



HAL
open science

Effet d'ultrasons de puissance sur les matériaux mous : vers des matériaux "acousto-rhéologiques"

Pierre Lidon

► **To cite this version:**

Pierre Lidon. Effet d'ultrasons de puissance sur les matériaux mous : vers des matériaux "acousto-rhéologiques". Matière Molle [cond-mat.soft]. Université de Lyon, 2016. Français. NNT : 2016LY-SEN014 . tel-01418772

HAL Id: tel-01418772

<https://theses.hal.science/tel-01418772>

Submitted on 17 Dec 2016

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.



Numéro National de Thèse : 2016LYSEN014

Thèse de Doctorat de l'Université de Lyon

opérée par

l'École Normale Supérieure de Lyon

École Doctorale 52

École Doctorale de Physique et d'Astrophysique de Lyon

Soutenue publiquement le 08/07/2016, par :

Pierre Lidon

Effet d'ultrasons de puissance sur les matériaux mous : vers des matériaux « acousto-rhéologiques »

Devant le jury composé de :

Éric CLÉMENT	Professeur	ESPCI	Examineur
Yoël FORTERRE	Directeur de recherche	IUSTI	Rapporteur
Hamid KELLAY	Professeur	Université de Bordeaux	Examineur
Valentin LEROY	Chargé de recherche	MSC	Examineur
Sébastien MANNEVILLE	Professeur	Université de Lyon – ENS de Lyon	Directeur
Guillaume OVARLEZ	Directeur de recherche	LOF	Examineur
Nicolas TABERLET	Maître de conférence	Université de Lyon – ENS de Lyon	Directeur
Régis WUNENBURGER	Professeur	Université Pierre et Marie Curie	Rapporteur

Ἄλλ' ἐὰν ζητῆς καλῶς, εὐρήσεις.

Platon, *Gorgias* (503d).

Remerciements

Je souhaite tout d'abord remercier l'ensemble des membres du jury qui ont accepté d'examiner mon travail. Si elle a été longue, la séance de question s'est aussi avérée fructueuse en lançant de multiples pistes pour poursuivre ce travail. Merci tout particulièrement à Yoel Forterre et Régis Wunenburger pour avoir patiemment et attentivement relu ce long manuscrit.

Un immense merci ensuite à mes directeurs de thèse, Sébastien Manneville et Nicolas Taberlet, qui ont formé un duo complémentaire pour m'encadrer pendant ces trois années. Tout en me guidant régulièrement (quoique vous en disiez) et efficacement, je vous suis très reconnaissant de m'avoir toujours laissé libre de creuser dans les directions qui me plaisaient, que ce soit en me laissant une grande autonomie dans la recherche, mais aussi en acceptant (presque) sans rechigner que je consacre un temps significatif à l'enseignement. Sébastien, merci pour ta rigueur scientifique et pour ton intuition à toute épreuve. Nicolas, merci pour m'avoir fait découvrir avec patience et sagacité le monde des simulations numériques - ce qui n'était pas gagné d'avance- et pour m'avoir fait bénéficier de ta virtuosité dans les divers bricolages au petit atelier. Mais une thèse ne se résume pas à un ensemble de résultats scientifiques : merci donc pour votre présence au quotidien, votre bonne humeur et votre enthousiasme sans faille.

Avant de les connaître comme directeurs de thèse, j'ai également eu le plaisir de les avoir comme enseignants, et je les remercie d'avoir contribué à mon goût pour la physique. Je peux leur adjoindre Éric Freyssingeas, qui m'aura aidé à mettre le pied dans la matière molle en partant à l'étranger, ainsi que Catherine Barentin, qui tient en outre lieu de *dealer* officiel de Carbopol. Je me dois à ce stade de remercier également Laurent Potier, mon enseignant de physique de Spé, qui a certainement beaucoup contribué à l'époque mon enthousiasme pour la physique, mais a continué à me soutenir et à m'encourager constamment. Sa présence à ma soutenance m'a énormément touché. Je voudrais enfin remercier Thibaut Divoux pour son enthousiasme communicatif et sans borne, et pour sa bienveillance.

Je voudrais ensuite remercier mes nombreux voisins de bureau : merci donc chronologiquement à Caroline, à mon frère académique Christophe P. et à Mathieu qui m'ont accueilli au-dessus de la washboard ; à Christophe B., Brice, Denis et Antoine avec lesquels nous avons supporté la chaleur bourdonnante de la mezzanine rhéologie (et je reconnais y avoir ma part de responsabilité) ; et enfin à Jean-Yo avec qui nous aurons rédigé dans la joie et la bonne humeur, dans un bureau beaucoup moins froid qu'on ne nous l'avait prêté. Cette abondance de bureaux implique un nombre conséquent de déménagements, mais je n'en tiens pas rigueur au coupable, Thierry Dauxois, directeur de ce laboratoire, pour son constant souci du bien être de tous en général, et des doctorants en particulier.

Les autres thésards du laboratoire ont bien entendu une place dans ces remerciements : il est bien agréable de pouvoir partager nos quelques succès et nos échecs multiples avec nos compagnons d'infortune. Remercier nommément tout le monde serait beaucoup trop long et je me contenterai donc de citer mes plus proches soutiens : Michel, Robin et Jean-Yo, David, Étienne, Antoine. Je manque de place pour exprimer toute ma gratitude et dois donc me contenter de cette simple énumération, mais mes remerciements n'en sont pas moins profonds pour leur présence au quotidien. Merci

aux autres doctorants avec qui j'ai pu passer du temps que ce soit durant le repas de 11h45– ϵ , au cours des pauses sur la passerelle, ou au détour d'un couloir.

Même si aucune mention n'en sera plus faite dans ce manuscrit, l'enseignement a eu un rôle majeur au cours de ma thèse. Si ce n'est plus mon unique motivation, c'en est toujours une majeure et qui m'apporte de grandes satisfactions. Peter Holdsworth et Francesca Chilla, directeurs successifs du département, m'ont attribué des enseignements qui me convenaient parfaitement. La moitié de mon service concernait les travaux pratiques des L3. Je tiens à remercier très chaleureusement Cendrine Moskalenko et Denis Bartolo, qui m'ont eux aussi laissé libre de faire ce que je voulais et m'ont certainement appris beaucoup plus qu'ils ne le pensent. Merci également à ceux avec qui j'ai pu coencadrer divers TP. L'autre moitié de mon service s'effectuait en préparation à l'agrégation et je remercie Philippe Odier et Sylvain Joubaud pour la confiance qu'ils m'ont accordée, en particulier en me confiant les rênes du cours de capillarité. Je voudrais enfin remercier tous les étudiants qui m'ont subi, j'espère leur avoir apporté quelque chose en contrepartie de l'énorme satisfaction que j'ai eue à travailler avec eux et certains se reconnaîtront peut être plus particulièrement. Cette thèse a par ailleurs bénéficié du travail de trois stagiaires de l'ENS : Thibaut Minne, Louis Villa et Guillaume Jung. Je les remercie tous les trois pour le travail qu'ils ont fourni, sans se plaindre malgré la fournaise de la mezzanine rhéologie et les difficultés diverses.

En parallèle de ces activités officielles, il y en a eu quelques officieuses. Nous nous sommes d'une part lancés dans un vaste projet de physique expérimentale. À l'heure où j'écris ces lignes, nous tâchons péniblement d'y mettre un point final mais je ne doute plus que nous y parvenions. Merci à Michel, Étienne, Maxime, Jean-Baptiste, Antoine, Robin, Jean-Yo et David pour les moments de désespoir partagé face aux manip⁽¹⁾, et tout particulièrement à Arnaud Le Diffon, qui a initié le projet et que je souhaite remercier pour cela mais aussi pour ses conseils avisés et pour les bons moments passés ensemble. Je souhaite également remercier Sylvain Joubaud pour son soutien constant. Par ailleurs, j'ai eu la joie de participer à la fête de la science pendant ces trois années et je remercie Audrey Steinberger et Caroline Crauste pour l'organisation.

Enfin, il n'y a pas que le laboratoire dans l'existence. Merci donc à mes amis d'avant la thèse : Anne, Loren, Sylvie, Lorène, Nelly, Pierre, Bruno, Raphaëlle, depuis l'ENS ; Christophe, Mehdi, Jean-Baptiste et Alice, depuis la prépa (voire avant) ; et Tanguy et Laura, pour lesquels j'ai renoncé à compter. Merci également à ma famille (au sens étendu !) pour leur soutien permanent et leur aide sur laquelle on peut toujours compter.

(1). « Le réel nous en veut, il faut faire abstraction du réel » Robert B.

Table des matières

1	Fluides complexes	13
1.1	Solide ou liquide ?	14
1.1.1	Un discours socratique	14
1.1.2	Des comportements mécaniques variés	16
1.2	Rhéologie	16
1.2.1	Grandeurs rhéométriques	16
1.2.2	Tentative de classification des fluides complexes	19
1.3	Rhéométrie rotative	27
1.3.1	Principe du rhéomètre rotatif	27
1.3.2	Nécessité d'une caractérisation locale de l'écoulement	30
2	Ultrasons de puissance	35
2.1	Production et propagation d'ondes acoustiques dans les fluides	36
2.1.1	Ondes acoustiques linéaires	36
2.1.2	Production d'ondes acoustiques	41
2.2	Effets acoustiques non linéaires	46
2.2.1	Pression de radiation acoustique	48
2.2.2	Streaming acoustique	53
2.3	Observation et applications des effets acoustiques non linéaires	55
2.3.1	Premières observations et applications fondamentales	55
2.3.2	Applications thérapeutiques	57
2.3.3	Applications industrielles	58
2.3.4	Applications en microfluidique	59
2.3.5	Mise en forme de matériaux	61
3	Vers une mésorhéologie acoustique	63
3.1	Microrhéologie	64
3.1.1	Microrhéologie passive : principe et limitations	64
3.1.2	Microrhéologie active	65
3.1.3	Principe de l'expérience	67
3.2	Microgels de carbopol	69
3.2.1	Préparation et microstructure	70
3.2.2	Propriétés rhéologiques	70
3.3	Comportement rhéologique du carbopol en dessous du seuil	74
3.3.1	Fluage d'Andrade	75
3.3.2	Contraintes résiduelles	81

3.3.3	Effet de la concentration et des conditions aux limites	89
3.3.4	Recouvrance	92
3.4	Comparaison avec la mésorhéologie acoustique	96
3.4.1	Analyse des données de mésorhéologie	96
3.4.2	Discussion des résultats	101
3.4.3	Conclusions et perspectives	108
4	Fluidification d'un empilement granulaire	113
4.1	Généralités sur les matériaux granulaires	115
4.1.1	Spécificités des milieux granulaires	115
4.1.2	Empilements solides et plasticité	118
4.1.3	Écoulements de milieux granulaires	122
4.1.4	Vibrations, acoustique et milieux granulaires	129
4.2	Dispositif expérimental	133
4.2.1	Description de l'expérience	133
4.2.2	Excitation acoustique	134
4.2.3	Premières observations expérimentales	137
4.3	Principe des simulations numériques	140
4.3.1	Dynamique moléculaire	140
4.3.2	Interactions entre grains	142
4.3.3	Modélisation de l'expérience	143
4.3.4	Résultats des simulations	147
4.4	Caractéristiques de la fluidification	148
4.4.1	Intermittence	149
4.4.2	Hystérèse	156
4.4.3	Intermittence et hystérèse dans les lits fluidifiés	158
4.5	Modèle heuristique	159
4.5.1	Description et justification du modèle	159
4.5.2	Observations	160
4.5.3	Effet des différents paramètres	162
4.6	Perspectives et bilan	165
4.6.1	Effet des paramètres expérimentaux sur l'hystérèse	165
4.6.2	Autres types d'excitations acoustiques	165
4.6.3	Effet des interactions entre grains	167
4.6.4	Réponse mécanique locale d'un empilement bloqué	168
4.6.5	Résumé du chapitre	169
5	Effets d'ultrasons de puissance sur la rhéologie d'un gel colloïdal	171
5.1	Présentation de l'expérience	172
5.1.1	Dispositif	172
5.1.2	Gels de noir de carbone	176
5.2	Résultats expérimentaux	181
5.2.1	Courbe d'écoulement	181
5.2.2	Modules viscoélastiques	182
5.2.3	Fluidification à contrainte imposée	185
5.3	Discussion	186

5.3.1	Glissement	186
5.3.2	Forces normales	188
5.3.3	Effet irréversible	189
5.3.4	Conclusion et perspectives	191
Annexe A Couple en géométrie cône-plan		195
A.1	Écoulement de base	195
A.2	Calcul du couple	196
Annexe B Acoustique linéaire		197
B.1	Description des ondes acoustiques linéaires	197
B.1.1	Équation de propagation	197
B.1.2	Propagation de l'énergie	198
B.1.3	Comportement aux interfaces	199
B.2	Diffraction des ondes sonores	201
B.2.1	Fonction de Green causale	201
B.2.2	Équation de Helmholtz	202
B.2.3	Formule de Kirchhoff	203
B.2.4	Formule de Rayleigh-Sommerfeld	204
Annexe C Modèle de cavité acoustique unidimensionnelle		207

Introduction

Parmi les découvertes majeures du XX^e siècle, on oublie souvent de mentionner la découverte dans les années 1930 des défauts dans les métaux, grâce à des méthodes de diffraction des rayons X. Leur existence répond pourtant à une question essentielle, sur laquelle butaient les métallurgistes depuis des années [Rodriguez96] : pourquoi les métaux peuvent-ils se déformer irréversiblement sans casser ? Il est assez paradoxal de penser que les théories de la relativité générale et de la mécanique quantique, décrivant avec une redoutable efficacité la physique à des échelles extrêmement grandes et petites, étaient déjà connues et en grande partie développées alors que nous étions incapables d'expliquer cette observation banale, exploitée depuis des millénaires pour travailler les métaux. Si la théorie de l'élasticité était bien établie à l'époque, permettant une description appropriée des petites déformations des métaux, la compréhension des déformations plastiques nécessite de faire appel aux défauts, à leur accumulation et à leurs mouvements sous l'effet de contraintes.

L'état solide ne se limite toutefois pas aux structures cristallines : de nombreuses structures désordonnées sont capables de résister à des efforts de cisaillement modérés. Milieux granulaires, émulsions, mousses, cristaux liquides, matériaux polymères, *etc.* : tous ces matériaux apparaissent comme solides, et sont omniprésents dans la vie quotidienne, dans l'industrie ou encore dans la nature. La description de leurs propriétés mécaniques est donc un enjeu majeur, tant du point de vue fondamental qu'au niveau applicatif.

Tous ces systèmes sont en apparence très différents, par la nature chimique de leurs constituants, leur taille, ou encore leur organisation microscopique. Ils n'en présentent pas moins des similitudes frappantes dans leur réponse à des sollicitations mécaniques. Leur étude a connu un intérêt croissant tout au long du siècle dernier et constitue un domaine extrêmement florissant de la physique actuelle, que l'on désigne, à la suite de de Gennes [deGennes92], sous le terme de « matière molle ». Ce domaine se situe à la croisée des chemins entre diverses disciplines : élasticité, mécanique des fluides, physique statistique, chimie organique et inorganique, *etc.* Les études expérimentales et numériques y sont multiples, les théories concurrentes également.

Dans cette branche de la physique, les expériences ont l'avantage d'être accessibles : nous pouvons produire ces matériaux, les observer ou encore agir dessus en laboratoire sans recourir à un outillage outrageusement sophistiqué. Les techniques expérimentales modernes permettent d'obtenir des informations précises et nombreuses sur la structure microscopique des matériaux mous et la façon dont ils se déforment. Parmi elles, les méthodes de vélocimétrie ultrasonore constituent une technique fructueuse : la bonne pénétration des ultrasons dans les matériaux mous permet en effet de mesurer

en profondeur les écoulements qui s’y produisent, par des techniques reposant sur le principe de l’échographie. L’emploi d’ultrasons de faible intensité permet ici d’obtenir des images des systèmes étudiés, et de cartographier leurs champs de déformation ou de vitesse de façon non invasive.

Par ailleurs, il est connu depuis longtemps que des ultrasons de forte puissance sont susceptibles d’exercer des forces stationnaires dans la matière : au-delà d’un simple rôle de sonde, il semble donc possible d’utiliser les ondes acoustiques pour agir activement sur les matériaux. Comment pouvons-nous exploiter une telle interaction entre des ondes acoustiques intenses et des matériaux mous ? Pouvons-nous l’utiliser pour obtenir des informations sur les propriétés mécaniques de ces matériaux ? Pouvons-nous modifier leur structure ? Mon travail de thèse avait pour but d’aborder ces questions expérimentalement, en mettant en place différents dispositifs originaux.

Nous avons tout d’abord cherché à adapter les techniques existantes de microrhéologie en utilisant des ondes acoustiques. Nous analysons pour cela le déplacement de traceurs sous l’effet des forces engendrées par les ultrasons et cherchons ainsi à caractériser localement à l’échelle du traceur la rhéologie de l’échantillon. Les forces et les tailles caractéristiques observées ici sont notablement supérieures à celles impliquées dans les techniques classiques, si bien que nous qualifions notre méthode de « mésorhéologie acoustique ». Afin d’en démontrer l’intérêt et d’en explorer les limites, nous l’avons appliquée à l’étude du fluage d’un fluide à seuil simple, un microgel de carbopol, puis nous avons comparé nos résultats à ceux obtenus en rhéométrie standard.

Ensuite, nous avons observé et caractérisé l’action directe d’ultrasons sur la microstructure de matériaux mous dans deux situations distinctes. D’une part, nous avons montré qu’il est possible de débloquent et de mettre en écoulement un empilement granulaire sans contact direct en utilisant des ultrasons focalisés à haute fréquence. Nous avons caractérisé expérimentalement et numériquement la fluidification observée. La transition solide-liquide des milieux granulaires est un sujet d’intérêt à la fois appliqué et fondamental, et notre dispositif ouvre la voie à des études locales de cette fluidification. D’autre part, nous avons appliqué des ultrasons à plus basse fréquence à un gel colloïdal de noir de carbone tout en mesurant sa rhéologie. Cette étude est encore principalement qualitative mais les effets observés sont conséquents et prometteurs.

Dans ce manuscrit, nous commencerons par introduire les notions de base utiles pour la suite de la thèse. Dans le chapitre 1, nous décrivons plus en détails ce que sont ces matériaux mous et la façon dont nous pouvons décrire et quantifier leurs propriétés mécaniques. Ensuite, dans le chapitre 2, nous décrivons les ultrasons de puissance, leur production, leur propagation et leurs effets sur la matière.

Les chapitres suivants présentent les résultats originaux obtenus au cours de cette thèse, en introduisant au fur et à mesure les méthodes et systèmes spécifiques utilisés. Dans le chapitre 3, nous présentons la technique de « mésorhéologie ultrasonore », et l’employons pour caractériser la rhéologie d’un microgel de carbopol. Dans le chapitre 4, nous nous intéressons à la fluidification d’un empilement de grains par des ultrasons focalisés de haute fréquence. Enfin, dans le chapitre 5, nous décrivons l’effet que des vibrations de fréquence plus basse peuvent avoir sur les propriétés mécaniques d’un gel colloïdal.

Chapitre 1

Fluides complexes

Depuis la mollesse d'une éponge mouillée jusqu'à la dureté d'une pierre ponce, il y a des nuances infinies.

Honoré de Balzac, *La Peau de chagrin*.

Sommaire

1.1 Solide ou liquide ?	14
1.1.1 Un discours socratique	14
1.1.2 Des comportements mécaniques variés	16
1.2 Rhéologie	16
1.2.1 Grandeurs rhéométriques	16
1.2.2 Tentative de classification des fluides complexes	19
1.3 Rhéométrie rotative	27
1.3.1 Principe du rhéomètre rotatif	27
1.3.2 Nécessité d'une caractérisation locale de l'écoulement	30

A priori, les comportements mécaniques de la matière qui nous entourent peuvent être classés selon deux catégories : les fluides et les solides. Les choses ne sont toutefois pas si simples qu'elles le semblent de prime abord et de nombreux matériaux peuvent présenter des caractéristiques intermédiaires entre ces deux cas limites : ce sont les matériaux mous, ou fluides complexes. Dans ce premier chapitre, nous décrivons ces systèmes et introduisons la manière de les décrire et de les caractériser.

1.1 Solide ou liquide ?

1.1.1 Un discours socratique

Comme nous venons de l'affirmer, beaucoup de matériaux qui nous entourent résistent à une classification simpliste entre fluide et solide. Pour introduire ce problème à un public de non spécialistes, comme les collégiens venant effectuer un stage au laboratoire ou les visiteurs, jeunes et moins jeunes, de la Fête de la Science, une première question intéressante à poser est de savoir comment définir un solide et un liquide. La discussion qui en résulte est étonnamment reproductible. Plutôt que de la rapporter telle qu'elle ou encore de la résumer dans un style académique que je me ferai fort d'adopter tout au long de cette thèse, j'ai choisi de me remémorer mon passé d'helléniste et d'en faire un exercice de style en faisant discuter Socrate et certains de ses amis usuels, le rôle de Socrate m'incombant, ce qui est plutôt valorisant.

« Σωκράτης – Mais, cher Parménide, examinons donc cela ensemble, si tu le veux bien : qu'est-ce donc qu'un solide et un liquide ?

Παρμενίδης – Socrate, voilà une question bien élémentaire, et je ne crois pas utile de gaspiller notre temps à y répondre.

Σωκράτης – Pourquoi ne pas essayer cependant ? La journée commence tout juste, et si la question n'en vaut pas la peine, nous aurons tôt fait d'en venir à bout et de discuter de problèmes plus essentiels.

Παρμενίδης – Eh bien, soit, puisque tu le désires. L'eau que nous buvons est bien naturellement un liquide, tandis que la table de ce bon Céphale, autour de laquelle nous discutons, est manifestement solide.

Σωκράτης – Dis moi, Céphale, es-tu en ce qui te concerne satisfait de cette réponse ?

Κέφαλος – Certes non, mon ami, mais je serais quant à moi bien en peine d'en donner une meilleure. Un liquide n'est pas solide, tout comme un solide n'est pas liquide, mais ce n'est là qu'une tautologie.

Σωκράτης – Je suis de ton avis, Céphale. Si certains, que je ne nommerai pas, par d'habiles ruses peuvent faire passer une accumulation d'exemples pour une définition à des esprits peu éclairés, nous ne devons assurément pas nous laisser abuser par de tels subterfuges.

Παρμενίδης – Mais alors, Socrate, si ni Céphale ni moi ne parvenons à répondre, penses-tu donc pouvoir faire mieux ?

Σωκράτης – Peut-être, mais comme cette question ne t'intéresse pas, Parménide, je ne voudrais pas t'imposer que nous nous y attardions.

Κέφαλος – Socrate, mon ami, il est bien peu charitable de ta part de te rire ainsi de nous.

Σωκράτης – Mais, cher Céphale, loin de moi l'idée de me moquer : le plaisir de la conversation doit être partagé. Ainsi donc, vous souhaitez, Parménide et toi, réfléchir à cette question anodine ?

Κέφαλος – Oui, certes, par Zeus.

Παρμενίδης – J'y consens, Socrate, tu m'intrigues.

Σωκράτης – Réfléchissons alors ensemble, si vous le voulez bien. Qu'est-ce donc qui pourrait différencier, par exemple, la terre, qui est manifestement solide, de la mer, assurément liquide ?

Παρμενίδης – Nous pouvons rester sur la terre sans effort et sans difficulté, alors qu'étant immergé dans l'eau, si nous restons immobile, nous nous noyons.

Σωκράτης – C'est donc la preuve que les liquides se déforment plus aisément que les solides. Mais vous serez d'accord avec moi pour affirmer qu'il est également possible de déformer un solide : observez donc la branche de cet arbre que nous voyons par la fenêtre. Vous conviendrez qu'elle est solide.

Κέφαλος – Tout à fait, Socrate, cela me semble sensé.

Σωκράτης – Mais malgré cela, le vent la déforme. C'est donc que nous ne pouvons pas nous contenter de l'aptitude à se déformer pour différencier un liquide d'un solide. Cependant si le vent cesse, la branche revient à sa position antérieure. Au contraire, la mer agitée par la brise s'écoule encore quand le vent cesse, et ne revient pas à son état antérieur.

Παρμενίδης – Assurément non.

Σωκράτης – C'est donc que le solide possède une forme propre, à laquelle il retourne, si toutefois l'on n'a pas exercé une force trop grande sur lui. Au contraire, un liquide n'a pas de forme spécifique, et s'écoule sous l'action de n'importe quel effort : l'eau que tu citais précédemment, Parménide, ne prend-elle pas la forme de la cruche en laquelle elle se trouve ?

Παρμενίδης – Si, manifestement.

Σωκράτης – Voilà donc certainement une bonne façon de distinguer un liquide d'un solide. Cependant, poussons un peu plus le raisonnement si vous le voulez bien, mes amis, et considérons par exemple l'argile qu'utilisent les potiers. Assurément, ils peuvent la modeler à leur guise, et il n'est pas nécessaire d'avoir la force d'Héraklès pour le faire.

Κέφαλος – C'est l'évidence même, Socrate, je le reconnais.

Σωκράτης – Mais, néanmoins, quand le potier cesse de la travailler, l'argile conserve la forme qu'il a voulu lui donner, et suffisamment longtemps pour qu'il ait le temps de la cuire.

Παρμενίδης – Certes oui.

Σωκράτης – Mais alors, mes amis, que dire de l'argile, est-ce un solide ou un liquide ? »

Voilà une question intéressante, un bon point d'arrêt pour ce discours, et un point de départ pour de nombreuses études. L'argile est un exemple parmi d'autres : mayonnaise, coulées de boue, ketchup, crèmes cosmétiques, gelées, polymères, etc. Il n'est pas possible, sans information supplémentaire, d'affirmer que ces matériaux sont solides ou liquides. Ce sont tous ces matériaux aux propriétés mécaniques intermédiaires que nous appelons matériaux mous ou fluides complexes.

1.1.2 Des comportements mécaniques variés

Une première condition importante à préciser est celle de l'échelle de temps sur laquelle on observe le système étudié. Que l'on en croie Héraclite d'Éphèse et son « Πά-ντα ῥεῖ » ou Déborah qui s'exclame que « les montagnes s'écoulèrent devant l'Éternel » (Juges,5:5), tout semble pouvoir s'écouler à condition de faire preuve de suffisamment de patience. De nombreux matériaux, des solutions de polymères aux glaciers, présentent des comportements solides aux temps courts et liquides aux temps longs : on parle de « viscoélasticité ».

Un autre aspect important à considérer est l'intensité de la contrainte à laquelle l'on soumet le matériau. Si « patience et longueur de temps » permettent de voir un matériau s'écouler, elles ne font pas forcément « plus que force ni que rage », n'en déplaise au poète. De nombreux fluides voient leur viscosité, c'est-à-dire leur résistance à l'écoulement, évoluer avec la force à laquelle ils sont soumis : certains, comme les solutions de polymères ou le sang, se fluidifient (on parle de liquides « rhéofluidifiants ») alors que d'autres, comme certaines suspensions concentrées, deviennent de plus en plus visqueux (on parle de liquides « rhéoépaississants »). Plus radicalement, certains matériaux, les fluides à seuil, ne se mettent en écoulement que si la contrainte qui leur est appliquée dépasse une certaine valeur critique.

Enfin, de nombreux fluides peuvent voir leurs propriétés évoluer au cours du temps sous l'effet d'un écoulement : certains, dits thixotropes, deviennent de plus en plus fluides au cours du temps alors que d'autres, réopectiques, ont une viscosité croissante et deviennent parfois même solides.

Tous ces fluides complexes, en apparence très disparates, ont en commun l'existence d'une structure mésoscopique désordonnée et de grande taille en comparaison des tailles atomiques, à l'origine de leurs propriétés inhabituelles. Pour les suspensions ou les gels colloïdaux, les colloïdes forment cette échelle intermédiaire, d'une taille de quelques centaines de nanomètres. Dans le cas d'émulsions ou de mousses, ce sont respectivement les gouttes et les bulles qui forment la mésostructure, avec des tailles micro-, voire millimétriques. Enfin, dans le cas des matériaux granulaires, cette échelle peut atteindre des échelles centimétriques.

1.2 Rhéologie

La rhéologie est le domaine de la physique qui se consacre à la description et à l'étude des écoulements de fluides complexes, et nous allons maintenant en présenter un rapide aperçu. Nous commencerons par définir les observables employées puis verrons comment les mesurer (on parle de rhéométrie). Nous pourrions alors définir de façon plus précise quelques grandes classes de comportements.

1.2.1 Grandeurs rhéométriques

Afin de décrire les propriétés mécaniques des matériaux, nous devons nous doter de grandeurs indépendantes de la géométrie de l'échantillon considéré.

Contrainte et déformation

Tout d'abord, définissons le tenseur des contraintes. Considérons une surface $d\vec{S} = dS \vec{n}$ élémentaire située en \vec{r} : elle subit de la part du matériau une force

$$\vec{F}(\vec{r}) = \boldsymbol{\sigma}(\vec{r}) \cdot d\vec{S} = \sum_{i,j} \sigma_{ij} n_j dS \vec{e}_i. \quad (1.1)$$

Cette relation définit le tenseur des contraintes $\boldsymbol{\sigma}(\vec{r})$: $\sigma_{ij}(\vec{r})$ est la force surfacique appliquée dans la direction \vec{e}_i à une surface de normale \vec{e}_j située au point \vec{r} . On peut montrer que l'équilibre des couples en volume dans le matériau implique la symétrie du tenseur des contraintes.

L'application d'une contrainte engendre une déformation du matériau, décrite par le champ de déformation lagrangien $\vec{u}(\vec{r}, t)$. Un volume élémentaire de matériau situé au point \vec{r} à l'instant t se trouvera à l'instant ultérieur $t + dt$ en $\vec{r} + \vec{u}(\vec{r}, t)$. Le tenseur des déformations $\boldsymbol{\gamma}$ est défini comme la partie symétrique du gradient du champ de déformation :

$$\gamma_{ij} = \frac{1}{2} \left(\frac{\partial u_i}{\partial x_j} + \frac{\partial u_j}{\partial x_i} \right). \quad (1.2)$$

Pour des matériaux fluides, la contrainte engendre plutôt un écoulement, décrit par un champ de vitesse $\vec{v}(\vec{r}, t) = \partial_t \vec{u}(\vec{r}, t)$. On définit alors le tenseur des taux de déformations $\dot{\boldsymbol{\gamma}}$ comme la dérivée temporelle du tenseur des contraintes. Il correspond à la partie symétrique du gradient de vitesse :

$$\dot{\gamma}_{ij} = \frac{1}{2} \left(\frac{\partial v_i}{\partial x_j} + \frac{\partial v_j}{\partial x_i} \right). \quad (1.3)$$

Cas d'un cisaillement simple

En rhéologie, un écoulement d'importance particulière est le cisaillement simple, représenté dans la figure 1.1, où le matériau est cisailé entre une plaque fixe et une plaque mobile.

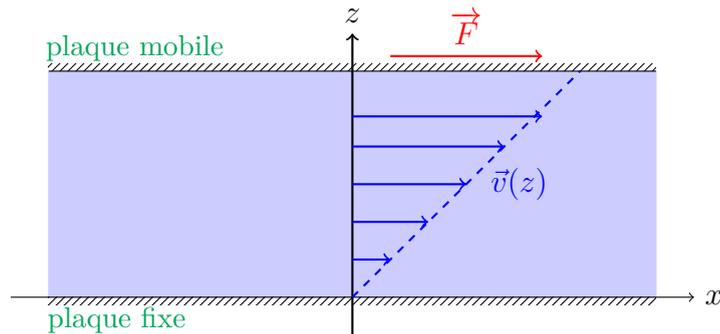


FIGURE 1.1 – Écoulement de cisaillement simple : un fluide est confiné entre deux plaques. On applique une force \vec{F} sur la plaque supérieure, induisant ainsi un écoulement décrit par le champ de vitesse $\vec{v}(z)$.

Considérons le cas d'un matériau fluide piégé entre deux plaques horizontales de surface S . En régime stationnaire, l'application d'une force $\vec{F} = F\vec{e}_x$ tangentielle à la plaque supérieure engendre une déformation du matériau dans la direction \vec{e}_x .

Dans le cas d'un comportement solide, en régime stationnaire, la contrainte induit une déformation $\vec{u}(\vec{r}) = u(z)\vec{e}_x$. Dans le cas d'un comportement liquide, c'est un écoulement qui s'établit, décrit par un profil de vitesse stationnaire laminaire $\vec{v}(\vec{r}) = v(z)\vec{e}_x$.

Les tenseurs définis précédemment possèdent alors une unique composante indépendante non nulle : $\sigma_{xz} = \sigma_{zx} \equiv \sigma$ pour le tenseur des contraintes, appelée contrainte de cisaillement, $\gamma_{xz} = \gamma_{zx} \equiv \gamma$ pour le tenseur des déformations, appelée déformation, et $\dot{\gamma}_{xz} = \dot{\gamma}_{zx} \equiv \dot{\gamma}$ pour le tenseur des taux de déformation, appelée taux de cisaillement.

En régime linéaire, la réponse mécanique du matériau est proportionnelle à la sollicitation extérieure. Pour un solide élastique, la loi de Hooke

$$\sigma = G\gamma \quad (1.4)$$

relie contrainte et déformation en définissant le module élastique statique G . Dans le cas de fluides simples, contrainte et taux de cisaillement sont liés par la loi de Newton

$$\sigma = \eta\dot{\gamma} \quad (1.5)$$

définissant η , la viscosité de cisaillement du fluide.

Modules viscoélastiques

Les grandeurs définies dans le paragraphe 1.2.1 sont bien adaptées à la description d'écoulements permanents. Cependant, nous avons vu que l'échelle de temps associée à la sollicitation mécanique était cruciale pour définir la réponse du milieu. Dans l'hypothèse d'une réponse mécanique linéaire du matériau, une description complète de la réponse à une excitation dépendant du temps est donnée par la réponse à une excitation harmonique.

Considérons donc une contrainte oscillante à la pulsation ω : $\sigma_\omega(t) = \sigma_o(\omega) \cos(\omega t)$. Dans le domaine linéaire, elle induit une déformation à la même fréquence, éventuellement déphasée : $\gamma_\omega(t) = \gamma_o(\omega) \cos(\omega t + \phi_0)$. En notation complexe, on a donc $\sigma_\omega^*(t) = \sigma_o(\omega)e^{i\omega t}$ et $\gamma_\omega^*(t) = \gamma_o(\omega)e^{i(\omega t + \phi_0)}$. On peut alors généraliser les lois de Hooke et de Newton par la loi de Hooke généralisée

$$\sigma_o(\omega) = G^*(\omega)\gamma_o(\omega) \quad (1.6)$$

où $G^*(\omega)$ est le module viscoélastique du matériau. Sa partie réelle $G'(\omega)$ caractérise l'amplitude de la réponse du matériau en phase avec l'excitation, dont on peut montrer qu'elle ne dissipe pas d'énergie : on parle de module élastique ou de stockage. Sa partie imaginaire $G''(\omega)$ décrit *a contrario* l'amplitude de la réponse du matériau en opposition de phase, strictement dissipative : on parle de module visqueux (ou module de perte). On peut également définir la complaisance de cisaillement complexe $J^*(\omega) = 1/G^*(\omega)$ qui donne

$$\gamma_o(\omega) = J^*(\omega)\sigma_o(\omega) \quad (1.7)$$

Le formalisme de Fourier permet alors de décrire la réponse du matériau à une sollicitation quelconque

$$\sigma(t) = \Re \left[\int d\omega \sigma_o(\omega) e^{i\omega t} \right]. \quad (1.8)$$

En effet, en régime linéaire, les différentes fréquences n'interagissent pas, de sorte que la loi de Hooke fournit

$$\gamma(t) = \Re \left[\int d\omega J^*(\omega) \sigma_o(\omega) e^{i\omega t} \right] = \int_{-\infty}^t d\tau J(t - \tau) \sigma(\tau) \quad (1.9)$$

où l'on a introduit la complaisance de fluage $J(t)$, définie comme la transformée de Fourier inverse de la complaisance de cisaillement complexe. $J(t)$ caractérise l'effet de la contrainte appliquée à l'instant τ sur la déformation à un instant $t + \tau$.

Pour que cette description soit valable, insistons sur la nécessité de se cantonner au domaine linéaire, c'est-à-dire de travailler à des fréquences et à des déformations suffisamment basses pour ne pas solliciter des aspects non linéaires de la dynamique microscopique. Au-delà de cette limite, on entre dans le domaine de la viscoélasticité non linéaire : la réponse rhéologique du matériau fait alors apparaître des composantes harmoniques. L'analyse de ce régime a donné lieu à de multiples travaux ces dernières années, notamment avec le développement de la rhéologie par transformée de Fourier [Wilhelm02b, Hyun11, Dimitriou13, deSouza Mendes14].

1.2.2 Tentative de classification des fluides complexes

Munis de grandeurs permettant une description quantitative de la rhéologie d'un fluide, nous pouvons revenir sur les différents comportements mécaniques observables. On peut classer les propriétés observées en trois catégories : celles liées à l'échelle de temps associée à la sollicitation mécanique (propriétés viscoélastiques), à l'intensité de la contrainte (propriétés non newtoniennes) et à l'évolution temporelle de la structure sous écoulement (vieillessement). Gardons néanmoins à l'esprit que ces propriétés ne s'excluent nullement et se retrouvent simultanément dans de nombreux systèmes [deGennes92, Oswald05, Fardin14a].

Viscoélasticité linéaire

Aux deux extrémités du spectre des comportements mécaniques sont les solides élastiques et les fluides simples, dont la réponse est indépendante de l'échelle de temps associée à la sollicitation. Pour le solide élastique, la loi de Hooke $\sigma = G\gamma$ nous permet directement d'identifier $G'(\omega) = G$ et $G''(\omega) = 0$. Pour le fluide simple, la loi de Newton $\sigma = \eta\dot{\gamma}$ donne, une fois convertie dans le domaine de Fourier, $G'(\omega) = 0$ et $G''(\omega) = \eta\omega$.

La viscoélasticité se traduit par la coexistence d'un module élastique et d'un module visqueux simultanément non nuls et dépendant de la fréquence. De multiples matériaux présentent de telles propriétés, et les mécanismes physiques reposent toujours sur l'existence d'un temps de relaxation microscopique, nécessaire pour que la structure du matériau réagisse aux contraintes. Pour des fréquences grandes devant la fréquence de relaxation, la structure n'a pas le temps de s'ajuster à l'excitation mécanique et répond en bloc, de façon solide. Au contraire, à basse fréquence, le matériau a le temps de

s'écouler et présente donc une réponse visqueuse. Dans la suite de ce paragraphe, nous nous contentons de décrire la viscoélasticité linéaire, c'est-à-dire dans le régime où la déformation est suffisamment faible pour que la réponse rhéologique du matériau reste proportionnelle à l'excitation.

La relative simplicité du mécanisme à la base de la viscoélasticité explique l'ubiquité de cette propriété : initialement très étudiée pour les solutions de polymères [Doi86, deGennes79] dans divers régimes de concentration, elle se retrouve dans de multiples systèmes tels les gels, les émulsions [Mason97c], les mousses [Höhler05] ou encore les micelles géantes [Rehage91]. Ces exemples correspondent à des temps de relaxation courts, inférieurs à la seconde, et qui nous sembleront par conséquent « plutôt fluides » dans des conditions d'observation habituelles. Des systèmes peuvent également avoir des temps de relaxation beaucoup plus long, comme les laves, la poix, ou encore les glaciers (voir photographie 1.2(b)) : nous apparaissant comme « plutôt solides », ils s'écoulent sur des temps extrêmement longs.

Nous pouvons citer l'expérience de la goutte de poix (voir photographie 1.2(a)), qui possède le record de l'expérience en continu la plus longue, et qui se poursuit encore à l'université du Queensland en Australie. En 1927, le professeur Thomas Parnell a coulé de la poix chaude dans un entonnoir bouché : après avoir laissé le système solidifier pendant trois ans, il a coupé le bouchon de l'entonnoir. Depuis, la poix s'écoule extrêmement lentement, neuf gouttes seulement ayant chu à cette heure.



(a) Expérience de la goutte de poix.



(b) Glacier de la côte orientale du Groenland. Reproduite avec l'autorisation de Pierre Thomas. Notons que l'écoulement est également dû à des déformations plastiques en profondeur.

FIGURE 1.2 – Exemples de matériaux viscoélastiques au temps de relaxation long.

Illustrons plus précisément cette propriété de viscoélasticité sur le cas d'un système modèle, les micelles géantes, dont la dépendance en fréquence des modules viscoélastiques est représentée sur la figure 1.3. Il s'agit d'une solution de tensioactif (bromure de cetyltriméthylammonium, $c_{\text{CTAB}} = 0.3 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$) et de sel (nitrate de sodium $c_{\text{NaNO}_3} = 0.4 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$) dans de l'eau distillée. Les tensioactifs s'organisent en longues micelles cylindriques, donnant aux matériaux ses propriétés non-newtoniennes. La viscoélasticité est ici manifeste : les modules élastique et visqueux sont simultanément non nuls et dépendent nettement de la fréquence d'excitation. Une pulsation particulière ω_c apparaît pour laquelle les modules se croisent : à basse fréquence $\omega < \omega_c$, le module visqueux est plus grand que le module élastique, et la réponse du matériau est

principalement fluide, alors qu'à haute fréquence $\omega > \omega_c$, le module élastique domine et la réponse est solide.

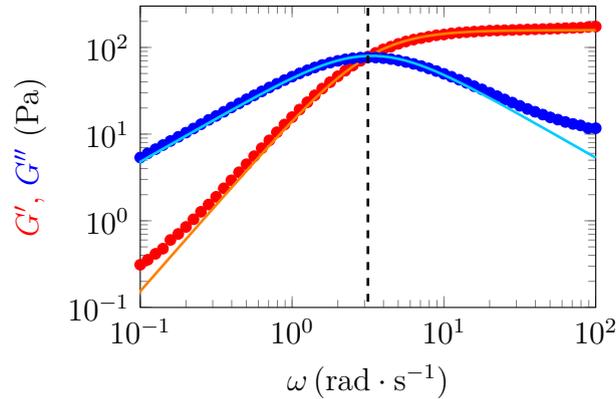


FIGURE 1.3 – Modules viscoélastiques de micelles géantes (mélange CTAB/NaNO₃), mesurés pour une amplitude d'oscillation $\gamma_o = 1\%$. Les courbes pleines représentent un ajustement par le modèle de Maxwell (équation (1.10)) avec $G = 160$ Pa et $\tau = 0.3$ s.

Les modules viscoélastiques d'un tel système sont ajustés de façon satisfaisante par un modèle empirique simple : le modèle de Maxwell [Clerk Maxwell67]. La réponse de la solution micellaire est modélisée par la mise en série d'un élément purement élastique, de module élastique G , et d'un élément purement visqueux, de viscosité η , comme représenté sur la figure 1.4.

La déformation totale de l'élément est $\gamma = \gamma_e + \gamma_v$, et chaque sous-élément possède une relation constitutive $\sigma = G\gamma_e = \eta\dot{\gamma}_v$. On aboutit à l'expression suivante pour les modules viscoélastiques

$$G'(\omega) = \frac{G(\omega\tau)^2}{1 + (\omega\tau)^2} \quad \text{et} \quad G''(\omega) = \frac{G\omega\tau}{1 + (\omega\tau)^2} \quad (1.10)$$

où $\tau = \eta/G = \omega_c^{-1}$ correspond à un temps de relaxation microscopique.

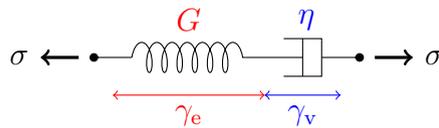


FIGURE 1.4 – Modèle de Maxwell : on met en série un élément élastique de raideur G et un élément visqueux de viscosité η .

Ce type de modèle peut être enrichi, en mettant des réseaux d'éléments visqueux et élastiques en parallèle et en série, ce qui permet de rendre compte de façon satisfaisante de la viscoélasticité de nombreux matériaux. Ces descriptions, introduites phénoménologiquement ici, peuvent s'obtenir à partir d'approches microscopiques explicitant le lien entre les différents paramètres et la dynamique de la microstructure. C'est par exemple le cas pour les polymères [Doi86, deGennes79], ou pour les micelles géantes [Cates06], quoiqu'avec un succès plus discutable.

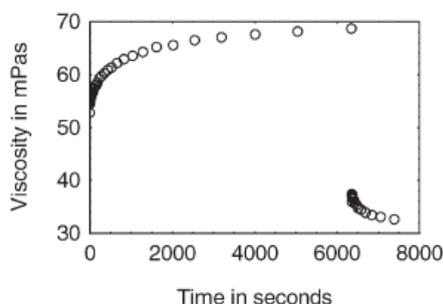


FIGURE 1.5 – Figure tirée de [Møller06], illustration de la thixotropie. Évolution au cours du temps d’une suspension de bentonite ($c = 5\%$) : après un précisaillement à un taux 100 s^{-1} pendant 5000 s, on impose un taux de cisaillement inférieur, égal à 25 s^{-1} , pendant 6000 s. On constate que la viscosité de l’échantillon augmente alors progressivement, traduisant la restructuration du matériau. Ensuite, le taux de cisaillement est à nouveau augmenté à 100 s^{-1} et l’on constate une diminution progressive de la viscosité.

Évolution de la microstructure

Sur des échelles de temps plus longues, la microstructure de certains matériaux peut également évoluer. Ce changement progressif de structure peut s’observer pour un matériau au repos : on parlera alors de « vieillissement ». Par exemple, la gravité peut induire une lente séparation des phases d’un fluide diphasique comme une émulsion ou une suspension, menant à une sédimentation ou à un crémage. Elle peut également induire des écoulements de drainage dans les mousses [Wang16]. Un autre phénomène est le mûrissement d’Ostwald : du fait de la tension de surface, les petites bulles d’une mousse (ou les gouttes d’une émulsion) se vidangent progressivement dans les plus grosses, menant à une évolution de la distribution de tailles de la microstructure et par conséquent de la rhéologie du système.

Les systèmes présentant des interactions attractives entre éléments mésoscopiques ont tendance à se structurer et à se rigidifier peu à peu au repos. Cependant, un écoulement de cisaillement tend à détruire cette structure : on parle de « rajeunissement ». La compétition entre le vieillissement spontané, qui durcit le matériau, et le rajeunissement sous cisaillement, qui le fluidifie, donne lieu au phénomène de thixotropie [Mewis79, Barnes97].

Plus exactement, partant d’un état fluide, si l’on augmente le taux de cisaillement imposé, la viscosité d’un matériau thixotrope, définie comme le rapport $\eta = \sigma/\dot{\gamma}$, va décroître au cours du temps, comme illustré sur la figure 1.5. La thixotropie a été initialement observée dans des peintures, pour lesquelles on met cette propriété à profit, mais a depuis été étudiée dans de nombreux systèmes comme des émulsions adhésives [Bécu06, Ragouilliaux07], des suspensions de bentonite [Coussot02, Raynaud02, da-Cruz02] ou de laponite [Pignon96, Willenbacher96]. Notons également que le cisaillement peut entrer en compétition avec la sédimentation en resuspendant le matériau, et donner des comportements comparables [Lenoble05].

