ph. Marchal <sup>b</sup>, L.J. Michot <sup>c</sup> et C. Baravian <sup>a</sup>

a. Laboratoire d'Energétique et de Mécanique Théorique et Appliquée (LEMTA), Université de Lorraine, CNRS (UMR 7563), Vandoeuvre lès Nancy, F-54504, France

b. Laboratoire Réactions et Génie des Procédés (LRGP-GEMICO), Université de Lorraine, CNRS (UMR 7274), Nancy, F-54001, France

c. Laboratoire Interdisciplinaire des Environnements Continentaux (LIEC), Université de Lorraine, CNRS (UMR 7360), Vandoeuvre lès Nancy, F-54501, France

## Résumé :

*Ce travail porte sur la compréhension du comportement d'une suspension granulaire dense soumise à des vibrations. Les mesures rhéologiques ont mis en évidence un régime entièrement contrôlé par les vibrations à faible cisaillement. Ces vibrations font apparaître un plateau de viscosité qui, en plus de dépendre de l'énergie de vibration injectée au système, dépend de la viscosité du fluide et de la taille des grains. Des expériences de diffusion de la lumière menées en parallèle ont permis de déterminer les propriétés de diffusion à l'échelle du grain et de les relier aux propriétés macroscopiques du système obtenues par rhéologie.*

## Abstract :

*This work is about the understanding of the behavior of dense granular suspensions subjected to vibrations. By using a classical rheometer coupled with a vibrating cell, we highlight a regime entirely controlled by the vibrations, at low shear. These vibrations make appear a plateau viscosity which, besides depending on the vibration energy injected to the system, depends on the fluid viscosity and on the bead size. Diffusing wave spectroscopy experiments allow us to probe the diffusion properties at the grain scale and to relate them to the macroscopic properties of the system.*

**Mots clefs :** suspensions granulaires vibrées ; rhéologie ; diffusion de la lumière

## 1 Introduction

La compréhension du comportement des suspensions granulaires sous vibrations trouve son intérêt dans de nombreuses applications, que ce soit environnementales ou industrielles. Par exemple, comprendre l'influence des secousses sismiques sur le processus de liquéfaction des sols ou encore quantifier les vibrations à appliquer au béton pour une mise en place efficace restent des problèmes ouverts à ce jour. Si les échelles de longueur et de temps mises en jeu sont différentes dans ces phénomènes, ces milieux présentent des similitudes de comportement qui peuvent être définies sur des systèmes modèles. Dans cette étude, nous nous sommes intéressés au comportement rhéologique d'une suspension granulaire gravitationnelle modèle composée de billes de verre sphériques et monodisperses immergées dans un fluide Newtonien, soumise simultanément à des vibrations et à un écoulement de cisaillement. L'utilisation de cette double sollicitation cisaillement /vibrations s'est révélée être performante dans l'étude des milieux granulaires secs [1, 2]. En parallèle, des expériences de diffusion de la lumière ont été menées pour sonder la dynamique des particules aux temps longs, en l'absence de tout écoulement de cisaillement et uniquement sous l'effet des vibrations. L'objectif est de relier les propriétés à l'échelle

du grain obtenues par cette technique optique aux propriétés macroscopiques du système obtenues par rhéologie.