Certains matériaux, plus rares, présentent la propriété inverse : partant d’un état fluide, une augmentation du taux de cisaillement causera une croissance progressive de

la viscosité. On parle alors d'antithixotropie ou de rhéopectie. Ce phénomène s'observe avec la crème fouettée par exemple, ou avec les gels de noir de carbone [Ovarlez13b].

Il est important de bien distinguer la viscoélasticité de la thixotropie. La viscoélasticité est une propriété se manifestant dès le régime rhéologique linéaire et correspond à l'existence d'un temps de réponse du matériau à la sollicitation appliquée. Au contraire, la thixotropie est une propriété intrinsèquement non linéaire qui traduit une modification structurelle du matériau sous l'effet de l'écoulement.

Les principaux modèles pour décrire la thixotropie sont des modèles empiriques reliant les champs de contrainte et de cisaillement définis à une échelle mésoscopique. D'une part, les « modèles λ » [Barnes97, Coussot02, Møller06, Ovarlez13b] introduisent un paramètre phénoménologique λ caractérisant l'état de structuration du système. On considère alors le couplage entre une loi d'écoulement $\sigma = f(\dot{\gamma}, \lambda)$ tenant compte de la structure du matériau et une loi empirique $\partial_t \lambda = F(\lambda, \sigma)$ décrivant l'évolution temporelle de la structure sous cisaillement. D'autre part, les modèles de fluidité [Derec01, Picard02] considèrent une équation d'évolution de la contrainte de la forme $\partial_t \sigma = -D(t)\sigma + G\dot{\gamma}$, traduisant la compétition entre une accumulation de contrainte élastique et une relaxation visqueuse, gouvernée par un paramètre de fluidité $D(t)$. L'équation d'évolution pour $D(t)$ est obtenue par un développement « à la Landau » de $\partial_t D$ en puissances de D , caractérisant le vieillissement au repos, auquel l'on ajoute un terme $f(\sigma, \dot{\gamma}, D)$ introduisant un couplage avec l'écoulement. Il est également possible de prendre en compte une évolution spatiale de D , en ajoutant des termes diffusifs dans f .

Fluides non newtoniens

Une autre source de complexité provient d'une possible dépendance de la rhéologie du matériau avec l'échelle de force à laquelle il est soumis. En écoulement, cela se traduit par une évolution de la viscosité avec le taux de cisaillement, non prise en compte par la loi de Newton. Cette dépendance s'observe par une non-linéarité de la courbe d'écoulement, c'est-à-dire de l'évolution de la contrainte avec le taux de cisaillement en régime stationnaire.

Si la viscosité diminue avec le taux de cisaillement, le fluide est dit « rhéofluidifiant ». C'est le cas des micelles géantes [Rehage91], des solutions de polymères [Ferry80] ou du sang [Baskurt03], par exemple. Cette propriété provient généralement d'une réorganisation de la microstructure du matériau dans la direction de l'écoulement, menant à une dissipation réduite. Au contraire, pour d'autres systèmes comme les suspensions concentrées de Maïzena, la viscosité augmente avec le taux de cisaillement et le matériau est dit « rhéoépaississant ». L'origine de ce comportement n'est quant à elle pas encore bien comprise. Qualitativement, il semble que les particules composant la suspension forment des chaînes de force à travers le matériau et bloquent l'écoulement (on parle de blocage par le cisaillement, ou *shear jamming*) [Brown14, Wyart14].

La description d'écoulements de tels fluides non newtoniens s'avère ardue : il est en effet alors nécessaire de prendre en compte l'advection du matériau par l'écoulement, causant une réponse rhéologique non linéaire⁽¹⁾. Des modèles (Oldroyd A et B, par

(1). Notons que le problème est le même pour l'étude des fluides simples : la résolution de l'équation de Navier-Stokes n'est pas réputée pour sa simplicité.

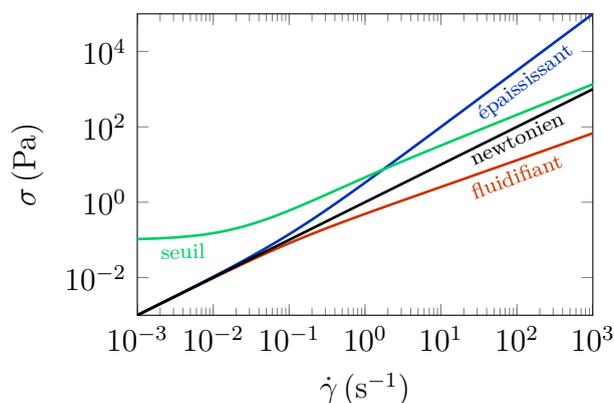


FIGURE 1.6 – Exemple de courbes d’écoulement pour différents types de fluides.

exemple) permettent d’étudier de tels régimes non linéaires.

Un dernier aspect des comportements non newtoniens est l’existence d’un seuil d’écoulement. Certains fluides, dits à seuil, ne s’écoulent que si la contrainte à laquelle ils sont soumis excède une valeur seuil σ_c . En dessous de cette valeur, le matériau se déforme mais il n’y a pas apparition d’un écoulement stationnaire. C’est le cas des mousses, des émulsions, des milieux granulaires ou encore des gels, et nous nous intéresserons beaucoup à ce type de comportement dans ce manuscrit.

La manière usuelle de caractériser ces comportements est de tracer leur courbe d’écoulement, c’est-à-dire la valeur de la contrainte σ imposée au matériau en fonction du taux de cisaillement $\dot{\gamma}$ obtenu dans l’état stationnaire. En pratique, on effectue cette mesure en imposant des paliers de contrainte successifs et en mesurant le taux de cisaillement obtenu en fin de palier. La subtilité de ces expériences réside en la nécessité de se placer en régime stationnaire, comme nous le verrons dans le paragraphe suivant.

Cas des fluides à seuil

Des exemples de courbes d’écoulement de fluides à seuils sont présentés sur la figure 1.7. Plusieurs lois empiriques permettent de modéliser la courbe d’écoulement de fluides à seuil, mais l’une des plus courantes et qui s’applique avec succès à de nombreux matériaux est la loi de Herschel-Bulkley [Herschel26] :

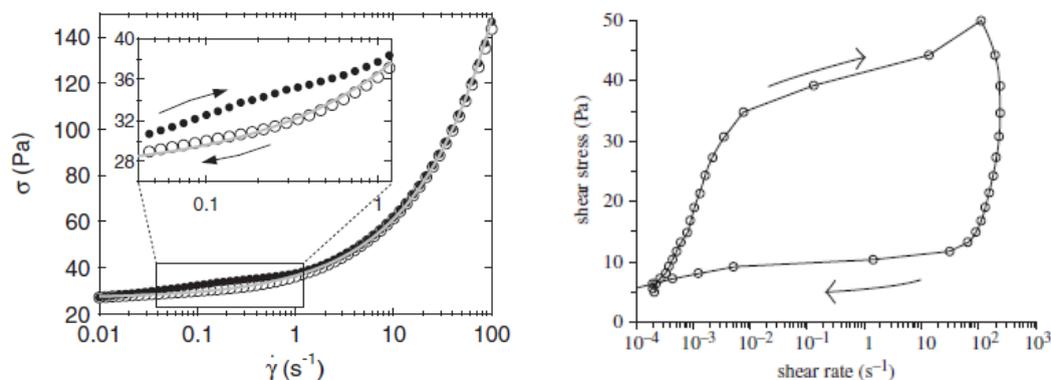
$$\begin{cases} \sigma = \sigma_c + k\dot{\gamma}^n & \text{si } \sigma > \sigma_c \\ \dot{\gamma} = 0 & \text{sinon} \end{cases} \quad (1.11)$$

Dans cette équation, k est appelée consistance. Si $n = 1$, on parle de fluide de Bingham, mais on a couramment $n < 1$. Dans ce modèle, en dessous du seuil, la déformation atteint instantanément une valeur stationnaire et le matériau a un comportement solide.

L’étude de l’écoulement des fluides à seuil est un problème épineux quoique d’intérêt crucial pour nombre d’applications [Coussot14, Balmforth14]. Une première difficulté est de définir ce que l’on entend par seuil d’écoulement, la convention variant selon les communautés, voire les équipes [Barnes99, Møller06, Divoux11b, Bonn16], mais il ne s’agit là que d’un souci lexicologique.

Un vif débat a eu lieu dans la communauté rhéologique afin de juger de la pertinence de la notion de seuil. En effet, il est possible d’observer une lente déformation de ces

fluides en dessous du seuil obtenu à partir de la courbe d'écoulement, associée à un plateau de viscosité apparente, supérieure de plusieurs ordres de grandeurs à celle observée dans le régime fluide [Barnes99]. Cependant, cette observation a été faite dans un régime instationnaire, et il a été montré par la suite que le plateau de viscosité augmente progressivement au cours du temps [Møller09a]. Cette augmentation est le fait d'un phénomène de « fluage » sous le seuil : le matériau se déforme progressivement mais avec un taux de cisaillement qui décroît progressivement vers zéro. Une manière de caractériser le seuil est de repérer la bifurcation de viscosité [Bonn02, Coussot02, daCruz02, Huang05] : lors d'expériences à contrainte imposée, le seuil marque la limite entre le régime de fluage continu et le régime d'écoulement où, après une éventuelle diminution temporaire, le taux de cisaillement finit par atteindre une valeur stationnaire finie.



(a) Figure tirée de [Divoux10]. Courbe d'écoulement d'un microgel de carbopol (1% en masse). Le trait plein correspond à un ajustement par la loi de Herschel-Bulkley (1.11).

(b) Figure tirée de [Møller09b]. Courbe d'écoulement d'une suspension de bentonite (10% en masse).

FIGURE 1.7 – Courbes d'écoulement de fluides à seuil.

Par ailleurs, la thixotropie empêche la détermination univoque du seuil d'écoulement [Møller06, Bonn09]. Il est cependant possible de distinguer des fluides à seuils simples qui ne présentent pas de thixotropie [Møller09b] : c'est le cas des mousses, des émulsions ou encore des microgels de carbopol. De tels fluides suivent scrupuleusement la loi de Herschel-Bulkley comme on le voit sur la figure 1.7(a), sous quelques conditions toutefois [Ovarlez13a]. Tout d'abord, l'entrefer dans lequel le matériau est cisailé doit être grand devant la taille caractéristique de la microstructure, sous peine d'induire des effets non-locaux [Goyon08, Géraud13b]. Il faut également s'assurer de la pureté du matériau, de faibles impuretés pouvant induire de la thixotropie [Bécu06, Ragouilliaux07]. Enfin, il faut s'assurer que l'on effectue la mesure en régime permanent, la dynamique de mise en écoulement étant complexe [Divoux10, Divoux11b] et potentiellement longue, puisque la durée du régime transitoire diverge à l'approche du seuil [Divoux11a]. L'existence de tels régimes transitoires rend par ailleurs difficile en pratique la distinction entre les deux catégories de fluides [Divoux13]. En effet, même pour des fluides à seuil simples, ils induisent une hystérèse de la courbe d'écoulement (voir insert de la figure 1.7(a)), d'autant plus marquée que le temps passé par palier

est court. Or, cette hystérèse est généralement considérée comme une signature de la thixotropie (voir la figure 1.7(b)).

Le lecteur ne sera à ce stade pas surpris d'apprendre l'absence de consensus sur la description microscopique des fluides à seuil et de leur écoulement [Voigtmann14, Bonn16]. L'origine microscopique du seuil est généralement attribuée à une transition vitreuse⁽²⁾, comme c'est le cas dans les suspensions colloïdales denses [Pusey86, Pusey87], ou de *jamming*⁽³⁾ [Cates98, Liu98] dans la microstructure, comme c'est le cas pour les milieux granulaires. Selon le rôle des fluctuations browniennes, les deux types de transition peuvent jouer un rôle [Ikeda12]. Différents types de modèles, plus ou moins justifiés par des approches microscopiques, permettent de décrire la dynamique des fluides à seuil.

Une première classe de modèle repose sur une adaptation de la théorie de couplage de modes, provenant de la physique des liquides surfondus [Götze92]. Il s'agit d'une théorie de champ moyen, permettant une description perturbative de la dynamique des systèmes vitreux : en ajoutant un forçage [Berthier00, Brader09], il semble possible décrire la dynamique des matériaux vitreux mous. Les calculs deviennent néanmoins rapidement ardu, et un modèle phénoménologique plus simple a été proposé : le modèle de Hébraud et Lequeux. Ce modèle considère le matériau comme un ensemble d'éléments pouvant se déformer élastiquement jusqu'à atteindre un niveau de contrainte suffisant, après quoi une brusque relaxation a lieu, redistribuant la contrainte sur les éléments environnants. Il a été ensuite étendu à une version locale, le *Kinetic Elastoplastic Model* [Bocquet09], en considérant que la répartition des contraintes suite à une relaxation se fait de manière diffusive. Il est possible d'incorporer à ce modèle des effets d'évolution de la structure sous cisaillement de façon à rendre compte de la thixotropie [Mansard11]. Récemment, des approfondissements ont été apportés à ce modèle en tenant compte d'un temps de propagation fini de la relaxation des contraintes [Bouchaud16] ou d'une distribution plus riche des amplitudes de relaxation [Lin16].

Un autre type de modèle généralise le modèle des pièges, initialement proposé pour décrire phénoménologiquement la transition vitreuse [Bouchaud92], à des systèmes désordonnés contraints : il s'agit du modèle de *Soft Glassy Rheology* [Sollich97, Sollich98, Fielding00b, Fielding00a, Fieldings08, Moorcroft11]. Dans ce modèle, les événements plastiques induits par le cisaillement engendrent des fluctuations mécaniques décrites comme un bruit thermique. Ce modèle a été récemment confronté au modèle KEP [Martens11, Agoritsas15, Puosi15, Liu16], en simulant des systèmes non browniens interagissant par un potentiel de Lennard-Jones, puis en effectuant des moyennes spatiales pour remonter à une description de type milieu continu. Pour ce type de systèmes, le modèle KEP semble plus adapté.

Une autre proposition provenant d'observations numériques a été faite par Falk et Langer [Falk98, Falk11, Bouchbinder11] : le modèle de *Shear Transformation Zones*. Les déformations plastiques y sont décrites comme le changement d'état de régions particulières du matériau, dans une configuration bistable. Ces zones, en se déformant, peuvent interagir entre elles et mener à des phénomènes d'avalanche. Ces modèles, initialement

(2). C'est-à-dire le passage dans un état où le temps de relaxation des contraintes dans le système devient grand devant le temps au cours duquel il est sollicité.

(3). C'est-à-dire le passage dans un état où les éléments composant le système entrent en contact et forment un réseau, percolant à travers le système, capable de résister à l'application d'une contrainte.

adaptés à la description des transformations plastiques de matériaux amorphes, peuvent cependant être utilisés pour décrire la rhéologie des matériaux vitreux mous [Langer15].

Rappelons enfin que les modèles phénoménologiques de fluidité [Derec01, Picard02] permettent de rendre compte des propriétés de ces matériaux.

1.3 Rhéométrie rotative

1.3.1 Principe du rhéomètre rotatif

La mesure des propriétés rhéologiques d'un matériau est couramment effectuée à l'aide d'un appareil appelé rhéomètre rotatif. Le matériau est cisailé entre un rotor mobile et un stator : sous l'action d'un couple $\vec{\Gamma}$, le rotor est mis en mouvement et tourne d'un angle $\theta(t)$ correspondant à une vitesse de rotation $\Omega(t) = \dot{\theta}$. Sous réserve qu'un certain nombre d'hypothèses, que nous détaillerons dans la suite, soient satisfaites, il est possible, moyennant une calibration préalable, de relier la contrainte de cisaillement au couple appliqué, la déformation à l'angle de rotation, et le taux de déformation à la vitesse de rotation.

Deux types de rhéomètres rotatifs existent, selon que le moteur soit commandé en vitesse (on a alors un rhéomètre à taux de cisaillement imposé) ou en couple (on a alors un rhéomètre à contrainte imposée). Il est dans chaque cas possible d'imposer la grandeur complémentaire en utilisant un asservissement approprié.

Géométries usuelles

Les géométries les plus courantes sont représentées sur la figure 1.8.

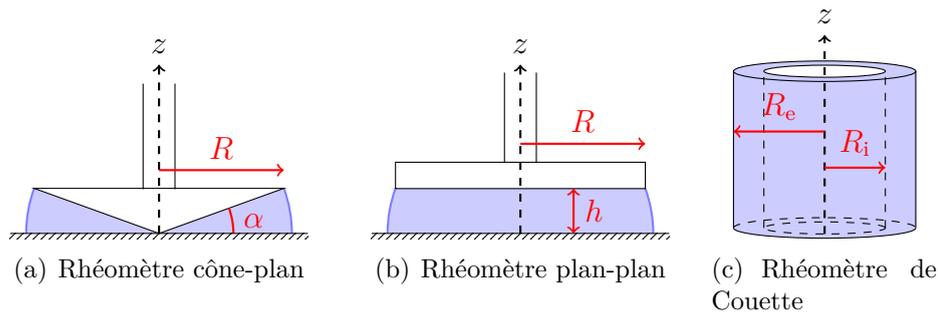


FIGURE 1.8 – Différentes géométries de rhéomètres.

Afin de préciser les hypothèses sur lesquelles se fonde l'interprétation des données fournies par un rhéomètre, détaillons le cas de la géométrie cône-plan. Le fluide est placé entre un plan fixe et un cône mobile, de rayon R et d'angle d'ouverture α , sur lequel s'applique un couple $\vec{\Gamma} = \Gamma \vec{e}_z$. Notons θ l'angle dont tourne le cône sous l'action de ce couple, et $\vec{\Omega} = \dot{\theta} \vec{e}_z$ sa vitesse de rotation.

Supposons que l'écoulement induit soit laminaire $\vec{v}(r, \theta, z) = v(r, z) \vec{e}_\theta$, et considérons des conditions aux limites de non-glissement :

$$\vec{v}(r, z = 0) = \vec{0} \quad \text{et} \quad \vec{v}(r, z = z_0(r)) = r \dot{\theta} \vec{e}_\theta \quad (1.12)$$

où $z_0(r) = r \tan \alpha$ correspond à la taille de l'entrefer au rayon r . Le profil de vitesse de l'écoulement s'écrit alors

$$\vec{v}(r, z) = \frac{z}{z_0(r)} r \dot{\theta} \vec{e}_\theta = \frac{z}{\tan \alpha} \dot{\theta} \vec{e}_\theta \quad (1.13)$$

et le taux de cisaillement vaut

$$\dot{\gamma} = \frac{\partial v_\theta}{\partial z} = \frac{\dot{\theta}}{\tan \alpha}. \quad (1.14)$$

On constate que le taux de cisaillement est homogène dans tout l'entrefer de la géométrie, ce qui est un avantage important de la géométrie cône-plan.

Quand l'inertie du rotor est négligeable, la contrainte imposée par le rotor est dissipée par les forces visqueuses : il y a égalité entre le couple Γ et le couple des contraintes visqueuses Γ_v . La force élémentaire appliquée sur un anneau entourant le cône, de rayon r et d'épaisseur $d\ell = dr \sqrt{1 + z_0'(r)^2} = dr / \cos \alpha$ s'écrit $d\vec{F} = \sigma \cdot (2\pi r dr / \cos \alpha) \vec{e}_\theta$. Dès lors, en intégrant sur la surface du cône, le couple des efforts visqueux s'écrit

$$\vec{\Gamma}_v = \int_0^R (r \vec{e}_r) \times d\vec{F} = \int_0^R \frac{2\pi \sigma(\dot{\gamma}) r^2}{\cos \alpha} dr \vec{e}_z = \frac{2\pi R^3}{3 \cos \alpha} \sigma(\dot{\gamma}) \vec{e}_z \quad (1.15)$$

où la dernière égalité est due à l'uniformité du taux de cisaillement à travers l'entrefer.

Ainsi, en connaissant les caractéristiques géométriques du cône, la mesure de la vitesse de rotation donne accès au taux de cisaillement, et celle du couple appliqué, à la contrainte. Il en est de même pour les autres géométries, mais le taux de cisaillement et la contrainte n'y sont pas homogènes à travers l'entrefer : il est alors nécessaire de tenir compte de facteurs correctifs pour remonter à la valeur souhaitée.

Notons enfin qu'en pratique, les cônes utilisés sont tronqués : la partie de l'écoulement en dessous de la troncature est en géométrie plan-plan, ce qui peut également nécessiter une correction dont le calcul sera présenté dans l'annexe A.

La géométrie cône-plan, que nous utiliserons exclusivement par la suite, présente l'avantage de générer un cisaillement homogène et de permettre de travailler avec de petits volumes. En contrepartie, elle est fortement sensible à une éventuelle évaporation du matériau et est notablement influencée par les forces capillaires au niveau des ménisques, qui peuvent dépendre de la façon dont l'échantillon a été chargé. Au contraire, la géométrie de Couette est peu sensible à l'évaporation et aux forces au niveau des ménisques, mais elle nécessite des volumes importants et le cisaillement et la contrainte y deviennent notablement hétérogènes si l'entrefer est grand. Il faut en outre tenir compte de l'influence du fluide cisailé en dessous du rotor. La géométrie plan-plan, enfin, combine les désagréments des deux géométries précédentes, mais permet de contrôler le confinement du matériau en modifiant la distance séparant les deux plans.

Limitations techniques et pratiques

Tout d'abord, il convient de prendre garde aux limitations techniques des rhéomètres [Ewoldt15]. Dans la suite de ce manuscrit, les mesures rhéologiques présentées ont été effectuées avec un rhéomètre MCR-301 à contrainte imposée, fabriqué par la société Anton Paar et dont la photographie est présentée sur la figure 1.9.



FIGURE 1.9 – Rhéomètre MCR-301 (Anton Paar).

La précision des moteurs employés donne une limite inférieure au couple et à la vitesse de rotation utilisables. À l’opposé, leur puissance impose une borne supérieure.

Le taux d’échantillonnage est également limité, ce qui ne permet a priori pas d’effectuer des mesures à temps trop court ou à fréquence trop élevée. En outre, si l’on travaille à taux de cisaillement imposé pour un rhéomètre contrôlé en contrainte (et réciproquement), le temps de réponse du système d’asservissement induit une période transitoire dont la durée peut être notable.

En pratique, la résolution temporelle est également limitée par l’inertie du rotor [Ewoldt15] : à haute fréquence ou aux temps courts, elle peut jouer un rôle prédominant, bien qu’elle puisse être corrigée. En outre, cette inertie se couple à la viscoélasticité du matériau étudié, donnant lieu à une résonance de fréquence déterminée [Baravian07], faussant la mesure des modules viscoélastiques autour de cette fréquence. Cela se traduit également par des oscillations transitoires, dites « inertio-élastiques », lors d’une modification brusque de la contrainte imposée, dont il est possible de tirer profit en certains cas pour sonder la viscoélasticité linéaire [Baravian98, Ewoldt07] ou non linéaire [Yao08].

L’accès à de plus hautes fréquences est possible de manière plus ou moins directe. Dans les systèmes polymériques, le principe de superposition temps/température [Ferry80, Oswald05] postule que la dynamique dépend de la fréquence et de la température à partir d’un unique paramètre ωa_T où a_T est une fonction connue décroissante de la température. Dès lors, pour accéder aux propriétés à haute fréquence du matériau, il suffit de travailler à fréquence plus basse mais à des températures plus élevées. Cependant, ce postulat ne s’applique pas à tous les systèmes et il peut être utile d’accéder directement au comportement à haute fréquence. D’autres types de rhéomètres, utilisant des transducteurs piézoélectriques [Hébraud00, Fritz03, Crassous05], permettent d’atteindre des fréquences jusqu’au mégahertz pour des écoulements de compression ou de torsion, dans le régime linéaire. Il est également possible d’utiliser des techniques de microrhéologie comme nous le verrons dans le chapitre 3.

Selon le matériau étudié et la géométrie employée, la durée maximale de l’expérience peut être limitée par le séchage de l’échantillon ou par son vieillissement. Le séchage peut être limité en utilisant des cloches à solvant. Dans les géométries idoines, il est possible de coupler le plan à un module Peltier, ce qui permet un contrôle précis de la température du système.

Notons également que dans les géométries cône-plan et plan-plan, les ménisques exercent des forces notables sur le rotor [Ewoldt15] qui peuvent évoluer au cours du temps, par exemple du fait de leur relaxation lente suite à un cisaillement trop intense. Il convient d’y prendre garde pour éviter des artefacts.

Concluons enfin en mentionnant l’influence du chargement de l’échantillon : pour les fluides à seuil tout particulièrement, le matériau peut emmagasiner des contraintes résiduelles lors de son chargement, induisant des fluctuations notables. Si la mesure effectuée par un rhéomètre est de grande précision, elle ne caractérise qu’un chargement donné. On peut empiriquement estimer la reproductibilité d’un chargement à l’autre à quelques pourcents, voire moins si des précautions particulières sont prises.

1.3.2 Nécessité d’une caractérisation locale de l’écoulement

Le problème majeur de la rhéométrie standard réside en son insensibilité totale au comportement du matériau étudié à l’échelle mésoscopique, pouvant mener à des interprétations erronées. En effet, le rhéomètre n’est sensible qu’à la dynamique au niveau du cône et l’obtention quantitative du taux de cisaillement et de la contrainte supposent les hypothèses suivantes sur l’écoulement du matériau : le matériau ne doit pas glisser aux parois, l’écoulement doit être de cisaillement simple et la mesure doit être effectuée en régime stationnaire.

Glissement aux parois

Une première source d’erreur peut être due à l’existence de glissement aux parois du rotor et du stator [Barnes95] : l’hypothèse de non-glissement aux parois peut être violée, en particulier dans le cas où la mésostructure est de grande taille. Le glissement peut se produire dans de nombreux systèmes : polymères [Denn01, Léger03, Boukany10], émulsions, microgels [Meeker04b, Meeker04a, Seth08, Divoux11b, Divoux11a, Divoux12], verres colloïdaux [Ballesta08], suspensions de laponite [Gibaud08], etc.

Ce phénomène présente une riche phénoménologie : il peut être total, avec la formation d’une fine couche de lubrification [Seth08], ou partiel, avec une dynamique de collé-glissé [Dao02, Decruppe06]. Il dépend des propriétés physico-chimiques des parois du rhéomètre : en particulier, il est possible de le limiter en utilisant des parois dont la rugosité est comparable à celle de la microstructure.

Le glissement peut avoir une signature directe sur les données rhéologiques pour les fluides à seuil, avec l’apparition d’un épaulement dans la courbe d’écoulement donnant un seuil d’écoulement apparent inférieur à la valeur attendue [Meeker04b] comme on peut le voir sur la figure 1.10.

Instabilités hydrodynamiques

Ensuite, le profil d’écoulement peut ne pas être laminaire du fait d’instabilités hydrodynamiques, tout particulièrement en géométrie de Couette mais pas exclusivement. Pour un fluide newtonien, il est bien connu qu’à grand nombre de Reynolds, l’écoulement se structure en rouleaux de Taylor, pouvant ensuite se déstabiliser et mener à un écoulement turbulent [Fardin14b]. Dans le cas de matériaux viscoélastiques comme

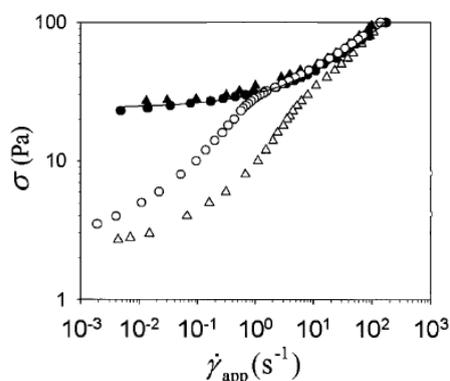


FIGURE 1.10 – Figure tirée de [Meeker04b]. Courbe d'écoulement d'un microgel (\circ) et d'une émulsion (\triangle) obtenues avec des parois lisses (symboles ouverts) ou rugueuses (symboles pleins). On observe qu'en géométrie lisse, où du glissement est plus susceptible de se produire, la courbe d'écoulement présente un épaulement, avec une contrainte réduite aux faibles taux de cisaillements imposés.

les polymères [Larson90] ou les micelles géantes [Fardin12, Beaumont13, Perge14b, Bodiguel15], l'élasticité induit l'apparition de forces normales, jouant un rôle qualitativement similaire aux forces d'inertie dans le cas newtonien, et pouvant donner lieu à des instabilités y compris à bas taux de cisaillement. De telles instabilités, dites « élastiques », résultent en une augmentation de la viscosité apparente, qui a parfois été considérée à tort comme une antithixotropie [Jackson84]. L'écoulement n'est alors plus rhéométrique : il est hétérogène et a une structure tridimensionnelle, la rhéologie est donc faussée.

Bandes de cisaillement

Enfin, même en géométrie cône-plan, le cisaillement peut devenir hétérogène au sein de l'entrefer. C'est en particulier le cas lorsque l'écoulement implique des bandes de cisaillement, c'est-à-dire qu'il se divise en deux régions cisillées à des taux différents : les grandeurs mesurées par le rhéomètre ne reflètent alors qu'une moyenne sur l'épaisseur du fluide.

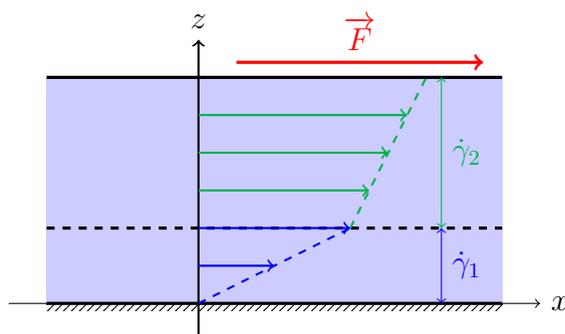


FIGURE 1.11 – Certains matériaux, lorsqu'ils sont cisailés dans des conditions *ad hoc*, se divisent en bandes s'écoulant avec des taux de cisaillement différents.

Ces bandes de cisaillement peuvent avoir des origines différentes selon les systèmes étudiés [Divoux15]. Elles peuvent être dues à une instabilité structurelle du matériau si sa courbe d'écoulement $\sigma(\dot{\gamma})$ comporte une zone décroissante dans un intervalle $[\dot{\gamma}_-, \dot{\gamma}_+]$ [Cates06]. C'est par exemple le cas de solutions de polymères [Manneville07] ou des micelles géantes. Ce dernier cas s'avère être un système modèle pour l'étude des bandes de cisaillement [Callaghan08, Manneville08]. L'écoulement s'y divise en une zone fortement cisailée et une zone faiblement cisailée, correspondant à deux viscosités différentes. Cette séparation est liée à une réorganisation du matériau, sans y être strictement équivalente [Lerouge04, Hu05]. La zone fortement cisailée présente en effet un ordre nématique, aligné dans la direction de l'écoulement, alors que la zone peu cisailée est faiblement alignée. Une analogie forte existe entre la phénoménologie observée et les transitions de phase.

Dans les fluides à seuil thixotropes [Møller06, Møller08, Schall10, Coussot10], les bandes de cisaillement résultent aussi du même type d'instabilité, mais la zone d'instabilité s'étend sur l'intervalle $[0, \dot{\gamma}_+]$: le matériau ne peut alors pas s'écouler de façon homogène en dessous d'un certain taux de cisaillement critique. L'écoulement se scinde alors en une zone au repos et une zone cisailée à $\dot{\gamma}_+$, qui s'agrandit jusqu'à envahir tout l'entrefer quand le taux de cisaillement imposé par le rhéomètre atteint la valeur critique. Des bandes de cisaillement apparaissent aussi dans les fluides à seuil simples [Divoux10, Ovarlez13a], mais elles ne sont que transitoires quoique pouvant persister sur des temps extrêmement longs à l'approche du seuil.

Enfin, un mécanisme de déstabilisation a été proposé pour les verres colloïdaux, où des fluctuations locales de densité se couplent à l'écoulement pour mener à l'apparition de bandes de cisaillement [Besseling10].

Méthodes de visualisation

Tous ces comportements, difficiles à détecter avec certitude à l'aide des données rhéométriques, empêchent une interprétation correcte des observations et seule une visualisation directe de l'échantillon permet de lever toute ambiguïté sur les données obtenues.

D'une part, certaines méthodes observent directement la microstructure, permettant de détecter une possible évolution de celle-ci sous l'effet du cisaillement. Ces techniques sont par exemple bien adaptées à l'étude des bandes de cisaillement dans les micelles géantes, celles-ci s'accompagnant de l'apparition d'un ordre nématique dans une partie de l'écoulement, observable par biréfringence [Hu05], par diffusion de la lumière [Hu05] ou encore par diffraction de neutrons [Cappelaere97, Liberatore06].

D'autre part, on peut utiliser des méthodes de vélocimétrie afin d'imager directement le profil de vitesse de l'écoulement. On peut noter une première méthode, consistant en la visualisation directe de la déformation d'une ligne de colorant placée dans le matériau [Pignon96], mais des techniques permettent maintenant des mesures plus quantitatives. Dans le cas de matériaux transparents, il est possible de suivre le mouvement de traceurs incorporés dans le fluide par microscopie optique simple ou confocale, avec des techniques de *tracking*, de *Particle Image Velocimetry* [Hu05, Miller07], ou encore de diffusion dynamique de la lumière [Salmon03]. Dans le cas de matériaux opaques, des techniques d'imagerie ultrasonore ont été exploitées, nécessitant parfois un

ensemencement préalable avec des traceurs à fort contraste acoustique, d'abord pour obtenir des profils de vitesse selon une ligne [Manneville04] puis dans un plan [Galot13, Perge14a].

Des méthodes non invasives existent également, exploitant le principe de la résonance magnétique nucléaire. En utilisant des séquences d'excitation magnétique adaptées [Raynaud02], on peut cartographier le champ de vitesses au sein du matériau. Dans le cas où la microstructure est visible par microscopie confocale, il est possible d'en faire du *tracking*, comme c'est le cas pour les suspensions colloïdales [Cohen06, Besseling10] ou les émulsions [Clara-Rahola15] dont une des phases est fluorescente. On accède alors simultanément au profil de vitesses et à la structure du matériau. Enfin, la méthode de vélocimétrie ultrasonore peut être non invasive dans le cas où la microstructure elle-même réfléchit les ultrasons [Martoia14, Kurokawa15].

Chapitre 2

Ultrasons de puissance

Ah! Je ris de me voir si belle en ce miroir!

Charles Gounod, *Faust*.

Sommaire

2.1	Production et propagation d’ondes acoustiques dans les fluides	36
2.1.1	Ondes acoustiques linéaires	36
2.1.2	Production d’ondes acoustiques	41
2.2	Effets acoustiques non linéaires	46
2.2.1	Pression de radiation acoustique	48
2.2.2	Streaming acoustique	53
2.3	Observation et applications des effets acoustiques non linéaires	55
2.3.1	Premières observations et applications fondamentales	55
2.3.2	Applications thérapeutiques	57
2.3.3	Applications industrielles	58
2.3.4	Applications en microfluidique	59
2.3.5	Mise en forme de matériaux	61

Comme annoncé en introduction, l'objet de cette thèse est d'exploiter l'interaction non linéaire entre des matériaux mous et des ultrasons de puissance. Nous avons décrit dans le chapitre 1 ce que sont les matériaux mous, il nous reste à introduire les ultrasons de puissance. Dans ce chapitre, après quelques rappels sur le régime linéaire, nous introduisons des effets non linéaires observables pour des intensités acoustiques modérées, connus et décrits dans les fluides newtoniens depuis le siècle dernier, et passons en revue certaines de leurs applications actuelles.

2.1 Production et propagation d'ondes acoustiques dans les fluides

Les ondes acoustiques correspondent à la propagation couplée d'une perturbation de vitesse et de pression dans un matériau. Dans la suite, nous nous intéresserons à la propagation du son dans les fluides. Nous aurons alors exclusivement affaire à des ondes longitudinales, associées à des compressions et dilatations locales du milieu. En effet, les ondes transverses y sont très rapidement amorties, ce qui n'est pas le cas dans les solides, y rendant l'acoustique plus riche, mais aussi plus complexe.

2.1.1 Ondes acoustiques linéaires

Dans un premier temps, nous allons rappeler les résultats concernant la propagation d'ondes acoustiques dans le régime linéaire. Pour les obtenir, nous résolvons les équations dynamiques couplant les différents champs décrivant le fluide par une théorie de perturbation tronquée au premier ordre. L'obtention de certains résultats est détaillée dans l'annexe B.

Équation de propagation

On considère la propagation d'une onde acoustique dans un fluide, décrite par la donnée couplée de ses champs eulériens de pression dynamique⁽¹⁾ et de vitesse que nous noterons $(p(\vec{r}, t), \vec{v}(\vec{r}, t))$. Au repos, le fluide est supposé homogène et est donc caractérisé par des champs homogènes et stationnaires $(p_0, \vec{v}_0 = \vec{0})$. Le passage de l'onde induit une perturbation $(p_1(\vec{r}, t), \vec{v}_1(\vec{r}, t))$. Notons par ailleurs $\rho(\vec{r}, t) = \rho_0 + \rho_1(\vec{r}, t)$ la masse volumique du fluide, où ρ_0 désigne la masse volumique du fluide au repos et ρ_1 sa perturbation au passage de l'onde.

La dynamique du fluide est décrite par l'équation de Navier-Stokes

$$\rho \left[\frac{\partial \vec{v}}{\partial t} + (\vec{v} \cdot \vec{\nabla}) \vec{v} \right] = \eta \Delta \vec{v} - \vec{\nabla} p + \left(\zeta + \frac{\eta}{3} \right) \vec{\nabla} (\vec{\nabla} \cdot \vec{v}) \quad (2.1)$$

où η désigne la viscosité dynamique du fluide et ζ sa viscosité de compression, et par l'équation de continuité

$$\frac{d\rho}{dt} + \rho \vec{\nabla} \cdot \vec{v} = 0. \quad (2.2)$$

(1). C'est-à-dire le champ de pression corrigé de sa composante hydrostatique : on a $\vec{\nabla} p = \vec{\nabla} p - \rho \vec{g}$.

L'équation d'état du fluide s'écrit

$$p(\rho) = p(\rho_0) + \left. \frac{\partial p}{\partial \rho} \right|_S \rho_1 \equiv p_0 + \frac{\rho_1}{\rho \chi_S} \quad (2.3)$$

où nous avons fait apparaître le coefficient de compressibilité isentropique du fluide $\chi_S \equiv (\partial \rho / \partial P)|_S / \rho$.

Afin de résoudre ces équations, nous supposons l'écoulement parfait, de façon à négliger tout phénomène dissipatif. De plus, nous nous plaçons dans l'approximation acoustique, c'est-à-dire que nous tronquons les développements au premier ordre de perturbation et nous supposons le coefficient χ_S constant. Dans ces conditions, les équations précédentes se réécrivent à l'ordre un :

$$\rho_0 \frac{\partial \vec{v}_1}{\partial t} = -\vec{\nabla} p_1 \quad (2.4)$$

$$\frac{\partial \rho_1}{\partial t} + \rho_0 \vec{\nabla} \cdot \vec{v}_1 = 0 \quad (2.5)$$

$$\chi_S = \frac{\rho_1}{\rho_0 p_1} \quad (2.6)$$

Nous obtenons alors l'équation de d'Alembert pour la pression acoustique

$$\left(\Delta - \frac{1}{c_f^2} \frac{\partial^2}{\partial t^2} \right) p_1 = 0 \quad (2.7)$$

où la vitesse de phase de l'onde est donnée par

$$c_f = \sqrt{\frac{1}{\rho_0 \chi_S}}. \quad (2.8)$$

Cette équation de propagation n'induit pas de dispersion : la vitesse de groupe, c'est-à-dire la vitesse de propagation de l'énergie, est égale à la vitesse de phase et ne dépend pas de la fréquence de l'onde considérée.

Considérons enfin quelques ordres de grandeur. Dans de l'eau à température ambiante, $\rho_0 = 1.0 \times 10^3 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$ et $\chi_S = 4.6 \times 10^{-10} \text{ Pa}^{-1}$ donc le son se propage à une vitesse $c_f = 1.5 \times 10^3 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$. Le coefficient de diffusion thermique de l'eau vaut $D = 0.1 \times 10^{-6} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ donc l'approximation de propagation isentropique est valable pour des fréquences $\nu \ll \nu_{\text{diff}} = c_f^2 / D = 2 \times 10^{13} \text{ Hz}$.

Propagation de l'énergie

L'énergie volumique e d'une onde acoustique se décompose en un terme cinétique et un terme potentiel selon

$$e = \frac{1}{2} \rho v^2 + \frac{1}{2} \chi_S p^2. \quad (2.9)$$

Nous constatons donc qu'il s'agit d'une quantité du second ordre.

Nous allons maintenant étudier le transport d'énergie par cette onde dans le cadre de l'approximation linéaire. En utilisant les différentes relations obtenues auparavant et en se limitant au second ordre de perturbation, nous obtenons

$$\frac{de}{dt} + \vec{\nabla} \cdot (p_1 \vec{v}) = 0. \quad (2.10)$$

Cette équation traduit un transport conservatif de l'énergie par l'onde acoustique, avec un flux d'énergie $\vec{\Pi} = p_1 \vec{v}$.

Considérons maintenant, et uniquement dans ce paragraphe, les sources de dissipation d'énergie : elles proviennent des phénomènes de diffusion que nous avons négligés en supposant l'écoulement parfait. En tenant compte des termes visqueux mais en négligeant la diffusion thermique, la relation de dispersion devient (voir annexe B)

$$k = \frac{1}{\sqrt{1 + i\omega\tau}} \frac{\omega}{c_f}. \quad (2.11)$$

Le vecteur d'onde est donc complexe : sa partie réelle donne la vitesse de phase $c = \omega/\Re(k)$ de l'onde alors que sa partie imaginaire $\alpha = \Im(k)$ traduit l'absorption. Dans la limite $\omega\tau \ll 1$, on a :

$$k \simeq \frac{\omega}{c_f} - i \frac{\omega^2 \tau}{2c_f}. \quad (2.12)$$

Ainsi, la propagation reste non-dispersive puisque $c = c_f$ ne dépend pas de la fréquence, mais on a une atténuation avec un coefficient

$$\alpha = \frac{\omega^2 \tau}{2c_f} = \frac{\omega^2 \chi_S}{2c_f} \left(\frac{4}{3}\eta + \zeta \right) \equiv \frac{1}{\ell_{\text{abs}}}. \quad (2.13)$$

On constate que la propagation est atténuée plus rapidement quand la fréquence augmente. Pour de l'eau à température ambiante, une onde acoustique de fréquence $\nu = 1$ MHz s'atténue avec une distance typique $\ell_{\text{abs}} = 40$ m.

Impédance acoustique

Intéressons-nous maintenant aux solutions propagatives unidimensionnelles de l'équation de d'Alembert, se propageant dans une direction donnée x et selon les x croissants :

$$\begin{cases} p &= p_0 + p_1^0 e^{ik(x-ct)} \\ \rho &= \rho_0 + \rho_1^0 e^{ik(x-ct)} \\ \vec{v} &= \vec{0} + v_1^0 e^{ik(x-ct)} \vec{e}_x \end{cases} \quad (2.14)$$

où p_1^0 , ρ_1^0 et v_1^0 sont des constantes complexes. Dans ce cas, l'équation d'Euler linéarisée (2.4) donne

$$\frac{p_1^0}{v_1^0} = \rho_0 \frac{\omega}{k} = \rho_0 c_f \equiv Z, \quad (2.15)$$

ce qui définit l'impédance acoustique Z , caractéristique du fluide. Dans ce cas, Z est purement réelle, ce qui traduit que les champs de pression et de vitesse oscillent en phase. Dans le cas où l'on considère des solutions propagatives dans la direction des x décroissants, on aurait obtenu un coefficient de proportionnalité $-Z$ entre les amplitudes complexes de pression et de vitesse.

L'énergie volumique moyenne d'une telle onde s'écrit au deuxième ordre

$$\langle e \rangle = \frac{1}{2} \rho_0 |v_1^0|^2 + \frac{1}{2} \chi_S |p_1^0|^2 = \rho_0 |v_1^0|^2 = \chi_S |p_1^0|^2 \quad (2.16)$$

c'est-à-dire qu'elle est équitablement répartie entre ses composantes cinétique et potentielle. Nous pouvons également définir l'intensité acoustique $I = \langle e \rangle c$, qui correspond à l'énergie acoustique par unité de surface et de temps.

Comportement aux interfaces

L'impédance acoustique que nous venons de définir traduit le couplage dans un milieu donné entre les champs de pression et de vitesse qui se propagent. Cette notion est extrêmement utile pour décrire le comportement d'une onde au niveau d'une interface, comme nous allons le voir maintenant.

Considérons la situation représentée sur la figure 2.1. Une interface, supposée plane, indéformable et impénétrable, située en $x = 0$, délimite un milieu A ($x < 0$) caractérisé par une impédance Z_A et une vitesse du son c_A , et un milieu B ($x > 0$) d'impédance Z_B et de vitesse du son c_B . On s'intéresse au comportement d'une onde propagative de pulsation ω_i provenant du milieu A avec un vecteur d'onde \vec{k}_i et arrivant sur l'interface. Dans le milieu A , le champ acoustique obtenu résulte de la superposition de l'onde incidente (que nous noterons avec un indice i) et de l'onde réfléchi (indice r) à la paroi, alors que dans le milieu B , il correspond à l'onde transmise (indice t). Nous cherchons des solutions propagatives pour la perturbation du champ de pression sous la forme

$$\begin{cases} p_{1,i} &= \underline{p}_{1,i}^0 e^{i(\vec{k}_i \cdot \vec{x} - \omega_i t)} \\ p_{1,r} &= \underline{p}_{1,r}^0 e^{i(\vec{k}_r \cdot \vec{x} - \omega_r t)} \\ p_{1,t} &= \underline{p}_{1,t}^0 e^{i(\vec{k}_t \cdot \vec{x} - \omega_t t)} \end{cases} \quad (2.17)$$

et une forme similaire pour le champ de vitesse. Nous cherchons à connaître les coefficients de réflexion et de transmission $r = \underline{p}_{1,r}^0 / \underline{p}_{1,i}^0$ et $t = \underline{p}_{1,t}^0 / \underline{p}_{1,i}^0$ de la pression au passage d'un milieu à l'autre.

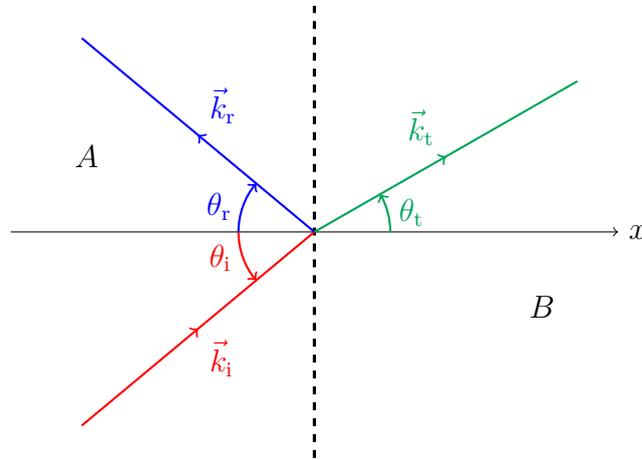


FIGURE 2.1 – Une onde de vecteur d'onde \vec{k}_i se propage dans un milieu A en direction d'un milieu B . À l'interface, elle est partiellement réfléchi et partiellement transmise.

En supposant l'interface rigide et impénétrable, les conditions aux limites permettent de déterminer les propriétés des ondes réfléchies et transmises. Tout d'abord, la fréquence d'oscillation est conservée à la traversée de l'interface, et nous la noterons désormais ω : $\omega_r = \omega_t = \omega_i$. En outre, nous obtenons les analogues acoustiques des lois de Descartes

$$\sin \theta_r = \sin \theta_i \quad \text{et} \quad \frac{\sin \theta_t}{c_B} = \frac{\sin \theta_i}{c_A}. \quad (2.18)$$

Enfin, les coefficients de réflexion et de transmission en amplitude s'écrivent (voir annexe B) :

$$r = \frac{Z_B \cos \theta_i - Z_A \cos \theta_t}{Z_A \cos \theta_t + Z_B \cos \theta_i} \quad \text{et} \quad t = \frac{2Z_B \cos \theta_i}{Z_A \cos \theta_t + Z_B \cos \theta_i} \quad (2.19)$$

où θ_t peut être exprimé en fonction de θ_i .

Nous obtenons alors les coefficients de réflexion et de transmission en intensité acoustique $I = c\langle e \rangle$:

$$R \equiv \frac{\langle I_r \rangle}{\langle I_i \rangle} = \left| \frac{p_{1,r}^0}{p_{1,i}^0} \right|^2 = r^2 \quad \text{et} \quad T \equiv \frac{\langle I_t \rangle}{\langle I_i \rangle} = \frac{Z_A}{Z_B} \left| \frac{p_{1,t}^0}{p_{1,i}^0} \right|^2 = \frac{Z_A}{Z_B} t^2. \quad (2.20)$$

Un cas particulier intéressant est celui de l'incidence normale $\theta_i = \theta_t = 0$: dans ce cas, on trouve

$$R = \left(\frac{Z_A - Z_B}{Z_A + Z_B} \right)^2 \quad \text{et} \quad T = \frac{4Z_A Z_B}{(Z_A + Z_B)^2}. \quad (2.21)$$

Les deux milieux jouent ici un rôle symétrique. L'énergie est d'autant mieux transmise que les impédances acoustiques des milieux sont proches, et au contraire, il y a une forte réflexion pour des impédances très distinctes.

Diffraction des ondes sonores dans l'approximation de Rayleigh-Sommerfeld

Ayant obtenu l'équation de d'Alembert (2.7), nous nous proposons de la résoudre pour des conditions aux limites données. Puisque cette équation est linéaire, il est possible d'employer le formalisme des fonctions de Green pour parvenir à ce but. En l'absence de viscosité, le champ de vitesse peut être considéré comme irrotationnel en chaque instant et en tout point : nous pouvons donc définir un potentiel des vitesses $\phi(\vec{r}, t)$ tel que $\vec{v}(\vec{r}, t) = \vec{\nabla} \phi$. Ce potentiel satisfait lui-même à l'équation de d'Alembert

Nous allons maintenant considérer une onde progressive et sinusoïdale en temps, de pulsation ω : $\phi(\vec{r}, t) = \Phi(\vec{r})e^{i\omega t}$. En posant $k = \omega/c_f$, l'équation de d'Alembert se réduit à l'équation de Helmholtz

$$\Delta \Phi + k^2 \Phi = 0. \quad (2.22)$$

Pour obtenir le champ acoustique en tout point, nous utilisons la formule de Kirchhoff, démontrée dans l'annexe B :

$$\Phi(\vec{r}) = -\frac{1}{4\pi} \iint_{\Sigma} d\vec{r}' \cdot \left[\Phi(\vec{r}') \vec{\nabla}' \left(\frac{e^{ik\|\vec{r}-\vec{r}'\|}}{\|\vec{r}-\vec{r}'\|} \right) - \frac{e^{ik\|\vec{r}-\vec{r}'\|}}{\|\vec{r}-\vec{r}'\|} \vec{\nabla}' \Phi \right] \quad (2.23)$$

où $\vec{\nabla}'$ désigne le gradient par rapport à la coordonnée \vec{r}' et Σ , une surface fermée contenant le point \vec{r} .

En utilisant cette formule, nous pouvons, sous certaines hypothèses détaillées dans l'annexe B, montrer que l'onde rayonnée par une surface plane Σ_1 vibrante est décrite par un potentiel des vitesses s'exprimant selon

$$\Phi(\vec{r}) = -\frac{1}{2\pi} \iint_{\Sigma_1} \frac{e^{-ik\|\vec{r}-\vec{r}'\|}}{\|\vec{r}-\vec{r}'\|} \vec{v} \cdot d\vec{S}. \quad (2.24)$$

Cette formule nous permet de calculer en tout point le champ rayonné par la surface Σ_1 , ce que nous allons dans la suite appliquer au cas particulier qui nous intéresse : celui d'une surface en forme de calotte sphérique.

2.1.2 Production d'ondes acoustiques

Nous avons vu comment se propagent les ondes acoustiques. Nous nous intéressons maintenant à la façon de les produire que nous avons employée au cours de cette thèse, et caractérisons le champ acoustique créé par une surface en forme de calotte sphérique vibrante.

Transducteurs piézoélectriques

Au cours de cette thèse, nous avons utilisé des transducteurs piézoélectriques focalisés, fabriqués par Imasonic et schématisés sur la figure 2.2. Une couche de matériau piézoélectrique fait osciller une membrane, en forme de portion de sphère de rayon ℓ_f . Une couche de matériau composite recouvre la surface vibrante de façon à adapter son impédance acoustique à celle de l'eau : les transducteurs doivent donc être employés en immersion. Le tout est contenu dans un bâti cylindrique étanche en acier inoxydable, de rayon a_0 , permettant la connexion électrique du matériau piézoélectrique.

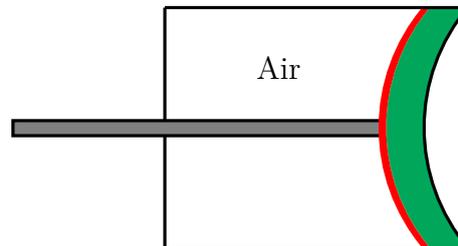


FIGURE 2.2 – Schéma d'un transducteur focalisé : un matériau piézoélectrique (en rouge) excite la vibration d'une membrane. Une couche de matériau composite (en vert) permet d'adapter l'impédance acoustique du dispositif.

La couche de matériau piézoélectrique repose sur une cavité remplie d'air, rendant le transducteur relativement fragile mais permettant de le refroidir et garantissant une transmission totale des ultrasons dans le fluide. Pour éviter tout problème de chauffe du transducteur, le temps maximal d'utilisation en continu est limité à quelques secondes, et il est nécessaire de laisser le transducteur reposer avant l'envoi d'une nouvelle excitation, avec un temps de repos au moins égal au triple du temps de fonctionnement. Nous notons P_{\max} la pression acoustique mesurée au point focal pour une puissance maximale fournie au transducteur.

Les transducteurs nécessitent une forte puissance électrique pour fonctionner. Nous les alimentons donc avec un amplificateur de puissance (Kalmus 150C) de gain fixe et de large bande passante (150 kHz – 50 MHz), contrôlé par un générateur basse fréquence (Agilent 33522A) qu'il nous est possible de piloter informatiquement. Nous nous sommes assurés que sur la plage de tension utilisée, l'amplificateur avait une réponse linéaire.

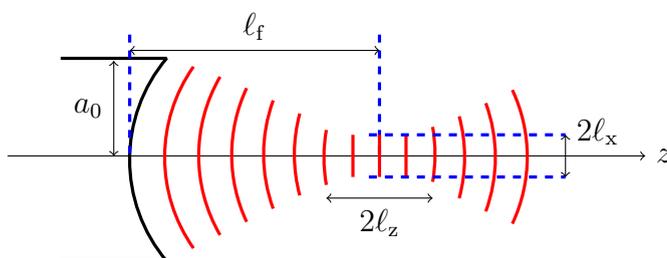


FIGURE 2.3 – Schéma du champ rayonné par un transducteur piézoélectrique focalisé : le champ est focalisé à une distance ℓ_f du transducteur et la tache focale est approximativement cylindrique de rayon ℓ_x et de longueur $2\ell_z$.

Le champ acoustique résultant sera décrit plus précisément dans le paragraphe suivant : il est principalement focalisé dans une zone approximativement cylindrique, de longueur $2\ell_z$ et de rayon ℓ_x , située à une distance ℓ_f du transducteur, égale à son rayon de courbure, comme représenté sur la figure 2.3. Pour décrire les dimensions de cette tache focale, nous utiliserons les distances sur lesquelles la pression a chuté de 3 dB par rapport à sa valeur maximale. Par ailleurs, on notera θ_0 l'angle d'ouverture du transducteur vu depuis le point focal, tel que $\sin \theta_0 = a_0/\ell_f$. Le tableau 2.1 récapitule les caractéristiques des deux transducteurs utilisés au cours de cette thèse.

f (MHz)	λ (μm)	a_0 (mm)	ℓ_f (mm)	θ_0 ($^\circ$)	ℓ_x (mm)	ℓ_z (mm)	P_{max} (MPa)
2.25	670	19	38	30	0.5	5	7
5	300	12.5	25	30	0.3	2	1.2

TABLE 2.1 – Propriétés des transducteurs piézoélectriques focalisés utilisés. Les longueurs d'onde sont donnée dans l'eau à température ambiante.

Champ rayonné par une surface en forme de calotte sphérique

Nous pouvons nous servir de l'équation de Rayleigh-Sommerfeld (2.24) établie dans le paragraphe précédent afin de calculer le champ rayonné par les transducteurs utilisés. Les résultats présentés sont principalement issus de [Kino00] mais des calculs numériques plus généraux sont possibles [Chen93].

Considérons une portion de sphère vibrante, de rayon de courbure $\rho = \ell_f$, de rayon a_0 et d'axe z . On prend comme origine le centre de cette sphère. Le plan délimitant le transducteur est donc le plan $z = -\sqrt{\ell_f^2 - a_0^2} \equiv -z_1$. Nous rappelons que l'angle d'ouverture θ_0 du transducteur vérifie $\sin \theta_0 = a_0/\ell_f$ et $\cos \theta_0 = z_1/\ell_f$. Notons enfin $v_0(\theta)$ la vitesse radiale à la surface du transducteur. Les différentes notations employées sont représentées sur la figure 2.4.

Nous supposons que les rayons acoustiques émis par la surface lui sont orthogonaux et se propagent en ligne droite jusqu'à sortir du transducteur : dans ce cas, nous pouvons nous ramener au problème d'une source plane vibrant de façon non uniforme dans le plan de sortie $z = -z_1$ et pouvons appliquer la formule (2.24). Avant d'atteindre ce plan, l'onde parcourt une distance R_1 : elle est donc atténuée d'un facteur $\ell_f/(\ell_f - R_1)$

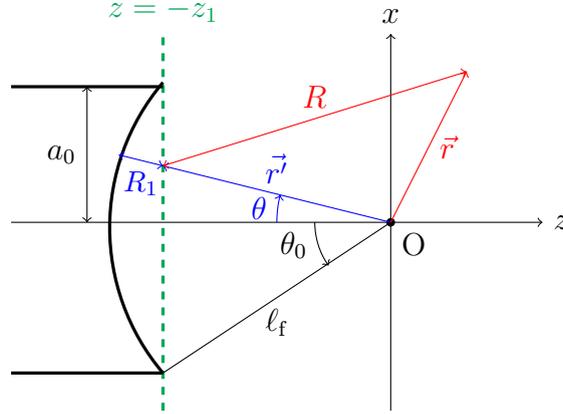


FIGURE 2.4 – Notations pour le calcul du champ rayonné par une surface vibrante en forme de calotte sphérique.

et déphasée de e^{-ikR_1} . Ainsi, en projection selon l'axe z , l'amplitude de la vitesse au niveau du plan de sortie est donnée par

$$v_z(\theta) = v_0(\theta) \cos \theta \frac{\ell_f}{\ell_f - R_1} e^{-ikR_1}. \quad (2.25)$$

Or, $\ell_f - R_1 = z_1 / \cos \theta = \ell_f \cos \theta_0 / \cos \theta$ donc le profil de vitesse selon la direction de propagation z dans le plan de sortie du transducteur s'écrit

$$v_z(\theta) = v_0(\theta) \frac{(\cos \theta)^2}{\cos \theta_0} e^{-ikR_1}. \quad (2.26)$$

Supposons maintenant que le déplacement du transducteur est uniforme : $v_0(\theta) = v_0$. Alors, en posant $R = \|\vec{r} - \vec{r}'\|$, la formule (2.24) donne

$$\Phi(\vec{r}) = -\frac{v_0}{2\pi} \int_0^{a_0} \int_0^{2\pi} \frac{(\cos \theta)^2}{R \cos \theta_0} e^{-ik(R+R_1)} r' dr' d\psi' \quad (2.27)$$

où r' et ψ' sont les coordonnées cylindriques, repérant la position dans le plan (xy) .

Un calcul géométrique rapide nous donne

$$R = \sqrt{r'^2 + r^2 - 2rr' \cos \psi' + (z + z_1)^2} \quad \text{et} \quad R_1 = \ell_f - \sqrt{r'^2 + z_1^2} \quad (2.28)$$

Afin de poursuivre le calcul, nous nous plaçons dans l'approximation paraxiale, c'est-à-dire que nous regardons le comportement du champ à proximité de l'axe ($r^2 \ll (z + z_1)^2$), à grande distance du transducteur ($(z + z_1)^2 \gg a_0^2$) et en supposant le rayon de courbure du transducteur grand ($\ell_f^2 \gg a_0^2$). Dans ce cadre, les résultats prédits pour un transducteur imposant la pression ou la vitesse deviennent identiques, à un préfacteur constant près, car le facteur d'inclinaison $\cos \theta$ est proche de 1 : il n'est donc plus nécessaire de se préoccuper de la façon précise dont il excite le fluide. Dans ces conditions, $\cos \theta_0 \simeq 1$ et

$$R + R_1 \simeq \ell_f + z + \frac{r'^2 + r^2 - 2rr' \cos \psi'}{2(z + \ell_f)} - \frac{r'^2}{2\ell_f}. \quad (2.29)$$

En conservant ce développement complet dans l'exponentielle mais en se contentant de prendre $R \simeq \ell_f + z$ dans le facteur $1/R$, l'intégration sur les angles ψ' fait apparaître la fonction de Bessel de première espèce d'ordre zéro, $J_0(x) = \int_0^{2\pi} e^{ix \cos \tau} d\tau$, et l'on obtient

$$\Phi(\vec{r}) = -\frac{v_0}{z + \ell_f} e^{-ik[z + \ell_f + r^2/2(z + \ell_f)]} \int_0^{a_0} J_0\left(\frac{kr r'}{z + \ell_f}\right) e^{-\frac{ikr'^2}{2}[1/(z + \ell_f) - 1/\ell_f]} r' dr'. \quad (2.30)$$

Nous avons donc ici l'expression de l'amplitude du potentiel des vitesses généré par le transducteur focalisé. La formule donnant le champ de vitesses s'obtient en utilisant la définition du potentiel $\vec{v} = \vec{\nabla} \phi$, et nous pouvons obtenir le champ de pression $p = -\partial_t \phi$, en exploitant la relation (2.4).

Dans le cas général, cette intégrale n'admet pas une forme analytique simple, mais il est toutefois possible de la calculer en certains points particuliers. Considérons tout d'abord le profil transverse dans le plan focal $z = 0$: on a

$$\Phi(r, z = 0) = -\frac{v_0}{\ell_f} e^{-ik(\ell_f + r^2/2\ell_f)} \int_0^{a_0} J_0\left(\frac{kr r'}{\ell_f}\right) r' dr'. \quad (2.31)$$

En introduisant la fonction de Bessel de première espèce d'ordre un, $J_1(x) = \int_0^{2\pi} e^{i(x \cos \tau - \tau)} d\tau$, et en utilisant le fait que $(xJ_1(x))' = xJ_0(x)$ pour tout x , nous obtenons

$$\Phi(r, z = 0) = -\frac{v_0 a_0}{kr} e^{-ik(\ell_f + r^2/2\ell_f)} J_1\left(\frac{kr a_0}{\ell_f}\right) = \Phi(\vec{0}) \frac{2\ell_f}{kr a_0} e^{-ikr^2/2\ell_f} J_1\left(\frac{kr a_0}{\ell_f}\right). \quad (2.32)$$

Nous pouvons également calculer le champ le long de l'axe de propagation z en prenant $r = 0$, et nous obtenons

$$\Phi(r = 0, z) = \Phi(\vec{0}) e^{-ikz} e^{ik(a_0/2)^2[z/(z + \ell_f)]} \frac{\ell_f}{z + \ell_f} \text{sinc}\left(\frac{ka_0^2}{4\ell_f} \frac{z}{z + \ell_f}\right) \quad (2.33)$$

où nous avons défini le sinus cardinal par $\text{sinc}(x) = \sin x/x$.

Calibrage des transducteurs

Nous caractérisons enfin les transducteurs que nous avons utilisés : dans ce qui suit, nous présentons principalement les données obtenues pour le transducteur de fréquence 5 MHz, mais les résultats sont identiques pour le transducteur de fréquence 2.25 MHz, les paramètres géométriques de la tache focale et la pression maximale étant donnés dans le tableau 2.1. Pour ce faire, nous mesurons le champ de pression en déplaçant un hydrophone à aiguille de diamètre 40 μm (Precision Acoustics 1659SN) autour de la tache focale du transducteur, à des puissances d'alimentation réduites de façon à ne pas endommager l'aiguille. En chaque point, l'aiguille guide l'onde vers un transducteur piézoélectrique dont nous récupérons la tension après amplification : nous obtenons ainsi le signal de pression résolu en temps. En moyennant sur mille impulsions ultrasonores successives de durée 10 μs ⁽²⁾, nous pouvons ainsi mesurer l'amplitude acoustique locale

(2). Mentionnons que ce que nous désignons ici sous le terme d'« impulsions » sont des trains d'onde longs devant la période des ultrasons. Nous emploierons régulièrement cette dénomination au cours de ce manuscrit.

avec une bonne précision. Nous commençons par repérer le point focal où la pression est maximale ($P = P_{\max}$), puis nous cartographions le champ de pression dans le plan transverse à la direction de propagation des ultrasons, et dans un plan orthogonal. Les résultats obtenus sont présentés sur la figure 2.5 où nous représentons en code de couleur le gain en pression $G = 20 \log (P/P_{\max})$.

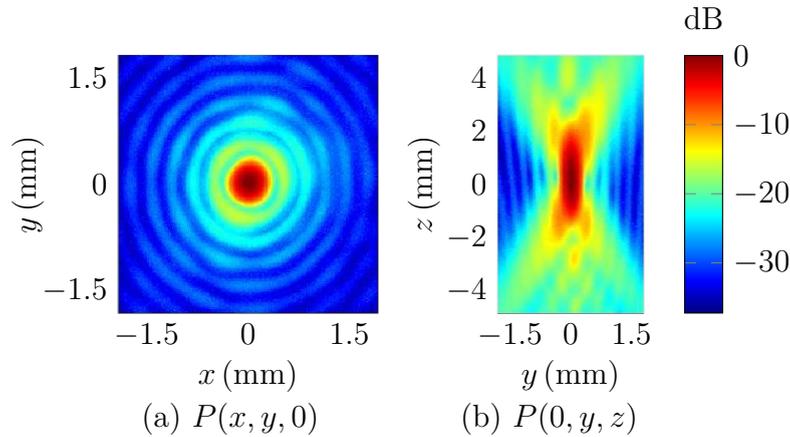


FIGURE 2.5 – Champ de pression créé par un transducteur focalisé de fréquence 5 MHz et de diamètre 25 mm.

Nous constatons que le champ de pression est bel et bien focalisé. Nous pouvons plus précisément extraire des profils de pression unidimensionnels le long de l'axe de propagation (figure 2.6(b)) et dans une direction orthogonale (figure 2.6(a)), comme représentés sur la figure 2.6.

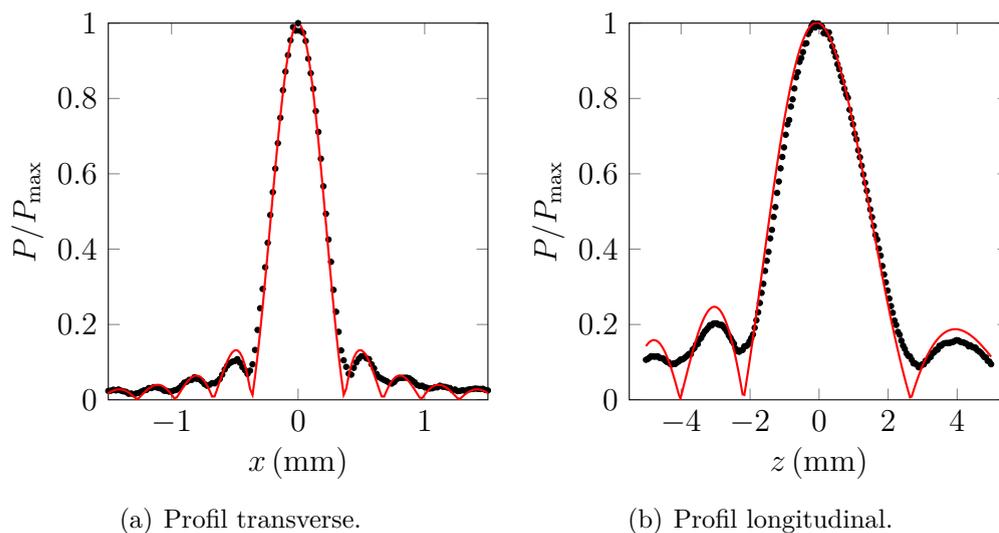


FIGURE 2.6 – Profils de pression au niveau de la tache focale pour un transducteur focalisé de fréquence 5 MHz et de diamètre 25 mm. Les courbes rouges correspondent aux formules (2.32) et (2.33), avec les paramètres du tableau 2.1.

L'accord avec les prédictions théoriques des formules (2.32) et (2.33) est excellent, d'autant qu'il n'y a pas de paramètre ajustable. Nous avons simplement déterminé

l'origine des axes en considérant le maximum d'un ajustement parabolique sur les points de plus haute pression. Discutons toutefois la validité des approximations effectuées pour obtenir la formule (2.27) : outre les conditions nécessaires pour établir l'équation de Rayleigh-Sommerfeld (2.24), que nous supposerons valides, nous nous sommes placés dans les conditions paraxiales, c'est-à-dire que nous avons considéré des points proches de l'axe. Au niveau de la tache focale, cela se traduit par $\ell_x^2 \ll \ell_f^2$, ce qui est bien vérifié dans notre cas. En revanche, nous avons supposé que le rayon de courbure est grand, c'est-à-dire que $\ell_f^2 \gg a_0^2$, et que nous nous plaçons à grande distance du transducteur, ce qui se ramène à la même condition à proximité de la tache focale : dans notre cas, $\ell_f = 2a_0$ et cette hypothèse est donc en limite de validité.

Nous avons également vérifié la linéarité de la réponse du transducteur. Il n'est pas possible d'effectuer la mesure de la pression dans la tache focale pour de fortes excitations, au risque d'endommager l'hydrophone. Nous avons donc effectué la mesure en un point légèrement en aval de la tache pour différentes tensions d'alimentation en entrée de l'amplificateur. Le résultat obtenu est représenté sur la figure 2.7.

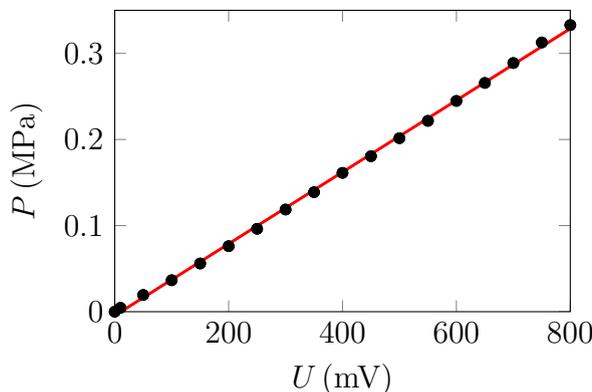


FIGURE 2.7 – Pression mesurée en un point situé en aval de la tache focale en fonction de la tension de contrôle de l'amplificateur alimentant le transducteur, de fréquence 5 MHz. La droite rouge correspond à un ajustement affine $P = aU + b$ avec $a = 4.2 \times 10^{-4} \text{ MPa} \cdot \text{mV}^{-1}$ et $b = 4.5 \times 10^{-3} \text{ MPa}$.

Ainsi, la réponse en amplitude du transducteur est linéaire sur la gamme d'excitations considérée. Notons également que nous n'avons pas vu apparaître de motif non linéaire sur les signaux temporels acquis par l'hydrophone : l'onde de pression reste harmonique en temps même aux plus fortes intensités étudiées.

Le champ de pression mesuré pour le transducteur de fréquence 2.25 MHz est présenté sur la figure 2.8. Il a été acquis de la même manière que ce qui a été présenté pour le transducteur de fréquence 5 MHz mais en utilisant une aiguille de diamètre 200 μm (Precision Acoustics 1717SN).

2.2 Effets acoustiques non linéaires

Dans tout le paragraphe 2.1, nous avons traité l'onde acoustique comme une perturbation de l'état de repos du fluide en tronquant les développements au premier

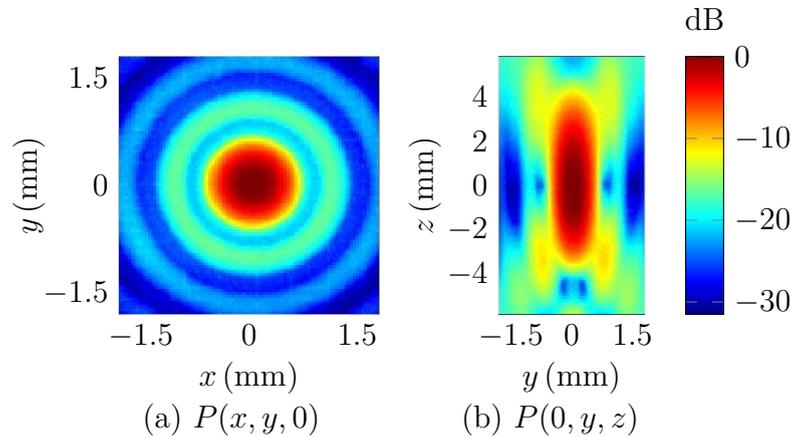


FIGURE 2.8 – Champ de pression créé par un transducteur focalisé de fréquence 2.25 MHz et de diamètre 38 mm.

ordre. Cette description est *a priori* valable pour des ondes de faible amplitude. Quand les amplitudes acoustiques croissent, des effets non linéaires que nous avons négligés deviennent prépondérants :

- pour de fortes perturbations de la densité, il n'est plus possible de linéariser l'équation d'état. À de très fortes intensités, il est même possible d'induire des changements d'état du fluide : on parle de « cavitation ».
- comme nous l'avons vu, l'énergie transportée par une onde acoustique est une quantité du deuxième ordre dans la théorie linéarisée. Ainsi, tout transfert d'énergie autre que son simple transport convectif est susceptible d'engendrer des effets non linéaires : c'est le cas de la traversée d'une interface ou de la diffusion, visqueuse ou thermique.
- si le fluide est initialement en écoulement, quand la vitesse de l'écoulement dépasse la vitesse du son, les perturbations des champs ne peuvent se propager à travers tout le fluide : l'apparition d'une perturbation provoque la formation de discontinuités des champs et mène à des ondes de choc.

La cavitation est un phénomène intéressant et exploité dans de nombreuses applications, mais nous ne l'avons jamais observé dans nos expériences, probablement du fait des fréquences très élevées utilisées. Nous ne le détaillerons pas dans ce manuscrit mais l'évoquerons au sujet des applications des ultrasons de puissance décrits dans le paragraphe 2.3.

Les effets qui nous intéressent font appel à la deuxième source de non-linéarité suggérée : la traversée d'un obstacle par une onde acoustique induit l'exercice d'une force, la « pression de radiation acoustique » que nous décrivons dans le paragraphe 2.2.1, alors que les processus de diffusion, principalement la viscosité, sont susceptibles de générer un écoulement dit de « *streaming* » comme nous le verrons dans le paragraphe 2.2.2.

Contrairement à ces phénomènes qu'il est possible de traiter de façon perturbative, les ondes de choc sont un phénomène intrinsèquement non linéaire. Nous ne les évoquons pas dans ce manuscrit car nous nous placerons toujours loin de leurs conditions d'apparition.

2.2.1 Pression de radiation acoustique

Comme nous l'avons vu dans le paragraphe 2.1.1, quand une onde acoustique rencontre un obstacle, elle est partiellement réfléchie et réfractée. Elle transmet alors à l'interface une certaine quantité de mouvement, c'est-à-dire que l'onde exerce une force stationnaire sur l'obstacle, appelée « pression de radiation ». Cet effet est comparable à celui qui existe en optique, mais des distinctions notables existent, en particulier du fait que la propagation du son dans un fluide ne peut être assimilée à la propagation d'une quasi-particule d'impulsion et d'énergie déterminées comme c'est le cas pour la lumière en électromagnétisme.

Cas général

La présentation qui suit s'inspire de [Borgnis53, Beyer74, Lee93, Issenmann07, Laurell14]. Considérons un objet occupant un volume \mathcal{V} dans un écoulement décrit par des champs eulériens de vitesse \vec{v} et de pression dynamique p . Il est maintenu en place par un opérateur exerçant une force \vec{F}_{op} . Effectuons un bilan de quantité de mouvement à travers une surface $\Sigma = \partial\mathcal{V}$ fermée entourant l'objet. Le flux de quantité de mouvement à travers Σ , advecté par l'écoulement, s'écrit

$$\vec{\Phi} = \iint_{\Sigma} (\rho\vec{v})\vec{v} \cdot \vec{dS}. \quad (2.34)$$

En outre, l'écoulement exerce sur l'obstacle une force pressante

$$\vec{F}_p = \iint_{\Sigma} p \vec{dS}. \quad (2.35)$$

Ainsi, à l'équilibre mécanique, nous avons

$$\frac{d}{dt} \iiint_{\mathcal{V}} \rho\vec{v}dV = \vec{\Phi} + \vec{F}_p + \vec{F}_{\text{op}} = \iint_{\Sigma} [\rho\vec{v} \otimes \vec{v} + p\mathbf{1}] \cdot \vec{dS} + \vec{F}_{\text{op}} \quad (2.36)$$

où \otimes désigne le produit tensoriel et $\mathbf{1}$, le tenseur identité.

Considérons maintenant que l'écoulement considéré soit celui induit par la propagation d'une onde acoustique harmonique en temps. Dès lors, les champs sont périodiques et en moyennant le bilan de quantité de mouvement (2.36) sur une période, nous obtenons

$$\vec{0} = \iint_{\Sigma} \langle \rho\vec{v} \otimes \vec{v} + p\mathbf{1} \rangle \cdot \vec{dS} + \vec{F}_{\text{op}}. \quad (2.37)$$

Ainsi, le terme intégral étant non nul comme nous le verrons dans le paragraphe suivant, il est nécessaire d'exercer une force sur l'obstacle pour le maintenir en place. Dans le cas où la pression du fluide au repos p_0 est homogène, sa contribution à l'intégrale est nulle et on peut donc remplacer p par $p - p_0$. La force due à l'onde acoustique $\vec{F}_{\text{rad}} = -\vec{F}_{\text{op}}$ s'écrit donc

$$\vec{F}_{\text{rad}} = \iint_{\Sigma} \langle \rho\vec{v} \otimes \vec{v} + (p - p_0)\mathbf{1} \rangle \cdot \vec{dS} \equiv \iint_{\Sigma} \mathbb{S} \cdot \vec{dS} \quad (2.38)$$

où $\mathbb{S} = \langle \rho\vec{v} \otimes \vec{v} + (p - p_0)\mathbf{1} \rangle$ est appelé tenseur de radiation de Brillouin, symétrique. On constate qu'il correspond à une contrainte exercée par l'onde sur l'obstacle.

Il s'agit bel et bien d'un effet non linéaire : il fait intervenir le carré de la vitesse de l'écoulement engendré et la moyenne du terme linéaire harmonique de pression est nulle. On n'observe donc une pression de radiation que si le terme de second ordre du développement perturbatif est notable. On constate également que la dénomination de « pression » est trompeuse : la pression de radiation acoustique est en effet une grandeur tensorielle, pouvant induire des composantes de cisaillement, contrairement à son homologue électromagnétique.

Suppression eulérienne moyenne

Examinons un peu plus précisément le tenseur de Brillouin et calculons la suppression eulérienne. Dans le cas d'un écoulement parfait irrotationnel, l'équation d'Euler se réécrit, en introduisant le potentiel des vitesses

$$\vec{\nabla} \left(\frac{\partial \phi}{\partial t} + \frac{\|\vec{\nabla} \phi\|^2}{2} \right) = -\frac{\vec{\nabla} p}{\rho}. \quad (2.39)$$

La seconde identité thermodynamique décrivant les variations d'enthalpie massique h s'écrit $dh = Tds + dp/\rho$ où T est la température du fluide et s son entropie massique. La propagation se faisant de façon isentropique, $ds = 0$ donc $\vec{\nabla} p/\rho = \vec{\nabla} h$. Nous pouvons donc écrire la relation de Bernoulli, traduisant la conservation de l'énergie

$$h = -\frac{\partial \phi}{\partial t} - \frac{\|\vec{\nabla} \phi\|^2}{2} + C(t) \quad (2.40)$$

où $C(t)$ désigne une fonction ne dépendant pas de la variable spatiale. Réécrivons alors l'équation d'état du fluide en développant au second ordre par rapport à l'équilibre :

$$p = p_0 + \left. \frac{\partial p}{\partial h} \right|_{S, \text{éq}} h + \frac{1}{2} \left. \frac{\partial^2 p}{\partial h^2} \right|_{S, \text{éq}} h^2 = p_0 + \rho_0 h + \frac{\rho^2 \chi_S}{2} h^2 \quad (2.41)$$

où nous avons introduit le coefficient de compressibilité isentropique du fluide.

La seconde identité thermodynamique nous montre que $h = (p - p_0)/\rho$, qui est égal à $-\partial_t \phi$ d'après l'équation d'Euler linéarisée (2.4). Dès lors, $C(t)$ apparaît comme une quantité d'ordre 2. Ainsi, en utilisant l'équation de Bernoulli (2.40) pour exprimer h dans (2.41), en prenant la moyenne sur une période de l'onde, et en tronquant le développement perturbatif au deuxième ordre, nous obtenons la suppression eulérienne moyenne intervenant dans le tenseur de Brillouin

$$\langle p - p_0 \rangle = -\frac{\rho_0}{2} \langle \vec{v}^2 \rangle + \frac{\chi_S}{2} \langle (p - p_0)^2 \rangle + Q \equiv -\langle e_c \rangle + \langle \epsilon \rangle + Q \quad (2.42)$$

où $Q \equiv \rho \langle C(t) \rangle$. La suppression eulérienne moyenne apparaît ainsi comme la différence entre l'énergie potentielle de compression du gaz $\langle \epsilon \rangle = \chi_S \langle (p - p_0)^2 \rangle / 2$ et de son énergie cinétique $\langle e_c \rangle = \rho_0 \langle v^2 \rangle / 2$, avec un terme supplémentaire Q , déterminé par les conditions aux limites.

Ce calcul a donné lieu à un débat car il s'opposait au résultat obtenu par Langevin [Beissner86]. Il s'avère que les deux calculs sont en réalité en accord et concernaient

des quantités physiques distinctes : ici, selon l'approche de Brillouin, nous calculons la surpression eulérienne $p - p_0$ tandis que Langevin calculait la surpression lagrangienne $p^L - p_0$. Les deux quantités sont identiques pour des ondes d'amplitude infinitésimales, mais dès que l'on sort du régime linéaire, elles diffèrent par un terme d'advection et l'on obtient $\langle p^L - p_0 \rangle = \langle e_c \rangle + \langle \epsilon \rangle + Q$. Un calcul détaillé et comparatif des deux points de vue est présenté dans [Lee93].

Force exercée par une onde plane sur un plan

Afin de nous familiariser avec cette notion de pression de radiation acoustique, commençons par considérer un cas simple : celui d'une onde acoustique plane arrivant depuis un milieu A sur un obstacle plan indéformable B ⁽³⁾, de normale \vec{e}_x et de surface S .

Nous décrivons le cas dit de Langevin, traité par exemple dans [Borgnis52, Borgnis53], pour lequel l'onde acoustique est entourée de fluide au repos : dans ce cas, $Q = 0$. Nous considérons ici un faisceau acoustique aux bords duquel l'intensité acoustique chute brutalement à zéro, ce qui n'est pas très physique. Il est possible cependant de prendre un profil plus réaliste sans changer notablement les résultats [Lee93]. Il convient de distinguer cette situation de celle historiquement envisagée par Rayleigh pour laquelle l'onde est confinée : dans ce cas, $Q \neq 0$ et l'expression de la force est modifiée [Beyer50, Lee93, Issenmann07].

Enfin, par souci de simplicité, considérons que l'onde est en incidence normale. Dès lors, $\vec{v}_i = v_{1,i} e^{i(\omega t - kx)} \vec{e}_x$: dans ce cas, seule la composante (x, x) du tenseur $\vec{v} \otimes \vec{v}$ est non nulle, et vaut $\|\vec{v}\|^2$. Ainsi, $S_{xx} = \rho \langle \|\vec{v}\|^2 \rangle - \langle e_c \rangle + \langle \epsilon \rangle = \langle e_c \rangle + \langle \epsilon \rangle = \langle e \rangle$: cette composante du tenseur de Brillouin égale l'énergie volumique moyenne transportée par l'onde acoustique. Pour calculer la force exercée par l'onde sur le plan, nous calculons la force exercée sur une tranche d'épaisseur ε dans la direction \vec{e}_x entourant le plan, puis faisons tendre ε vers zéro et obtenons ainsi

$$\vec{F}_{\text{rad}} = [\langle e \rangle|_{x=0^-} - \langle e \rangle|_{x=0^+}] S \vec{e}_x = \left(1 + R - \frac{c_A T}{c_B}\right) S \langle e_i \rangle \vec{e}_x. \quad (2.43)$$

Le calcul peut se faire en incidence oblique [Borgnis52, Issenmann07] : dans ce cas, ce sont les coefficients de réflexion et transmission obliques qui entrent en compte, et il faut penser à tenir compte de l'inclinaison des faisceaux pour calculer la section effective d'obstacle sur laquelle ils agissent. La force obtenue possède également une composante transverse à la surface.

Force exercée par une onde focalisée sur une sphère

Le problème du calcul explicite de la pression de radiation exercée par une onde acoustique plane, stationnaire ou progressive, sur une sphère a été abordé par King [King34] pour des sphères incompressibles. Par la suite, la compressibilité et l'élasticité de l'obstacle ont été prises en compte [Faran Jr.51, Yosioka55, Hasegawa69] et il est

(3). Nous traitons ainsi l'obstacle comme un fluide : il s'agit soit d'un fluide, soit d'un solide auquel cas il ne faut pas que l'onde acoustique s'y transmette sous forme d'onde transverse, ce qui est correct en incidence normale.

possible de trouver des solutions explicites dans la limite de sphères de petite taille devant la longueur d'onde [Laurell14], dans une onde plane [Gor'kov62] ou focalisée [Wu90]. Un développement perturbatif a également été proposé pour la force exercée sur une sphère au centre d'un champ acoustique axisymétrique [Chen96, Chen97].

Le calcul de la pression de radiation acoustique reste un problème de recherche ouvert. Il tire son importance de l'utilisation croissante de la pression de radiation pour la manipulation d'objets microfluidiques, que nous évoquerons dans le paragraphe 2.3. En particulier, des travaux se sont concentrés sur la prise en compte des effets visqueux [Doinikov94a, Doinikov94b, Settnes12, Karlsen15, Sepehrirahnama15] ou dans des champs acoustiques plus complexes [Baresch13a, Baresch13b, Baresch16].

Dans cette thèse, nous aurons besoin de connaître l'intensité de la pression de radiation exercée sur une sphère de rayon a quelconque placée au point focal d'un transducteur focalisé, d'angle d'ouverture θ_0 . Nous décrivons dans la suite l'idée de la solution proposée par Chen *et al.* dans [Chen96]. Pour un transducteur axisymétrique, le champ créé en $\vec{r} = (r, \theta, \varphi)$, donné par la formule de Rayleigh-Sommerfeld (2.24), peut se développer comme une somme de produits $j_m(kr)P_m(\cos\theta)$ où k est le vecteur d'onde de l'onde, j_m la fonction de Bessel sphérique d'ordre m et P_m , le polynôme de Legendre d'ordre m . Les coefficients du développement sont déterminés par les caractéristiques géométriques du transducteur. On note ϕ_0 l'amplitude du potentiel des vitesses de l'onde excitée par le transducteur.

Le champ rayonné en retour par la sphère élastique peut se développer de la même façon que le champ créé par le transducteur, mais les coefficients font en outre intervenir la densité du solide constituant la sphère et la vitesse à laquelle s'y propagent les ondes de compression et de cisaillement. Les coefficients de ces deux développements sur les polynômes de Legendre sont reliés par l'application des conditions aux limites aux bords de la sphère : la contrainte élastique normale est supposée égale à la pression acoustique dans le fluide, la déformation de la sphère, égale au déplacement du fluide, et l'on néglige les composantes tangentielles de contrainte dans la sphère.

On peut alors calculer le flux du tenseur de radiation : la force de radiation exercée sur la sphère est intégralement dirigée dans l'axe du transducteur et a pour intensité

$$F_{\text{rad},//} = \langle e_i \rangle \cdot (\pi a^2) \cdot Y_p \quad (2.44)$$

où $\langle e_i \rangle = \rho_f k^2 \phi_{\text{max}}^2 / 2 = P^2 / 2\rho_f c_f^2$ est l'énergie volumique moyenne de l'onde incidente et Y_p est fonction des coefficients des développements des champs incident et diffusé par la sphère ainsi que du produit ka . Son expression se trouve dans l'article [Chen96] (voir formules (63), ainsi que (3), (4a), (5) et (6)). La solution obtenue diffère notablement (de plus de 5%) de celle pour une onde plane dès lors que $ka \sin\theta_0 > 0.5$, ce qui sera le cas dans les applications que nous considérerons.

Nous calculons à l'aide de Matlab le coefficient Y_p pour les valeurs de ka qui nous seront utiles par la suite. Le développement est tronqué à l'ordre 20, au-delà duquel les ordres supérieurs deviennent tout à fait négligeables. Les résultats obtenus sont représentés sur la figure 2.9, pour un transducteur d'ouverture $\theta_0 = 30^\circ$, correspondant à ceux que nous utilisons, et avec les valeurs numériques du tableau 2.2.

On constate que la pression de radiation dépend fortement de la taille comparée de la sphère avec la longueur d'onde ultrasonore. En outre, des résonances et anti-résonances relativement aiguës peuvent apparaître, comme nous le voyons dans le cas

Matériau	ρ (kg · m ⁻³)	c (m · s ⁻¹)	c_s (m · s ⁻¹)
Eau	1000	1500	-
Polystyrène	1050	2350	1120
Verre	2500	5600	3760

TABLE 2.2 – Propriétés de quelques matériaux : masse volumique ρ , vitesse des ondes de compression c et vitesse des ondes de cisaillement c_s si elles existent.

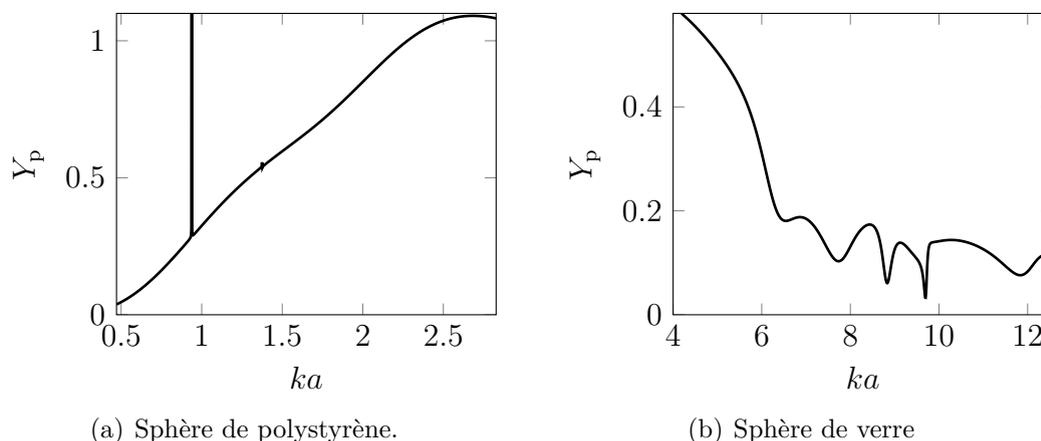


FIGURE 2.9 – Facteur Y_p calculé à l'ordre 20 pour des sphères de polystyrène et de verre, avec un transducteur focalisé d'angle d'ouverture $\theta_0 = 30^\circ$. Les courbes sont tracées pour les valeurs de ka qui seront considérées par la suite.

du polystyrène. Enfin, ce calcul n'est valable que pour une sphère parfaitement centrée dans le champ acoustique. Pour toutes ces raisons, nous ne pouvons utiliser ces valeurs afin de prédire quantitativement les forces exercées si l'expérience réalisée n'est pas extrêmement soignée. Dans notre cas, nous nous en servons donc comme donnant un ordre de grandeur de la pression de radiation.

Estimons enfin cet ordre de grandeur pour les situations qui nous intéresseront par la suite. Pour une bille de verre de rayon $400\ \mu\text{m}$ située au point focal d'un transducteur de fréquence $5\ \text{MHz}$, pour une pression $P = 1\ \text{MPa}$, nous obtenons $F_{\text{rad}} \simeq 200\ \mu\text{N}$. Dans le cas d'une bille de polystyrène de rayon $150\ \mu\text{m}$ au point focal d'un transducteur de fréquence $2.25\ \text{MHz}$, la force de radiation acoustique vaut $F_{\text{rad}} \simeq 400\ \mu\text{N}$ pour une pression $P = 10\ \text{MPa}$.