## 2 Rhéologie de suspensions granulaires soumises à des vibrations

### 2.1 Matériel et méthodes

Les suspensions utilisées sont composées de billes de verre sphériques et monodisperses (Whitehouse Scientific,  $\rho_g \approx 2400 \text{ kg.m}^{-3}$ ) immergées dans un mélange Emkarox-eau ( $\rho_f \approx 1032 \text{ kg.m}^{-3}$ ), à une fraction volumique  $\phi \approx 0.61$ . Différentes tailles de billes (de 49 à 530  $\mu\text{m}$ ) et différentes viscosités de fluide interstitiel (de 5 à 600 mPa.s) ont été employées. Le dispositif expérimental a été spécialement conçu par P. Marchal et son équipe [1] pour déterminer le comportement rhéologique d'un milieu granulaire sous vibrations (Fig. 1 (a)). Il est constitué d'un rhéomètre classique à contrainte imposée (AR2000, TA Instruments) et d'une cellule de mesure reliée à un système de vibrations (Fig. 1 (b)). Cette cellule de caractérisation est constituée d'un scissomètre à quatre pales, plongeant dans une cuve cylindrique munie de chicanes pour empêcher le glissement à la paroi. Les vibrations sont générées par un pot vibrant relié à un générateur de fonction, un amplificateur et un accéléromètre pour permettre d'imposer des signaux de différentes formes, de fréquence et d'amplitude contrôlées. Dans notre cas, les vibrations sont sinusoïdales, d'amplitude comprise entre 20 et 400  $\mu\text{m}$  et de fréquence comprise entre 10 et 80 Hz. Les courbes d'écoulement sont obtenues en régime permanent, en imposant une contrainte de cisaillement comprise entre 1 et 1000 Pa. Deux phénomènes sont donc à prendre en compte, à savoir l'écoulement de cisaillement et les vibrations. Celles ci sont quantifiées à travers une contrainte de vibration, notée  $\sigma_v$ , définie comme l'énergie mécanique injectée au système par unité de volume et égale à  $\sigma_v = 1/2\rho A^2(2\pi f)^2$  avec  $\rho$ , la masse volumique du système,  $A$  et  $f$  respectivement l'amplitude et la fréquence des vibrations.

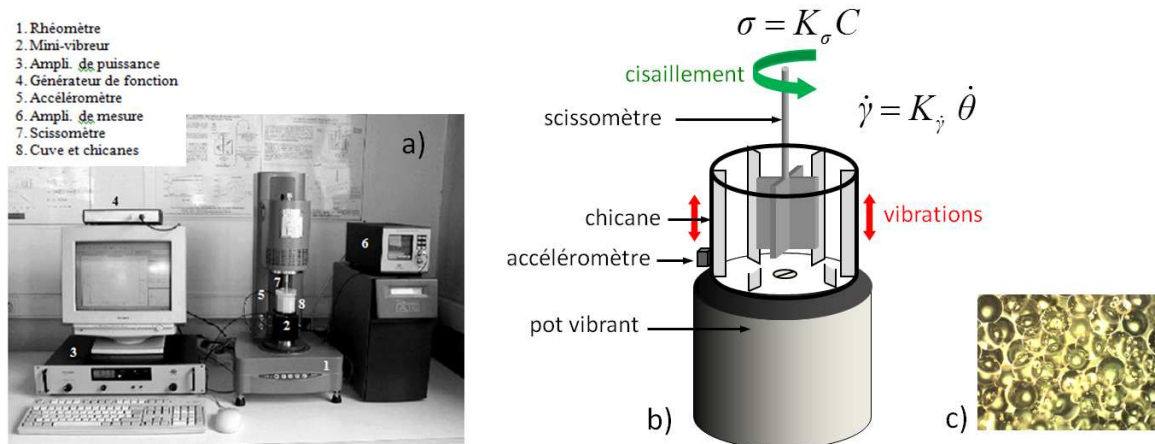


FIGURE 1 – (a) Dispositif expérimental du rhéomètre à poudre [1], (b) Cellule vibrante, (c) Cliché microscopique de la suspension granulaire modèle.

### 2.2 Influence des vibrations, du fluide interstitiel et de la taille des billes

*Influence de la contrainte de vibration.* La Figure 2 (a) présente l'évolution de la viscosité de la suspension en fonction de la contrainte de cisaillement, pour différentes valeurs de  $\sigma_v$ . En l'absence de vibration, le régime est de type frictionnel Coulombien à faible cisaillement et visqueux Newtonien à fort cisaillement, comme précédemment observé par d'autres auteurs [3, 4]. La transition de régime s'effectue pour une contrainte de cisaillement égale à la contrainte frictionnelle Coulombienne  $\sigma_f$  définie selon la loi de Coulomb par :