Force exercée sur une sphère dans une onde plane stationnaire

Pour terminer cette étude de la pression de radiation, mentionnons enfin la force exercée par une onde plane stationnaire sur une bille sphérique de petite taille $a \ll \lambda$. Nous n'utiliserons pas cette situation dans cette thèse, mais elle est d'importance notable pour de nombreuses applications que nous évoquerons dans le paragraphe 2.3.

Considérons une onde de pression sous la forme $p_1(z, t) = p_1^0 \cos(kz) \cos(\omega t)$. Soit χ_S^b la compressibilité isentropique de la particule considérée et ρ^b sa masse volumique. On note $\tilde{\chi} = \chi_S^b / \chi_S$ et $\tilde{\rho} = \rho^b / \rho_0$. La force de radiation acoustique exercée par l'onde

sur la bille est dirigée selon \vec{e}_z se met sous la forme [Laurell14]

$$F_{\text{rad},//} = 4\pi\Xi(\tilde{\chi}, \tilde{\rho})ka^3\langle e_i \rangle \sin(2kz) \quad \text{avec} \quad \Xi(\tilde{\chi}, \tilde{\rho}) = \frac{1}{3} \left[\frac{5\tilde{\rho} - 2}{2\tilde{\rho} + 1} - \tilde{\chi} \right]. \quad (2.45)$$

Ainsi, des particules petites devant la longueur d'onde plongées dans un champ acoustique subissent une pression de radiation, dont la direction dépend du signe de Ξ , le contraste acoustophorétique. S'il est positif, les particules vont s'agglomérer aux ventres de l'onde tandis que s'il est négatif, elles vont migrer vers les nœuds : ce phénomène est appelé « acoustophorèse ».

2.2.2 Streaming acoustique

Dans tous les développements que nous avons faits jusqu'à présent, nous avons négligé les viscosités de cisaillement (caractérisée par la première viscosité η) comme de compression (caractérisée par la seconde viscosité ζ). Cependant, nous avons vu dans le paragraphe 2.1.1 que la viscosité induisait une atténuation exponentielle de l'onde, sur une distance caractéristique $\ell_{\text{abs}} = 1/\alpha$.

Cas général

L'énergie de l'onde acoustique absorbée induit un écoulement permanent, dit de « *streaming* » [Lighthill78]. La présentation qui suit repose sur les ouvrages [Laurell14] et [Beyer74]. Poussons le développement perturbatif des équations : écrivons donc

$$\begin{cases} p &= p_0 + p_1 + p_2 \\ \rho &= \rho_0 + \rho_1 + \rho_2 \\ \vec{v} &= \vec{0} + \vec{v}_1 + \vec{v}_2 \end{cases} \quad (2.46)$$

En injectant cette forme dans les équations (2.1), (2.2) et (2.3), le premier ordre nous donne une équation de propagation modifiée (B.12), présentée dans l'annexe B. À cet ordre, les solutions sont harmoniques et amorties avec une distance caractéristique ℓ_{abs} , et l'ordre deux fournit

$$p_2 = c_f^2 \rho_2 + \frac{1}{2} \frac{\partial c_f^2}{\partial \rho} \Big|_{\text{eq}} \rho_1^2 \quad (2.47)$$

$$\frac{\partial \rho_2}{\partial t} = -\rho_0 \vec{\nabla} \cdot \vec{v}_2 - \vec{\nabla} \cdot (\rho_1 \vec{v}_1) \quad (2.48)$$

$$\rho_0 \frac{\partial \vec{v}_2}{\partial t} + \rho_0 (\vec{v}_1 \cdot \vec{\nabla}) \vec{v}_1 + \rho_1 \frac{\partial \vec{v}_1}{\partial t} = -\vec{\nabla} p_2 + \left(\zeta + \frac{4}{3} \eta \right) \vec{\nabla} (\vec{\nabla} \cdot \vec{v}_2) + \eta \Delta \vec{v}_2 \quad (2.49)$$

Nous prenons alors la moyenne sur une période acoustique de ces équations, éliminant ainsi les termes du premier ordre, harmoniques, ainsi que les dérivées par rapport au temps : les équations de l'hydrodynamique deviennent

$$0 = -\rho_0 \vec{\nabla} \cdot \langle \vec{v}_2 \rangle - \vec{\nabla} \cdot \langle \rho_1 \vec{v}_1 \rangle \quad (2.50)$$

$$\rho_0 \langle (\vec{v}_1 \cdot \vec{\nabla}) \vec{v}_1 \rangle + \left\langle \rho_1 \frac{\partial \vec{v}_1}{\partial t} \right\rangle = -\vec{\nabla} \langle p_2 \rangle + \left(\zeta + \frac{4}{3} \eta \right) \vec{\nabla} (\vec{\nabla} \cdot \langle \vec{v}_2 \rangle) + \eta \Delta \langle \vec{v}_2 \rangle. \quad (2.51)$$

Ainsi, l'atténuation visqueuse de l'onde acoustique induit un écoulement au second ordre perturbatif, composé d'un terme harmonique de fréquence double et d'un écoulement moyen $\vec{v}_s = \langle \vec{v}_2 \rangle$ stationnaire. Cet écoulement s'accompagne de l'apparition d'un terme de pression stationnaire $p_s = \langle p_2 \rangle$. Afin d'éliminer le terme ρ_1 dans la dernière équation, nous pouvons utiliser le fait que $\langle \partial_t(\rho_1 \vec{v}_1) \rangle = \vec{0}$ donc, en utilisant l'équation de continuité à l'ordre 1 (2.2), nous montrons que $\langle \rho_1 \partial_t \vec{v}_1 \rangle = \langle \vec{v}_1 \vec{\nabla} \cdot (\rho_0 \vec{v}_1) \rangle$.

La restriction du calcul au deuxième ordre nécessite que l'écoulement moyen se produise à faible nombre de Reynolds. Supposons en outre qu'il soit incompressible, c'est-à-dire $\vec{\nabla} \cdot \vec{v}_s = 0$: dans ce cas, l'écoulement de *streaming* vérifie l'équation

$$\eta \Delta \vec{v}_s - \vec{\nabla} p_s = \rho_0 \langle (\vec{v}_1 \cdot \vec{\nabla}) \vec{v}_1 \rangle + \langle \vec{v}_1 \vec{\nabla} \cdot (\rho_0 \vec{v}_1) \rangle \equiv -\vec{F}_s. \quad (2.52)$$

Il s'agit d'une équation de Stokes stationnaire, avec un forçage par une force volumique constante \vec{F}_s .

L'équation de Stokes est linéaire : il est donc possible de la résoudre en utilisant l'équivalent d'une fonction de Green pour une équation vectorielle ⁽⁴⁾ [Happel83]. Pour l'équation de Stokes, on a

$$\vec{v}_s(\vec{r}) = \frac{1}{8\pi\eta} \iiint \mathcal{T}(\vec{r} - \vec{r}') \cdot \vec{F}_s(\vec{r}') d^3r' \quad (2.53)$$

où $\mathcal{T}(\vec{r}) = \mathbf{1}/r + (\vec{r} \otimes \vec{r})/r^3$ désigne le tenseur d'Oseen. Explicitement, nous avons

$$\vec{v}_s(\vec{r}) = \frac{1}{8\pi\eta} \iiint \left[\frac{\vec{F}_s(\vec{r}')}{\|\vec{r} - \vec{r}'\|} + \frac{\vec{F}_s \cdot (\vec{r} - \vec{r}')}{\|\vec{r} - \vec{r}'\|^3} (\vec{r} - \vec{r}') \right] d^3r' \quad (2.54)$$

Tout comme pour la pression de radiation acoustique, le calcul précis de ces écoulements reste un enjeu important et actuel [Kamakura95, Moudjed15, Sepehrirahnama16]. En effet, la prise en compte des effets de *streaming* est importante dans la conception de pièges acoustiques microfluidiques. C'est également une méthode efficace pour générer des écoulements potentiellement intenses à de petites échelles.

Écoulement de streaming généré par un faisceau focalisé

Nous souhaitons maintenant estimer l'écoulement de *streaming* généré par nos transducteurs piézoélectriques, et plus précisément sa vitesse au foyer du transducteur. Pour cela, nous assimilons le champ acoustique créé à une onde plane amortie confinée dans un cylindre de rayon ℓ_x et de longueur ℓ_z , comme représenté sur la figure 2.10. En notant z l'axe du transducteur, le champ de vitesse généré s'écrit à l'ordre 1

$$\vec{v}_1 = v_1^0 e^{-\alpha x} e^{i(kx - \omega t)} \vec{e}_z \quad (2.55)$$

où α est le coefficient d'amortissement de l'onde. Dans ce cas, l'écoulement de *streaming* est généré par une force s'écrivant [Beyer74, Nyborg98]

$$\vec{F}_s = -\rho_0 \langle (\vec{v}_1 \cdot \vec{\nabla}) \vec{v}_1 \rangle - \langle \vec{v}_1 \vec{\nabla} \cdot (\rho_0 \vec{v}_1) \rangle = \rho_0 \alpha (v_1^0)^2 e^{-2\alpha z} \vec{e}_z. \quad (2.56)$$

(4). On parle de tenseur de Green ou fonction de Green dyadique.

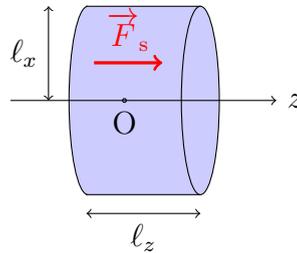


FIGURE 2.10 – On recherche l'écoulement de *streaming* \vec{v}_s engendré par une force \vec{F}_s localisée dans un cylindre de rayon l_x et de longueur l_z .

En utilisant la formule (2.54), nous obtenons au point focal $\vec{r} = \vec{0}$

$$\vec{v}_s = \int_{-l_z/2}^{l_z/2} \frac{F_s(z)l_x^2}{4\eta\sqrt{l_x^2 + z^2}} dz \vec{e}_z \simeq \frac{\omega^2}{2c_f^3} \left(\frac{1}{3} + \frac{\zeta}{4\eta} \right) (v_1^0)^2 l_x^2 \ln \left[\frac{\sqrt{4l_x^2 + l_z^2} + l_z}{\sqrt{4l_x^2 + l_z^2} - l_z} \right] \vec{e}_z \quad (2.57)$$

où nous avons développé le terme exponentiel dans \vec{F}_s au premier ordre en αl_z et remplacé le coefficient d'absorption α par son expression (2.13). Rappelons que pour une onde plane, on a $p_1^0 = \rho_f c_f v_1^0$.

Pour conclure ce paragraphe, donnons quelques ordres de grandeur de l'écoulement de *streaming* que nous pouvons obtenir avec nos transducteurs. Pour le transducteur de fréquence 2.25 MHz et une pression $P = 10$ MPa, nous trouvons $v_s \simeq 2$ m \cdot s⁻¹. Pour celui de fréquence 5 MHz et une pression $P = 1$ MPa, nous obtenons $v_s \simeq 2$ cm \cdot s⁻¹.

2.3 Observation et applications des effets acoustiques non linéaires

Nous avons décrit les effets acoustiques non linéaires observables pour des intensités acoustiques modérées. Ces effets sont bien connus depuis le siècle dernier dans les fluides newtoniens et ont donné lieu à de multiples applications, tout particulièrement dans le domaine de la microfluidique : nous les passons maintenant en revue.

2.3.1 Premières observations et applications fondamentales

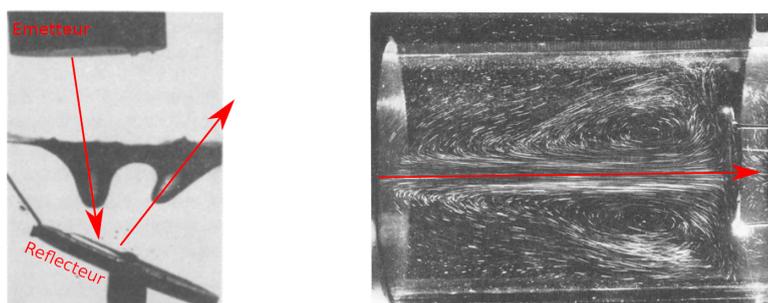
Historiquement, la pression de radiation acoustique a été principalement introduite d'un point de vue théorique, en tentant de développer et de sonder les limites de l'analogie avec le cas électromagnétique. L'une des premières études expérimentales a été menée par Wood et Loomis [Wood27], qui observent la déformation d'interfaces entre de l'eau et de l'huile lorsqu'elles sont soumises à une onde ultrasonore. Les auteurs observent des augmentations périodiques de la résistance à l'enfoncement lorsqu'ils plongent une plaque de verre orthogonalement à la direction de propagation des ultrasons. Cette observation s'explique par la formation d'une cavité acoustique résonnante lorsque la distance séparant la plaque de la lame excitant les ultrasons est un multiple

de la demi-longueur d'onde des ultrasons. Enfin, pour de plus fortes intensités acoustiques, ils observent la rupture et la nébulisation de l'interface, qui se produit quand la pression de radiation dépasse les forces de rappel capillaire.

L'existence d'une force de radiation acoustique dans une onde stationnaire, induisant la migration de particules vers les nœuds ou les ventres de pression, a été mise en évidence par Goldman et Ringo [Goldman49]. Nous verrons dans la suite que cette propriété a été exploitée en pratique.

Hertz et Mende [Hertz39] ont ensuite effectué des observations plus précises et sont assurés que la pression de radiation est indépendante de la direction de propagation des ultrasons, comme nous le voyons sur la figure 2.11(a). Cette observation n'est cependant valable que pour certains couples de fluides [Chu82, Issenmann07]. Des mesures plus quantitatives ont par la suite été effectuées pour la force exercée sur des obstacles, en les comparant aux prédictions théoriques [Faran Jr.51, Herrey55, Yosioka55, Hasegawa69].

Une revue historique de ces différents travaux est proposée dans [Beyer78, Issenmann07]. Plus récemment, une étude approfondie a été menée sur la déformation d'interfaces entre fluides sous l'effet de la pression de radiation acoustique, en bon accord avec les prédictions théoriques [Issenmann06, Issenmann07, Issenmann08].



(a) Figure tirée de [Hertz39]. Interface entre de l'eau (au-dessus) et de l'aniline déformée par la pression de radiation acoustique. Le trajet de l'onde acoustique est indiqué par les flèches rouges.

(b) Figure tirée de [Liebermann49]. Écoulement de *streaming* dans l'eau visualisé à l'aide de petites particules d'aluminium. Le trajet de l'onde acoustique est indiqué par la flèche rouge.

FIGURE 2.11 – Observations historiques d'effets acoustiques non linéaires.

Le *streaming* acoustique a lui aussi été caractérisé principalement théoriquement, mais il a été observé dans de multiples situations. Liebermann en a fait une observation qualitative [Liebermann49]. L'écoulement de *streaming* induit dans différentes configurations a été caractérisé [Mitome90, Matsuda96, Starritt00, Moudjed15]. Un exemple d'écoulement induit peut être vu sur la figure 2.11(b).

Les ultrasons de puissance ont été utilisés pour certaines études fondamentales. Une des techniques expérimentales qui ont été employées pour estimer la limite de nucléation homogène de l'eau est la formation de bulles de cavitation à l'aide d'ultrasons focalisés [Galloway54, Greenspan67, Herbert06]. En effet, il est de la sorte possible d'exciter de petits volumes d'eau, évitant le phénomène de nucléation hétérogène qui est généralement limitant dans ces études.

Comme nous l'avons vu, des ultrasons focalisés peuvent également perturber l'interface entre deux fluides et générer ainsi des ondes de surface sans contact. Il a été proposé d'utiliser cette propriété pour mesurer des tensions de surface, à partir de l'analyse de la relation de dispersion des ondes gravito-capillaires ainsi induites [Cinbis92, Issenmann07].

Nous pouvons enfin mentionner le phénomène de sonoluminescence : les oscillations et l'effondrement d'une bulle dans un champ acoustique provoquent une forte concentration d'énergie qui peut suffire à ioniser le milieu et à former un plasma [Susslick90a, Thomas02, Brenner02]. Ce phénomène est encore mal compris actuellement mais fournit une méthode pour atteindre des énergies intenses dans un volume très réduit.

2.3.2 Applications thérapeutiques

Du fait de leur bonne propagation dans les tissus biologiques et de leur caractère relativement inoffensif, les ultrasons offrent de multiples opportunités thérapeutiques ou biomédicales [terHaar07, Dalecki04].

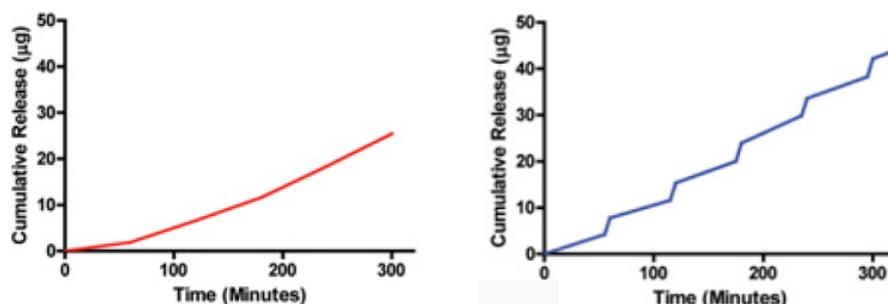
À basse intensité, les techniques d'échographie et de vélocimétrie Doppler sont maintenant très développées et couramment répandues pour de multiples applications. Il est possible de tirer profit de la forte diffusion des ondes ultrasonores par de petites bulles d'air pour observer *in vivo* des vaisseaux sanguins en utilisant des ultrasons d'intensité modérée [Gessner12, Shelton15], et ce avec une résolution spatiale qui peut dépasser la limite de diffraction des techniques usuelles [Errico15]. On peut également utiliser la diffusion incohérente d'ondes acoustiques dans un milieu diffusant afin d'en décrire l'écoulement [Cowan02]. À plus haute intensité, il est possible de générer des ondes de cisaillement dans les tissus, dont l'analyse permet d'en cartographier l'élasticité locale [Bercoff04].

Les ultrasons sont également employés dans divers traitements : ils peuvent être utilisés directement, pour chauffer localement les tissus ou exercer une action mécanique directe [O'Brien Jr.07] ou en les couplant à des agents de contraste. Des ondes intenses et focalisées peuvent servir au traitement de tumeurs ou de caillots sanguins [Solovchuk12, Kennedy05] en chauffant localement les tissus. Il est également possible, en provoquant la cavitation de petites bulles injectées dans le sang, de détruire des cellules autour du lieu de focalisation, offrant ainsi des possibilités dans le traitement de certains cancers [Marmottant03, Prentice05]. De façon plus empirique, il a été montré que l'application d'ultrasons pulsés d'intensité modérée permet de stimuler la résorption de fractures [Heckman94, Padilla14], selon un mécanisme encore incertain mais impliquant vraisemblablement un effet direct athermique des ondes sonores. Enfin, les ultrasons sont parfois utilisés pour le traitement de lésions de tissus mous, mais avec une utilité incertaine [Speed01].

Selon leur intensité, leur fréquence et la manière dont ils sont appliqués, les ultrasons peuvent stimuler [Tyler08] ou inhiber [Fry50, Fry57] l'activité nerveuse. Une revue détaillée des résultats observés est présentée dans [Tufail11]. Un tel effet peut être employé pour le traitement de troubles neurologiques de façon non invasive, puisqu'il est possible d'appliquer les ultrasons à travers la boîte crânienne. Là encore, l'effet observé n'est pas explicable seulement par l'augmentation de température induite par les ondes.

Il a été montré que l'application d'ultrasons modifie directement les cellules : en par-

ticulier, elle modifie les flux de calcium intercellulaires [Dinno89, Sena11, Deymier15] ce qui modifie la communication entre cellules. Elle permet aussi l'ouverture temporaire de la barrière hémato-encéphalique, ce qui pourrait faciliter certains traitements, comme dans le cas de la maladie d'Alzheimer [Leinenga15]. Enfin, elle facilite la transmission de certaines molécules en augmentant la porosité des cellules [Tachibana97, Tachibana99], ce qui peut être utile en thérapie génique ou pour le traitement de certains cancers. Les ultrasons augmentent également la perméabilité de la peau à certaines protéines [Mitragotri95].



(a) Masse libérée au cours du temps par diffusion simple.

(b) Masse libérée au cours du temps avec application d'ultrasons pendant cinq minutes toutes les heures.

FIGURE 2.12 – Libération *in vitro* de mitoxantrone encapsulée dans un hydrogel avec ou sans application d'ultrasons. On constate que la libération est plus efficace si des ultrasons sont appliqués. Figures tirées de [Huebsch14].

Enfin, certains gels présentent une perméabilité accrue lorsqu'ils sont soumis à des ultrasons, et de façon réversible. Il est donc possible d'y encapsuler des molécules médicamenteuses et d'utiliser des ondes ultrasonores de puissance modérée pour en favoriser la libération locale, comme présenté sur la figure 2.12. À nouveau, un tel procédé est intéressant dans des perspectives thérapeutiques [Okahata83, Epstein-Barash10, Huebsch14]. Une revue sur les applications d'ultrasons sur la libération localisée de médicaments est présentée dans [Mitragotri05].

2.3.3 Applications industrielles

Les ultrasons sont couramment utilisés dans l'industrie, de façon plus ou moins empirique selon les applications.

Dans l'industrie agroalimentaire, la sonication des échantillons a de multiples usages : elle permet de modifier, temporairement ou définitivement, la texture des produits [Pattist08, Jambrak10]. Le phénomène de cavitation permet de stériliser le lait à plus basse température que les processus de pasteurisation habituels, sans en modifier la texture [Villamiel00, Shanmugam12]. L'application d'ultrasons permet enfin de favoriser divers processus, comme la congélation [Islam15], la salaison [Ozuna13] ou encore le séchage [Garcia-Perez12].

L'application d'ultrasons de puissance est également étudiée dans le cadre de la filtration de produits industriels ou alimentaires par des membranes. En effet, la formation d'une couche de filtrat au-dessus de la membrane est un phénomène limitant de

la filtration. Pour l'éliminer, il est généralement nécessaire d'interrompre le processus pour procéder à une phase de nettoyage physique (application d'un contre-écoulement d'eau) ou chimique. L'utilisation d'ultrasons intenses permet, par la formation de bulles de cavitation, d'accélérer cette phase [Ng12, Li02, Li11, Kyllönen06, Lamminen04, Lamminen06, Maskooki08, Muthukumaran05, Muthukumaran07, Gonzalez-Avila12, Chen06, Cai09] mais parfois au prix d'une détérioration de la membrane [Masselin01, Kyllönen06, Li11, Kallioinen11]. Les ultrasons améliorent aussi le flux de perméation [Kobayashi99, Simon00, Cai09, Mirzaie12], y compris à basse intensité, en limitant la déposition de la couche de filtrat grâce au *streaming* [Hengl14, Jin14a, Jin14b, Jin15, Gondrexon15]. Dans ce dernier cas, aucun dommage n'est porté à la membrane. Des revues de ces applications se trouvent dans [Kyllönen05, Ahmad12, Legay13].

Les écoulements de *streaming* ou ceux dus à l'implosion de bulles de cavitation permettent une amélioration des transferts thermiques dans des systèmes d'échange de chaleur [Monnot07, Gondrexon10, Legay12b, Legay12a]. Ils limitent en outre les dépôts sur les parois des échangeurs [Gondrexon15]. On trouvera une revue des applications des ultrasons à ces systèmes dans [Gondrexon10, Legay11].

Enfin, les ultrasons sont utilisés en chimie et donnent même lieu à un domaine de recherche entier : la sonochimie. Le principal effet exploité est ici le phénomène de cavitation : les bulles, en implosant, génèrent des écoulements à de petites échelles ainsi qu'un échauffement localisé et intense favorisant certaines réactions, souvent radicalaires [Pétrier97, Abu-Much08]. Les ultrasons peuvent aussi être utilisés pour favoriser l'extraction de solvants [Toma01], la gélification de certains composés organiques [Bardelang09, Cravotto09] ou encore la formation de micelles [Yusof13]. Un récapitulatif des résultats expérimentaux dans ce domaine se trouve dans les revues de Suslick [Suslick99, Suslick90b, Suslick90a].

2.3.4 Applications en microfluidique

Comme évoqué plus haut, une des principales sources de l'intérêt actuel pour la description quantitative des forces de radiation acoustique et des écoulements de *streaming* provient de leur utilisation en microfluidique dont les principaux aspects sont décrits dans l'ouvrage [Laurell14].

Ondes acoustiques en volume

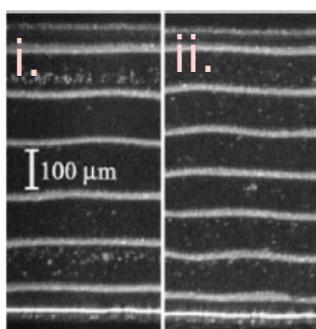
Les premiers travaux portant sur la manipulation de petits objets, comme des bulles, des gouttes ou des cellules, utilisaient des ondes acoustiques stationnaires dans des chambres de volume relativement important [terHaar78, Whitworth91, Tolt93], puis ont été adaptés pour des tailles d'échantillon de plus en plus faibles, millimétriques [Gupta94, Hawkes98] puis micrométriques [Coakley00, Wiklund06] avec le développement de la microfluidique. Dans un champ de pression stationnaire, des objets présentant un contraste acoustique avec le fluide environnant vont migrer vers les nœuds ou les ventres de pression sous l'effet de la pression de radiation : il est ainsi possible de les séparer du fluide en exploitant le phénomène d'acoustophorèse que nous avons expliqué dans le paragraphe 2.2.1. On peut observer cette migration sur la figure 2.13(a).

L'utilisation d'ultrasons est une voie fructueuse pour la manipulation d'objets en microfluidique. Dans un champ de pression stationnaire, plusieurs techniques sont envisageables. On peut par exemple provoquer la migration de particules en écoulement vers le centre d'un canal [Townsend04]. Cette méthode permet d'effectuer des mesures cytométriques efficaces, en concentrant des cellules dans une zone étroite [Petersson04, Goddard07, Antfolk12]. Par exemple, nous pouvons observer la situation présentée sur la figure 2.13(b) : un mélange de sang et de lait a été introduit dans un canal microfluidique dans lequel est établi un champ de pression stationnaire. On constate que la crème du lait migre vers les ventres de pression, situés sur les parois du canal, tandis que les globules rouges se concentrent sur le nœud de pression, situé au centre du canal. En arrivant sur une jonction à trois branches, les globules rouges empruntent le canal central tandis que les lipides sont déviés dans les canaux latéraux

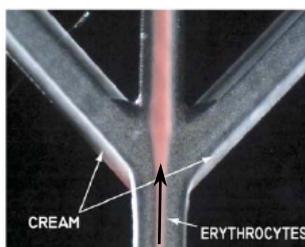
En l'absence d'écoulement, les ondes stationnaires piègent les particules et il est ainsi possible de réaliser des pinces acoustiques [Evander07, Hammarström12, Hammarström14, Baresch16], analogues aux pinces optiques. Un intérêt important de ces pièges est la possibilité de capturer n'importe quelle particule présentant un contraste avec le solvant, tandis que les pinces optiques ne peuvent capturer que des objets dont l'indice optique est inférieur à celui du fluide porteur. L'efficacité du piège est ici affectée par l'écoulement de *streaming* induit par l'onde [Spengler03].

La plupart des particules étudiées en microfluidique ont un contraste positif avec l'eau, c'est-à-dire qu'elles migrent vers les nœuds de pression. Cependant, le développement récent de particules au contraste négatif [Cushing13, Wyatt Shields IV14] ouvre des perspectives intéressantes : en les fonctionnalisant de façon idoine, il est possible de leur faire piéger des cellules spécifiques, afin de les isoler plus facilement.

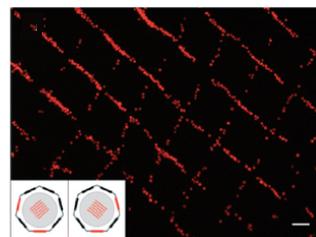
Enfin, la forte interaction des ultrasons avec les gouttes ou les bulles en permet une manipulation efficace dans les canaux microfluidiques [Rabaud11].



(a) Figure tirée de [Wiklund06]. Des billes de latex migrent vers les nœuds d'un champ de pression stationnaire. La fréquence est plus élevée sur la figure de droite.



(b) Figure tirée de [Petersson04]. Sous l'effet d'un champ de pression stationnaire, un mélange de lait et de sang est séparé. La flèche indique la direction de l'écoulement.



(c) Figure tirée de [Gesellchen14]. Des cellules marquées par fluorescence s'organisent dans les nœuds de pression d'une cellule ultrasonore à 8 transducteurs représentée en insert. La barre d'échelle fait 100 μm .

FIGURE 2.13 – Exemple de réalisations exploitant l'acoustophorèse en microfluidique.

Ondes acoustiques de surface

Récemment, le développement de transducteurs piézoélectriques dits « interdigités » a ouvert de nouvelles opportunités pratiques dont on trouvera une revue dans [Lin12, Ding13]. Ces transducteurs permettent d'exciter de façon bien contrôlée des ondes de Rayleigh à la surface d'un solide. De telles ondes, se propageant le long des canaux microfluidiques, rayonnent à leur tour des ondes acoustiques dans le fluide au voisinage des parois, induisant une pression de radiation et des recirculations dues au *streaming*.

Il est possible, tout comme avec les ondes de volume, de focaliser des particules au centre d'un écoulement [Shi09, Li15a, Gao15] pour effectuer des mesures cytométriques. Récemment, une méthode efficace a été proposée par Schmid *et al.* : une détection optique permet, au passage de cellules marquées par fluorescence, de déclencher la propagation d'une onde de surface qui fait migrer la cellule repérée vers un canal latéral [Schmid14].

En utilisant des ondes de surface stationnaires, on peut manipuler des objets dans le plan de la paroi en les piégeant à son voisinage puis en déplaçant la position du piège [Tran12, Guo15a, Guo15b]. Il est même possible de contrôler la position dans la direction orthogonale à la paroi en jouant sur l'intensité acoustique, modifiant l'équilibre entre les forces dues au *streaming* et à la pression de radiation [Guo16].

Enfin, les ondes de surface peuvent être exploitées dans des gouttes de fluides. L'écoulement de *streaming* généré dans une goutte de sang ségrège les cellules selon leur densité, permettant un diagnostic simple de certaines maladies parasitaires [Bourquin14]. Il a également été montré que les ondes de surface supprimaient la déposition de particules sur les bords d'une goutte de suspension en train de sécher (effet « tache de café »), effet parasite dans nombre d'applications industrielles impliquant des phénomènes de séchage [Mampallil15].

2.3.5 Mise en forme de matériaux

L'usage d'ondes acoustiques stationnaires permet de structurer des matériaux en exploitant l'acoustophorèse. La possibilité de manipuler et d'organiser des particules ouvre en effet une voie prometteuse pour la formation de méta-matériaux acoustiques, sujet de recherche actif ces dernières années [Brunet12, Brunet15].

Il est par exemple possible à l'aide d'ondes de surface d'organiser et d'orienter des particules anisotropes comme des nanofils [Chen13] ou des nanotubes de carbone [Ma15] afin de former des réseaux.

En piégeant un petit nombre de colloïdes dans les nœuds d'une onde acoustique, on peut former des agrégats de taille contrôlée [Owens16]. À plus forte concentration, les colloïdes s'organisent sur de grandes échelles, et les motifs de cette structure sont contrôlables par l'application d'un champ magnétique, pour des particules aimantées [Yang15]. Comme on peut le voir sur la figure 2.13(c), il est également possible d'organiser ainsi des cellules [Gesellchen14], ce qui ouvre des possibilités pour la production de tissus *in vitro*. Cette technique ouvre également la voie à la formation de métamatériaux acoustiques de morphologie ajustable dans le temps [Caleap14, Caleap16].

Enfin, plutôt que de travailler dans de l'eau, certaines équipes ont organisé des objets

dans des microgels [Xu11] ou dans des résines réticulables sous l'effet d'un rayonnement ultra-violet [Raeymaekers11], de façon à avoir une structure qui se conserve lorsque les ultrasons ne sont plus appliqués.

Comme on le voit, la formation de matériaux structurés à l'aide d'ultrasons de puissance connaît un vif développement ces dernières années, selon une approche « *bottom-up* », c'est-à-dire en organisant des objets macromoléculaires. *A contrario*, peu d'études fondamentales se sont attachées à modifier les propriétés de matériaux déjà formés à l'aide d'ultrasons de puissance. L'effet observé sur la texture de produits alimentaires par exemple suggère pourtant une interaction possible entre les ondes acoustiques et la rhéologie des matériaux. Récemment, Léopoldès *et al.* ont observé une évolution des propriétés mécaniques d'une fine couche de polymères sous l'effet d'ultrasons [Léopoldès15]. L'idée d'utiliser des ultrasons de puissance pour interagir avec la structure mésoscopique de matériaux mous et en modifier les propriétés mécaniques constitue l'un des objectifs de cette thèse : nous aborderons cet aspect dans le chapitre 5.

Chapitre 3

Vers une mésorhéologie acoustique

Car tout cède, n'est-ce-pas, à la continuité d'un sentiment énergique.

Gustave Flaubert, *Correspondances*.

Sommaire

3.1	Microrhéologie	64
3.1.1	Microrhéologie passive : principe et limitations	64
3.1.2	Microrhéologie active	65
3.1.3	Principe de l'expérience	67
3.2	Microgels de carbopol	69
3.2.1	Préparation et microstructure	70
3.2.2	Propriétés rhéologiques	70
3.3	Comportement rhéologique du carbopol en dessous du seuil	74
3.3.1	Fluage d'Andrade	75
3.3.2	Contraintes résiduelles	81
3.3.3	Effet de la concentration et des conditions aux limites	89
3.3.4	Recouvrance	92
3.4	Comparaison avec la mésorhéologie acoustique	96
3.4.1	Analyse des données de mésorhéologie	96
3.4.2	Discussion des résultats	101
3.4.3	Conclusions et perspectives	108

Dans ce chapitre, nous présentons la première expérience originale de cette thèse. Nous avons vu qu'il est possible d'exercer des forces stationnaires sur un objet par le biais de la pression de radiation acoustique. Nous exploitons ce fait en focalisant des ondes ultrasonores sur une bille de polystyrène unique piégée dans un fluide à seuil, un microgel de carbopol. Après avoir décrit les enjeux de l'expérience et le dispositif employé, nous analysons le mouvement de la bille sous l'effet de la pression de radiation, et tentons d'en déduire des informations sur la rhéologie du carbopol, en les comparant aux résultats d'une mesure rhéométrique.

Les résultats sur la rhéologie du carbopol présentés dans le paragraphe 3.3 font l'objet d'une publication soumise à *Rheologica Acta* [Lidon16b].

3.1 Microrhéologie

Comme nous l'avons mentionné au paragraphe 1.3.2, la rhéologie standard ne donne accès qu'à une information sur les propriétés mécaniques moyennes de l'échantillon, et est aveugle à tout aspect microscopique. Pour pallier cet inconvénient majeur, la microrhéologie constitue une alternative efficace. Nous allons dans ce paragraphe en détailler le principe et passer en revue les méthodes et résultats actuels dans ce domaine.

La microrhéologie consiste à caractériser le mouvement d'une particule sonde à l'intérieur du matériau, cette particule pouvant être un constituant du matériau lui-même ou au contraire avoir été ajoutée. Ce mouvement peut être de nature brownienne, induit par les fluctuations thermiques au sein du système, on parle alors de microrhéologie passive, ou être la conséquence d'une force extérieure contrôlée, appliquée à la particule test, on est alors dans le cadre de la microrhéologie active.

Contrairement à la rhéométrie rotative, la microrhéologie permet une caractérisation locale des propriétés mécaniques du système étudié puisqu'elle repose sur l'analyse du mouvement de la particule sonde. Nécessitant de faibles volumes de matériau, pouvant être réduits à quelques microlitres, elle a un intérêt tout particulier pour l'étude de systèmes difficiles, voire impossibles, à produire en grande quantité, comme certains matériaux biologiques par exemple. En outre, l'inertie de la sonde étant beaucoup plus faible que celle du rotor d'un rhéomètre, elle permet l'accès à des fréquences beaucoup plus élevées de façon directe.

3.1.1 Microrhéologie passive : principe et limitations

La microrhéologie passive [Mason95] exploite le théorème de fluctuation-dissipation, qui lie les fluctuations browniennes d'équilibre d'une particule plongée dans un fluide à la dissipation visqueuse qui s'y produit.

Pour une bille sphérique de rayon a se déplaçant dans un fluide newtonien de viscosité η à la température T , le théorème de fluctuation-dissipation se traduit par la relation de Stokes-Einstein

$$D = \frac{k_B T}{6\pi\eta a} \quad (3.1)$$

reliant le coefficient de diffusion D de la sphère dans le liquide à la dissipation visqueuse, en adoptant une condition de non-glissement du fluide à la surface de la bille.

Cette relation peut être, sous certaines conditions [Levine00, Levine01], étendue au cas d'un fluide viscoélastique par la relation de Stokes-Einstein généralisée :

$$G^*(s) = s\eta^*(s) = \frac{s}{6\pi a} \left[\frac{6k_B T}{s^2 \langle \Delta r^{*2}(s) \rangle} - ms \right]. \quad (3.2)$$

Dans cette relation, $G^*(s)$ désigne le module viscoélastique complexe du fluide, $\langle \Delta r^{*2}(s) \rangle$, la transformée de Laplace du déplacement quadratique moyen des particules et m , leur masse. Ainsi, le suivi de la diffusion moyenne de sondes à l'intérieur du matériau permet d'en extraire les propriétés rhéologiques linéaires.

De multiples méthodes sont envisageables pour faire de la microrhéologie passive [MacKintosh99]. Originellement, la mesure était faite par diffusion dynamique de la lumière, en régime de diffusion quasi-élastique (*QuasiElastic Light Scattering*) [Dasgupta02, Lu05] ou dans un régime de diffusion multiple (*Diffusive Wave Spectroscopy*) [Mason95, Mason96b, Mason97b], donnant accès à la diffusion moyenne des particules contenues dans un volume mésoscopique du fluide pour une vaste gamme de fréquences (typiquement du millihertz au megahertz). L'usage de lumière temporellement peu cohérente permet de réduire le volume sondé au picolitre [Popescu02]. Il a aussi été proposé de suivre les fluctuations d'un levier de microscopie à force atomique plongé dans le fluide à étudier [Ma00, DuprédeBeaubigny15].

Le suivi individuel du mouvement des traceurs permet également une caractérisation plus locale du matériau et d'éventuelles hétérogénéités. Il est possible de le réaliser par des méthodes interférométriques [Gittes97, Schnurr97] ou par le suivi de la déflexion d'un laser [Mason97a], mais avec la démocratisation des algorithmes associés, dits de *tracking* [Crocker96], le suivi direct par vidéomicroscopie s'est imposé comme la technique la plus simple à mettre en œuvre, malgré une gamme de fréquences accessibles plus restreinte [Xu98, Apgar00, vanZanten00, Valentine01, Tseng01, Gardel03, Wong04].

Il est possible de sonder des propriétés à des échelles différentes en modifiant la taille des sondes, ou au contraire de s'abstraire des aspects locaux pour retrouver la rhéologie usuelle par des méthodes corrélant les fluctuations de deux billes éloignées l'une de l'autre [Levine00, Crocker00, Solomon01, Starrs03, Gardel03].

Les systèmes ainsi étudiés sont multiples [Waigh05] : solutions de polymères [Lu02], d'actine [Palmer98], d'ADN, émulsions, suspensions, micelles géantes [vanZanten00, Cardinaux02] ou encore microgels [Cloître03, Oppong06, Piau07].

Cependant, la microrhéologie passive souffre d'une limitation importante : elle ne peut être employée hors du domaine d'application de la relation de Stokes-Einstein généralisée [Squires10]. Dès lors que les systèmes considérés sont actifs [Tassieri15] ou que les déformations dépassent le domaine linéaire, le système est placé hors-équilibre et l'interprétation des résultats devient ardue.

3.1.2 Microrhéologie active

Afin d'accéder aux propriétés non linéaires du système, il est nécessaire d'agir activement sur la particule sonde. La trajectoire observée résulte alors de la compétition entre la force extérieure exercée et la réponse viscoélastique du milieu.

Il est possible d'ensemencer le système à étudier avec des particules magnétiques. L'application d'un champ magnétique permet alors d'exercer une force sur ces tra-

ceurs. Moyennant une cartographie du champ magnétique, on peut appliquer des forces contrôlées $F \sim 0.1 - 2000$ pN sur des particules de tailles $a \sim 0.1 - 5$ μm . Il a de la sorte été possible de caractériser des propriétés rhéologiques non linéaires de gels d'actine [Ziemann94, Schmidt96, Amblard96], du cytoplasme [Bausch99], de suspensions colloïdales denses [Habdas04], de micelles géantes [Wilhelm02a], de gels de laponite [Wilhelm02a, Rich11] ou encore de polymères [Cribb13]. En utilisant des particules, ou des agrégats filiformes de particules, on peut appliquer localement un couple magnétique et sonder ainsi le module viscoélastique local directement, sans faire appel au théorème de fluctuation dissipation [Wilhelm02a, Cappallo07, Wilhelm08, Choi11]. En fixant des particules magnétiques à la paroi de cellules, il est également possible de déformer la membrane en exerçant une force magnétique sur les billes [Hénon99, Sleep99]. Enfin, l'utilisation d'un levier de microscopie à force atomique permet de sonder localement la rigidité d'une cellule en effectuant des expériences d'indentation locale [Hecht15].

Par ailleurs, l'usage de pinces optiques [Neuman04] permet de piéger et de manipuler des billes colloïdales d'indice optique inférieur à celui du milieu environnant. On peut alors laisser la bille libre de fluctuer à l'intérieur du puits de potentiel optique, se ramenant ainsi à une microrhéologie passive, ou au contraire la tracter activement. Les particules utilisées sont généralement micrométriques, et le piège optique exerce, pour des déplacements raisonnables autour de la position centrale, un rappel élastique de raideur $\kappa \sim 1 - 50$ pN $\cdot \mu\text{m}^{-1}$, ajustable par le truchement de l'intensité du faisceau laser. Là encore, de nombreux systèmes, comme le cytoplasme [Balland06], des solutions d'ADN [Gutsche08, Chapman14], des suspensions [Wilson09, Sriram09, Sriram10] ou encore des micelles géantes [Khan10, Gomez-Solano14, Gomez-Solano15], ont été étudiés. Il est même possible de combiner les deux types de microrhéologie active et passive en analysant les fluctuations de la position de la bille dans la direction orthogonale à celle où elle est tractée [Khan10, Gomez-Solano14] : on mesure ainsi le module viscoélastique du matériau sous cisaillement. L'utilisation de lumière polarisée permet d'exercer un couple sur les particules, et l'on peut donc ici aussi obtenir le module viscoélastique de manière directe [Wilking08].

Grâce aux méthodes de *tracking* et aux progrès de la microscopie, ces techniques de microrhéologie active sont devenues aisées à mettre en oeuvre. Les pinces optiques permettent l'application d'une force ajustable en intensité (via la puissance du laser) et en direction (en déplaçant le point de focalisation du faisceau). La raideur du piège peut en outre être calibrée *in situ*, en analysant les fluctuations de la position de la bille dans un piège immobile. Cependant, les intensités lumineuses conséquentes employées peuvent induire un échauffement local du milieu, pouvant impacter ses propriétés rhéologiques. Les techniques à pinces magnétiques ne sont pas soumises à ce problème. Toutefois, pour exercer des forces suffisantes, les champs magnétiques employés sont concentrés dans une petite région, et par conséquent inhomogènes : il n'est donc pas aisé d'interpréter des déplacements de grande envergure. En outre, le calibrage de la force exercée nécessite de cartographier le champ magnétique, ce qui ne peut se faire *in situ*, et les propriétés magnétiques peuvent varier d'une particule à l'autre, changeant ainsi l'intensité de la force appliquée. Ces divers problèmes limitent la résolution envisageable sur la force exercée.

Outre ces désagréments techniques, une difficulté majeure de la microrhéologie active réside en l'interprétation des données recueillies, et leur connection avec les obser-

vations en rhéologie usuelle. Tout d'abord, l'écoulement engendré par le mouvement de la particule n'est pas un cisaillement simple : il n'y a donc pas de lien direct entre le déplacement de la particule et la déformation mesurée par un rhéomètre. En outre, selon sa taille, la particule est plus ou moins sensible à la granularité du milieu et la force qu'elle subit de la part du milieu fluctue [Squires08, DePuit12]. Enfin, le mouvement de la particule réarrange le matériau environnant et le rend localement hétérogène [Squires05, Khair06, Sriram10]. De multiples travaux analytiques et numériques ont été effectués sur le cas, *a priori* le plus simple, des suspensions. Il a été montré que les observations en microrhéologie active dans le cas de petites déformations équivalent aux mesures passives dans la limite de fréquences faibles [Sriram09, DePuit11]. D'autres analyses sont également possibles, comme celle de régimes transitoires [Zia13] ou d'oscillations de grande amplitude [Swan14].

3.1.3 Principe de l'expérience

Dispositif expérimental

Nous nous proposons d'exploiter la pression de radiation acoustique, décrite dans le paragraphe 2.2.1, pour faire de la microrhéologie active. En effet, comme nous l'avons vu, les ultrasons permettent d'exercer une force stationnaire sur un traceur présentant un contraste acoustique avec le fluide environnant.

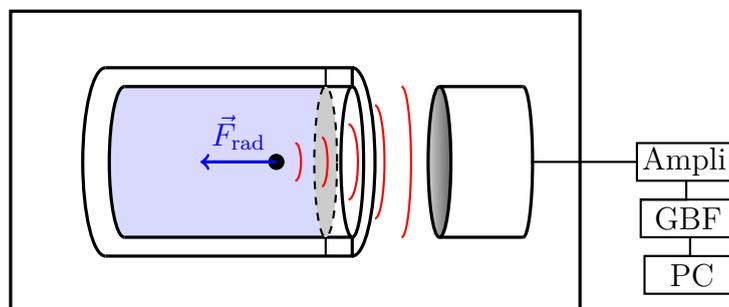


FIGURE 3.1 – Schéma du dispositif. Une bille est piégée dans un fluide à seuil, lui-même contenu dans une cellule transparente, fermée avec une membrane de film alimentaire. On focalise un transducteur ultrasonore sur la bille afin de lui appliquer une force de radiation. Le mouvement de la bille est enregistré à l'aide d'une caméra CCD. La cellule et le transducteur sont immergés dans de l'eau afin de permettre la propagation des ultrasons.

Comme représenté sur la figure 3.1, le fluide à étudier est placé dans une cellule transparente en plexiglas, cylindrique de diamètre environ 2 cm et de longueur environ 6 cm, que l'on scelle avec une membrane de film alimentaire, transparente aux ultrasons. On a préalablement incorporé au fluide une bille, sur laquelle on focalise les ultrasons émis par un transducteur piézoélectrique. Sous l'effet de la pression de radiation acoustique, la bille est poussée dans le fluide, et son mouvement est enregistré par une caméra CCD (Baumer HXC20) couplée à un microscope (Nikon C-LEDS), observant la cellule par au-dessus. Le dispositif est éclairé par en-dessous de façon homogène avec un panneau de diodes électroluminescentes. La cellule et le transducteur sont placés dans un

bain d'eau à la température $T \simeq 25^\circ\text{C}$, pour permettre la propagation des ultrasons.