$$\sigma_f = \mu P_g = \Delta\rho\phi gz \quad (1)$$

Avec  $\mu$  le coefficient de friction,  $P_g$  la pression granulaire,  $\Delta\rho = \rho_g - \rho_f$  la différence de masse volumique ( $\approx 1400 \text{ kg.m}^{-3}$ ),  $\phi$  la fraction volumique ( $\approx 0.61$ ),  $g$  la constante gravitationnelle ( $=9.81 \text{ m.s}^{-2}$ ) et  $z$  la profondeur moyenne de grains où est faite la mesure ( $\approx 0.025 \text{ m}$ ). Avec  $\mu \approx 0.5$ , l'équation (1) donne  $\sigma_f \approx 103 \text{ Pa}$ , ce qui est confirmé expérimentalement (Fig. 2 (a)). Cette contrainte  $\sigma_f$  assure la cohésion interne du système. Lorsque  $\sigma > \sigma_f$ , l'écoulement de cisaillement détruit cette cohésion interne, ce qui se traduit par une chute de viscosité.

En présence de vibrations, un régime uniquement contrôlé par ce phénomène apparaît à faible cisaillement, pour  $\sigma < \sigma_f$  (Fig. 2 (a)). Les vibrations font disparaître la contrainte seuil du matériau et font apparaître un plateau de viscosité noté  $\eta_0$ , dont la valeur diminue quand  $\sigma_v$  augmente. En effet, les vibrations agissent comme une température extérieure au système et reproduisent un mouvement Brownien macroscopique [5]. Quand  $\sigma_v$  augmente, la mobilité des particules augmente, ce qui induit la décohésion du système et donc la chute de  $\eta_0$ . A fort cisaillement, pour  $\sigma > \sigma_f$ , les vibrations n'ont plus d'effet et le comportement du système est entièrement contrôlé par l'écoulement de cisaillement, ce qui provoque la rhéofluidication du système.

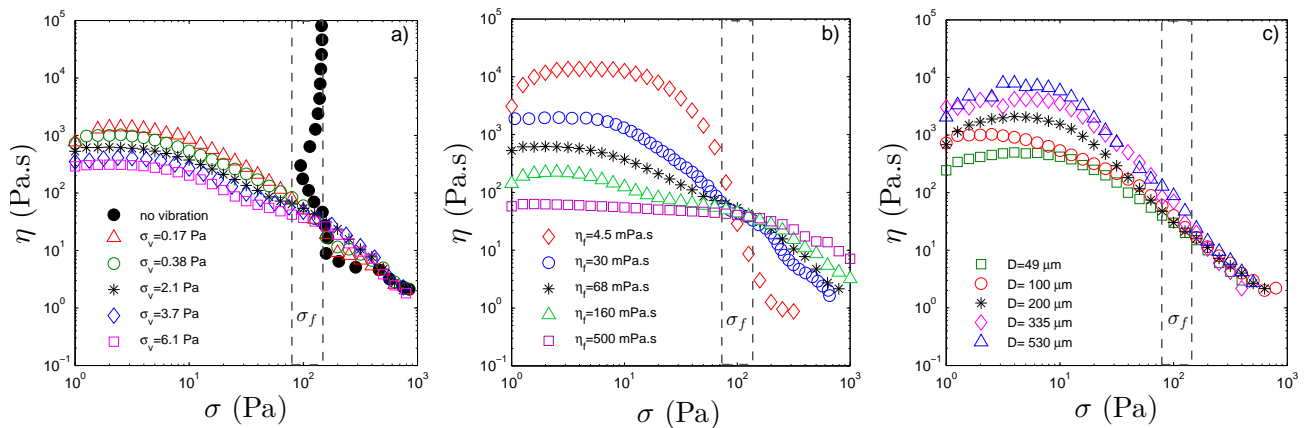


FIGURE 2 – Viscosité ( $\eta$ ) en fonction de la contrainte de cisaillement ( $\sigma$ ), (a) pour différentes valeurs de contraintes de vibration ( $\sigma_v$ ), avec  $D = 100 \mu\text{m}$  et  $\eta_f = 67.8 \text{ mPa.s}$ , (b) pour différentes viscosités de fluide ( $\eta_f$ ), avec  $D = 100 \mu\text{m}$  et  $\sigma_v = 6.1 \text{ Pa}$ , (c) pour différentes valeurs de taille de billes ( $D$ ), avec  $\eta_f = 67.8 \text{ mPa.s}$  et  $\sigma_v = 0.38 \text{ Pa}$ . Le rectangle en pointillés représente la gamme de valeurs théoriques de la contrainte frictionnelle Coulombienne  $\sigma_f$ .