Afin de démontrer la faisabilité de cette méthode, nous avons choisi de travailler avec un fluide à seuil simple, un microgel de carbopol, dont les propriétés seront détaillées dans le paragraphe 3.2. Le choix d'un fluide à seuil nous permet de nous abstraire de tout problème de sédimentation ou de crémage pour une bille dont la densité serait imparfaitement adaptée à celle du fluide. En l'occurrence, nous utilisons des billes de polystyrène (masse volumique $\rho = 1.05 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$) et de diamètre $a \sim 300 \mu\text{m}$. Pour des ultrasons de fréquence de l'ordre du mégahertz, la pression de radiation sur de telles billes dans du carbopol est de l'ordre de $F_{\text{rad}} \sim 10 \mu\text{N}$. Par conséquent, nous nous plaçons à des échelles de taille et de force notablement supérieures à celles auxquelles accèdent les techniques usuelles de microrhéologie, tout en restant à une échelle inférieure à celle d'un rhéomètre : nous désignerons donc la méthode que nous proposons sous le terme de « mésorhéologie acoustique ».

Les ultrasons sont produits à l'aide d'un transducteur piézoélectrique focalisé, décrit dans le paragraphe 2.1.2, de fréquence $f = 2.25 \text{ MHz}$, correspondant à une longueur d'onde $\lambda \simeq 700 \mu\text{m}$ dans l'eau à température ambiante. La tache focale résultante a une longueur $\ell_z = 5 \text{ mm}$ et un diamètre $2\ell_x = 1 \text{ mm}$ à -3 dB .

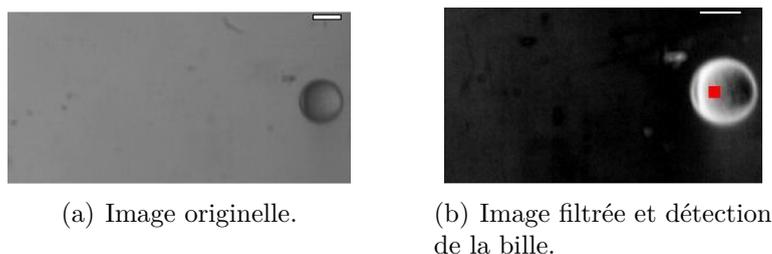


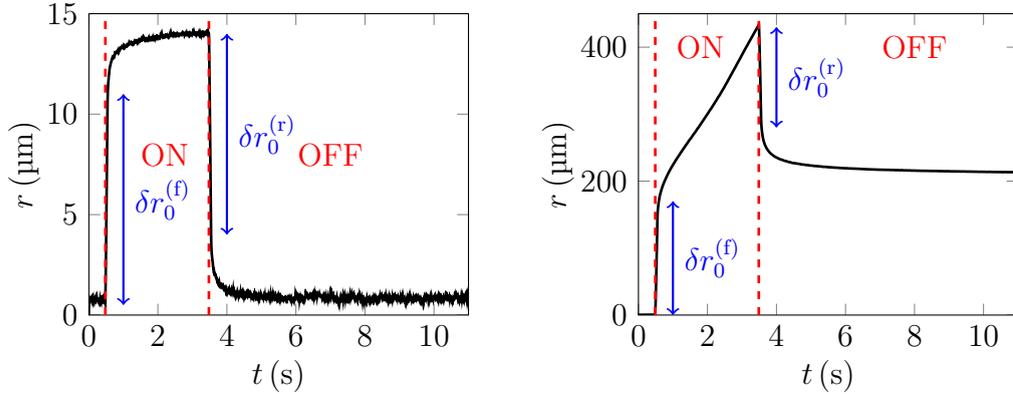
FIGURE 3.2 – Photographie d'une bille de diamètre $a = 330 \pm 5 \mu\text{m}$ piégée dans du carbopol. La barre d'échelle représente $200 \mu\text{m}$.

Un exemple d'image est présenté sur la figure 3.2(a). On constate que la bille n'est pas éclairée de façon homogène. Il est possible, après un traitement soigneux de l'image, de repérer son centre via la transformée de Hough. Cependant, ce traitement est long à effectuer, et extrêmement sensible aux variations d'intensité lumineuse. N'ayant pas besoin de détecter le centre exact de la bille, mais uniquement un point fixe à sa surface, il est possible de faire un repérage plus simple. On commence soustraire à l'image son intensité moyenne, ce qui permet de faire ressortir les contrastes, puis on lui applique un léger flou en la convoluant avec une gaussienne de variance 2 pixels (figure 3.2(b)). Cette étape rend la détection moins sensible aux fluctuations d'intensité lumineuse. En appliquant un seuillage binaire, on ne conserve qu'une zone de la bille, en forme de croissant, dont on peut repérer le barycentre, marqué d'un carré rouge sur la figure 3.2(b). Nous nous sommes assurés que l'on repère de la sorte un point qui reste fixe sur la bille. En effet, la forme du croissant ne change pas au cours du temps, l'excursion de la bille étant de faible amplitude par rapport à la source lumineuse.

L'incertitude sur la position de la bille provient à la fois du bruit numérique lors du traitement de l'image et des vibrations mécaniques du dispositif expérimental. Nous pouvons l'estimer à $0.5 \mu\text{m}$ en considérant le mouvement détecté par notre procédure pour un film sur lequel la bille reste immobile.

Premières observations

Deux exemples de trajectoires obtenues sont présentés sur la figure 3.3 : les ultrasons sont envoyés pendant $t_{US} = 3$ s et le mouvement de la bille est acquis pendant 11 s en tout, de façon à suivre la relaxation consécutive à l'arrêt de l'excitation ultrasonore.



(a) Exemple de mouvement en-dessous du seuil, pour une pression appliquée au centre de la tache focale $P = 0.18$ MPa.

(b) Exemple de mouvement au-dessus du seuil, pour une pression appliquée au centre de la tache focale $P = 7$ MPa.

FIGURE 3.3 – Déplacement de la bille au cours du temps pour des excitations de 3 s, filmé à 300 im/s.

À l'allumage des ultrasons, la bille commence par avancer quasi-instantanément sur une distance $\delta r_0^{(f)}$: on parlera de déformation élastique et nous verrons dans le paragraphe 3.4.1 comment la définir quantitativement. Ensuite, la bille avance progressivement. Si la pression de radiation n'excède pas le seuil (figure 3.3(a)), on observe un mouvement continu mais avec une vitesse qui tend lentement vers zéro, on parle alors de « fluage ». Dans le cas où la force exercée est supérieure au seuil d'écoulement du microgel (figure 3.3(b)), on tend vers un mouvement à vitesse constante : on parle d'écoulement.

À l'arrêt des ultrasons, la bille subit d'abord un recul élastique d'amplitude $\delta r_0^{(r)}$, extrêmement rapide, puis relaxe lentement : on parle de « recouvrance ». Dans le cas d'un fluage préalable, la recouvrance est quasi-totale, alors qu'après un écoulement, une déformation irréversible apparaît.

Avec notre dispositif, il semble donc possible de caractériser localement, à l'échelle de la bille, les propriétés rhéologiques du carbopol sous l'action d'une force constante. On peut s'attendre à ce que la pression de radiation exercée sur la bille soit proportionnelle à la contrainte induite sur le matériau, et que le déplacement de la bille soit relié à la déformation. L'analyse quantitative des résultats obtenus fera l'objet du paragraphe 3.4.1.

3.2 Microgels de carbopol

Les carbopols sont une famille de carbomères d'acide acrylique plus ou moins fortement réticulés. Selon l'agent réticulant employé et le degré de réticulation final, dif-

férentes sortes de carbopols sont obtenues, et nous nous intéresserons dans la suite au carbopol ETD 2050, réticulé à l'aide d'un polyéther de polyalcényle. Cette catégorie de carbopol, outre une toxicité réduite, est plus aisée à disperser dans l'eau. Les carbopols sont couramment utilisés comme agents épaississants dans les industries cosmétique, pharmaceutique ou encore agroalimentaire.

Ils sont en outre un matériau modèle pour l'étude des fluides à seuil simples, de par leur transparence, leur facilité de production, et leur bonne stabilité sur des échelles de temps de l'ordre du mois.

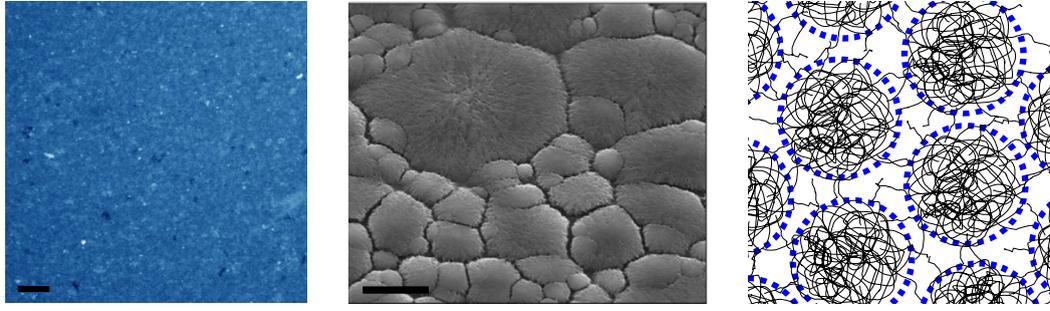
3.2.1 Préparation et microstructure

Afin d'obtenir un microgel de carbopol, on disperse la poudre de carbopol dans de l'eau distillée à 50 °C, sous agitation magnétique vigoureuse. Après une demi-heure environ, on obtient une solution homogène, que l'on laisse revenir à température ambiante. Au cours de la dispersion dans l'eau, les fonctions acides du polymère libèrent des ions H^+ et on obtient une suspension d'agrégats de polymères dont le pH se situe autour de 2. Après retour à température ambiante, on neutralise la solution jusqu'à un pH autour de 7 par l'ajout progressif d'une base concentrée, de la soude à $1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ dans notre cas. L'ionisation le long des chaînes polymériques induit leur déploiement : les particules de polymère gonflent alors jusqu'à atteindre un état bloqué, formant ainsi un microgel. On obtient une assemblée de particules élastiques en contact les unes avec les autres. Le carbopol est ensuite mélangé vigoureusement pendant une journée avec un mélangeur (Ika RW20, pale R1303) à une vitesse de 2000 rpm. Cette étape permet d'obtenir un microgel homogène et aux propriétés stables dans le temps. Enfin, le carbopol est centrifugé pendant 10 min à 1000 rpm afin d'éliminer les bulles d'air qui y sont piégées.

La microstructure du carbopol, initialement proposée par [Taylor74] pour expliquer l'effet de dilutions, a été confirmée par diffusion de la lumière [Baudonnet04, Piau07, Lee11], par microscopie confocale [Gutowski12, Géraud13a] (figure 3.4(a)) et par microscopie électronique à balayage [Piau07] (figure 3.4(b)). Plus précisément, elle comporte deux échelles de taille [Lee11, Géraud13a], comme représenté figure sur la 3.4(c). La plus petite, indépendante des détails de préparation, se situe autour de $0.4 - 0.6 \mu\text{m}$ et peut être attribuée à la distance caractéristique entre points de réticulation au sein d'une pelote de polymère. La seconde, plus grande, dépend du pH final du carbopol, de la vigueur avec laquelle il est mélangé et, dans une moindre mesure, de sa concentration. Variant entre $1 \mu\text{m}$ et $10 \mu\text{m}$, elle correspond à la taille typique des particules élastiques gonflées. Un mélange intense contribue à réduire cette taille [Baudonnet04, Géraud13a]. Notons enfin que ces particules possèdent à leur surface des chaînes polymériques libres, susceptibles de s'associer et de se réorganiser lentement sous l'effet des fluctuations thermiques [Putz09].

3.2.2 Propriétés rhéologiques

Nous commençons par caractériser les propriétés rhéologiques usuelles des microgels étudiés. Nous utilisons un rhéomètre MCR301 en géométrie cône-plan, avec un cône sablé (CP40-2/S) de diamètre 40 mm, d'angle d'ouverture 2° et de tronçature $176 \mu\text{m}$



(a) Carbopol ETD 2050 à 1.25% en masse observé par microscopie confocale. Barre d'échelle : 20 μm . Tiré de [Géraud13a].

(b) Carbopol 940 à 0.04% en masse observé par microscopie électronique à balayage. Barre d'échelle : 5 μm . Tiré de [Piau07].

(c) Schéma de la microstructure du carbopol. Inspiré de [Roberts01].

FIGURE 3.4 – Description de la microstructure du carbopol.

et un plan Peltier imposant une température $T = 25.0 \pm 0.1$ °C. Afin de limiter l'évaporation, le cône est protégé par une cloche, ce qui nous permet de travailler sur un même échantillon pendant une dizaine d'heures avant d'observer une évolution notable de ses propriétés. Sauf mention contraire, toutes les mesures rhéologiques effectuées sur les microgels de carbopol ont été réalisées dans ces conditions.

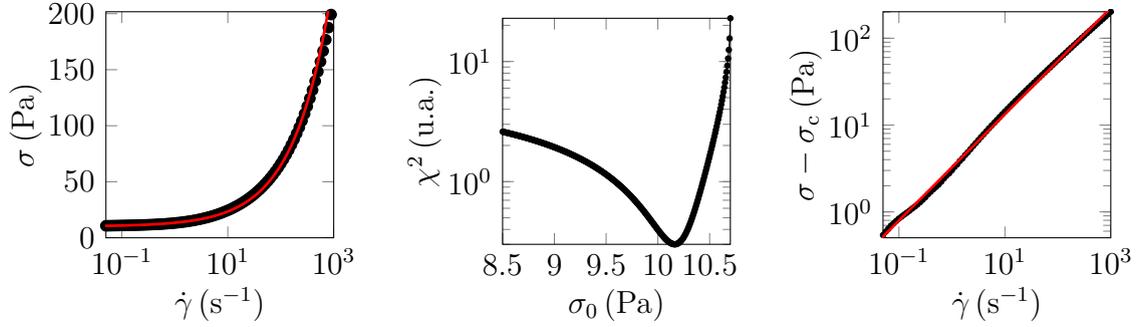
Courbe d'écoulement

Le carbopol est un fluide à seuil simple, bien décrit en régime stationnaire par la loi de Herschel-Bulkley [Roberts01, Oppong06, Piau07, Divoux10, Gutowski12, Géraud13b] :

$$\begin{cases} \sigma = \sigma_c + k\dot{\gamma}^n & \text{si } \sigma > \sigma_c \\ \dot{\gamma} = 0 & \text{sinon} \end{cases} \quad (3.3)$$

Pour nos carbopols, une courbe d'écoulement représentative est tracée sur la figure 3.5(a). Le taux de cisaillement est progressivement abaissé à partir de sa valeur maximale, par paliers de durée 5 s répartis logarithmiquement. Afin d'ajuster les données, nous commençons par effectuer un ajustement affine systématique de $\log(\sigma - \sigma_0)$ en fonction de $\log \dot{\gamma}$ pour différentes valeurs de σ_0 . La valeur de σ_0 minimisant l'écart quadratique moyen $\chi^2 = \sum_i [\sigma_i - (\sigma_c + k\dot{\gamma}_i^n)]^2$ entre l'ajustement et les données ($\dot{\gamma}_i, \sigma_i$) (voir figure 3.5(b)) est prise comme valeur seuil σ_c , et l'on prend comme consistance k et exposant n les paramètres de l'ajustement correspondant. L'ajustement ainsi obtenu est tout à fait satisfaisant sur l'ensemble de la gamme de taux de cisaillement étudiée (figure 3.5(c)). Notons qu'un changement de méthode d'ajustement peut donner des résultats notablement différents : par exemple, sur le même jeu de données, un ajustement direct à trois paramètres libres donne $\sigma_c = 9.0$ Pa, $n = 0.55$ et $k = 4.5$ S.I. tandis que la méthode décrite ici fournit $\sigma_c = 10.2$ Pa, $n = 0.60$ et $k = 3.3$ S.I. On trouvera dans l'article de Mullineux une discussion des méthodes d'ajustement de la loi de Herschel-Bulkley [Mullineux08].

D'un échantillon à l'autre, et selon le chargement, le seuil σ_c obtenu est compris entre 9.5 Pa et 10.5 Pa et l'exposant n entre 0.58 et 0.62, en accord raisonnable avec les



(a) Courbe d'écoulement et ajustement.

(b) Optimisation du seuil.

(c) Qualité de l'ajustement.

FIGURE 3.5 – Courbe d'écoulement d'un carbopol ETD 2050 concentré à 1% en masse mesurée en géométrie cône-plan. La ligne rouge dans les figures (a) et (c) correspond à un ajustement de type Herschel-Bulkley $\sigma = \sigma_c + k\dot{\gamma}^n$ avec $\sigma_c = 10.16$ Pa, $n = 0.60$ et $k = 3.3$ S.I..

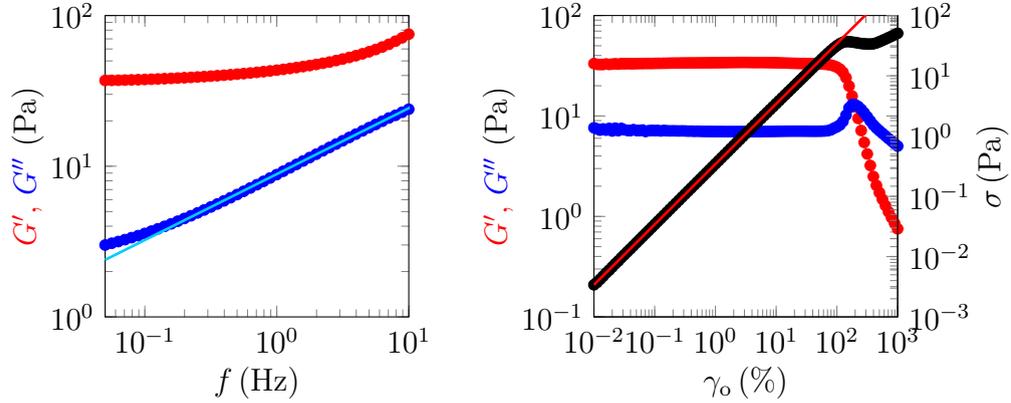
valeurs trouvées pour le même type de carbopol, préparé de la même façon [Géraud13a, Géraud13b].

Modules viscoélastiques

Les microgels de carbopol sont en outre viscoélastiques [Taylor82, Ketz88, Carnali92, Oppong06, Piau07]. Les résultats suivants ont été obtenus dans la même géométrie que les courbes d'écoulement, après un précisaillement initial sur une durée $t_p = 60$ s pendant laquelle un taux de cisaillement $\dot{\gamma}_p = 100 \text{ s}^{-1}$ est imposé, suivi par un temps de repos de $t_w = 300$ s pendant lequel des oscillations de faible amplitude de déformation $\gamma_o = 1\%$ à 1 Hz sont appliquées, afin de s'assurer que l'état initial est bien reproductible.

Le comportement en fréquence pour un carbopol représentatif est présenté figure 3.6(a). Pour de faibles déformations, le module élastique augmente légèrement avec la fréquence, partant d'une valeur statique $G_0 = 35 - 40$ Pa selon l'échantillon et le chargement. Le module visqueux suit quant à lui une loi de puissance $G'' \sim f^\delta$ avec un exposant $\delta = 0.43 - 0.44$. L'observation d'un plateau à basse fréquence du module élastique et d'une évolution du module visqueux en loi de puissance est typique des matériaux vitreux mous [Liu96, Fielding00b, Frahsa15] et a déjà été observée pour des microgels de carbopol de types et de concentrations variés [Ketz88, Benmouffok-Benbelkacem10, Divoux11b].

Il est également possible de sonder les limites du régime linéaire en faisant varier l'amplitude γ_o des oscillations à fréquence $f = 1$ Hz imposée (figure 3.6(b)). Pour des déformations inférieures à 80%, les modules viscoélastiques sont sensiblement constants, et la contrainte σ_o nécessaire pour imposer les oscillations est proportionnelle à l'amplitude de déformation. Le coefficient de proportionnalité $\tilde{G}_0 \simeq 34 - 47$ Pa obtenu coïncide de façon acceptable avec le module élastique statique G_0 mesuré précédemment. Au-delà de cette déformation, la contrainte atteint un plateau $\sigma_o^* \simeq 36 - 43$ Pa et les modules élastiques varient alors fortement. Pour une déformation excédant $\gamma_o^* \simeq 200\%$, le module élastique devient inférieur au module visqueux, traduisant la fluidification



(a) Modules viscoélastiques en fonction de la fréquence en petites oscillations ($\gamma_0 = 1\%$). La droite correspond à une loi de puissance $f^{0.44}$.

(b) Modules viscoélastiques et contrainte associée en fonction de l'amplitude de déformation à 1 Hz. La droite représente un ajustement linéaire $\sigma_0 = \tilde{G}_0 \gamma_0$ dans le régime linéaire $\gamma_0 < 80\%$ avec $\tilde{G}_0 = 34$ Pa.

FIGURE 3.6 – Modules viscoélastiques d'un carbopol ETD 2050 concentré à 1% en masse. Les mesures ont été effectuées après $t_p = 1$ min de précisaillement à $\dot{\gamma}_p = 100 \text{ s}^{-1}$ puis 5 min d'oscillations de basse amplitude (1%) à 1 Hz.

du matériau induite par les oscillations de grande amplitude.

La brusque diminution du module élastique associée à un maximum du module visqueux correspond à un cas de « faible dépassement de la déformation » (*weak strain overshoot*) selon la classification proposée par Huyn *et al.* dans leur revue sur les mesures rhéologiques sous oscillations de grande amplitude [Hyun11]. Il s'agit d'une caractéristique générale des matériaux vitreux mous dont font partie les microgels [de-Souza Mendes14] ou les émulsions. Dans de tels systèmes, le maximum du module visqueux est associé à une dissipation amplifiée par l'apparition de réorganisations locales et irréversibles des éléments de la microstructure, envahissant progressivement l'échantillon avant fluidification complète [Mason95, Knowlton14].

Influence de la préparation et vieillissement

Les propriétés rhéologiques du carbopol dépendent beaucoup de sa préparation. Il faut tout d'abord rappeler l'existence de plusieurs variétés de carbopol, différant par la nature et la densité de réticulation des chaînes polymériques [Carnali92, Baudonnet04, Gutowski12]. La concentration du microgel joue également de façon importante sur ses caractéristiques [Ketz88, Carnali92, Roberts01, Curran02, Piau07, Gutowski12, Géraud13b].

Par ailleurs, la nature et la concentration de la base employée pour neutraliser le gel modifient ses propriétés [Carnali92, Géraud13b]. Le pH final du microgel a quant à lui une influence réduite dès lors qu'il se situe au-delà de 5, auquel cas les particules polymériques entrent en contact et forment un système bloqué [Curran02, Lee11, Gutowski12].

Enfin, la façon dont le carbopol est mélangé durant la neutralisation peut influencer

fortement ses caractéristiques [Baudonnet04, Géraud13b], en modifiant la microstructure. Pour nos carbopols, le mélange intense mène à une microstructure *a priori* plus petite, et à des seuils et modules élastiques réduits par rapport à des carbopols identiques mais mélangés manuellement [Divoux10, Divoux11b, Divoux11a, Divoux12]. Le matériau obtenu possède un seuil et un module élastique statique stables sur des durées de l'ordre de quelques semaines.

Le carbopol est un fluide à seuil simple : ses propriétés d'écoulement n'évoluent pas au cours du temps sous cisaillement continu. Il ne faut cependant pas en déduire qu'il atteint instantanément un état stationnaire. Par exemple, comme représenté sur la figure 3.7, après un précisaillement, le module élastique augmente suivant une loi logarithmique en temps, comme mentionné dans [Divoux11b]. Néanmoins, après environ 300 s de récupération, l'évolution devient très lente et est généralement considérée comme négligeable dans la littérature.

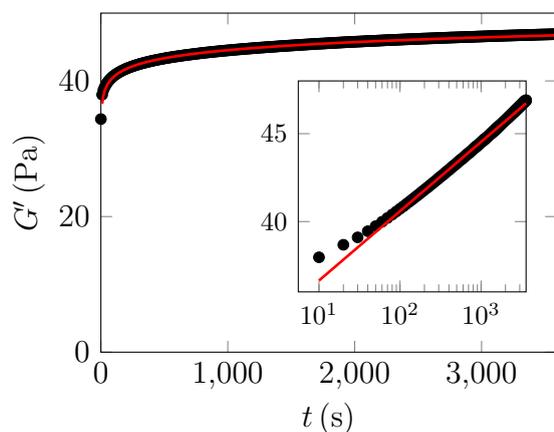


FIGURE 3.7 – Reprise du module élastique ($f = 1 \text{ Hz}$, $\gamma_o = 1\%$) au cours du temps d'un carbopol EDT 2050 concentré à 1% en masse après un précisaillement de $t_p = 1 \text{ min}$ à $\dot{\gamma}_p = 100 \text{ s}^{-1}$ imposé. La reprise peut être ajustée par une forme logarithmique $G' = G_1 \ln(t/\tau)$ où $G_1 = 1.7 \text{ Pa}$ et $\tau = 5.1 \times 10^{-9} \text{ s}$.

3.3 Comportement rhéologique du carbopol en dessous du seuil

Les propriétés rhéologiques usuelles du carbopol sont donc bien connues. Cependant, ce ne sont pas celles auxquelles la mésorhéologie donne accès le plus aisément. En particulier, du fait de l'hétérogénéité du champ de pression acoustique, une migration transverse ou longitudinale de la bille sur des distances comparables aux dimensions de la tache focale conduit à un changement de force mal contrôlé. Dans un premier temps, nous nous sommes donc restreints à l'étude de comportements en-dessous du seuil, afin de ne pas modifier la force exercée. Ce régime n'a été que peu étudié en rhéologie, et nous avons donc commencé par le caractériser au rhéomètre afin de pouvoir comparer les résultats à ceux obtenus par la mésorhéologie acoustique.

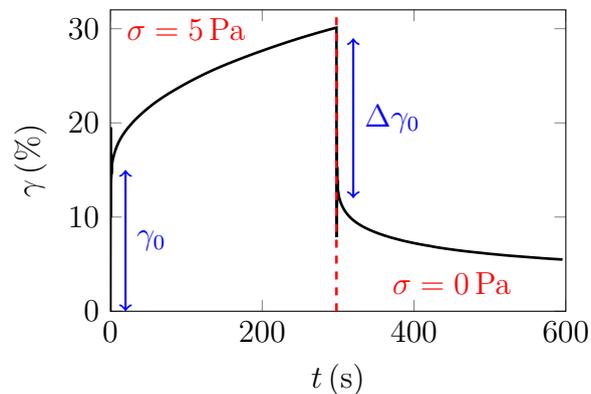


FIGURE 3.8 – Exemple de déformation observée pour une expérience de fluage et recouvrance. L'échantillon est pré-cisaillé pendant $t_p = 60$ s à un taux de cisaillement $\dot{\gamma}_p = 100 \text{ s}^{-1}$. Il est ensuite soumis pendant $t_w = 300$ s à des oscillations de faible amplitude $\gamma_0 = 1\%$ et de fréquence $f = 1$ Hz. On impose enfin une contrainte $\sigma = 5$ Pa pendant 300 s puis on le laisse relaxer à contrainte nulle pendant le même temps.

Une partie des résultats présentés dans ce paragraphe ont été obtenus à l'été 2015, au cours du stage de Louis Villa, étudiant de L3 en physique à l'ENS de Lyon.

3.3.1 Fluage d'Andrade

Protocole rhéologique et observations

Nous étudions tout d'abord la déformation d'un microgel induite par l'application d'une contrainte constante. Le carbopol étant un fluide à seuil, il est capable d'emmagasiner des contraintes, comme nous le verrons plus en détails dans le paragraphe 3.3.2, et son état après chargement dans le rhéomètre n'est pas contrôlé. Afin d'effacer toute mémoire du système, nous commençons par le pré-cisailler intensément pendant $t_p = 60$ s à un taux de cisaillement $\dot{\gamma}_p = 100 \text{ s}^{-1}$, puis nous le laissons reposer pendant $t_w = 300$ s. Pendant ce temps de relaxation, l'échantillon est soumis à des oscillations de faible amplitude $\gamma_0 = 1\%$ à une fréquence $f = 1$ Hz, de façon à pouvoir caractériser son état initial. Au cours de cette phase d'attente, le module élastique reprend logarithmiquement, comme nous l'avons vu figure 3.7. À l'issue de cette étape, nous appliquons une contrainte σ contrôlée pendant 300 secondes (phase de fluage), puis ramenons brusquement la contrainte à zéro pendant 300 secondes à nouveau (phase de recouvrance). Au cours de ces deux étapes, le rhéomètre enregistre la déformation du carbopol au cours du temps. Nous recommençons successivement ce protocole de pré-cisaillage, repos, fluage et recouvrance pour différentes valeurs de contrainte σ : un exemple de résultat est présenté sur la figure 3.8, à comparer aux observations en mésorhéologie présentées sur la figure 3.3(a). Le suivi du module élastique au cours de la phase de repos nous permet de contrôler l'évolution de l'échantillon du fait du séchage ou d'une dégradation chimique : nous rechargeons le rhéomètre dès qu'une variation du module élastique supérieure à 10% est détectée. Notre dispositif autorise une manipulation pendant une dizaine d'heures.

Un exemple typique de déformation obtenue au cours de la phase de fluage est

présenté sur la figure 3.10(a). L'évolution du taux de déformation au cours du temps pour différentes contraintes est tracée sur la figure 3.9. Pour des contraintes inférieures au seuil, le taux de cisaillement décroît en suivant une loi de puissance sur toute la durée de l'expérience. Au-dessus du seuil, nous retrouvons les observations de Divoux *et al.* [Divoux11a] : le taux de cisaillement diminue tout d'abord selon une loi de puissance (régime de fluage transitoire), puis augmente brutalement avant d'atteindre une valeur stationnaire, prédite par la loi de Herschel-Bulkley. On observe ainsi la bifurcation de viscosité que nous mentionnions au sujet des fluides à seuil dans le paragraphe 1.2.2.

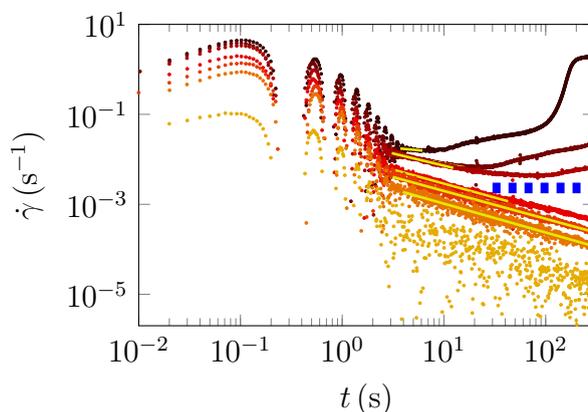


FIGURE 3.9 – Évolution temporelle du taux de déformation $\dot{\gamma}$ d'un microgel de carbopol sous l'application d'une contrainte constante après pré-cisaillement ($t_p = 60$ s, $\dot{\gamma}_p = 100$ s $^{-1}$ et $t_w = 300$ s) : de bas en haut, $\sigma = 1.0, 3.4, 5.0, 7.4, 12, 14$ et 15 Pa. Les droites jaunes représentent les ajustements en loi de puissance effectués sur l'intervalle correspondant au régime d'Andrade. La ligne bleue sépare les fluages à une contrainte supérieure ou inférieure au seuil σ_c .

Résultats

Comme nous le voyons sur la figure 3.10, pour une contrainte inférieure au seuil, la déformation suit donc une loi de puissance, dite d'Andrade d'après le nom de celui qui l'a initialement proposée

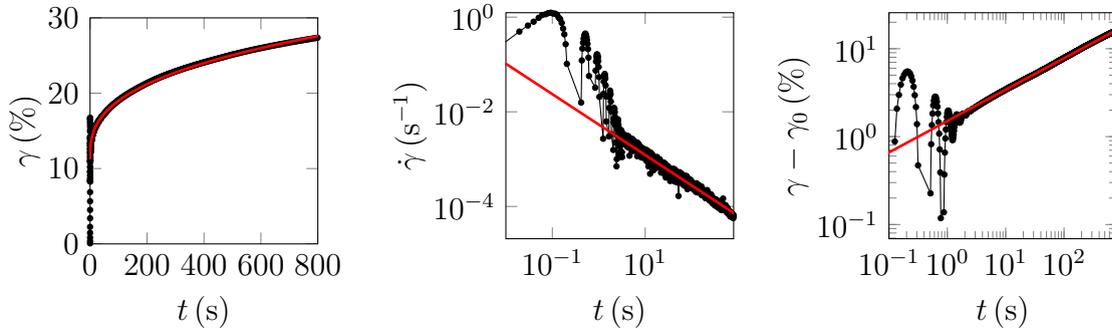
$$\gamma(t) = \gamma_0 + \left(\frac{t}{\tau}\right)^\alpha \quad (3.4)$$

avec un exposant $\alpha \simeq 0.36$. Le paramètre γ_0 décrit une déformation instantanée dont nous verrons qu'elle est de nature élastique. Le temps τ décrit le temps au bout duquel la déformation a augmenté d'une unité. Ce paramètre intervient dans une loi de puissance, invariante d'échelle, et ne décrit donc pas une propriété intrinsèque du matériau : nous ne nous en préoccupons pas par la suite.

Notons qu'au cours des premiers instants, on observe des oscillations de la déformation, particulièrement visibles en échelle logarithmique comme présenté sur la figure 3.10(c). Ces oscillations, dites « inertio-élastiques » et usuelles en rhéométrie à contrainte imposée, proviennent du couplage entre l'inertie du rhéomètre et la viscoélasticité du matériau. Comme nous l'avons évoqué dans le paragraphe 1.3.1, il est possible d'en extraire de multiples informations sur les propriétés linéaires et non linéaires du

matériau. Nous nous intéressons cependant au comportement rhéologique aux temps longs, et nous n'analyserons donc pas ces oscillations par la suite.

Nous commençons par mesurer l'exposant α par un ajustement en échelle logarithmique du taux de cisaillement $\dot{\gamma} \sim t^{\alpha-1}$, comme tracé sur la figure 3.10(b). Nous ajustons alors linéairement la déformation γ en fonction de t^α pour estimer la déformation initiale γ_0 et le temps τ .



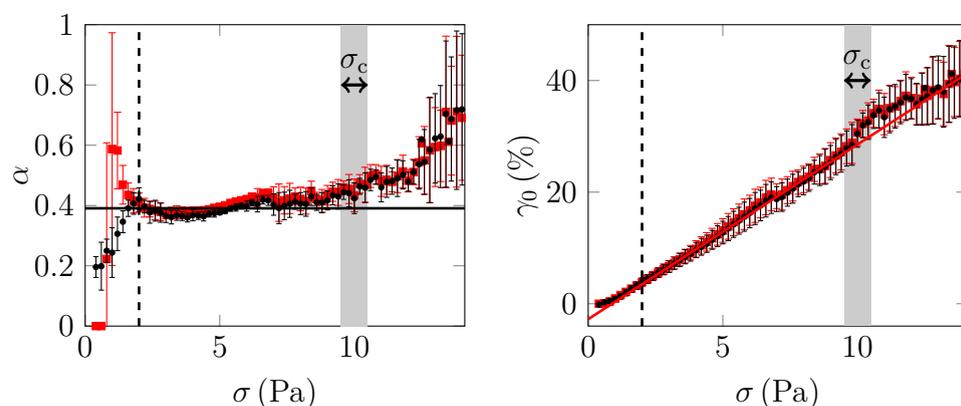
(a) Déformation au cours du temps. (b) Taux de cisaillement au cours du temps. (c) Qualité de l'ajustement.

FIGURE 3.10 – Exemple de fluage sous l'effet d'une contrainte $\sigma = 5$ Pa, après pré-cisaillement et repos ($\dot{\gamma}_p = 100 \text{ s}^{-1}$, $t_p = 60 \text{ s}$, $t_w = 300 \text{ s}$). La courbe rouge dans les figures (a) et (c) représente l'ajustement suivant l'équation 3.4 avec $\alpha = 0.36$, $\gamma_0 = 11.2\%$ et $\tau = 1.3 \times 10^5 \text{ s}$. L'échantillonnage en temps est logarithmique.

Comme nous le voyons sur la figure 3.10(c), l'ajustement est excellent sur toute la durée de l'expérience, soit presque quatre décades en temps. Notons que sur des temps plus longs, on observe une déviation à cette loi de puissance, vraisemblablement due à une évolution lente du système. Cette évolution est cependant effacée par un pré-cisaillement, car deux fluages successifs à même contrainte donnent des résultats identiques.

Nous pouvons ajuster les données acquises pour chaque contrainte avec la loi d'Andrade (3.4) les résultats obtenus pour les différents paramètres sont représentés sur la figure 3.11. Nous avons ajusté les données de deux manières différentes : en appliquant la procédure décrite plus haut (données en noir), estimant tout d'abord l'exposant à partir du taux de cisaillement, ou en ajustant directement la déformation avec trois paramètres libres (données en rouge). La première méthode exploite deux régressions linéaires successives, admettant des solutions uniques, mais nécessite d'utiliser le logarithme du taux de cisaillement et ne tient donc pas compte des valeurs négatives de $\dot{\gamma}$. La seconde méthode quant à elle tient compte de l'intégralité des données, mais présente les problèmes usuels associés aux ajustements non linéaires (multiplicité des solutions, dépendance avec les valeurs d'essai initiales).

Pour des contraintes σ inférieures au seuil σ_c et supérieures à une valeur typique $\tilde{\sigma} = 2 \text{ Pa}$, la loi d'Andrade est vérifiée et les deux méthodes d'ajustement donnent des résultats identiques. L'exposant obtenu $\alpha \simeq 0.4$ est indépendant de la contrainte appliquée et la déformation élastique évolue linéairement, avec un coefficient de proportionnalité $G'_0 \simeq 32 \text{ Pa}$ en bon accord avec les modules élastiques mesurés dans le



(a) Exposant d'Andrade α . La droite noire correspond à la valeur moyenne dans le régime d'Andrade $\langle \alpha \rangle = 0.39$ pour des contraintes σ comprises entre 1.8 et 8.6 Pa.

(b) Déformation initiale γ_0 . La droite rouge correspond à un ajustement linéaire $\sigma = G'_0 \gamma_0 + \sigma_0$ avec $G'_0 = 32$ Pa et $\sigma_0 = 0.9$ Pa effectué sur les contraintes σ comprises entre 1.8 et 8.6 Pa.

FIGURE 3.11 – Paramètres obtenus en ajustant les données par une loi d'Andrade (3.4) : en noir, ajustement utilisant le taux de cisaillement, en rouge, ajustement direct de la déformation. Les valeurs obtenues ont été moyennées sur plusieurs chargements (entre trois et six) : les barres d'erreur correspondent à l'écart-type. La zone grisée correspond aux seuils d'écoulement obtenus pour les différents chargements, en ajustant par une loi de Herschel-Bulkley les courbes d'écoulement mesurées avant chaque expérience. La droite noire verticale marque la valeur $\tilde{\sigma} = 2$ Pa en dessous de laquelle les contraintes résiduelles deviennent prépondérantes.

paragraphe 3.2.2. Ainsi, la déformation initiale, si l'on omet les oscillations inertio-élastiques, correspond à une réponse élastique du matériau.

Néanmoins, on observe qu'à basse contrainte, l'exposant obtenu évolue avec la contrainte et dépend fortement de la procédure d'ajustement considérée. Nous observons aussi que la relation entre déformation initiale et contrainte n'est pas strictement linéaire mais fait intervenir une ordonnée à l'origine $\sigma_0 = 0.9$ Pa significative. En observant plus précisément les données à basse contrainte présentées sur la figure 3.12, on constate que la déformation s'écarte de plus en plus de la loi d'Andrade, et finit, pour des contraintes typiquement inférieures à 1 Pa, par devenir négative, c'est-à-dire que le rotor du rhéomètre tourne dans la direction opposée à la contrainte appliquée. Nous attribuons cet ensemble d'observations à l'existence de contraintes résiduelles piégées dans le carbopol, que nous étudierons en détails dans le paragraphe 3.3.2.

Loi d'Andrade

Ainsi, pour des contraintes suffisamment élevées et inférieures au seuil d'écoulement, le fluage de microgels de carbopol est bien décrit par la loi d'Andrade, avec un exposant $\alpha \simeq 0.4$.

Ce régime de fluage en loi de puissance a été initialement introduit par Andrade pour décrire l'allongement de fils métalliques sous l'effet d'une contrainte constante [Andrade10], puis confirmé par d'autres expériences [Andrade32, Wyatt51, Andrade52,

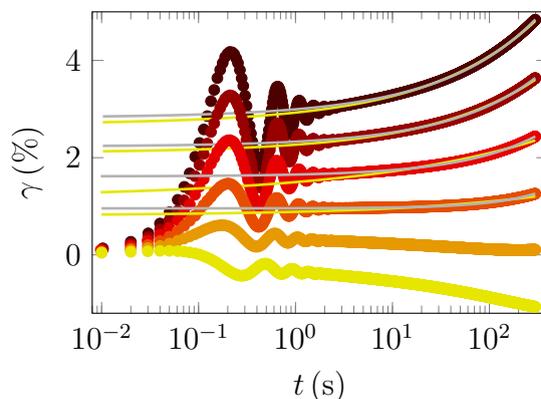


FIGURE 3.12 – Déformation pour des contraintes appliquées faibles, après précisaillement et repos ($\dot{\gamma}_p = 100 \text{ s}^{-1}$, $t_p = 60 \text{ s}$, $t_w = 300 \text{ s}$) : de haut en bas, $\sigma = 1.6, 1.4, 1.2, 1.0, 0.8$, et 0.6 Pa . Les courbes jaunes correspondent aux ajustements par la procédure décrite dans le texte ($\alpha = 0.40, 0.38, 0.23$ et 0.29) alors que les courbes grises correspondent aux ajustements directs à trois paramètres ($\alpha = 0.44, 0.47, 0.54$ et 0.84).

Wyatt53] : dans ce cas, l'exposant obtenu vaut approximativement $\alpha \simeq 2/3$. Depuis, un tel comportement a été observé dans de nombreux matériaux mous comme du papier [Rosti10, Laurson52], des solutions de cellulose [Plazek60], des polymères [Plazek74, Chérière97], des phases colonnaires [Bauer06], des solutions de collagène [Gobeaux10], des microgels [Møller09a, Divoux11a, Dimitriou13], des émulsions [Paredes13], des verres colloïdaux [Siebenbürger12, Chan14, Ballesta16], des gels colloïdaux [Grenard14], des gommes [Jaishankar12], des gels de protéines [Brenner09, Brenner13, Leocmach14] ou encore des cellules vivantes [Desprat05, Balland06, Kollmannsberger11, Hecht15]. Selon les systèmes et les conditions expérimentales, l'exposant obtenu varie entre 0.2 et 0.7.

Dans les métaux, les déformations plastiques sont associées aux mouvements des défauts du réseau cristallin, les dislocations [Oswald05]. À basse température et sous des contraintes faibles, la déformation est logarithmique en temps [Wyatt51, Wyatt53, Sanders97]. Ce type de fluage est également observé dans des matériaux amorphes comme le béton [Vandamme09], les matériaux granulaires [Nguyen11, Amon12, Pons15], ou de façon transitoire dans certains polymères [Chérière97]. À plus haute température, plusieurs régimes se succèdent : le fluage commence par le régime d'Andrade [Andrade10, Andrade32, Andrade52, Wyatt51, Wyatt53], puis se fait à vitesse constante avant une brusque accélération menant à la rupture du matériau. De multiples mécanismes peuvent expliquer les fluage logarithmique [Nabarro01, Cottrell52, Cottrell97] et d'Andrade [Mott53, Cottrell52, Cottrell96, Cottrell97, Nabarro04] dans les métaux. Des études numériques ont récemment associé ce dernier régime à une transition de *jamming* des dislocations [Miguel02, Miguel05, Miguel08, Laurson10].

Dans les matériaux mous, l'origine du fluage et de la plasticité est moins claire que dans les métaux. Nous pouvons distinguer deux grandes catégories de systèmes. La première est constituée de matériaux biologiques ou possédant une structure fibreuse comme les cellules, les gels de protéines, de collagène ou de cellulose, dont le fluage s'achève par une rupture irréversible. Dans ces matériaux, les modules viscoélastiques

suivent une loi de puissance $G' \sim G'' \sim \omega^\alpha$ avec le même exposant que celui caractérisant le fluage. Une telle rhéologie est généralement attribuée à une structure fractale de la mésostructure [Muthukumar89, Patrício15, Hung15]. Puisque le module viscoélastique complexe est relié à la complaisance de fluage par une transformée de Laplace, la loi d'Andrade découle immédiatement de la rhéologie en loi de puissance, tout au moins dans le régime linéaire [Desprat05]. À partir de la notion de « quasi-propriétés » introduite par Scott-Blair, reposant sur l'utilisation de dérivées fractionnaires [Blair47], il est possible d'extrapoler ce lien à d'autres rhéologies linéaires plus complexes voire au domaine non linéaire [Jaishankar14]. Par ailleurs, une catégorie de modèles, dits de « faisceaux de fibres » (*fiber-bundle models*) [Kun03b, Kun03a, Kun08, Jagla11, Amitrano16], permet de décrire le fluage d'Andrade ainsi que l'approche de la rupture pour des matériaux composites fibreux [Nechad05a, Nechad05b], des asphaltes [Kun07] ou encore des gels de protéines [Leocmach14]. Néanmoins, les hypothèses sur lesquelles reposent ces modèles, à savoir une répartition locale de la contrainte [Kun03b] et un endommagement progressif des fibres [Halász12], n'ont à ce jour pas été vérifiées expérimentalement.

Une seconde classe de matériaux, plus pertinente dans notre cas, est celle des « matériaux vitreux mous », caractérisés par une mésostructure désordonnée, formée d'une assemblée dense d'éléments, comme c'est le cas pour les verres colloïdaux, les phases colonnaires hexagonales, les émulsions ou encore les microgels. Leur module élastique varie généralement peu avec la fréquence, de sorte qu'il n'y a pas de lien direct entre le fluage d'Andrade et la viscoélasticité dans ce cas. L'origine microscopique du fluage en loi de puissance et son lien avec la microstructure est encore mal compris. Une version simplifiée de la théorie de couplage de modes, considérant un mode unique, généralisée à l'étude des régimes transitoires a prédit récemment que, sous certaines conditions et dans la limite de basses fréquences, le module élastique est indépendant de la fréquence et que le module visqueux suit une loi de puissance $G'' \sim \omega^\alpha$ avec le même exposant que celui intervenant dans la loi d'Andrade [Frahsa15]. Pour les carbopols étudiés, nous avons vu que $G'' \sim \omega^{0.44}$ (voir figure 3.6(a)) ce qui est compatible avec la valeur $\langle \alpha \rangle \simeq 0.4$ obtenue pour l'exposant d'Andrade. Notons également qu'un modèle de matériau élasto-plastique avec un durcissement cinématique prédit un lien entre l'exposant d'Andrade α et celui de la loi d'Herschel-Bulkley n selon $\alpha = n/(n - 1)$ strictement en dessous du seuil [Dimitriou13]. Cependant, on observe généralement $0 < n < 1$, ce qui correspond à un exposant d'Andrade négatif, incompatible avec les observations expérimentales.