*Influence de la viscosité du fluide et de la taille des billes.* Les Figure 2 (b) et (c) confirment cette transition de régime à  $\sigma = \sigma_f$ . Dans le régime contrôlé par le cisaillement ( $\sigma > \sigma_f$ ), la viscosité de la suspension augmente avec celle du fluide ( $\eta_f$ ) et ne dépend pas de la taille des billes ( $D$ ). Dans ce régime, la viscosité est contrôlé par la contrainte de cisaillement, qui est proportionnelle à la viscosité du fluide et qui a un rôle dissipatif. Quand  $\eta_f$  augmente, les billes sont d'autant plus freinées par le cisaillement, ce qui se traduit par une augmentation de la viscosité de la suspension. Dans le régime contrôlé par les vibrations ( $\sigma < \sigma_f$ ), le comportement est totalement inversé, la viscosité de la suspension diminue quand celle du fluide augmente. Les interactions entre les billes sont contrôlées par les forces de lubrification définies par  $\sigma_{lub} \propto \frac{\eta_f A (2\pi f)}{D}$ . Le rôle de cette contrainte de lubrification est de favoriser le déplacement de billes, ce qui contribue à la décohésion du système. Quand  $\eta_f$  augmente,  $\sigma_{lub}$  augmente, la décohésion est plus importante, ce qui induit une chute de la viscosité de la suspension. On en déduit donc que  $\eta_0$  varie en  $1/\sigma_{lub}$ . Cette relation implique que la viscosité augmente avec le diamètre des billes ( $D$ ), ce qui est confirmé expérimentalement par la Figure 2 (c).

### 2.3 Loi de comportement dans le régime contrôlé par les vibrations

La viscosité au plateau  $\eta_0$  est contrôlée par la compétition de deux contraintes : d'une part la contrainte frictionnelle à travers la pression granulaire qui contribue à la cohésion du système en rapprochant les billes et d'autre part la contrainte de lubrification qui contribue à la décohésion du système en

favorisant le déplacement des billes. Le rapport de ces deux quantités permet de définir un nombre adimensionnel, le nombre de Péclet de lubrification, défini par :

$$Pe_{lub} = \frac{\sigma_{lub}}{\sigma_f} \propto \frac{\eta_f A(2\pi f)}{D\mu P_g} \quad (2)$$

Ce nombre peut également être vu comme le rapport de deux énergies à savoir une énergie mécanique de vibration à travers les forces de lubrification et une énergie interne de cohésion. La Figure 3 (a) représente la viscosité de la suspension en fonction de la viscosité du fluide, pour différentes valeurs de contrainte de vibration et taille de billes. Tous les points de cette figure se rejoignent sur une même courbe maitresse lorsqu'ils sont tracés en fonction du nombre  $Pe_{lub}$  au lieu de  $\eta_f$  (Fig. 3 (b)). Ce nombre permet de prendre en compte toutes les dépendances du système et représente le paramètre de contrôle de la dynamique du système.

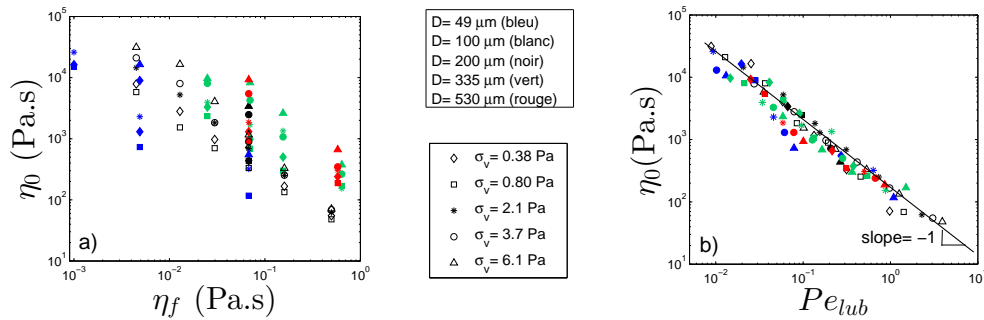


FIGURE 3 – (a) Viscosité au plateau à faible cisaillement ( $\eta_0$ ) en fonction de la viscosité du fluide ( $\eta_f$ ), pour différentes valeurs de contraintes de vibration ( $\sigma_v$ ) et de taille de billes ( $D$ ), (b) Les mêmes données ont été tracées en fonction du nombre de Péclet de lubrification ( $Pe_{lub} = \frac{\sigma_{lub}}{\sigma_f} \propto \frac{\eta_f A(2\pi f)}{D\mu P_g}$ ).

### 3 Caractérisation par diffusion de la lumière de la dynamique des particules dans les suspensions granulaires vibrées

#### 3.1 Matériel et méthodes

Le déplacement des grains dans la suspension granulaire est étudiée par la technique de Diffusion Multiple Multispeckle (MSDWS) [6, 7], particulièrement bien adaptée pour capturer la dynamique du système aux temps longs. La technique consiste à illuminer l'échantillon avec un laser (Fig. 4 (a)). Une partie de cette lumière est rétro diffusée par les particules, formant ainsi une figure d'interférences appelée figure de speckle qui sera détectée par une caméra CCD. L'intensité de ces images fluctue au cours du temps à cause du mouvement des particules provoqué par les vibrations. Ces fluctuations d'intensité sont alors mesurées et analysées par une fonction d'autocorrélation d'intensité définie par [8, 9] :

$$\overline{g_2(t_0, t)} - 1 = \frac{\overline{\langle I(t_0 + t).I(t_0) \rangle_{spkl}} - \langle I(t_0) \rangle_{spkl}^2}{\langle I(t_0)^2 \rangle_{spkl} - \langle I(t_0) \rangle_{spkl}^2} \quad (3)$$

Où  $I(t_0)$  et  $I(t_0 + t)$  sont les intensités de la lumière rétrodiffusée respectivement à un temps de référence  $t_0$  et à un temps  $t_0 + t$  avec  $t$  un temps d'attente,  $\langle \bullet \rangle_{spkl}$  est la moyenne sur les différents speckles,  $\overline{\bullet}$  est la moyenne sur l'origine des temps  $t_0$ .

Les échantillons étudiés sont les mêmes que ceux utilisés pour les mesures rhéologiques. Les amplitudes de vibration utilisées varient entre 4 et 15  $\mu\text{m}$  et les fréquences entre 60 et 160 Hz. La Figure 4 (b) représente les fonctions d'autocorrélation typiques obtenues pour nos échantillons. Dans l'hypothèse d'un mouvement diffusif aux temps longs [1, 5], ces fonctions peuvent être ajustées par la fonction  $\beta \exp(-2\gamma \sqrt{6t/\tau_D})$  [10, 11], avec  $\beta$  un paramètre phénoménologique,  $\gamma$  une constante ( $=1.3$ ) et  $\tau_D$

le temps de décorrélation. La Figure 4 (b) montre que les données expérimentales sont correctement ajustées par cette fonction.