Enfin, par analogie avec le mouvement collectif des dislocations donnant naissance au fluage d'Andrade dans les métaux, il a été proposé récemment que le fluage dans les matériaux vitreux mous provienne d'un mouvement collectif des éléments composant la microstructure. Dans une émulsion, un modèle phénoménologique [Paredes13, Dinkgreve15] considère deux catégories de particules, mobiles ou non, dont les populations respectives évoluent au cours du temps. Des lois d'échelles permettent de relier l'exposant d'Andrade à l'évolution de la courbe d'écoulement avec la fraction volumique du système, et mènent à une valeur $\alpha \simeq 0.4$ en accord avec les observations. Une telle dynamique hétérogène a été mise en évidence expérimentalement et numériquement dans le cas de verres colloïdaux de sphères dures [Chaudhuri13, Sentjabrskaja15]. En couplant rhéométrie et microscopie confocale, Sentjabrskaja *et al.* ont relié quantitativement la

déformation macroscopique $\gamma(t)$ de l'échantillon à des hétérogénéités dynamiques, qui restent localisées et sous-diffusives pendant le fluage, puis se répandent et deviennent temporairement super-diffusives à l'approche de la fluidification. Le déplacement quadratique moyen $\Delta^2(t)$ des colloïdes suit en particulier une loi de puissance identique à la déformation $\Delta^2(t) \sim \gamma(t) \sim t^\alpha$, avec un exposant compatible entre les simulations ($\alpha \simeq 0.4$ pour $\sigma = 0.9\sigma_c$) et les expériences ($\alpha \simeq 0.5$ pour $\sigma \simeq \sigma_c$). Bien que les expériences aient toutes été effectuées au-dessus du seuil, cette étude semble montrer un lien net entre les hétérogénéités dynamiques et le fluage dans les verres colloïdaux.

Il serait donc très intéressant d'observer l'évolution de la structure du carbopol au cours du fluage : la microscopie confocale apparaît comme un bon outil pour ce faire. En particulier, au vu de la structure du carbopol, faite de particules compressées et déformées, l'existence de particules fortement mobiles semblerait surprenante. Notre étude, purement rhéologique, ne nous permet pas de caractériser ce comportement microscopique. Nous ne pouvons qu'affirmer que le fluage du carbopol est bien décrit par la loi d'Andrade, avec un exposant $\alpha \simeq 0.4$ proche des valeurs obtenues dans d'autres systèmes.

3.3.2 Contraintes résiduelles

Comme nous l'avons vu dans le paragraphe précédent, pour des contraintes faibles, le fluage observé s'éloigne nettement de la loi d'Andrade. Afin d'expliquer nos observations, nous avons suivi la relaxation des contraintes dans le carbopol après un précisaillement.

Relaxation des contraintes

Nous considérons ici un nouveau protocole : nous imposons un taux de cisaillement $\dot{\gamma}_p$ pendant un temps t_p , de façon à obtenir un écoulement stationnaire, et imposons brusquement à $t = 0$ un taux de cisaillement nul. Nous enregistrons alors l'évolution de la contrainte au cours du temps, comme tracé sur la figure 3.13.

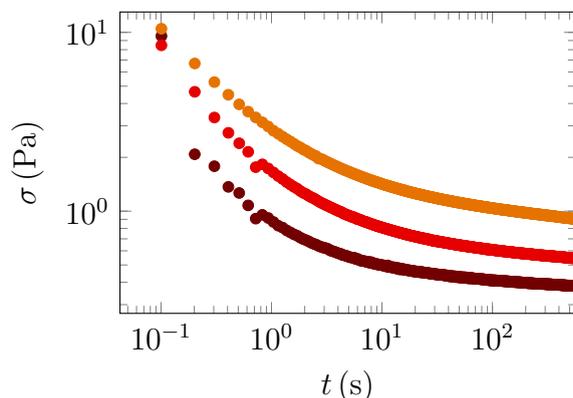
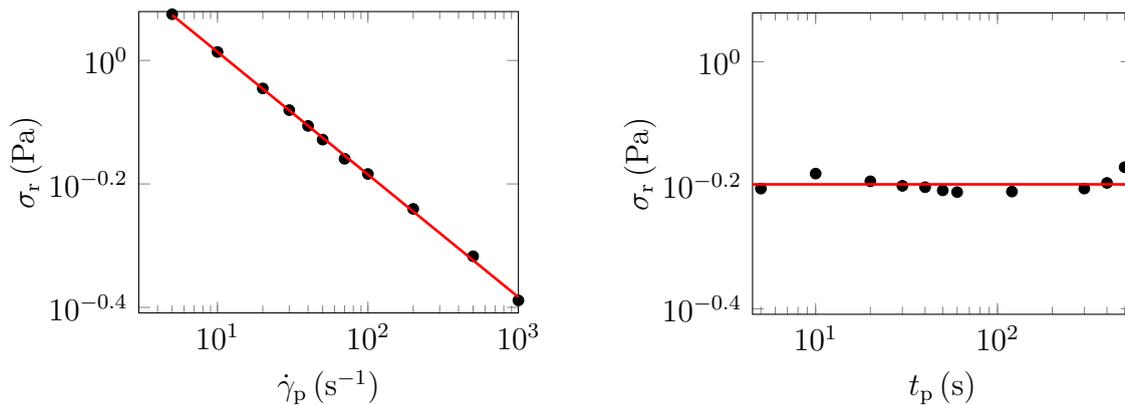


FIGURE 3.13 – Relaxation de la contrainte $\sigma(t)$ au cours du temps en imposant un taux de déformation nul immédiatement après un précisaillement $\dot{\gamma}_p = 10, 100$ et 1000 s^{-1} (de haut en bas) pendant $t_p = 60 \text{ s}$.

Très rapidement, en quelques dizaines de millisecondes typiquement, le gel reprend son état de solide et la contrainte diminue. Ensuite, on observe une lente relaxation de la contrainte, vers une valeur qui semble non-nulle bien que nous n'atteignons pas encore un état stationnaire après $t_w = 600$ s. Nous définissons la contrainte résiduelle par $\sigma_r = \sigma(t_w)$, de l'ordre de quelques dixièmes de pascal. Nous avons également essayé d'ajuster les données, mais aucune loi simple (exponentielle, logarithmique, exponentielle étirée) ne donne de résultats probants. Une somme de trois exponentielles fournit un ajustement correct : nous pourrions alors définir la contrainte résiduelle comme la limite aux temps longs de l'ajustement, mais les comportements décrits dans la suite restent similaires.



(a) Effet du taux de précisaillement $\dot{\gamma}_p$ sur la contrainte résiduelle σ_r pour $t_p = 60$ s. On observe une loi de puissance $\sigma_r = 1.6\dot{\gamma}_p^{-0.2}$.

(b) Effet de la durée de précisaillement t_p sur la contrainte résiduelle σ_r pour $\dot{\gamma}_p = 100$ s $^{-1}$. Il n'y a pas d'évolution notable, la ligne rouge représente la valeur moyenne $\langle \sigma_r \rangle = 0.63$ Pa.

FIGURE 3.14 – Modification de la contrainte résiduelle par le précisaillement.

L'effet du précisaillement est présenté sur la figure 3.14. La durée du précisaillement n'a pas d'influence sur la contrainte résiduelle σ_r , tandis que le taux de précisaillement permet de la faire diminuer, suivant une loi de puissance $\sigma_r \sim \dot{\gamma}_p^{-0.2}$.

Enfin, nous employons un dernier protocole au cours duquel, au lieu de brusquement faire passer le taux de cisaillement à une valeur nulle, nous l'abaïssons progressivement, en N paliers de durée τ , régulièrement espacés. Quand le taux de cisaillement atteint zéro, nous suivons la relaxation de la contrainte pendant un temps $t_w = 600$ s et mesurons la la contrainte résiduelle à la fin de cette période de relaxation. Le résultat est présenté sur la figure 3.15. On constate que la contrainte résiduelle augmente avec la durée de la rampe appliquée, et est toujours notablement supérieure à la valeur obtenue suite à un arrêt brutal du rotor.

Ainsi, partant d'un état fluidifié, lorsque le carbopol retourne au repos, il piège des contraintes, qui relaxent lentement par la suite. La contrainte résiduelle finale dépend seulement du taux de cisaillement de l'état fluidisé précédant l'arrêt de l'écoulement, et augmente quand ce taux décroît, ce qui est confirmé par l'application d'une rampe de contrainte : dans ce cas, la contrainte résiduelle obtenue est principalement associée aux taux de cisaillements appliqués pendant la fin de la rampe.

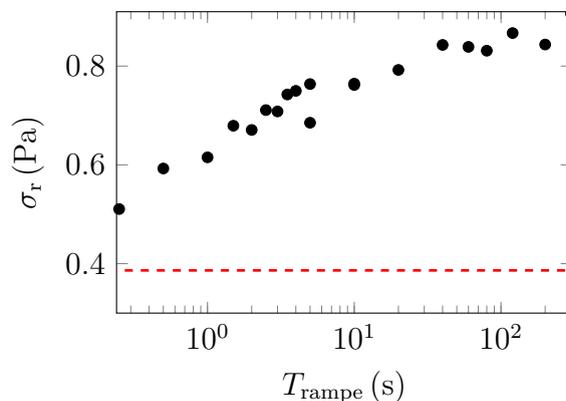


FIGURE 3.15 – Contrainte résiduelle après un arrêt progressif du rotor depuis $\dot{\gamma}_p = 100 \text{ s}^{-1}$ en $N = 50$ paliers de durée τ , linéairement répartis, en fonction de la durée totale de la rampe $T_{\text{rampe}} = N\tau$. En pointillés rouges est représentée la valeur obtenue $\sigma_r = 0.4 \text{ Pa}$ après un arrêt brutal du rotor pour le même chargement depuis une valeur $\dot{\gamma}_p = 100 \text{ s}^{-1}$.

Contraintes résiduelles dans les matériaux vitreux mous

L’existence de contraintes résiduelles est établie dans divers matériaux mous, comme les microgels de polyélectrolytes [Mohan13, Mohan15], les gels colloïdaux [Osuji08, Negi09, Negi10] ou les verres colloïdaux [Ballauff13]. Elles suscitent un intérêt croissant au cours de ces dernières années. Ces contraintes sont dues à des distortions de la microstructure qui se retrouvent piégées lorsque l’écoulement s’arrête, et décroissent généralement quand le taux de cisaillement augmente. Par exemple, des simulations numériques de sphères élastiques non-browniennes bloquées ont montré que des contraintes résiduelles pouvaient être attribuées à des distortions angulaires de la microstructure, relaxant progressivement sur des temps extrêmement longs [Mohan13, Mohan15].

En ce qui concerne les microgels de carbopol, les contraintes résiduelles ont été évoquées par quelques études dans des contextes bien particuliers comme la remontée de bulles [Piau07, Mougin12], la pénétrométrie [Boujlel12a], l’ascension capillaire [Géraud14] et la tensiométrie [Jørgensen15]. Elles n’ont toutefois jamais été étudiées quantitativement.

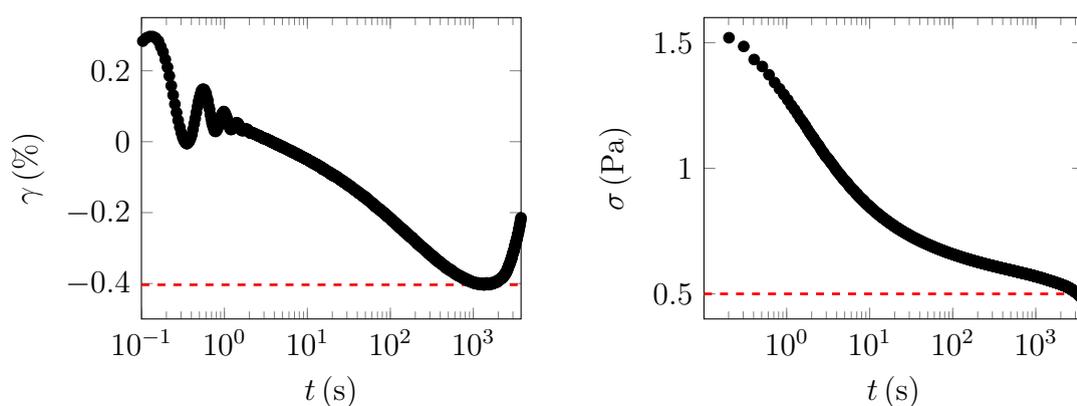
Comme nous l’avons vu, la contrainte résiduelle décroît avec le taux de cisaillement avec une loi de puissance d’exposant relativement faible $\sigma_r \sim \dot{\gamma}_p^{-0.2}$. Bien qu’aucun ajustement n’y ait été effectué, cette loi d’échelle semble compatible avec les observations expérimentales et numériques de Ballauff *et al.* pour des verres colloïdaux [Ballauff13]. Nous ne pouvons par ailleurs pas exclure la loi logarithmique $\sigma_r \sim \log(\sigma_p - \sigma_c)$, avec σ_p la contrainte au cours du cisaillement, proposée par Mohan *et al.* [Mohan13, Mohan15].

Compétition avec le fluage d’Andrade

Comme cela avait été suggéré par Coussot *et al.* pour de la bentonite, de la moutarde ou des gels à cheveux constitués majoritairement de carbopol, les contraintes résiduelles

piégées dans le matériau peuvent concurrencer la contrainte appliquée par le rhéomètre dans les expériences de fluage à basse contrainte [Coussot06]. C'est à cette compétition que nous attribuons les déviations à la loi d'Andrade observées sur la figure 3.12.

Pour le vérifier, nous avons effectué successivement sur un même chargement une expérience de fluage à basse contrainte $\sigma = 0.5$ Pa, puis de relaxation de la contrainte sur des temps longs, comme présenté sur la figure 3.16. Dans l'expérience de fluage (figure 3.16(a)), la déformation commence par décroître, c'est-à-dire se fait dans la direction opposée à la contrainte appliquée, puis augmente après un temps $t_1 \simeq 1300$ s. Dans l'expérience de relaxation de la contrainte (figure 3.16(b)), on constate que la contrainte interne dans le carbopol diminue progressivement et passe en dessous de $\sigma = 0.5$ Pa au bout d'un temps $t_2 \simeq 3000$ s.



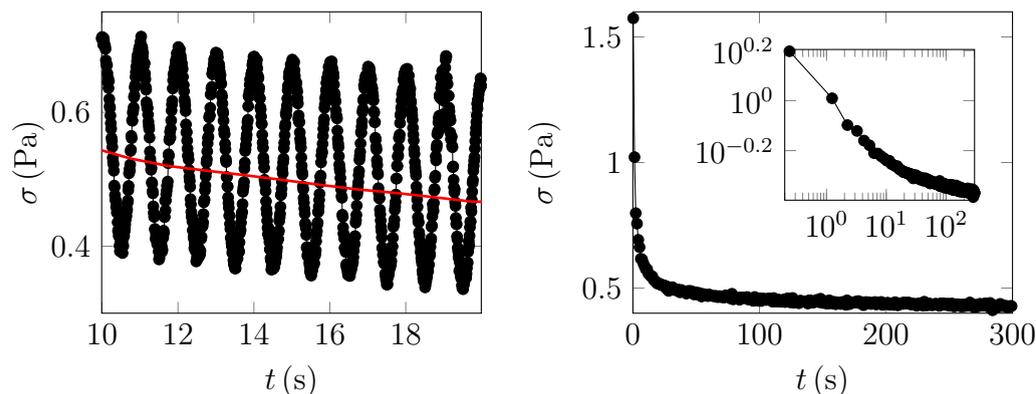
(a) Expérience de fluage à contrainte $\sigma = 0.5$ Pa après un temps de repos $t_w = 300$ s en oscillant à faible amplitude $\gamma_o = 1\%$ et à fréquence $f = 1$ Hz. Les pointillés rouges marquent le minimum de déformation.

(b) Relaxation des contraintes après précisaillement. Les pointillés rouges marquent la valeur $\sigma = 0.5$ Pa.

FIGURE 3.16 – Fluage à basse contrainte et relaxation des contraintes pendant une heure après un précisaillement de durée $t_p = 60$ s à un taux $\dot{\gamma}_p = 100$ s⁻¹. Notons que l'origine des temps pour le fluage est prise après le temps de relaxation $t_w = 300$ s tandis qu'elle est prise immédiatement après précisaillement pour la relaxation des contraintes.

Nous interprétons donc les déformations anormales observées à basse contrainte comme suit. Immédiatement après le précisaillement, le carbopol est rapidement bloqué dans un état solide, et piège ainsi des contraintes résiduelles qui relaxent progressivement pendant le temps de repos t_w . Quand l'expérience de fluage commence, la contrainte résiduelle $\sigma_r(t_w)$ est de l'ordre de 1 Pa dans la situation considérée et l'échantillon ressent une contrainte effective $\sigma - \sigma_r(t_w)$. Si $\sigma < \sigma_r(t_w)$, après la déformation élastique initiale, la déformation se fait à l'opposé de la contrainte appliquée. Cela implique que les contraintes résiduelles tendent à déformer le matériau dans la direction opposée à celle du précisaillement, probablement du fait que la distorsion de la microstructure piégée lors du blocage de l'échantillon est orientée dans le sens de l'écoulement. Si $\sigma > \sigma_r(t_w)$, la déformation ne fait qu'augmenter mais elle est ralentie par les contraintes résiduelles. La compétition entre la relaxation de la microstructure

et le fluage se fait sentir pour des contraintes $\sigma < \tilde{\sigma} \simeq 2 \text{ Pa}$.



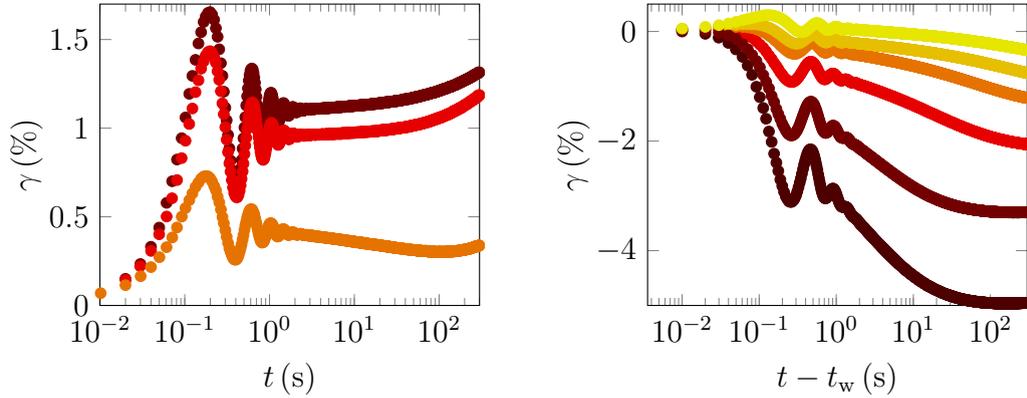
(a) En noir, l'évolution de la contrainte au cours du temps, obtenue à partir du couple mesuré par le rhéomètre en utilisant la formule (1.15). En rouge, l'évolution de la contrainte moyenne. (b) Relaxation de la contrainte moyenne au cours du temps. En insert, mêmes données en échelle logarithmique.

FIGURE 3.17 – Relaxation de la contrainte sous de petites oscillations, d'amplitude $\gamma_o = 1\%$ et à une fréquence $f = 1 \text{ Hz}$, après un précisaillement avec $\dot{\gamma}_p = 100 \text{ s}^{-1}$ et $t_p = 60 \text{ s}$.

Afin d'étayer ce scénario, nous avons procédé à quelques expériences complémentaires. Tout d'abord, nous nous sommes assurés que les oscillations de faible amplitude $\gamma_o = 1\%$ appliquées pendant la phase de repos n'empêchaient pas la relaxation des contraintes. Pour ce faire, après un précisaillement, nous avons mesuré la contrainte oscillante appliquée par le rhéomètre, à l'aide de sa sortie analogique. Le résultat obtenu est tracé sur la figure 3.17(a). Nous voyons sur la figure 3.17(a) que la contrainte appliquée par le rhéomètre oscille autour d'une valeur moyenne qui décroît progressivement au cours du temps, et les valeurs mesurées sont du même ordre de grandeur que celles que nous obtenions sans oscillation.

Nous avons également modifié le protocole utilisé avant la phase de fluage pour observer son effet sur le fluage à basse contrainte. En diminuant l'intensité du précisaillement, c'est-à-dire en augmentant les contraintes résiduelles, nous pouvons passer d'un fluage ressemblant au régime d'Andrade à un comportement anormal où le rotor commence par tourner dans la direction opposée à la contrainte appliquée, comme nous pouvons le constater sur la figure 3.18(a). De même, en raccourcissant la phase de repos, la contrainte résiduelle est plus élevée au début du fluage, et nous observons un fluage de plus en plus anormal, comme représenté sur la figure 3.18(b).

A contrario, quand la contrainte appliquée est suffisamment élevée, les contraintes résiduelles n'ont plus d'influence sur le fluage. C'est ce que nous constatons par exemple sur la figure 3.19 où nous voyons que le temps de repos n'influence pas de façon systématique l'exposant d'Andrade obtenu pour une contrainte $\sigma = 5 \text{ Pa} \simeq \sigma_c/2$.



(a) Fluage sous une contrainte $\sigma = 1 \text{ Pa} \simeq \sigma_c/10$ après un précisaillement $\dot{\gamma}_p = 5, 20$ et 1000 s^{-1} de bas en haut, pendant $t_p = 60 \text{ s}$ et un repos sous faibles oscillations pendant $t_w = 60 \text{ s}$.

(b) Fluage sous une contrainte $\sigma = 0.5 \text{ Pa} \simeq \sigma_c/20$ après un précisaillement $\dot{\gamma}_p = 100 \text{ s}^{-1}$ pendant $t_p = 60 \text{ s}$ et un repos sous faibles oscillations pendant $t_w = 6, 9, 42, 120, 300$ et 600 s de bas en haut. L'origine des temps est ici prise à la fin du précisaillement : $t - t_w$ correspond au temps depuis le début du fluage.

FIGURE 3.18 – Effet du précisaillement et du temps de repos sur le fluage à basse contrainte.

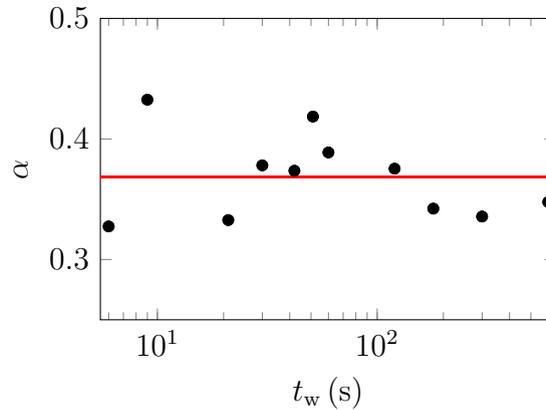


FIGURE 3.19 – Exposant d'Andrade en fonction du temps de repos t_w pour des expériences de fluage à contrainte $\sigma = 5 \text{ Pa}$ appliquée après un précisaillement à $\dot{\gamma}_p = 100 \text{ s}^{-1}$ appliqué pendant $t_p = 60 \text{ s}$. La ligne rouge correspond à la valeur moyenne $\langle \alpha \rangle = 0.37$.

Vieillessement

Ces fluages anormaux à basse contrainte avaient déjà été observés dans des microgels [Cloitre00, Purnomo07] et soulèvent la question du rôle du vieillissement dans nos expériences. Comme nous l'avons vu (figure 3.7), le module élastique augmente progressivement au cours de la phase de repos, selon une loi logarithmique, ce qui témoigne d'un léger vieillissement du carbopol, généralement considéré comme négligeable dans la littérature. Son origine microscopique n'est pas clairement établie, et dépend vrai-

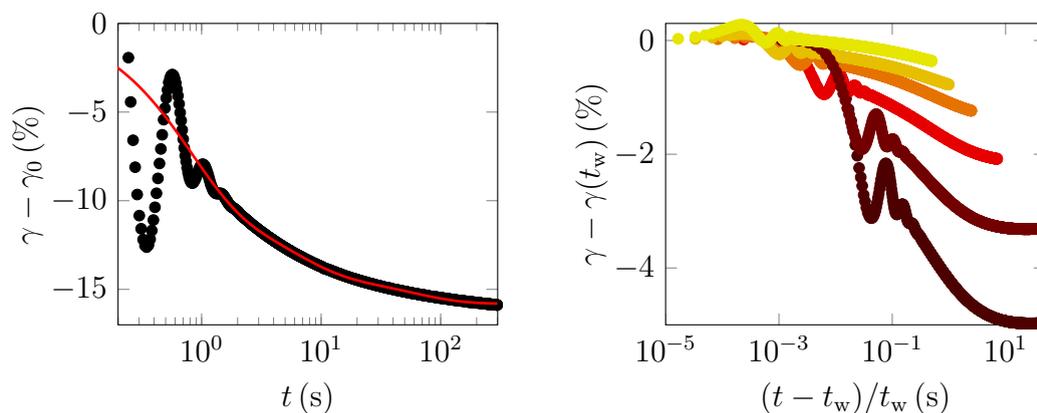
semblablement du type de carbopol considéré. Il a par exemple été proposé par Putz *et al.* que ce léger vieillissement provienne de l'association des chaînes libres des polymères à la périphérie des particules de carbopol [Putz09].

Le fluage d'Andrade et l'existence de contraintes résiduelles sont fréquemment prédits par les divers modèles de dynamique vitreuse [Voigtmann14] évoqués dans le paragraphe 1.2.2 comme les modèles SGR [Fielding00b], STZ [Falk11, Bouchbinder11], de couplage de modes [Ballauff13, Frahsa15], ou par des modèles plus heuristiques [Paredes13, Dinkgreve15, Joshi15]. Le ralentissement progressif de la déformation est alors associé au vieillissement, c'est-à-dire à l'exploration progressive de niveaux de plus en plus profonds au sein du paysage énergétique complexe décrivant le matériau. Dans le cas de la réponse à une déformation rapide, Fielding *et al.* définissent le vieillissement comme le fait qu'une partie notable de la relaxation des contraintes se produit sur des échelles de temps croissant avec l'âge t_w du système [Fielding00b].

Il est alors légitime de se demander quel rôle peut jouer le vieillissement dans la compétition entre le fluage d'Andrade et les contraintes résiduelles que nous observons dans nos expériences. De fait, une réponse en déformation d'amplitude décroissante avec l'âge du système sous de faibles contraintes appliquées a été constatée dans des microgels de polyélectrolytes [Cloitre00]. Cette observation, associée à celle de relaxations logarithmiques de la déformation après un arrêt de l'écoulement, a été interprétée comme un phénomène de vieillissement. Plus précisément, la déformation $\gamma(t)$ mesurée sous une contrainte appliquée $\sigma \simeq 0.05\sigma_c$ augmente d'abord puis décroît logarithmiquement sur toute la durée de l'expérience, soit quelques heures, sans signe de saturation. L'instant au bout duquel la déformation commence à diminuer est comparable à l'âge du système, défini comme la durée t_w séparant la fin du précisaillement et l'application de la contrainte : toutes les courbes obtenues se regroupent en une courbe maîtresse si l'on trace $\gamma(t) - \gamma(t_w)$ en fonction de $(t - t_w)/t_w$. Des résultats similaires ont été obtenus pour des microgels thermosensibles de pNIPAM [Purnomo07] et modélisés de façon satisfaisante par le modèle STZ [Bouchbinder11]. Un tel comportement est attribué à la relaxation de la structure et à un fort vieillissement : après le temps d'attente t_w , les configurations dont le temps de relaxation est plus court que t_w ont relaxé si bien que, quand une faible contrainte est appliquée, la déformation augmente d'abord, puis diminue quand $t \gtrsim t_w$ car les configurations de temps de relaxation supérieurs à t_w commencent alors à relaxer. Au-dessus d'une contrainte typique $\tilde{\sigma} \simeq 0.2\sigma_c$, la déformation observée augmente continûment mais dépend toujours notablement de l'âge t_w , du fait de la compétition entre le vieillissement et le rajeunissement dû au cisaillement [Cloitre00, Viasnoff02]. Cette contrainte $\tilde{\sigma}$ délimitant les régimes de fluage normal et anormal est quantitativement comparable à celle que nous avons obtenue dans nos expériences.

Cependant, nos expériences présentent des différences importantes avec ces observations. Considérons tout d'abord l'évolution de la déformation lorsque l'on annule brusquement la contrainte suite à un précisaillement à contrainte $\sigma_p = 20 \text{ Pa} > \sigma_c$ imposée, comme représenté sur la figure 3.20(a). La relaxation de la déformation n'est pas logarithmique, comme observé dans les gels polyélectrolytiques, mais peut être ajustée par une somme d'exponentielles, ce qui évoque à un mécanisme de relaxation

viscoélastique ⁽¹⁾.



(a) Relaxation de la déformation en imposant une contrainte nulle à $t = 0$, immédiatement après un précisaillement à contrainte $\sigma = 20 \text{ Pa} > \sigma_c$ imposée (correspondant à $\dot{\gamma} \simeq 5 \text{ s}^{-1}$). La courbe rouge correspond à un ajustement par une somme de trois exponentielles, de temps caractéristiques 0.7, 5.3 et 56 s dont nous tirons la valeur de γ_0 .

(b) Fluage à basse contrainte correspondant aux données de la figure 3.18(b) en utilisant le changement d'échelle suggéré dans l'article [Cloitre00].

FIGURE 3.20 – Absence de vieillissement dans le carbopol ETD 2050 étudié.

Comme nous l'avons constaté en outre sur la figure 3.19, au-dessus de $\tilde{\sigma}$, la loi d'Andrade est bien vérifiée et l'âge t_w du système n'a plus d'influence sur le fluage : un éventuel vieillissement n'a donc que peu d'effet sur le fluage d'Andrade. En dessous de $\tilde{\sigma}$, nous avons vu sur la figure 3.18(b) que la déformation anormale observée est plus faible quand l'âge du système augmente : cependant, comme nous le voyons sur la figure 3.20(b), nous ne pouvons obtenir une courbe maîtresse par le même changement d'échelle que Cloitre *et al.* [Cloitre00]. Qui plus est, la déformation que nous mesurons n'a pas la même évolution : elle passe par un minimum et non par un maximum, et elle ne présente pas un comportement logarithmique aux temps longs. Ainsi, l'effet du temps de repos t_w s'interprète plutôt dans notre système comme la signature d'une relaxation viscoélastique des contraintes en quelques minutes typiquement, après laquelle le système conserve une contrainte résiduelle constante.

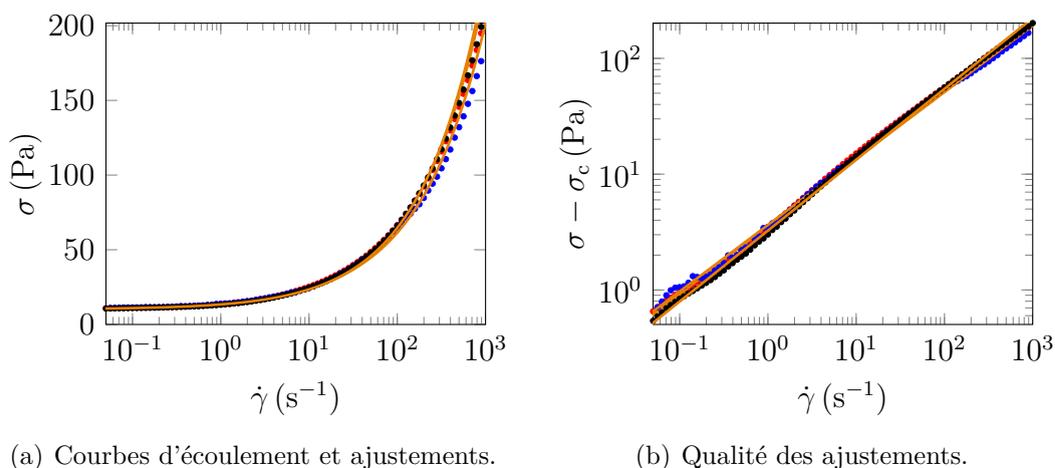
En conclusion, il semble que le vieillissement de nos gels de carbopol, relativement modéré, n'a pas d'effet notable sur le fluage. Insistons néanmoins sur une différence importante entre nos expériences et celles rapportées dans ce paragraphe : durant la phase de repos, nous imposons de faibles oscillations de la déformation, c'est-à-dire une déformation nulle en moyenne. Au contraire, dans la littérature mentionnée, le repos se fait à contrainte imposée nulle, ce qui pourrait expliquer la différence de comportements observée.

(1). Notons que dans les microgels de pNIPAM, la relaxation n'est pas purement logarithmique et semble plutôt saturer aux temps longs [Purnomo07].

3.3.3 Effet de la concentration et des conditions aux limites

Nous considérons à présent l'effet de la concentration du carbopol utilisé ainsi que de la nature des conditions aux limites du rhéomètre sur les résultats obtenus. Nous avons étudié le fluage et les contraintes résiduelles dans trois carbopols ETD 2050, de concentrations en masse $C = 0.6\%$, 1% et 2% dans la géométrie mixte (cône rugueux/plan lisse) utilisée jusque là. Pour le carbopol de concentration $C = 1\%$ étudié précédemment, nous avons également changé les conditions aux limites en utilisant un cône lisse de mêmes dimensions (CP40-2) et le même plan lisse, ou en utilisant le cône rugueux avec un plan sur lequel nous avons collé du papier de verre P800, de rugosité moyenne annoncée $21.8 \mu\text{m}$ ⁽²⁾.

Nous constatons tout d'abord sur la figure 3.21 que les courbes d'écoulement mesurées avec les trois types de conditions aux limites sont tout à fait similaires, et fournissent des valeurs de seuils identiques à 1% près. Dans les trois cas, nous ne voyons pas de signe apparent de glissement : cependant, nous n'avons pas sondé les faibles valeurs de taux de cisaillement, où le glissement est plus susceptible de se produire, et ne pouvons donc en exclure l'existence.



(a) Courbes d'écoulement et ajustements.

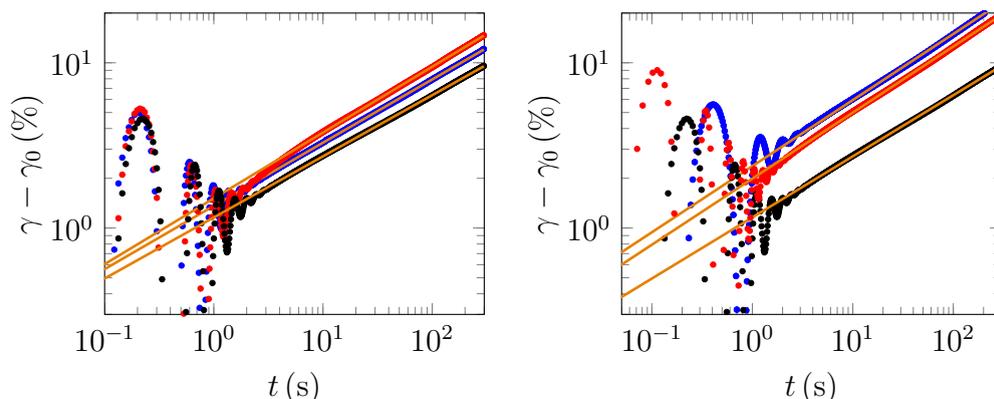
(b) Qualité des ajustements.

FIGURE 3.21 – Courbes d'écoulements d'un carbopol EDT 2050 concentré à 1% en masse mesurées en géométrie cône-plan, en condition aux limites lisse/lisse (rouge), rugueux/rugueux (bleu) et rugueux/lisse (noir). Les courbes continues correspondent à un ajustement de type Herschel-Bulkley $\sigma = \sigma_c + k\dot{\gamma}^n$ avec respectivement $\sigma_c = 10.2, 10.3$ et 10.2 Pa ; $n = 0.59, 0.57$ et 0.60 et $k = 3.6, 3.6$ et 3.3 S.I. .

Comme nous pouvons le voir sur les figures 3.22 et 3.23, les observations que nous avons faites sur le fluage restent identiques si l'on change la concentration du carbopol ou les conditions aux limites : dans tous les cas, pour des contraintes inférieures au seuil mais suffisamment élevées, nous observons un fluage décrit par la loi d'Andrade avec un exposant $\alpha \simeq 0.4$, et constatons un fluage anormal pour de faibles valeurs de la contrainte. En effectuant des expériences pour diverses contraintes appliquées, nous obtenons les résultats présentés dans le tableau 3.1. Nous constatons un accord

(2). Les conditions aux bords ne sont pas alors réellement symétriques : leur rugosité et leur composition chimique différent.

raisonnable entre les valeurs mesurées du module élastique en oscillation dans la limite des basses fréquences G_0 et sa valeur G'_0 obtenue par ajustement de la déformation élastique initiale. Notons une valeur légèrement plus faible de G' pour la condition mixte, explicable par un vieillissement de l'échantillon aux temps longs, les expériences exploitées dans ce cas ayant été faites quelques semaines après les autres.



(a) Fluage à contrainte $\sigma \simeq 0.4\sigma_c$ en conditions aux limites lisse/lisse (rouge), rugueux/lisse (noir) et rugueux/rugueux (bleu). Les ajustements correspondent à une loi d'Andrade avec respectivement $\alpha = 0.40, 0.36, 0.38$ et $\gamma_0 = 12.4\%, 8.9\% 10.5\%$.

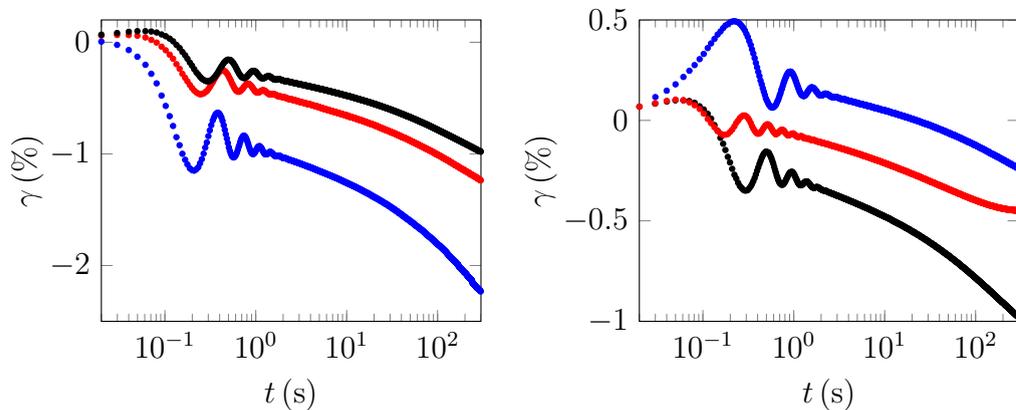
(b) Fluage dans le régime d'Andrade pour différentes concentrations de carbopol 0.6% ($\sigma = 0.38\sigma_c$, en bleu), 1% ($\sigma = 0.36\sigma_c$, en noir) et 2% ($\sigma = 0.35\sigma_c$, en rouge). Les ajustements correspondent à une loi d'Andrade avec respectivement $\alpha = 0.40, 0.37, 0.40$ et $\gamma_0 = 9.9\%, 8.9\% 16.2\%$.

FIGURE 3.22 – Effet des conditions aux limites et de la concentration sur le fluage d'Andrade, après précisaillement à $\dot{\gamma}_p = 100 \text{ s}^{-1}$ pendant $t_p = 60 \text{ s}$ et repos en oscillant à faible amplitude pendant $t_w = 300 \text{ s}$.

C.L.	C (%)	G' (Pa)	σ_c (Pa)	$\langle \alpha \rangle$	G'_0 (Pa)	σ_0 (Pa)	σ_r (Pa)
RL	0.6	13 ± 1	3.2 ± 0.2	0.40 ± 0.07	9.8	0.15	0.20
RL	1	37 ± 4	10.0 ± 0.5	0.39 ± 0.04	32	0.9	0.65
RL	2	105 ± 10	34.5 ± 0.7	0.38 ± 0.03	120	4.7	4.9
RR	1	46 ± 5	10.3 ± 0.2	0.39 ± 0.04	37	1.1	0.88
LL	1	43 ± 5	10.2 ± 0.2	0.37 ± 0.03	36	0.7	0.61

TABLE 3.1 – Résultats obtenus pour différentes concentrations massiques C en carbopol et pour différentes conditions aux limites (RL : cône rugueux/plan lisse, RR : cône rugueux/plan rugueux, LL : cône lisse/plan lisse). La contrainte résiduelle σ_r est donnée après $t_w = 600 \text{ s}$ et un précisaillement au taux $\dot{\gamma}_p = 100 \text{ s}^{-1}$.

Nous avons également mesuré les contraintes résiduelles pour différentes concentrations et conditions aux limites, comme présenté sur la figure 3.24. Nous confirmons la phénoménologie observée pour tous les cas considérés : suite à un brusque arrêt de l'écoulement, le carbopol piège une contrainte qui relaxe doucement vers une valeur non nulle, d'autant plus faible que le taux de précisaillement est élevé. La contrainte résiduelle augmente avec la concentration du carbopol, et suit toujours une même loi de



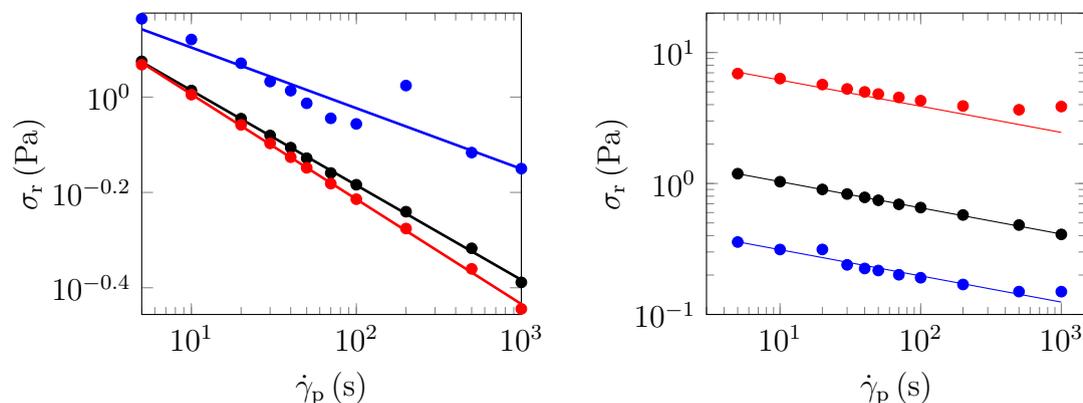
(a) Fluage à basse contrainte $\sigma \simeq 0.04\sigma_c$ en conditions aux limites lisse/lisse (rouge), rugueux/lisse (noir) et rugueux/rugueux (bleu). (b) Fluage à basse contrainte pour différentes concentrations de carbopol 0.6% ($\sigma = 0.04\sigma_c$, en bleu), 1% ($\sigma = 0.04\sigma_c$, en noir) et 2% ($\sigma = 0.1\sigma_c$, en rouge).

FIGURE 3.23 – Effet des conditions aux limites et de la concentration sur le fluage à basse contrainte, après précisaillement à $\dot{\gamma}_p = 100 \text{ s}^{-1}$ pendant $t_p = 60 \text{ s}$ et repos en oscillant à faible amplitude pendant $t_w = 300 \text{ s}$.

puissance $\sigma_r \sim \dot{\gamma}_p^{-0.2}$ avec le taux de précisaillement, mais nous n'avons pas réussi à obtenir une courbe maîtresse satisfaisante en normalisant par la concentration, par le seuil ou par le module élastique. Dans les conditions aux limites lisse/lisse et rugueux/lisse, les contraintes résiduelles sont sensiblement identiques, et suivent avec le taux de précisaillement $\dot{\gamma}_p$ une loi de puissance d'exposants respectifs -0.22 et -0.2 . En conditions rugueux/rugueux, les contraintes résiduelles sont notablement plus élevées, ce que nous pouvions aussi voir avec les valeurs de σ_0 obtenues dans les expériences de fluage, et elles dépendent moins fortement du taux de précisaillement, avec un exposant -0.13 . Rappelons que nous avons utilisé des lois de puissance pour décrire l'évolution de la contrainte résiduelle avec le taux de précisaillement, mais que nos données n'excluent pas une loi logarithmique.

Mentionnons enfin une tentative de mesure des contraintes résiduelles entre deux plans rugueux, couverts de papier de verre, de façon à avoir des conditions aux bords symétriques. Les données sont plus difficiles à interpréter, la relaxation se faisant de façon très irrégulière et peu reproductible. Les contraintes résiduelles obtenues sont plus élevées, de l'ordre du pascal, et ne dépendent pas notablement de l'entrefer de la géométrie.

Ainsi, nous avons vu que nos observations sont robustes en changeant la concentration ou les conditions aux limites. Le fait de conserver la même phénoménologie pour une géométrie rugueuse nous permet raisonnablement d'exclure des artefacts liés au glissement. Il serait intéressant de changer le pH du carbopol, plutôt que sa concentration, ce qui permettrait de changer véritablement la fraction volumique du microgel ϕ . Nous envisageons également de recommencer cette étude avec d'autres types de carbopol, afin de vérifier la généralité de nos conclusions.



(a) Contraintes résiduelles pour différentes conditions aux limites : lisse/lisse (rouge, $\sigma_r \sim \dot{\gamma}_p^{-0.22}$), rugueux/lisse (noir, $\sigma_r \sim \dot{\gamma}_p^{-0.20}$) et rugueux/rugueux (bleu, $\sigma_r \sim \dot{\gamma}_p^{-0.13}$). (b) Contraintes résiduelles pour différentes concentrations : 0.6% (bleu), 1% (en noir) et 2% (en rouge). On a $\sigma_r \sim \dot{\gamma}_p^{-0.20}$.

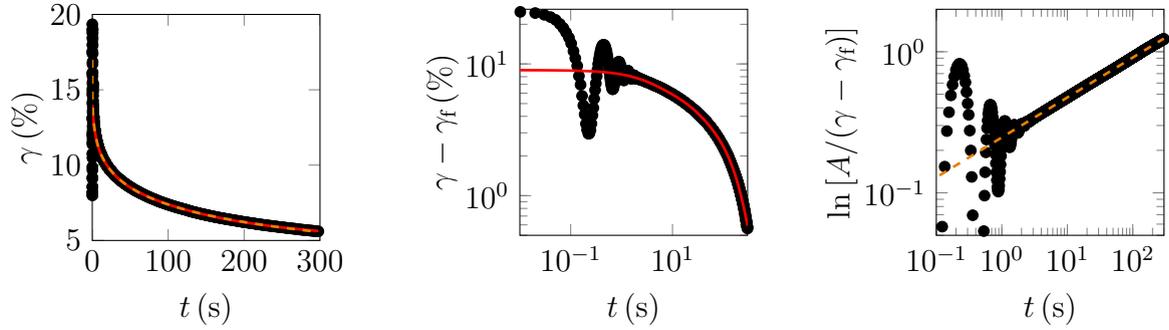
FIGURE 3.24 – Effet des conditions aux limites et de la concentration sur les contraintes résiduelles au bout de $t_w = 600$ s à taux de cisaillement nul imposé, suite à un précisaillement de durée $t_p = 60$ s.