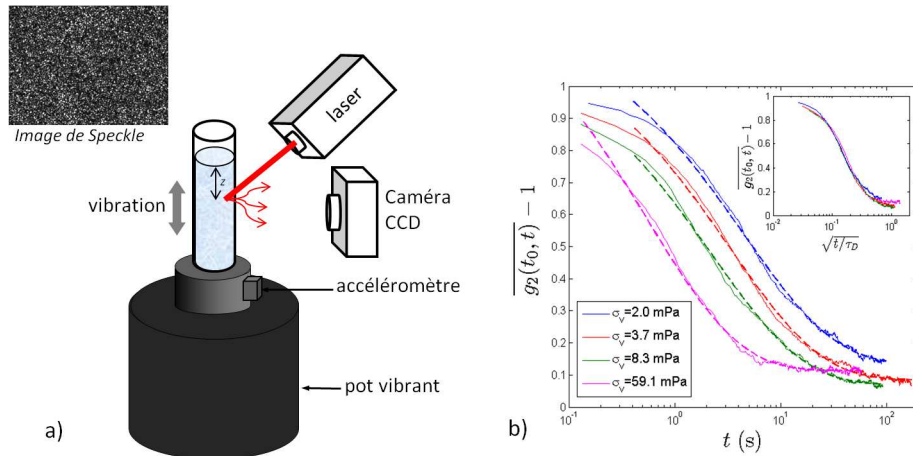


FIGURE 4 – (a) Dispositif expérimental de Diffusion Multiple Multispeckle, (b) Fonction d'auto-corrélation d'intensité obtenues pour différentes contraintes de vibration ( $\sigma_v$ ), pour des billes de  $200 \mu\text{m}$  immergées un fluide Emkarox-eau de viscosité  $35 \text{ mPa}\cdot\text{s}$ . Les lignes solides représentent les données expérimentales et les lignes en pointillés matérialisent l'ajustement des données par le modèle. Dans l'insert, les mêmes données sont représentées en fonction  $\sqrt{t/\tau_D}$  avec  $\tau_D$  le temps de décorrélation extrait du modèle.

### 3.2 Lien entre mesures macroscopiques et mesures à l'échelle du grain

Les fonctions d'autocorrélation d'intensité ont été calculées sur des suspensions granulaires mêlant différentes viscosités de fluide, tailles de billes et paramètres de vibrations. Autrement dit, un temps de décorrélation a été obtenu pour différentes valeurs de  $Pe_{lub}$ , nombre sans dimension défini dans la section précédente comme le paramètre de contrôle de la viscosité à faible cisaillement ( $\eta_0$ ) (Eq. (2)). La Figure 5 (a) montre clairement que  $\tau_D$  est également entièrement contrôlé par ce nombre et qu'il varie à l'inverse de ce dernier.

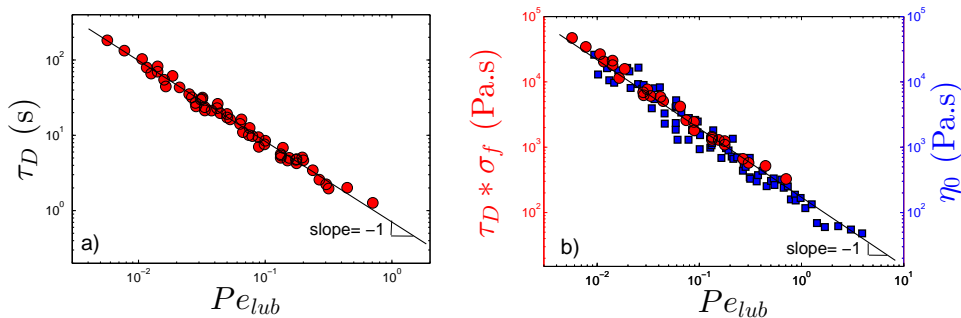


FIGURE 5 – (a) Taux de décorrélation ( $\tau_D$ ) en fonction du nombre de Péclet de lubrification ( $Pe_{lub} = \frac{\sigma_{lub}}{\sigma_f} \propto \frac{\eta_f A(2\pi f)}{D\mu P_g}$ ), (b) Evolution du produit de  $\tau_D$  par  $\sigma_f$  et de la viscosité au plateau ( $\eta_0$ ) en fonction de  $Pe_{lub}$ .

Avant de faire le lien avec  $\eta_0$ , il est important de donner une signification physique à ce temps  $\tau_D$ . La chute de la fonction  $\overline{g_2(t_0, t)} - 1$  présentée en Figure (4 (b)) est liée au déphasage des différents chemins optiques allant jusqu'à la caméra CCD et ayant traversé le milieu. Dans le cas des suspensions browniennes, ce déphasage est provoqué par le déplacement des particules sur des temps courts. Dans

notre cas, la méthode utilisée (MSDWS) ne permet pas de sonder la dynamique des particules aux temps courts. On peut donc supposer que le déphasage est dû à des événements de réarrangement importants qui se déroulent à des temps longs, à l'image de ce qui a été observé dans les mousses [12]. Dans le cas de nos suspensions granulaires vibrées, ces événements sont liés à la diffusion des grains hors de la cage formée par ses voisins [13]. Le temps de décorrélation  $\tau_D$  est ainsi défini comme le temps moyen entre deux processus de sortie de cage.

Le temps de décorrélation  $\tau_D$  présente alors les mêmes dépendances que la viscosité de la suspension  $\eta_0$  (Fig. 3 (b) et 5 (a)). De plus, si on multiplie  $\tau_D$  par la contrainte frictionnelle  $\sigma_f$  (Eq. (1)), les points de la Figure 5 (a) se confondent avec ceux de  $\eta_0$  (Fig. 5 (b)). Il est donc clair que le comportement de  $\eta_0$  est lié aux processus de réarrangement des billes aux temps longs sous l'effet seul des vibrations. En effet, la dynamique des particules a été sondée uniquement sous l'effet des vibrations, en l'absence de tout écoulement de cisaillement. Les effets de localisation d'écoulement ou de bande de cisaillement sur la viscosité sont donc à écarter.

## 4 Conclusions

En utilisant un rhéomètre couplé à une cellule vibrante, nous avons pu mettre en évidence la présence d'un régime uniquement contrôlé par les vibrations à faible cisaillement. Dans ce régime, le comportement de la viscosité de la suspension est contrôlé par un seul nombre adimensionnel qui prend en compte les effets des vibrations, de la viscosité du fluide et de la taille des billes. Des expériences de diffusion de la lumière nous ont permis de montrer que ce comportement macroscopique est intrinsèque au système et qu'il est lié aux processus de diffusion de sortie de cage aux temps longs.

## Références

- [1] Marchal, P., Choplin, L., Smirani, N. 2009 Rheology of dense phase vibrated powders and molecular analogies *J. Rheol.* **53** 1-29
- [2] Dijkstra, J.A., Wortel, G.H., Van Dellen, L. T. H., Dauchot, O., Van Hecke, M. 2011 Jamming, Yielding and Rheology of Weakly Vibrated Granular Media *J. Rheol.* **107** 108303
- [3] Coussot, P., Ancey, C. 1999 Transition frictionnelle/visqueuse pour une suspension granulaire *CR de l'Acad. Sci. II* **327** 515
- [4] Huang, N., Ovarlez, G., Bertrand, F., Rodts, S., Coussot, P. 2005 Flow of wet granular materials *Phys. Rev. Lett.* **94** 028301
- [5] D'Anna, G., Mayor, P., Barrat, A., Loreto, V., Nori, F. 2003 Observing Brownian motion in vibration-fluidized granular matter *Nature* **424** 909
- [6] Cipelletti, L., Weitz, D.A. 1999 Ultralow-angle dynamic light scattering with a charge coupled device camera based multispeckle, multiyau correlator *Rev. Sci. Instrum.* **70** 3214
- [7] Viasnoff, V., Lequeux, F., Pine, D.J. 2002 Multispeckle diffusing-wave spectroscopy : A tool to study slow relaxation and time-dependent dynamics *Rev. Sci. Instrum.* **73** 2336
- [8] Kabla, A., Debregeas, G. 2004 Contact dynamics in a gently vibrated granular pile *Phys. Rev. E* **92** 035501
- [9] Caballero, G., Kolb, E., Lindner, A., Lanuza, J., Clement, E. 2005 Experimental investigation of granular dynamics close to the jamming transition *J. Phys. : Condens. Matter* **17** S2503
- [10] Weitz, D.A., Pine, D.J. 1993 *Diffusing Wave Spectroscopy in Dynamic Light Scattering, the Method and Some Applications* Clarendon Press, Oxford
- [11] Pine, D.J., Weitz, D.A., Chaikin, P.M., Herbolzheimer, E. 1988 Diffusing wave spectroscopy *Phys. Rev. Lett.* **60** 1134
- [12] Durian, D. J., Weitz, D. A., Pine, D. J. 1991 Multiple light-scattering probes of foam structure and dynamics *Science* **252** 686
- [13] Zivkovic, V., Biggs, M. J., Glass, D. H. 2009 Particle dynamics in a vibrated submerged granular bed as revealed by diffusing wave spectroscopy *J. Phys. D : App. Phys.* **42** 245404