3.3.4 Recouvrance

Pour finir cette étude rhéologique, intéressons-nous à la dernière étape du protocole de fluage, à savoir la phase dite de « recouvrance ». Après précisaillement, repos et fluage, la contrainte est brusquement abaissée à zéro, et nous enregistrons la relaxation de la déformation au cours du temps. Un exemple d'une telle relaxation est présenté sur la figure 3.25(a). Nous observons à nouveau des oscillations inertio-élastiques dont nous ne nous préoccupons pas, et qui nous empêchent d'exploiter les données aux temps courts, typiquement inférieurs à la seconde. Nous constatons également que la déformation semble tendre vers une valeur finie aux temps longs.

La recouvrance a été moins étudiée que le fluage dans la littérature, et souvent de façon qualitative [Uhlherr05, Kaneda05]. Les études se focalisent généralement sur le recul initial $\Delta\gamma_0$, observé instantanément quand la contrainte est ramenée à zéro après la phase de fluage, et sur la déformation finale γ_f . Quand on augmente la contrainte appliquée pendant le fluage, la déformation initiale croît tout d'abord linéairement, avec une pente correspondant au module élastique, puis sature pour des contraintes proches du seuil d'écoulement, comme cela a été observé dans des verres colloïdaux [Petekidis04, Le Grand08, Pham08], dans des gels de polymères en étoile [Christopoulou09] ou plus récemment dans des ferrofluides [deVicente13]. La déformation finale est généralement non nulle même pour des contraintes en dessous du seuil, traduisant l'irréversibilité des déformations plastiques se produisant au cours du fluage, et augmente brusquement à l'approche du seuil d'écoulement [Coussot06, Erni12].

Nous avons tenté d'ajuster nos données par plusieurs lois. Une première proposition est d'utiliser une somme d'exponentielles, en considérant que la relaxation qui se produit est d'origine viscoélastique comme ce qui a été proposé pour des dispersions colloïdales agrégées [Wolthers97]. Dans notre cas, des exponentielles simple ou double



(a) Évolution de la déformation au cours du temps en échelle linéaire.

(b) Qualité de l'ajustement en somme d'exponentielles.

(c) Qualité de l'ajustement en exponentielle étirée.

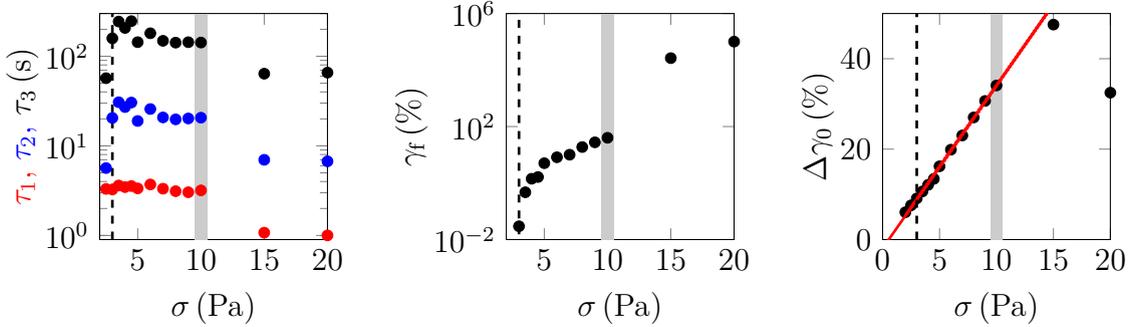
FIGURE 3.25 – Exemple de recouvrance : suite à un fluage de durée $t_f = 300$ s à contrainte $\sigma = 5$ Pa imposée, nous imposons une contrainte nulle et enregistrons la relaxation de la déformation. Les courbes rouges en trait plein correspondent à un ajustement en triple exponentielle selon la loi (3.5) avec $\gamma_f = 5\%$, $(A_1, A_2, A_3) = (1.9, 2.3, 4.7)\%$ et $(\tau_1, \tau_2, \tau_3) = (3.3, 19.0, 144)$ s. Les courbes oranges en trait pointillé correspondent à un ajustement en exponentielle étirée selon la loi (3.6) avec $\gamma_f = 0.9\%$, $A = 16\%$, $\tau = 139$ s et $\beta = 0.29$.

donnent des ajustements médiocres, et nous avons principalement utilisé une somme de trois exponentielles selon la formule

$$\gamma(t) = \gamma_f + A_1 e^{-t/\tau_1} + A_2 e^{-t/\tau_2} + A_3 e^{-t/\tau_3}. \quad (3.5)$$

γ_f , valeur de déformation extrapolée à des temps infinis, correspond à la composante de déformation irréversible au cours du fluage. Nous définissons le recul initial selon $\Delta\gamma_0 = \gamma(t = 0^-) - \gamma(t = 0^+)$ où $\gamma(t = 0^-)$ est la déformation à la fin de la phase de fluage et $\gamma(t = 0^+) = \gamma_f + A_1 + A_2 + A_3$ est calculé en utilisant la formule précédente. Comme nous le voyons sur la figure 3.25(b), l'ajustement est tout à fait satisfaisant.

Nous pouvons ajuster les données pour des recouvrances suivant des fluages à différentes contraintes σ : l'évolution des différents paramètres avec σ est présentée sur la figure 3.26. Nous nous sommes principalement intéressés au comportement observé suite à un fluage dans le régime d'Andrade, pour une contrainte σ comprise entre 2 Pa et 10 Pa. Dans ce cas, nous constatons que les trois temps caractéristiques sont à peu près indépendants de la contrainte appliquée durant le fluage, et sont respectivement de l'ordre de $\langle\tau_1\rangle = 3.2 \pm 0.6$ s, $\langle\tau_2\rangle = 21 \pm 7$ s et $\langle\tau_3\rangle = 150 \pm 60$ s. Le recul initial est quant à lui en relation affine avec la contrainte $\Delta\gamma_0 = G'_1 \sigma + \sigma_1$, avec un coefficient de proportionnalité $G'_1 = 28$ Pa et une contrainte caractéristique $\sigma_1 = 0.5$ Pa. Ces valeurs sont tout à fait comparables à celles obtenues pour la déformation initiale en fluage, confirmant la nature élastique du recul observé. Comme ce qui peut être observé dans les verres de sphères dures [Petekidis04], cette linéarité se poursuit jusqu'au seuil, sans signe notable d'inflexion. Nous n'observons pas une saturation claire de ce recul au-dessus du seuil, mais ne disposons que de très peu de données dans ce régime. Enfin, nous constatons que la déformation irréversible croît progressivement jusqu'au seuil, restant de l'ordre de quelques dizaines de pourcents, puis augmente brusquement.



(a) Temps caractéristiques. Dans le régime d'Andrade, nous avons $\langle \tau_1 \rangle = 3.2 \pm 0.6$ s, $\langle \tau_2 \rangle = 21 \pm 7$ s et $\langle \tau_3 \rangle = 150 \pm 60$ s. (b) Déformation finale irréversible γ_f . (c) Recul élastique initial $\Delta\gamma_0$. La droite rouge représente un ajustement affine $\Delta\gamma_0 = G'_1\sigma + \sigma_1$ avec $G'_1 = 28$ Pa et $\sigma_1 = 0.5$ Pa.

FIGURE 3.26 – Évolution des paramètres de la loi exponentielle (3.5) avec la contrainte appliquée pendant le fluage, de durée $t_f = 300$ s. La zone grisée correspond aux contraintes seuil mesurées pour différents chargements et les pointillés marquent la contrainte $\tilde{\sigma} = 2$ Pa en dessous de laquelle les fluages sont anormaux.

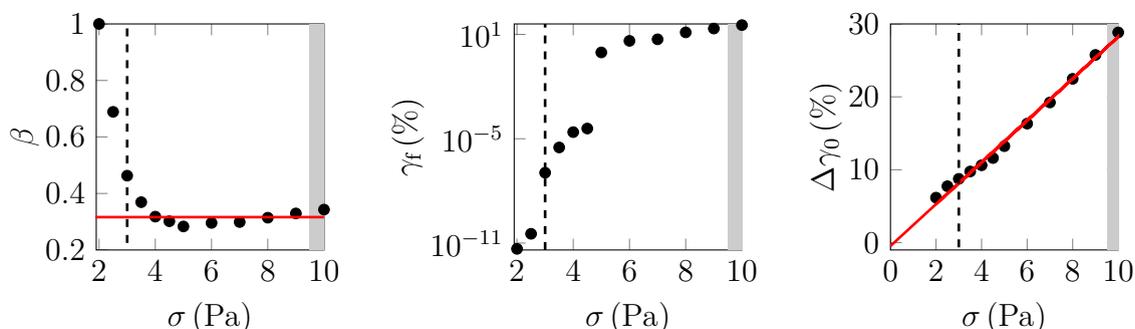
La somme de trois exponentielles (3.5), bien que rendant parfaitement compte des données expérimentales et donnant des résultats physiquement raisonnables, est peu satisfaisante. Nous effectuons en effet un ajustement à sept paramètres, ce qui est toujours douteux et peu convaincant. En outre, les valeurs des temps caractéristiques obtenues par des ajustements à une et deux exponentielles se situent entre celles mesurées ici. Ces éléments suggèrent que la forme fonctionnelle utilisée est inadéquate.

Dans des simulations de gels colloïdaux, il a été proposé d'ajuster la recouvrance par une exponentielle étirée, ou loi de Kohlrausch-Williams-Watts (KWW), souvent employée pour décrire la relaxation de systèmes vitreux [Whittle98]. Nous avons donc tenté d'ajuster nos données de recouvrance par une loi de la forme

$$\gamma(t) = \gamma_f + Ae^{-(t/\tau)^\beta}. \quad (3.6)$$

Comme nous le voyons sur la figure 3.25(c), l'ajustement obtenu est excellent également, et difficilement discernable de l'ajustement en triple exponentielle. Une telle loi nécessite quatre paramètres libres au lieu de sept pour la triple exponentielle, mais leur nombre reste suffisamment élevé pour que l'ajustement direct ne soit pas pleinement satisfaisant. En particulier, le temps de relaxation τ_3 obtenu par la relation (3.5) et le temps τ obtenu par la relation (3.6) sont du même ordre que la durée de l'expérience : pour trancher, il faudrait mesurer la recouvrance sur des temps beaucoup plus longs.

L'évolution des divers paramètres avec la contrainte de fluage σ , résultant des ajustements avec l'équation (3.6), est tracée sur la figure 3.27. Pour des contraintes dans le régime d'Andrade, l'exposant semble constant et vaut $\beta \simeq 0.3$. La déformation irréversible évolue de façon plus irrégulière qu'avec l'ajustement précédent, mais croît cependant avec la contrainte et se situe autour de quelques pourcents. Enfin, le recul élastique suit à nouveau une loi affine avec la contrainte $\Delta\gamma_0 = G'_1\sigma + \sigma_1$, avec un coefficient de proportionnalité $G'_1 = 35$ Pa et une contrainte caractéristique $\sigma_1 = 0.2$ Pa. Si



(a) Exposant de recouvrance. (b) Déformation finale irréversible γ_f . (c) Recul élastique initial $\Delta\gamma_0$.
La droite rouge marque l'exposant moyen dans le régime d'Andrade, $\langle\beta\rangle = 0.32$.
La droite rouge représente un ajustement affine $\Delta\gamma_0 = G'_1\sigma + \sigma_1$ avec $G'_1 = 35$ Pa et $\sigma_1 = 0.2$ Pa.

FIGURE 3.27 – Évolution des paramètres de la loi exponentielle étirée (3.6) avec la contrainte appliquée pendant le fluage, de durée $t_f = 300$ s. La zone grisée correspond aux contraintes seuil mesurées pour différents chargements et les pointillés marquent la contrainte $\tilde{\sigma} = 2$ Pa en dessous de laquelle les fluages sont anormaux.

le module élastique ainsi obtenu est plus proche des valeurs mesurées précédemment, la contrainte résiduelle caractéristique σ_r semble un peu faible avec cet ajustement.

Une telle loi donne donc des résultats aussi satisfaisants qu'une exponentielle triple dans le régime d'Andrade. Il est intrigant de constater que l'exposant β mesuré ici est comparable à l'exposant d'Andrade $\alpha = 0.39$ observé pour le fluage. Il a par exemple été proposé un lien entre le fluage et la recouvrance dans des polymères [Plazek60] : en notant que la loi d'Andrade est équivalente à une exponentielle étirée aux temps courts [Chérière97], il est tentant de voir un tel lien dans nos expériences, mais il serait bien entendu nécessaire d'effectuer une étude beaucoup plus systématique pour en décider.

Notons enfin que, contrairement à la loi exponentielle qui fournissait un ajustement très satisfaisant y compris au dessus du seuil, la loi (3.6) donne de mauvais résultats dans ce régime, indiquant potentiellement une physique différente entre le comportement en dessous et au dessus du seuil. Là encore, une étude plus approfondie serait nécessaire pour conclure.

Conclusion de l'étude rhéologique

Dans ce paragraphe, nous avons caractérisé quantitativement le comportement rhéologique de microgels de carbopol en dessous du seuil d'écoulement. Soumis à une contrainte constante, leur déformation est décrite par la loi de fluage d'Andrade : après une déformation élastique instantanée, la déformation évolue avec le temps selon une loi de puissance d'exposant $\alpha \simeq 0.4$. Ce résultat reste robuste en modifiant les conditions aux limites ou la concentration du carbopol utilisé.

À très basse contrainte, typiquement en dessous d'un cinquième du seuil, le fluage d'Andrade entre en compétition avec la relaxation progressive de contraintes résiduelles,

emprisonnées dans le microgel lors de son passage rapide d'un état fluidisé à un état solide. Ces contraintes sont d'autant plus faibles que le cisaillement était intense dans l'état fluidisé.

Enfin, suite à un fluage, lorsque la contrainte appliquée est ramenée à zéro, un premier recul instantané, de nature élastique, se produit, puis la déformation relaxe lentement vers une valeur non-nulle, d'autant plus élevée que la contrainte de fluage était importante, et qui traduit l'existence de déformations plastiques au cours du fluage.

Nous garderons ces résultats à l'esprit pour les comparer avec l'expérience de mésorhéologie acoustique présentée dans le paragraphe 3.1.3.

3.4 Comparaison avec la mésorhéologie acoustique

Dans ce paragraphe, nous nous attachons à analyser les résultats obtenus en mésorhéologie acoustique, à la lumière de notre caractérisation de la rhéologie macroscopique du carbopol. Nous utilisons ici le même carbopol, concentré à $C = 1\%$ en masse, que celui qui a été principalement étudié dans le paragraphe précédent. Les résultats présentés ont été obtenus et partiellement analysés au cours du stage de Louis Villa.

3.4.1 Analyse des données de mésorhéologie

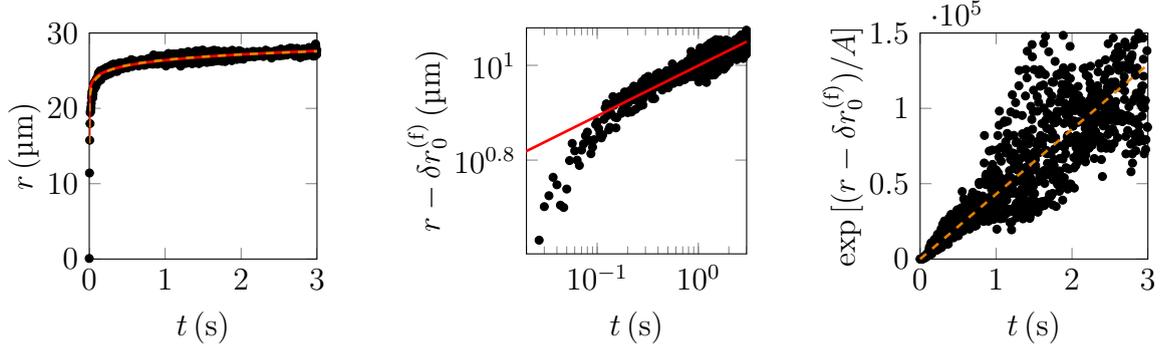
Dans un premier temps, nous reprenons les diverses données acquises avec le dispositif ultrasonore et les analysons en utilisant les lois établies en rhéométrie dans le paragraphe 3.3. Rappelons tout d'abord le protocole utilisé : nous filmons à 300 images par seconde le déplacement de la bille sous l'effet des ultrasons pendant $t_{US} = 3$ s puis arrêtons l'excitation ultrasonore brusquement, et filmons la relaxation de la bille pendant quelques secondes. Nous attendons ensuite quelques minutes, pour transférer les images acquises dans la mémoire de l'ordinateur, puis recommençons une expérience avec une nouvelle intensité acoustique.

Fluage

Considérons tout d'abord la phase de fluage, au cours de laquelle la bille est soumise à la pression de radiation acoustique, stationnaire, exercée par les ultrasons. Un exemple de trajectoire est présenté sur la figure 3.28(a).

Une première difficulté pour ajuster les données est de détecter l'instant initial du fluage : en effet, comme nous le voyons sur la figure 3.3, le générateur alimentant le transducteur et la caméra filmant le déplacement de la bille ne sont que très approximativement synchronisés. Or, la détermination de ce temps a une influence considérable sur les ajustements qui seront effectués par la suite. Nous avons donc fixé un niveau de bruit pour le déplacement, lié au traitement numérique, et choisissons comme instant initial le premier temps t_0 tel que le déplacement de la bille $r(t)$ reste supérieur au niveau de bruit pour $t \in [t_0, t_0 + 2\text{s}]$, sachant que les ultrasons sont appliqués pendant une durée $t_{US} = 3$ s. Nous obtenons ainsi des résultats satisfaisants, mais la précision est médiocre pour les intensités ultrasonores les plus faibles, les déplacements n'excédant

le niveau de bruit que de peu : nous pouvons considérer que le temps t_0 est obtenu avec une incertitude de 15 ms. Nous prenons t_0 comme origine des temps dans la suite.



(a) Données et ajustements en échelle linéaire.

(b) Qualité de l'ajustement en loi d'Andrade.

(c) Qualité de l'ajustement en loi logarithmique.

FIGURE 3.28 – Exemple de trajectoire enregistrée en dessous du seuil d'écoulement, sous une pression $P = 2.5$ MPa. Le film est enregistré avec 300 images par seconde. La courbe en trait plein rouge représente l'ajustement en loi d'Andrade (3.7) avec $\delta r_0^{(f)} = 16.4 \mu\text{m}$, $\alpha = 0.11$ et $\tau = 3.8 \times 10^{-10}$ s. La courbe en trait pointillé orange représente l'ajustement en loi logarithmique (3.8) avec $\delta r_0^{(f)} = 15.4 \mu\text{m}$, $A = 1.0 \mu\text{m}$ et $\tau = 2.3 \times 10^{-5}$ s.

Nous essayons tout d'abord d'ajuster nos résultats par une loi d'Andrade

$$r(t) = \delta r_0^{(f)} + \left(\frac{t}{\tau}\right)^\alpha \quad (3.7)$$

en accord avec les observations faites en rhéologie macroscopique. Comme nous l'avons déjà mentionné, nous ne sondons quasiment pas le régime de contrainte supérieure au seuil : en ce cas, en effet, la pression de radiation induit une migration importante de la bille, et il faudrait ensuite la repositionner précisément dans le champ de pression pour s'assurer de retrouver une force exercée similaire. De plus, le bruit sur les données est suffisamment important pour rendre difficile la détermination d'une vitesse de la bille : nous sommes donc contraints d'utiliser un ajustement direct à trois paramètres de la loi d'Andrade.

Un exemple de résultat est proposé sur la figure 3.28(b). Nous voyons que la loi d'Andrade donne des résultats corrects, mais moins satisfaisants que pour la rhéologie macroscopique. En particulier, le comportement aux temps courts est mal décrit par cette loi. Toutefois, ce régime est extrêmement sensible au choix de l'instant initial, et il était masqué en rhéologie standard par les oscillations inertio-élastiques. En répétant cet ajustement pour différentes intensités ultrasonores, nous obtenons les résultats tracés sur la figure 3.29 pour les paramètres α et $\delta r_0^{(f)}$.

L'évolution des paramètres de la loi d'Andrade est tracée en fonction du carré de la pression ultrasonore P^2 mesurée au centre de la tache focale pour le transducteur seul, comme présenté dans le paragraphe 2.1.2. En effet, comme nous l'avons vu dans le paragraphe 2.2.1, la pression de radiation acoustique exercée sur la bille, et donc la contrainte appliquée, sont proportionnelles à P^2 . Nous constatons que l'exposant

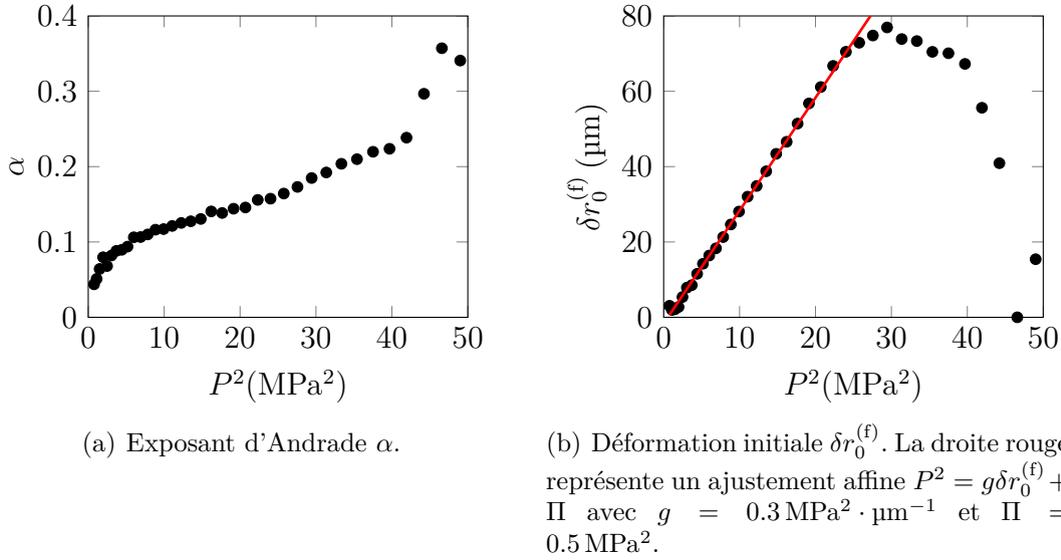


FIGURE 3.29 – Évolution des paramètres de la loi d'Andrade (3.7) avec le carré de la pression $P^2 \sim \sigma$.

d'Andrade obtenu $\alpha = 0.1-0.2$ est notablement plus faible que celui obtenu en rhéologie $\alpha \simeq 0.4$ et semble augmenter avec la contrainte appliquée. La déformation initiale évolue linéairement avec la contrainte, en accord avec les observations rhéométriques, puis semble saturer. Dans ce régime linéaire, $P^2 = g\delta r_0^{(f)} + \Pi^2$ avec $\Pi^2 = 0.5 \text{ MPa}^2$, valeur inférieure à toutes les intensités acoustiques appliquées : il semble donc que les contraintes résiduelles soient négligeables ici.

Contrairement à l'étude rhéologique, nous ne pouvons suivre le fluage que sur un temps relativement court, afin de ne pas endommager le transducteur et pour ne pas saturer la mémoire de la caméra. Nous avons donc à peine accès à deux décades en temps. L'exposant mesuré étant très faible, il est difficile de conclure catégoriquement en faveur de la loi d'Andrade : en particulier, un ajustement logarithmique selon la loi

$$r(t) = \delta r_0^{(f)} + A \ln \left(1 + \frac{t}{\tau} \right) \quad (3.8)$$

donne des résultats tout aussi satisfaisants comme nous le voyons sur la figure 3.28(c). L'évolution des paramètres d'un tel ajustement avec la contrainte appliquée est présentée sur la figure 3.30. Nous constatons que pour $P^2 < 20 \text{ MPa}^2$, la déformation élastique initiale obtenue est comparable à celle que donnait un ajustement en loi d'Andrade, et évolue proportionnellement à la contrainte. La contrainte résiduelle est à nouveau négligeable devant les forces appliquées. Au-delà de ce régime linéaire, la déformation sature comme nous l'observions avec la loi d'Andrade, puis augmente brusquement alors qu'elle diminuait dans le cas d'un ajustement en loi de puissance. Il paraît dès lors peu raisonnable d'interpréter les résultats obtenus à de telles pressions.

Ainsi, nos observations mésorhéologiques sont en accord qualitatif avec les mesures au rhéomètre : en dessous du seuil, la loi d'Andrade fournit une description satisfaisante du fluage et le déplacement initial de la bille est de nature élastique. Cependant, l'exposant d'Andrade mesuré par mésorhéologie acoustique est nettement plus faible

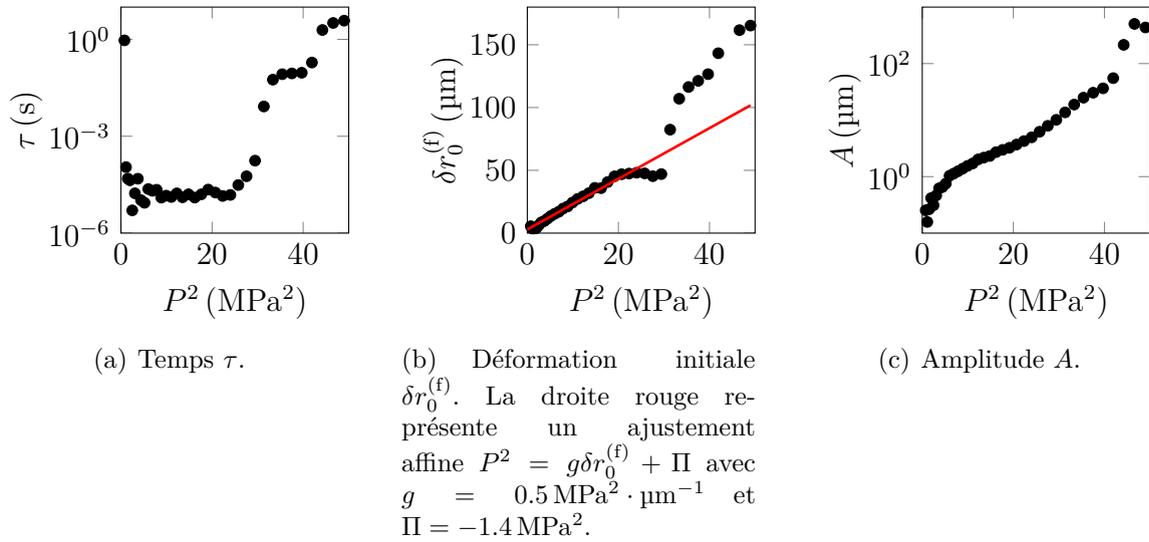


FIGURE 3.30 – Évolution des paramètres de la loi logarithmique (3.8) avec le carré de la pression $P^2 \sim \sigma$.

que celui obtenu en rhéométrie classique, laissant ouverte la possibilité d'un fluage logarithmique, et semble augmenter progressivement avec la contrainte appliquée. Enfin, nous verrons dans le paragraphe 3.4.2 que pour des déplacements supérieurs à quelques dizaines de microns, la force subie par la bille évolue de façon conséquente à cause d'un effet subtil de cavité acoustique. Il convient donc d'interpréter avec circonspection les résultats obtenus pour $\delta r_0^{(f)} \gtrsim 50 \mu\text{m}$.

Recouvrance

Après l'étape de fluage, les ultrasons sont éteints, et nous suivons la relaxation progressive de la bille, ce qui correspond à la phase de recouvrance étudiée au rhéomètre dans le paragraphe 3.3.4. Un exemple d'acquisition est présenté sur la figure 3.31(a).

Nous ajustons les données selon une somme de trois exponentielles

$$r(t) = r_f + A_1 e^{-t/\tau_1} + A_2 e^{-t/\tau_2} + A_3 e^{-t/\tau_3} \quad (3.9)$$

comme nous l'avons fait pour la rhéologie. Le résultat obtenu rend bien compte des observations expérimentales, mais à nouveau, le grand nombre de paramètres libres est peu satisfaisant. Contrairement à ce que nous observions en rhéométrie classique, les données ne sont pas bien modélisées par une loi exponentielle étirée, l'ajustement ne parvenant pas à converger. Nous définissons le recul instantané $\delta r_0^{(r)} = r(t = 0^+) - r(t = 0^-)$ où $r(t = 0^-)$ est la distance parcourue par la bille à la fin de la phase de fluage et $r(t = 0^+) = r_f + A_1 + A_2 + A_3$.

L'évolution des paramètres avec le carré de la pression, c'est-à-dire avec la contrainte, est tracée sur la figure 3.32. La phénoménologie reste identique à celle observée en rhéologie : les temps caractéristiques ne dépendent pas notablement de la contrainte et sont nettement distincts les uns des autres, et le recul initial $\delta r_0^{(r)}$ est proportionnel à la contrainte appliquée pendant le fluage, avec une pente comparable à celle obtenue

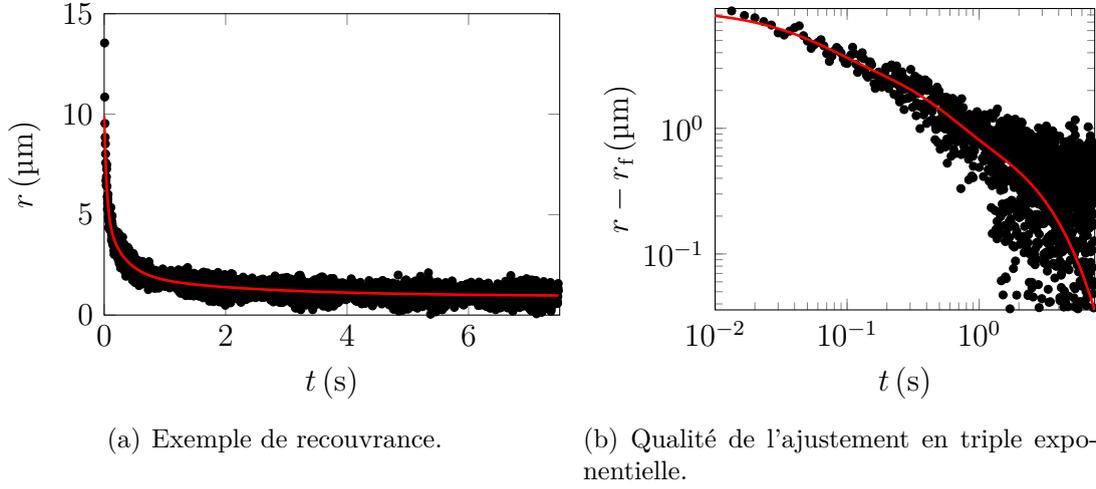


FIGURE 3.31 – Recouvrance suite à un fluage de durée $t_{US} = 3$ s sous l'effet de la pression de radiation, avec une pression acoustique $P = 2.5$ MPa. L'acquisition est effectuée à une cadence de 300 images par seconde. La courbe rouge correspond à un ajustement en triple exponentielle selon la loi 3.9 avec $r_f = 0.9$ μm , $(A_1, A_2, A_3) = (0.9, 4.9, 1.1)$ μm et $(\tau_1, \tau_2, \tau_3) = (0.04, 0.30, 2.2)$ s.

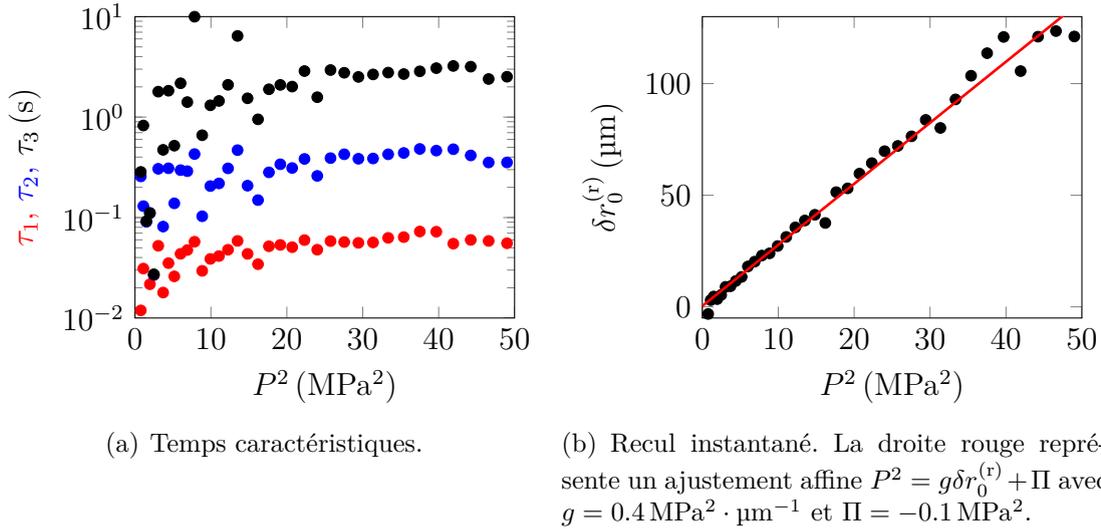


FIGURE 3.32 – Évolution des paramètres de l'ajustement en triple exponentielle (3.9) de la recouvrance avec le carré de la pression acoustique.

pour la déformation instantanée en fluage. La contrainte résiduelle semble négligeable pour la phase de recouvrance également.

Toutefois, les temps caractéristiques observés $\langle \tau_1 \rangle = 0.6 \pm 0.1$ s, $\langle \tau_2 \rangle = 0.4 \pm 0.1$ s et $\langle \tau_3 \rangle = 3 \pm 1$ s⁽³⁾ sont très différents de ceux observés au rhéomètre, le temps le plus long observé en mésorhéologie étant de l'ordre de grandeur du temps le plus court de la rhéologie classique. Néanmoins, les mesures sont notablement différentes dans

(3). Les moyennes et écarts types sont estimés pour les points où $P^2 > 10$ MPa^2 , pour lesquels les ajustements sont meilleurs et les paramètres fluctuent moins.

les deux cas. Le fluage et la recouvrance durent quelques secondes seulement avec la mésorhéologie acoustique : il n'est donc pas possible d'observer les relaxations sur des dizaines, voire des centaines, de secondes observées en rhéologie classique. *A contrario*, les deux temps les plus courts de la mésorhéologie sont noyés dans le régime d'oscillations inertio-élastiques de la mesure rhéométrique. Dès lors, l'obtention d'un temps caractéristique en accord raisonnable pour les deux méthodes ($\langle \tau_1 \rangle_{\text{rheol}} \simeq \langle \tau_3 \rangle_{\text{US}}$) est déjà un signe encourageant. Notons toutefois que la relaxation à la fin de l'acquisition semble terminée en mésorhéologie, ce dont nous nous sommes assurés en regardant la position de la bille quelques minutes plus tard : les relaxations lentes de la rhéologie, si elles sont visibles, se font sur des échelles inférieures à notre résolution spatiale, de l'ordre de $0.5 \mu\text{m}$. Pour nous en assurer, il serait intéressant de pouvoir allonger la phase de fluage, de façon à observer la relaxation à partir de déformations plus importantes.

Ainsi, les observations effectuées en mésorhéologie acoustique sont en accord qualitatif avec les mesures rhéométriques : le fluage est bien décrit par une loi d'Andrade et la recouvrance par une somme de trois exponentielles, et les deux étapes commencent par une déformation instantanée de nature élastique. Cependant, les paramètres des lois sont notablement distincts dans les deux situations.

3.4.2 Discussion des résultats

Afin de pousser plus loin l'analyse quantitative de nos résultats, il nous est nécessaire de relier les grandeurs que nous mesurons et imposons dans l'expérience proposée, à savoir le déplacement de la bille et la pression acoustique, aux grandeurs rhéométriques, c'est-à-dire la déformation et la contrainte.

Lien entre mouvement de la bille et déformation

Comme nous l'avons mentionné en décrivant l'état actuel des techniques microrhéologiques dans le paragraphe 3.1.2, lors du fluage, l'écoulement généré par le mouvement du traceur n'est pas rhéométrique. La déformation est donc hétérogène dans l'espace et ne correspond pas à un cisaillement simple mais contient des composantes de compression et de dilatation. Dès lors, il ne sera pas possible de relier quantitativement nos mesures rhéométriques et nos observations mésorhéologiques.

Le fluage de matériaux à seuil a été peu étudié en microrhéologie active. De multiples études ont été menées sur le mouvement d'objets milli- ou centimétriques dans des fluides complexes [Chhabra07], et le cas des fluides à seuil reste probablement l'un des plus ardues. La plupart des études se focalisent sur la force exercée sur un objet tracté à vitesse constante. Le carbopol, de par sa rhéologie relativement simple, a été principalement étudié [Jossic01, Tokpavi09, Boujlel12b, Boujlel12a, Chevalier13], mais l'on trouve aussi quelques études dans des suspensions de bentonite [Chafe05] ou dans des mousses [deBruyn04]. Notons dans ce dernier cas que les auteurs ont également considéré la relaxation de la force quand la traction de l'objet s'arrête et ont ajusté leurs données à l'aide d'une somme d'exponentielles, comme nous l'avons fait. Les travaux numériques sont également nombreux. La majorité d'entre eux se concentre sur des fluides de Bingham (c'est-à-dire dans le cas où l'exposant de la loi de Herschel-Bulkley vaut 1) en régularisant la singularité de la courbe d'écoulement à l'approche du

seuil par une exponentielle abrupte [Papanastasiou87]. Les simulations effectuées sont principalement consacrées au mouvement de sphères [Beris85, Blackery97, Beaulne97, Liu02, Liu03] ou de cylindres [Tokpavi08, Putz10].

Cependant, le problème de la traction d'un objet à vitesse constante est distinct de celui du mouvement obtenu sous l'action d'une force constante [Putz10]. Cette situation, directement liée à notre expérience, a été moins étudiée. On note l'étude de chute de sphères sous l'effet de leur propre poids dans du carbopol [Atapattu95, Hariharaputhiran98, Putz08, Tabuteau07] ou dans de la laponite [Gueslin09], ou encore la remontée de bulles dans du carbopol [Sikorski09]. Dans chaque cas, les observations sont menées principalement au dessus du seuil d'écoulement et non dans le régime de fluage qui nous intéresse.

Quand ces études s'accompagnent d'une visualisation de l'écoulement, elles montrent, sans grande surprise, que l'écoulement induit n'est pas un cisaillement simple. Le taux de cisaillement est hétérogène, avec la coexistence d'une région au repos, loin de l'obstacle, et d'une région fluidisée au voisinage de l'objet. Cette zone fluide a une taille comparable à la taille de l'objet, et se situe principalement dans son sillage. Ainsi, à défaut de modèle quantitatif et afin d'estimer un ordre de grandeur de la déformation induite par le mouvement de la bille, de rayon a , nous considérerons

$$\gamma(t) \simeq \frac{r(t)}{a}. \quad (3.10)$$

Force exercée sur la sphère

La pression de radiation acoustique exercée sur une sphère au centre de la tache focale d'un transducteur a été calculée dans le paragraphe 2.2.1. Pour obtenir la contrainte appliquée au fluide, nous considérons comme ordre de grandeur

$$\sigma \simeq \frac{F_{\text{rad}}}{\pi a^2} = \frac{P^2}{4\rho_f c_f^2} Y_p. \quad (3.11)$$

Pour des billes de polystyrène de rayon $a = 150 \mu\text{m}$ et une longueur d'onde $\lambda = 670 \mu\text{m}$, avec le transducteur utilisé, nous calculons $Y_p \simeq 0.56$. Cette estimation donne en fait une borne supérieure à la force, atteinte si la bille se situe exactement au centre de la tache focale.

Nous prenons comme valeur de pression celle qui a été mesurée au point focal pour le transducteur seul. Pour estimer la pertinence de cette proposition, nous nous sommes tout d'abord assurés que la cellule dans laquelle est placé le carbopol ne modifie pas le champ de pression. Pour ce faire, à l'aide d'un hydrophone à aiguille, nous avons mesuré le champ de pression à l'intérieur d'une cellule de dimensions similaires à celle utilisée pour l'expérience, c'est-à-dire un cylindre de diamètre 2 cm et de longueur 6 cm, positionnée autour de la tache focale, mais dont le fond est évidé pour permettre le passage de l'aiguille. Le champ de pression obtenu est tout à fait similaire à celui mesuré en l'absence de cellule, ce qui était attendu au vu de la taille de la cellule, grande devant celle de la tache focale.

En utilisant une cellule de profondeur variable, nous avons essayé de mesurer l'absorption des ultrasons par le carbopol, en mesurant en un point donné du champ acoustique la pression derrière différentes épaisseurs de carbopol. Nous n'avons pas réussi à

mesurer une absorption notable sur les quelques centimètres de carbopol traversés. La mesure effectuée est peu reproductible car elle dépend fortement de la façon dont la cellule est orientée : en considérant les fluctuations de la pression mesurée pour plusieurs expériences successives, nous pouvons fixer une limite inférieure $\ell_{\text{abs}} = 1.5 \text{ m}$ à la distance typique d'atténuation des ultrasons dans le carbopol. En outre, nous avons mesuré la vitesse du son dans le carbopol et trouvons une valeur égale à celle dans l'eau, compte tenu des incertitudes de mesure. Ainsi, nous pouvons considérer que le carbopol a les mêmes propriétés acoustiques que l'eau et que les ultrasons y pénètrent sans perturbation.

Nous nous sommes également assurés que la membrane utilisée pour sceller la cellule ne perturbait pas notablement le champ de pression pour le transducteur à 5 MHz, comme nous le verrons par la suite dans le paragraphe 4.2.2. Sans l'avoir vérifié directement, nous pouvons supposer qu'il en est de même pour le transducteur à 2.25 MHz employé ici.

Enfin, nous avons vérifié en plaçant de l'encre dans un carbopol que les ultrasons n'y induisaient pas d'écoulement de *streaming*. Dès lors, notre estimation de la force exercée sur la bille paraît raisonnable.

Les quelques rares études tentant de mesurer directement des propriétés rhéométriques, comme la viscosité, à partir du déplacement de billes supposent valide la relation de Stokes décrivant le frottement fluide exercé sur une bille dans des conditions de non-glissement. C'est par exemple le cas dans l'étude de Rich *et al.* qui ont mesuré la viscosité au-dessus du seuil de suspensions de laponite avec des pinces magnétiques, et ont estimé la valeur du seuil, en accord quantitatif avec les mesures rhéologiques [Rich11]. Cependant, en dessous du seuil, cette relation paraît discutable. Qui plus est, le préfacteur dépend notablement des conditions aux limites, et donc de la physico-chimie de l'obstacle : dans du carbopol, par exemple, des différences notables ont été observées pour le coefficient de traînée d'objets de rugosités différentes tractés à vitesse constante [Jossic01]. Nous n'essaierons donc pas d'aller au-delà de simples ordres de grandeur. Il serait intéressant de reproduire ces expériences avec des billes rugueuses, pour voir si nous observons des différences quantitatives avec nos présents résultats.

Nous avons de plus vu dans le paragraphe 3.3.2 que lors de son chargement, le carbopol emmagasine des contraintes résiduelles que nous ne contrôlons absolument pas dans notre expérience. Dans des études macroscopiques, des effets de mémoire ont été mis en évidence, se traduisant par une évolution de la force de traînée exercée sur des billes chutant sous l'effet de leur poids [Hariharaputhiran98] ou l'apparition de chemins préférentiels pour la remontée de bulles [Sikorski09]. Il est donc tout à fait vraisemblable qu'au cours des expériences successives, le carbopol piège des contraintes résiduelles. Néanmoins, comme nous l'avons vu sur les figures 3.29(b) et 3.32(b), l'ordonnée à l'origine observée dans l'évolution de la déformation élastique initiale avec la pression de radiation est négligeable : nous pensons donc que les contraintes résiduelles sont faibles dans notre étude. Cette hypothèse semble également raisonnable car nous utilisons des volumes de carbopol nettement plus importants qu'en rhéologie et nous laissons le carbopol relaxer pendant plusieurs heures après le chargement de la cellule avant de commencer les expériences.

Évaluation du module élastique et du seuil d'écoulement

Forts de ces ordres de grandeurs, nous pouvons exploiter le coefficient de proportionnalité $g \simeq 0.4 \text{ MPa}^2 \cdot \mu\text{m}^{-1}$ obtenu entre la déformation élastique et le carré de la pression acoustique pour estimer le module élastique :

$$G = \frac{\sigma}{\gamma_0} \simeq \frac{P^2}{4\rho_f c_f^2} Y_p \frac{a}{\delta r_0} = \frac{gaY_p}{4\rho_f c_f^2}. \quad (3.12)$$

Nous obtenons ainsi $G \simeq 4 \times 10^3 \text{ Pa}$, ce qui est supérieur d'environ deux ordres de grandeur à la valeur $G = 30 - 40 \text{ Pa}$ mesurée en rhéologie.

Nous pouvons également essayer d'estimer le seuil d'écoulement : nous voyons qu'en fluage, la déformation élastique s'éloigne de son comportement linéaire au delà de $P_c \simeq 4.5 \text{ MPa}$, ce qui correspond à une contrainte $\sigma_c \simeq 1 \text{ kPa}$ que l'on peut assimiler au seuil. Là encore, la valeur obtenue est largement supérieure à celle attendue par la rhéologie.

Il semble donc que nous surestimions la valeur de contrainte ou que nous sous estimions celle de la déformation. Si nos estimations ne sont certainement valables qu'en ordre de grandeur, il paraît douteux qu'elles soient aussi éloignées de la réalité. Il est possible que la déformation du carbopol soit nettement moins étendue spatialement que ce que nous évaluons, par exemple si le glissement du carbopol sur la bille est important, auquel cas la zone déformée serait beaucoup plus petite, d'où une déformation locale plus importante. La prise en compte de la structure spatiale de l'écoulement pourrait également mener à une différence significative entre la déformation moyenne réelle et celle que nous calculons ici.

Cependant, comme nous allons le montrer en détails dans le paragraphe suivant, l'estimation de la force pose un réel problème. Une observation qui nous a surpris au cours des expériences est la difficulté pour positionner la bille dans le champ de pression de façon à maximiser son déplacement pour une pression donnée. D'une expérience à l'autre, en changeant de bille, nous avons pu observer, pour une position de la bille similaire dans le champ de pression du transducteur, des variations du seuil d'écoulement apparent d'un facteur trois. Or, la bille a un diamètre de $300 \mu\text{m}$ alors que la tache focale est supposée raisonnablement homogène sur une distance $\ell_z = 5 \text{ mm}$: il devrait normalement être simple de placer la bille au point focal, de manière à obtenir des mesures reproductibles.

Oscillations de la force acoustique

Afin de mieux comprendre cette grande variabilité des résultats, nous avons décidé de cartographier directement le champ de force exercé par les ultrasons sur la bille. Pour cela, nous déplaçons la cellule, et la bille par conséquent, dans le champ de pression. En chaque position, et pour une même pression appliquée, nous enregistrons le déplacement de la bille au cours d'une excitation ultrasonore, et mesurons la déformation élastique initiale, dont nous avons vu qu'elle était proportionnelle à la force appliquée. Ainsi, nous cartographions la force de pression de radiation. Les résultats obtenus sont présentés sur la figure 3.33.

Dans le plan transverse (xy) , nous retrouvons une carte très similaire à celle correspondant au transducteur seul, que nous avons présentée sur la figure 2.8. Les dimensions de la tache focale semblent légèrement plus faibles, ce qui est normal puisque

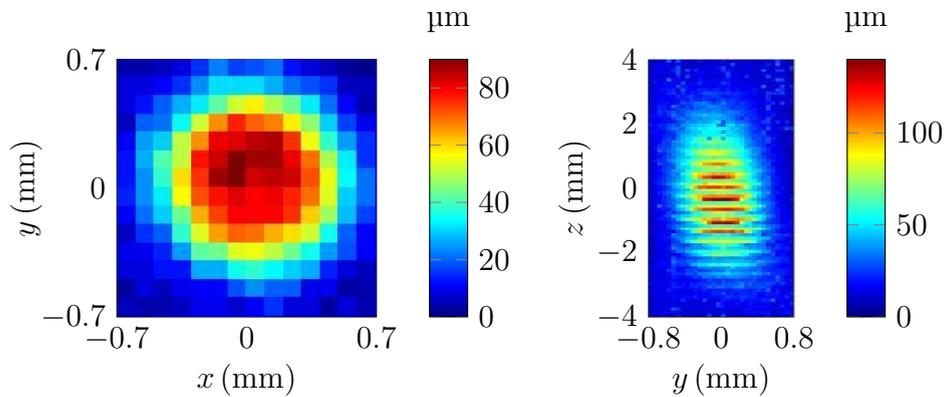
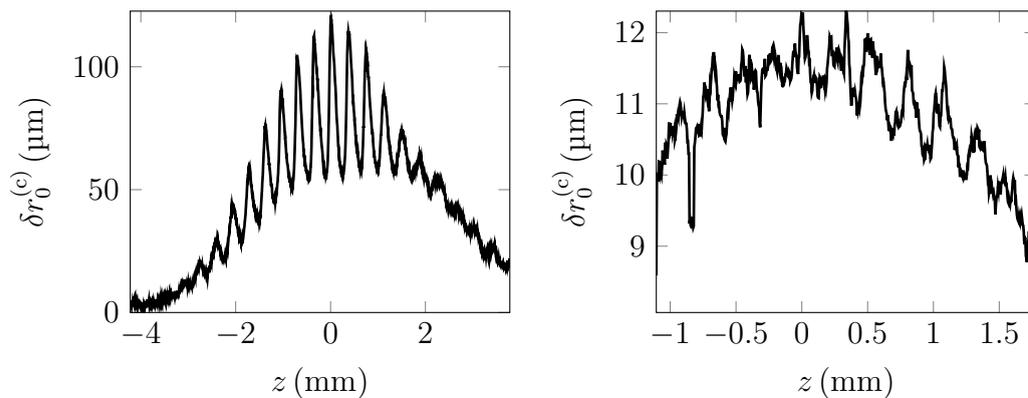


FIGURE 3.33 – Cartographie de la déformation élastique initiale. En chaque point, nous envoyons une excitation acoustique de durée $t_{US} = 3$ s et de pression $P = 0.9$ MPa et mesurons la déformation élastique initiale, par un ajustement en loi d’Andrade. Dans la direction transverse à la propagation des ultrasons, nous sondons une zone carrée de côté 1.4 mm par pas de $100 \mu\text{m}$. Dans la direction de propagation z , nous sondons une longueur de 8 mm par pas de $200 \mu\text{m}$.

nous ne mesurons pas ici la pression, mais une quantité proportionnelle à son carré. Cependant, dans la direction z de propagation des ultrasons, nous constatons que la déformation n’est pas homogène mais semble osciller. Afin d’étudier ce phénomène plus précisément, nous avons effectué une mesure avec une meilleure résolution spatiale le long d’une ligne dans la direction de propagation des ultrasons et située au niveau du maximum de pression dans le plan transverse,. La courbe obtenue est représentée sur la figure 3.34(a).



(a) Bille de rayon $150 \mu\text{m}$, la pression acoustique des excitations ultrasonores est $P = 0.9$ MPa.

(b) Bille de rayon $35 \mu\text{m}$, la pression acoustique des excitations ultrasonores est $P = 8.8$ MPa.

FIGURE 3.34 – Déformation élastique initiale en fonction de la distance au centre de la tache focale, dans la direction de propagation des ultrasons. Le déplacement dans la direction z se fait avec un pas $1 \mu\text{m}$.

Nous constatons que la force appliquée présente des oscillations modulées par une

forme rappelant la structure longitudinale de la tache focale. Ces oscillations sont assez régulières avec une période moyenne $\tilde{\lambda} = 360 \pm 100 \mu\text{m} \simeq \lambda/2$, qui correspond à la demi-longueur d'onde des ultrasons. Ce constat fait immédiatement penser à l'existence d'ondes stationnaires, et à l'apparition d'un effet Farby-Pérot. En effet, la bille réfléchit partiellement les ultrasons, et l'onde réfléchie peut à son tour être renvoyée par le transducteur : après un nombre suffisant de réflexions, l'onde acoustique entre la bille et le transducteur devient partiellement stationnaire, ce qui se traduit par des oscillations de la pression au niveau de la bille quand celle-ci se déplace. Pendant le temps $t_{\text{US}} = 3\text{s}$ où les ultrasons sont allumés, l'onde a le temps de faire $N \sim \ell_f/c_f \sim 10^4$ allers-retours entre le transducteur et la bille, ce qui rend plausible la formation d'une cavité acoustique. Un tel phénomène avait été observé entre un transducteur et l'interface séparant deux liquides, menant à des effets d'hystérèse sur la déformation de la surface [Issenmann06].

Afin de vérifier cette hypothèse, nous proposons un modèle unidimensionnel simple de cavité acoustique, dont le détail présenté dans l'annexe C. Nous considérons une onde acoustique plane qui se propage dans la direction z entre deux réflecteurs plans situés en $z = 0$ et $z = L$, de coefficients de réflexion en pression respectifs ρ et r , représentant le transducteur et la bille. La force de radiation exercée sur la bille est proportionnelle à $\langle P^2 \rangle|_{z=L}$. En supposant que le transducteur impose sa vitesse, nous obtenons une force proportionnelle à une fonction Φ définie selon

$$\Phi(L) \equiv \frac{A + B \cos(2kL)}{[C + D \cos(2kL)]^2} \quad \text{où} \quad \begin{cases} A = [1 + r^2 + (\rho r)^2 + (\rho r^2)^2] / 2 - r(1 + (\rho r)^2) \\ B = -\rho r(1 - r)^2 \\ C = 1 + (\rho r)^2 \\ D = -2\rho r \end{cases} \quad (3.13)$$

avec $k = 2\pi/\lambda$.

Nous pouvons en outre estimer les coefficients de réflexion. Pour le coefficient de réflexion sur la bille r , nous nous contentons d'appliquer la formule (2.19), pour une onde plane en incidence normale sur une surface plane, et obtenons $r = (Z_{\text{eau}} - Z_{\text{PS}})/(Z_{\text{eau}} + Z_{\text{PS}}) \simeq 0.25$ où $Z_{\text{eau}} = 1.5 \times 10^6 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$ et $Z_{\text{PS}} = 2.5 \times 10^6 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$ désignent les impédances acoustiques respectives de l'eau et du polystyrène. Le coefficient de réflexion sur le transducteur peut quant à lui être mesuré selon la méthode proposée dans [Issenmann07]. Une interface plane entre de l'eau et de l'air se comporte comme un réflecteur parfait pour les ondes ultrasonores : nous orientons donc le transducteur perpendiculairement à une telle interface, et envoyons des trains d'ondes ultrasonores courts et suffisamment peu intenses pour que la pression de radiation ne déforme pas la surface. L'onde réfléchie sur la surface revient vers le transducteur, sur laquelle elle se réfléchit en partie, et est partiellement convertie en tension électrique que nous pouvons mesurer. Le signal électrique observé est représenté sur la figure 3.35.

Notons V_0 l'amplitude de l'onde initiale : après n réflexions sur le transducteur, l'amplitude de l'onde devient $V_n = V_0 \rho^n$. Nous ne connaissons pas bien l'amplitude V_0 , le signal étant alors perturbé par l'excitation électrique, et préférons prendre comme référence le premier écho V_1 : en échelle logarithmique, $V_n/V_1 = \rho^{n-1}$ est une fonction affine de n , comme nous le voyons sur la figure 3.36(a). Sa pente et son ordonnée à l'origine nous permettent d'estimer $\rho \simeq 0.8 \pm 0.1$, l'incertitude étant estimée en

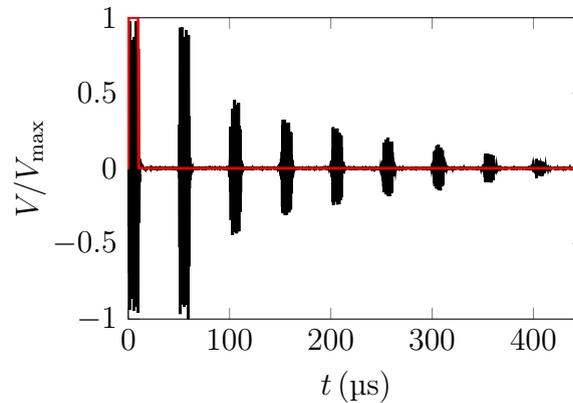
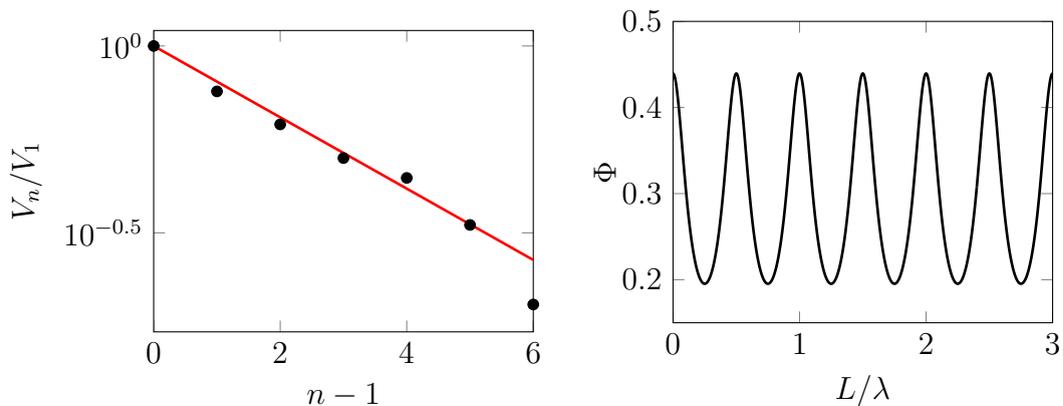


FIGURE 3.35 – Signal électrique normalisé mesuré en sortie du transducteur ultrasonore, orienté perpendiculairement à une interface eau/air, suite à une excitation électrique de durée $10\ \mu\text{s}$, représentée en rouge. On observe les échos successifs liés à la réflexion de l'onde à la surface.

répétant la mesure pour plusieurs positionnements du transducteur, l'orientation du transducteur ayant un effet notable sur le résultat.



(a) Amplitude V_n de l'écho après n réflexions sur le transducteur. La droite rouge correspond à un ajustement $\ln V_n/V_1 = a(n - 1)$ avec $a = 0.80$.
 (b) Fonction Φ définie par la formule (3.13), avec $\rho = 0.8$ et $r = 0.25$.

FIGURE 3.36 – Modèle de cavité acoustique unidimensionnelle.

En utilisant ces valeurs des coefficients de réflexion, la fonction Φ a l'allure tracée sur la figure 3.36(b). Nous constatons d'abord qu'elle présente la périodicité souhaitée, égale à la demi-longueur d'onde des ultrasons. Comme c'est le cas dans toutes les cavités résonantes, les oscillations sont en outre asymétriques, plus piquées sur la partie haute que sur la partie basse, ce que l'on retrouve dans les observations expérimentales. Enfin, la valeur de Φ varie d'un facteur deux environ, ce qui coïncide raisonnablement avec nos observations.

Ainsi, nous pouvons affirmer que les oscillations de la force appliquée à la bille sont dues à la formation d'une cavité acoustique. Pour rendre compte plus quantitativement de nos observations, il serait intéressant de développer un modèle plus précis, tenant

compte de la structure du champ acoustique créé par le transducteur, comme cela est fait dans [Lee93,Issenmann06], et de la forme sphérique de la bille.

L'existence de ces oscillations explique la difficulté de positionnement de la bille que nous avons rencontrée : la force subie par la bille varie significativement sur des distances de l'ordre de la demi-longueur d'onde $\lambda/2 \simeq 350 \mu\text{m}$ à 2.25 MHz, et non de l'ordre de la taille de la tache focale comme nous le pensions initialement. L'amplitude des oscillations explique aussi la variabilité des seuils mesurés d'un positionnement à l'autre. Cependant, elle n'est vraisemblablement pas suffisante pour compenser le désaccord quantitatif entre les valeurs de seuil et de module élastique estimées par la mésorhéologie et mesurées au rhéomètre.

Outre l'incertitude qu'elles induisent sur la valeur de la force, ces oscillations posent, un problème d'interprétation des données obtenues : dès que la bille bouge sur une distance supérieure à quelques dizaines de microns, la force qu'elle ressent évolue notablement. Nous ne sommes donc plus dans une situation de fluage simple, avec une contrainte appliquée constante, mais dans un cas où la force change au cours du déplacement de la bille, et de façon mal contrôlée. Ce problème apparaît dans nos expériences de fluage, même pour des valeurs de pression modérées. Il n'affecte cependant pas les données de recouvrance, puisque le champ de pression est nul durant cette phase.

3.4.3 Conclusions et perspectives

Grandeur et décadence de la mésorhéologie ultrasonore

Comme nous l'avons vu, la mésorhéologie donne des résultats qualitativement semblables à ceux que nous avons obtenus avec le rhéomètre. Cependant, la correspondance quantitative est mauvaise. Une première raison de discordance est celle que nous venons d'évoquer : l'existence d'oscillations de la force au fur et à mesure que la bille s'éloigne du transducteur. Cela complique *a priori* singulièrement l'analyse des données de fluage et aurait des conséquences plus dramatiques encore pour une étude au-dessus du seuil. Cependant, ce problème peut être résolu en utilisant des billes plus petites, comme présenté sur la figure 3.34(b). Pour des billes de diamètre $70 \mu\text{m}$, les oscillations sont très nettement réduites et ne sont plus que de l'ordre de 10% lorsque l'on parcourt la tache focale. Toutefois, comme nous l'avons expliqué dans le paragraphe 2.2.1, la pression de radiation diminue fortement lorsque l'on réduit la taille de la bille et les déplacements observés sont nettement plus faibles avec de petites billes. Sur la figure 3.34(b) correspondant à des billes de diamètre $70 \mu\text{m}$ soumises à une pression $P = 9 \text{ MPa}$, soit légèrement au-delà de la limite supérieure préconisée par le fabricant, le déplacement maximal observé est $\delta r_{\text{max}} \sim 10 \mu\text{m}$. Pour comparaison, sur la figure 3.34(a), avec les billes de $300 \mu\text{m}$ nous obtenions des déplacements $\delta r_{\text{max}} \sim 100 \mu\text{m}$ pour une pression $P = 0.9 \text{ MPa}$.

Dès lors, le dispositif conserve son intérêt : des billes de quelques dizaines de micromètres restent relativement grandes devant les tailles typiques de la microstructure du carbopol, et devant les tailles de particules utilisées en microrhéologie à pinces optiques ou magnétiques. Au vu de cette difficulté, l'accord qualitatif entre rhéologie macroscopique et mésorhéologie semble donc d'autant plus prometteur. Il n'est pas exclu que les différences de comportement observées proviennent également d'une physique dif-

férente à l'œuvre à l'échelle de la bille, comme des conditions de glissement différentes, ou un effet direct de l'hétérogénéité microscopique du microgel.

Il serait en outre utile de visualiser la déformation du matériau lors du mouvement de la bille. Nous avons essayé d'incorporer du kallioscope, un traceur microscopique utilisé pour imager des écoulements, dans le carbopol, mais il ne s'y mélange pas de façon satisfaisante. Il serait envisageable d'effectuer de la PIV, en ensemençant le carbopol de particules fluorescentes. Il faudrait toutefois s'assurer que l'effet de la pression de radiation sur les traceurs reste négligeable. Ce sera *a priori* le cas pour des particules de quelques microns.

Il est possible de calibrer la force exercée sur la bille en couplant notre dispositif avec des pinces optiques ou magnétiques, à condition toutefois de parvenir à piéger des billes suffisamment grosses. Nous pourrions également effectuer des simulations numériques, afin de calculer la force exercée sur la bille quelle que soit sa position dans le champ de pression.

Enfin, afin de tester le dispositif, il serait intéressant de travailler avec d'autres systèmes. En effet, le fluage est difficile à modéliser et est important dans le carbopol : l'utilisation de matériaux dont la déformation serait principalement élastique permettrait une interprétation plus simple des observations, et une comparaison plus directe avec la rhéologie.

Améliorations du dispositif

Pour pouvoir aller au-delà de l'étude effectuée, diverses améliorations seraient nécessaires au dispositif. Comme nous l'avons constaté, diminuer la taille des billes réduit considérablement l'intensité de la pression de radiation acoustique, et les déplacements obtenus deviennent faibles, à la limite de résolution de notre microscope. Il faudrait donc utiliser un dispositif de visualisation plus efficace, avec un meilleur objectif. Il serait aussi utile de disposer d'une caméra et d'un ordinateur permettant d'effectuer des acquisitions plus longues, même à haute cadence.

L'emploi d'excitations plus longues permettrait une meilleure caractérisation du fluage. Les transducteurs dont nous disposons permettent de monter jusqu'à une durée $t_{US} = 10$ s mais des problèmes d'enregistrement des données se produisent alors avec l'ordinateur et la caméra que nous utilisons. Un système permettant une synchronisation efficace de la caméra avec le transducteur permettrait de déterminer précisément l'instant d'allumage des ultrasons, ce qui simplifierait les procédures d'ajustement des données.

De plus, si l'on souhaite atteindre des mesures de précision, il faut être capable de placer précisément la bille dans le champ de pression. Le système que nous utilisons pour fixer le transducteur est ici trop rudimentaire pour permettre d'effectuer ce positionnement de façon satisfaisante.

Enfin, comme nous l'avons dit, il serait extrêmement bénéfique de parvenir à coupler notre technique à une visualisation de la déformation locale du matériau, comme de la PIV. En obtenant cette information, nous serions capables de décrire quantitativement le mouvement du carbopol, et de le relier aux grandeurs rhéométriques.

Modules viscoélastiques hors équilibre

Une autre perspective concerne la mesure de modules viscoélastiques autour d'une position déformée. En effet, si l'on envoie une excitation acoustique modulée en amplitude

$$P = P_0[1 + \psi \cos(\omega t)], \quad (3.14)$$

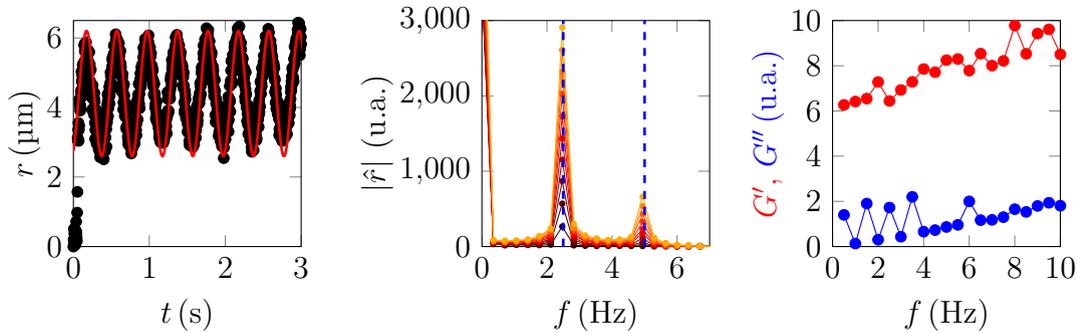
la force exercée sur la bille s'écrit

$$F_{\text{rad}} = F_{\text{rad},0} \left[\frac{1 + \psi^2}{2} + 2\psi \cos(\omega t) + \frac{\psi^2}{2} \cos(2\omega t) \right]. \quad (3.15)$$

et la contrainte exercée sur le carbopol est donc

$$\sigma = \sigma_0 \left[\frac{1 + \psi^2}{2} + 2\psi \cos(\omega t) + \frac{\psi^2}{2} \cos(2\omega t) \right]. \quad (3.16)$$

Ainsi, nous sommes capables *a priori* de faire de la rhéologie de superposition en ajoutant une oscillation à une contrainte constante, ce qui est réalisable avec certains rhéomètres spécifiques. En effectuant de petites oscillations, nous serions capables d'obtenir les modules viscoélastiques dans une position déformée, et avec de fortes oscillations, nous pourrions sonder la viscoélasticité non linéaire du matériau. Avec notre dispositif, la fréquence maximale est limitée aux alentours de 10 Hz par la cadence d'acquisition de la caméra, et la fréquence minimale l'est autour de 0.3 Hz par sa mémoire. Nous avons réalisé quelques expériences préliminaires présentées sur la figure 3.37.



(a) Mouvement de la bille sous l'effet d'une pression moyenne $P_0 = 2.6$ MPa superposée à une oscillation d'amplitude relative $\psi = 20\%$ et de fréquence $f = 2.5$ Hz. En rouge, le résultat de l'ajustement par la procédure décrite dans le texte. (b) Transformée de Fourier du mouvement de la bille sous l'effet d'une pression moyenne $P_0 = 2.6$ MPa superposée à une oscillation de fréquence $f = 2.5$ Hz et d'amplitude relative ψ croissante de bas (courbe noire) en haut (courbe jaune). Les lignes pointillées marquent les valeurs $f = 2.5$ Hz et $f = 5$ Hz. (c) Modules viscoélastiques extraits pour une modulation d'amplitude $\psi = 20\%$.

FIGURE 3.37 – Rhéologie de superposition avec le dispositif ultrasonore.

Comme nous le voyons sur la figure 3.37(a), nous parvenons à faire osciller la bille autour d'une position déformée. Constatons que le déplacement moyen ainsi que l'amplitude de l'oscillation sont suffisamment faibles pour que l'on puisse espérer un impact

limité de l'effet Fabry-Pérot mentionné ci-dessus. Une transformée de Fourier nous permet de vérifier que l'oscillation de la bille se fait bien à la fréquence f imposée par la modulation de l'onde acoustique, avec une composante harmonique à fréquence $2f$ dont l'amplitude croît quand on augmente le taux de modulation ψ , en accord avec la formule (3.15) (voir figure 3.37(b)). Ici encore, l'estimation du temps d'allumage des ultrasons est problématique. Nous le déterminons comme correspondant au premier passage au dessus d'un niveau de bruit donné.

Pour mesurer les modules viscoélastiques du carbopol, nous devons mesurer le déphasage entre l'excitation ultrasonore et le mouvement de la bille. Estimer le déphasage du mouvement de la bille à partir de sa transformée de Fourier est peu précis, car l'échantillonnage en fréquence est fortement limité par le nombre réduit d'oscillations mesurées. Ayant constaté que pour les faibles valeurs de ψ , sur lesquelles nous nous concentrons dorénavant, le mouvement de la bille est purement harmonique, nous préférons trouver la phase maximisant la corrélation entre la trajectoire de la bille et un signal sinusoïdal de fréquence f . Les résultats obtenus sont tout à fait satisfaisants comme nous le voyons sur la figure 3.37(a). Le principal problème d'analyse restant est l'estimation de l'amplitude et de la moyenne de l'oscillation, cette dernière n'étant pas stationnaire du fait du fluage sous l'action de la composante continue de la pression de radiation.

Si nous considérons comme référence des temps le début de l'excitation ultrasonore, nous ajustons la position de la bille sous la forme $r(t) = \delta r_0 [1 + \chi \cos(\omega t + \phi)]$: la déformation du carbopol s'écrit donc a priori $\gamma(t) = \gamma_0 [1 + \chi \cos(\omega t + \phi)]$, si nous négligeons le fluage. Dès lors, en utilisant la loi de Hooke généralisée (1.6) nous avons

$$G' = \frac{2\psi\sigma_0}{\chi\gamma_0} \cos \phi \quad \text{et} \quad G'' = -\frac{2\psi\sigma_0}{\chi\gamma_0} \sin \phi. \quad (3.17)$$

Bien entendu, le problème de relier respectivement $F_{\text{rad},0}$ et δr_0 à σ_0 et γ_0 persiste si l'on veut effectuer une mesure quantitative. Nous pouvons néanmoins extraire des quantités proportionnelles aux modules viscoélastiques en fonction de la fréquence, comme représenté sur la figure 3.37(c), c'est-à-dire que nous pouvons directement mesurer le rapport $\tan \phi = G''/G'$.

L'estimation de la phase à basse fréquence est assez médiocre, à cause du nombre réduit d'oscillations observées et de l'évolution de l'amplitude moyenne du fait du fluage, ce qui mène à des oscillations du module visqueux. La méthode d'analyse reste donc à améliorer. Nous obtenons des modules croissant légèrement avec la fréquence, et vérifiant $G' \simeq 5G''$ ce qui est compatible avec les mesures effectuées au rhéomètre.

Nous avons par ailleurs essayé d'augmenter l'amplitude des oscillations, sans rien observer de notable, à l'exception de la croissance de la composante harmonique, mais nous sommes restés dans un régime où la force reste toujours en dessous du seuil. Le régime où une partie de l'oscillation se produit au-dessus du seuil serait vraisemblablement intéressant, mais le problème d'oscillation de la force à cause de l'effet de cavité acoustique risquerait de poser alors un problème majeur.

Ces résultats, bien qu'encore très préliminaires, semblent prometteurs et la mesure de coefficients viscoélastiques pourrait s'avérer d'un grand intérêt pour la description de systèmes vitreux mous.

Autres études possibles

Nous ne nous sommes pas intéressés ici à l'effet du mouvement de la bille sur le carbopol. Cependant, comme nous l'avons mentionné, le carbopol garde une mémoire de sa déformation antérieure, et il serait intéressant de voir si l'on peut sonder sa relaxation, par exemple en considérant des fluages successifs à intervalles rapprochés. Nous pourrions ainsi caractériser localement les contraintes résiduelles et leur relaxation. Nous avons commencé une étude préliminaire de ce phénomène, sans conclusion notable à ce stade car limitée par la migration de la bille, empêchant une reproductibilité suffisante des observations.

Enfin, nous avons effectué quelques observations en plaçant plusieurs billes dans le carbopol. Si elles sont suffisamment éloignées par rapport aux dimensions transverses de la tache focale, seule une bille subit la pression de radiation, et le mouvement des autres billes résulte d'un couplage à travers l'élasticité du microgel. Le couplage entre le mouvement de deux sphères a déjà été étudié dans du carbopol [Merkak06], et nous aurions ici l'opportunité de le sonder plus précisément et à une plus petite échelle.

Chapitre 4

Fluidification d'un empilement granulaire

Brav gewählt, alter Maulwurf!

Karl Marx, *Der achtzehnte Brumaire des Louis Bonaparte*.

Sommaire

4.1	Généralités sur les matériaux granulaires	115
4.1.1	Spécificités des milieux granulaires	115
4.1.2	Empilements solides et plasticité	118
4.1.3	Écoulements de milieux granulaires	122
4.1.4	Vibrations, acoustique et milieux granulaires	129
4.2	Dispositif expérimental	133
4.2.1	Description de l'expérience	133
4.2.2	Excitation acoustique	134
4.2.3	Premières observations expérimentales	137
4.3	Principe des simulations numériques	140
4.3.1	Dynamique moléculaire	140
4.3.2	Interactions entre grains	142
4.3.3	Modélisation de l'expérience	143
4.3.4	Résultats des simulations	147
4.4	Caractéristiques de la fluidification	148
4.4.1	Intermittence	149
4.4.2	Hystérèse	156
4.4.3	Intermittence et hystérèse dans les lits fluidifiés	158
4.5	Modèle heuristique	159
4.5.1	Description et justification du modèle	159
4.5.2	Observations	160
4.5.3	Effet des différents paramètres	162
4.6	Perspectives et bilan	165
4.6.1	Effet des paramètres expérimentaux sur l'hystérèse	165

4.6.2	Autres types d'excitations acoustiques	165
4.6.3	Effet des interactions entre grains	167
4.6.4	Réponse mécanique locale d'un empilement bloqué	168
4.6.5	Résumé du chapitre	169

Dans le chapitre 3, nous avons vu qu'il était possible de mettre en mouvement une bille unique grâce à la pression de radiation acoustique. Nous souhaitons maintenant étudier l'effet de la pression de radiation sur une assemblée de billes immergées dans de l'eau, c'est-à-dire sur un empilement granulaire saturé. Après une présentation générale des milieux granulaires, nous décrivons l'expérience effectuée et les résultats obtenus. Nous menons en outre des simulations numériques permettant de reproduire nos observations et proposons un modèle simple pour les expliquer.

Les résultats de ce chapitre ont été publiés dans *Soft Matter* [Lidon16a].

4.1 Généralités sur les matériaux granulaires

Dans ce paragraphe, nous passons en revue certaines caractéristiques des milieux granulaires, mais on trouvera une description nettement plus exhaustive dans les multiples ouvrages et revues qui leur sont consacrés [Jaeger92, Guyon94, Jaeger96, Andreotti11].

4.1.1 Spécificités des milieux granulaires

Définitions et difficultés

On appelle milieu granulaire un matériau formé d'un grand nombre de particules solides et rigides, de taille typiquement supérieure à la centaine de micromètres. Pour des particules de taille inférieure, mais restant supérieure au micromètre, on entre dans le domaine des poudres dans lequel les interactions électrostatiques de Van der Waals tiennent un rôle prépondérant. Enfin, pour des tailles encore inférieures, l'agitation thermique devient importante et l'on parle de colloïdes.

Sable, piles de médicaments, tas de riz, ceintures d'astéroïdes, *etc.* : les matériaux granulaires sont extrêmement divers, en taille et en forme, et omniprésents autour de nous, que ce soit dans la nature ou dans l'industrie. Ils forment, comme nous allons le voir, une catégorie très particulière de matériaux mous, dont l'étude est très active depuis quelques décennies.

D'un point de vue fondamental, la taille caractéristique importante des grains introduit deux sources de difficultés pour décrire la physique des matériaux granulaires. Tout d'abord, il devient parfois difficile de véritablement distinguer les échelles mésoscopiques et macroscopiques : les milieux granulaires portent bien leur nom, puisque leur granularité a une influence cruciale sur leur comportement. Leur description en termes de milieu continu peut donc s'avérer discutable.

D'autre part, comme nous l'avons dit, les matériaux granulaires ne sont pas sensibles à l'agitation thermique, du fait de la taille conséquente de leur structure mésoscopique. Pour donner un ordre de grandeur, évaluons la taille typique ℓ du mouvement induit par l'agitation thermique pour un grain de sable, de masse volumique $\rho = 2500 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$, de diamètre $d = 100 \text{ } \mu\text{m}$ dans le champ de pesanteur \vec{g} : en égalant énergie de pesanteur et énergie thermique, nous avons $\rho d^3 g \ell \sim k_B T$ et nous obtenons à température ambiante $\ell \sim 4 \times 10^{-14} \text{ m}$, distance tout à fait négligeable devant toutes les tailles pertinentes. La température peut certes induire un mouvement des grains *via* des effets de dilatation des grains [Divoux08, Percier13b, Blanc13] par exemple, mais toujours de façon

indirecte : l'agitation thermique, elle, ne joue aucun rôle. La dynamique du système est entièrement déterminée par les interactions entre les grains et par leur configuration spatiale : dès lors, malgré le grand nombre d'éléments, il n'est pas possible d'appliquer directement une approche de physique statistique standard.

Notons toutefois qu'Edwards a proposé une adaptation de la physique statistique au cas des milieux granulaires, en remplaçant l'énergie interne par le volume occupé par l'empilement permettant de reproduire de nombreuses observations expérimentales [Edwards89].

Interactions

Les interactions entre grains sont de natures multiples [Andreotti11]. Pour des milieux granulaires secs, elles sont dominées par les forces de contact.

Les grains ne sont, en pratique, pas infiniment rigides et peuvent se déformer lors de chocs, ce qui se traduit par l'apparition d'une force répulsive \vec{f}_n normale à la surface de contact entre les grains. Pour deux grains sphériques de rayon R , l'élasticité linéaire permet de relier l'intensité de cette force à l'interpénétration δ entre les grains *via* la loi de Hertz

$$f_n = \frac{E\sqrt{2R}}{3(1-\nu^2)}\delta^{3/2} \quad (4.1)$$

où E désigne le module d'Young des grains et ν leur coefficient de Poisson. On constate que cette force est non linéaire, ce qui s'avère une source de complexité pour la description analytique. En outre, lors d'un choc, une partie de l'énergie est dissipée sous diverses formes : déformation plastique des grains, rayonnement d'ondes, échauffement local, *etc.* Ces phénomènes dissipatifs rendent les chocs inélastiques, et peuvent se décrire empiriquement par l'introduction d'un coefficient de restitution $e = v(t^+)/v(t^-)$ compris entre 0 et 1 : il s'agit du rapport entre la vitesse relative $v(t^+)$ entre deux grains après le choc et avant le choc $v(t^-)$. Plus e est petit, plus la dissipation est importante.

Par ailleurs, une force de contact tangentielle \vec{f}_t existe à cause de la présence de frottements. Elle peut être décrite par la loi de Coulomb : si l'on note $\vec{v}_g = v_g\vec{t}$ la vitesse de glissement entre les deux grains, nous avons

$$\begin{cases} \vec{f}_t = -\mu_d f_n \vec{t} & \text{si } v_g \neq 0 \\ \|\vec{f}_t\| \leq \mu_s \|\vec{f}_n\| & \text{si } v_g = 0 \end{cases} \quad (4.2)$$

où μ_s et μ_d sont respectivement les coefficients de frottement statique et dynamique du matériau. A priori, ces deux coefficients sont différents ce qui est à l'origine de phénomènes d'hystérèse et de l'instabilité de collé-glissé (*stick-slip*). Cette force est également dissipative. Nous constatons que dans le cas statique, pour lequel la vitesse de glissement est nulle, la force tangentielle n'est pas déterminée de façon univoque par la loi de Coulomb : elle dépend de l'histoire du contact. Cet effet mémoire engendre une difficulté supplémentaire pour décrire théoriquement les milieux granulaires, et il implique de prendre des précautions sur la préparation du système pour parvenir à des résultats reproductibles dans les expériences et dans les simulations numériques.

La spécificité des systèmes granulaires au sein des matériaux mous tient en grande partie à leur forte dissipation d'énergie, du fait des collisions inélastiques et des frottements solides que nous venons d'évoquer. Les interactions de contact décrites ici sont

déliçates à prendre en compte dans les simulations : nous en déçirons une modélisation simple dans le paragraphe 4.3.2.

Pour des grains de petite taille, à la limite du domaine des poudres, des effets électrostatiques peuvent se faire sentir : en effet, les grains peuvent porter une charge surfacique, susceptible d'évoluer au cours des collisions par triboélectricité [Waitukaitis14]. Ces forces donnent une cohésion aux matériaux granulaires et peuvent avoir des conséquences significatives sur leur comportement, comme la formation d'agrégats [Royer11, Waitukaitis11, Lee15]. De tels effets d'adhésion électrostatique sont très sensibles à la rugosité des grains.

Dans les matériaux granulaires humides, des ponts d'eau liquide peuvent se former entre les grains. Cet effet se produit même pour des humidités relatives modérées, à cause du phénomène de condensation capillaire : pour des surfaces mouillantes, de l'eau liquide peut condenser entre des grains suffisamment proches, y compris pour des pressions partielles en eau inférieures à la pression de vapeur saturante [Bocquet98]. Les ponts capillaires ainsi créés forment une nouvelle source de cohésion du milieu granulaire.

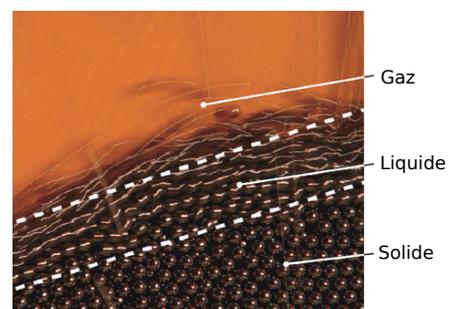
Enfin, dans les milieux saturés, un couplage entre grains apparaît, induit par les écoulements du fluide dus aux mouvements des grains. Il faut alors tenir compte de ces interactions hydrodynamiques : les systèmes obtenus sont désignés sous le terme de suspensions. On opposera les suspensions non-browniennes, pour lesquelles les grains sont suffisamment gros pour pouvoir néçliger l'agitation thermique, aux suspensions colloïdales pour de plus petits grains.

Gaz, solide, ou liquide ?

Les matériaux granulaires sont un excellent exemple de la diversité de comportement des matériaux mous : ils peuvent en effet présenter des caractéristiques solides, liquides ou gazeuses selon les situations, comme nous le voyons sur la figure 4.1 [Andreotti11, Jaeger96].



(a) Dune du Pyla un jour de grand vent : les grains emportés par le vent se comportent comme un gaz, ceux qui coulent en surface de la dune, comme un liquide, et la dune elle-même, comme un solide. Photographie « Dune du Pilat Officiel ».



(b) Écoulement de billes d'acier sur un plan incliné sous l'effet de la gravité. Figure issue de [Forterre08].

FIGURE 4.1 – Les matériaux granulaires peuvent se comporter comme des gaz, des solides ou des liquides selon les sollicitations auxquelles ils sont soumis.

Un empilement de grains soumis à son propre poids uniquement est statique, et il est possible de lui appliquer de faibles cisaillements sans induire de déformation plastique : on a donc là un comportement solide. Dans ce régime, le réseau de contacts entre grains n'évolue pas, et sa géométrie domine les propriétés de l'empilement. Les exemples ne manquent pas de telles situations et les interactions entre grains donnent lieu à des effets originaux. Mentionnons par exemple l'un des plus emblématiques : l'effet Janssen [Tighe07, Ovarlez03, Perge12]. Contrairement à ce que l'on observe avec un fluide newtonien, la pression au fond d'un empilement granulaire épais n'évolue pas proportionnellement à sa hauteur mais sature à une valeur constante, du fait de la redistribution du poids de la colonne dans la direction horizontale par le biais des frottements. En contrepartie, le matériau exerce une force normale aux parois du récipient qui le contient supérieure à ce que l'on obtiendrait pour un liquide simple de même densité, ce qui a des conséquences pratiques pour le dimensionnement de silos, par exemple. Nous étudierons cet état solide de la matière granulaire dans le paragraphe 4.1.2.

Sous un effort de cisaillement plus élevé, des réorganisations de l'empilement se produisent. Les contacts ont une durée de vie relativement longue et le frottement tangentiel domine la dissipation : on est dans un régime liquide. Selon la sollicitation extérieure, l'écoulement obtenu peut être plus ou moins intense. Les écoulements granulaires sont très divers, dans leurs géométries, leurs tailles caractéristiques ou encore leurs causes : nous en discuterons plus en détails dans le paragraphe 4.1.3. Les avalanches et glissements de terrains en sont des exemples géophysiques.

Enfin, sous une agitation plus forte et pour des systèmes plus dilués, les collisions deviennent plus intenses et plus brèves : on obtient alors un système aux propriétés comparables à un gaz, mais dans un régime fortement dissipatif. De tels systèmes peuvent être obtenus en faisant vibrer un milieu granulaire avec une accélération supérieure à celle de la pesanteur [Falcon99] : ils sont par exemple intéressants pour des études fondamentales de physique statistique hors équilibre [Naert12, Mounier12, Lecomte14]. On peut aussi observer des gaz granulaires en laissant tomber des grains sur un plan incliné à faible densité [Azanza99] ou en surface d'écoulements granulaires denses : on se rapproche alors de situations que l'on peut observer dans des conditions géophysiques, où des grains sont entraînés par un écoulement d'air ou d'eau.

4.1.2 Empilements solides et plasticité

Lorsqu'un milieu granulaire est fortement confiné, il acquiert une grande rigidité : il est aisé de s'en convaincre en considérant l'exemple d'un paquet de café sous vide. La mise sous vide augmente la fraction volumique, jusqu'à ce que les grains entrent en contact et forment un réseau rigide. Ce durcissement est réversible et près de la transition, la rigidité augmente très rapidement avec la fraction volumique : cela peut être exploité pour des problèmes de préhension en robotique, et ouvre la voie à la création de « robots mous » (*soft robots*) [Brown10, Jaeger15].

Cette transition est dite de blocage (*jamming*) et a été étudiée fondamentalement depuis une vingtaine d'années. Nous décrivons brièvement les connaissances sur le sujet dans ce paragraphe [Berthier11].

Transition de blocage idéale

La transition de blocage a initialement été étudiée pour un ensemble de particules dures, interagissant *via* un potentiel répulsif à courte distance, et sans frottement. Lorsque la densité d'un tel système augmente au-delà d'une certaine fraction volumique critique ϕ_J , les grains entrent en contact et le matériau acquiert un comportement solide, c'est-à-dire une résistance au cisaillement. Il est possible de débloquer le système en lui appliquant une contrainte σ suffisante, d'autant plus grande que la compacité est élevée. La transition de blocage est donc contrôlée par deux paramètres : la fraction volumique ϕ et la contrainte de cisaillement appliquée σ .

La fraction critique ϕ_J a été estimée numériquement et apparaît comme univoquement définie à la limite thermodynamique, où elle correspond à la compacité maximale pour un empilement aléatoire, soit environ 64% pour un système de sphères monodisperses en trois dimensions [O'Hern03, Goodrich14]. L'approche de la transition de blocage est associée à la divergence en loi de puissance de diverses quantités, comme le seuil d'écoulement σ_c , le module élastique ou la pression aux parois [O'Hern03, Zhang05].

La transition de blocage est en outre associée à une brusque transition entre un empilement hypostatique, pour lequel le nombre moyen de contacts par grain vérifie $\langle z \rangle < z_c = 2d$ où d est la dimension du système, vers un système hyperstatique pour lequel $\langle z \rangle > z_c$. Au point de *jamming*, le système est isostatique. Ce point de vue permet une description géométrique de la transition [vanHecke10, Liu10].

Expérimentalement, le comportement de nombreux systèmes a été étudié à proximité du point de blocage. C'est le cas pour des colloïdes répulsifs [Nordstrom10], des gels colloïdaux [Trappe00], des émulsions [Mason96a, Scheffold14], des systèmes de disques photoélastiques [Majmudar07] ou encore des mousses [Katgert10].

Le diagramme de phase de cette transition a initialement été proposé par Liu et Nagel [Liu98] pour des systèmes de sphères dures et est présenté sur la figure 4.2(a). Il s'applique à de nombreux systèmes issus de la matière molle, comme les gels colloïdaux [Trappe01], les émulsions [Mason96a, Paredes13, Scheffold14] ou les milieux granulaires [Cates98], mais aussi dans des systèmes provenant de la matière condensée, comme les dislocations dans les métaux [Miguel02] ou les vortex dans les supraconducteurs [Reichhardt14].

Le diagramme de la figure 4.2(a) a subi depuis diverses améliorations [Song08, Pica Ciamarra10, Haxton11]. En particulier, la distinction entre les transitions vitreuse et de blocage a longtemps été confuse et est présentée sur la figure 4.2(b) [Jacquin11, Ikeda12]. Les deux transitions peuvent en effet se produire dans les mêmes systèmes et possèdent de multiples caractéristiques communes, comme l'apparition d'hétérogénéités dynamiques [Berthier11, Dauchot05, Keys07, Farhadi15] ou d'un pic bosonique, c'est-à-dire d'un excès de modes de basse énergie par rapport à la prédiction de l'élasticité d'un milieu cristallin [Silbert05, Wyart05]. Cependant, elles sont fondamentalement distinctes. La transition vitreuse est associée à l'augmentation du temps de relaxation du matériau, qui devient supérieur au temps d'observation : sa localisation exacte dépend donc de la patience de l'expérimentateur ou du numéricien. Au contraire, le blocage ne fait appel à aucun temps caractéristique et peut donc être situé précisément.

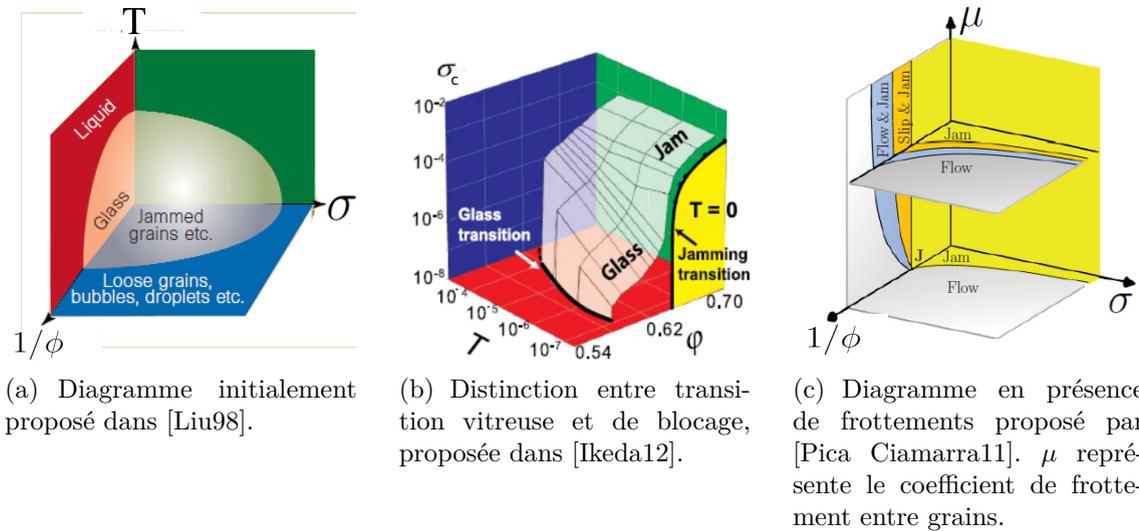


FIGURE 4.2 – Le diagramme de phase du *jamming* à travers les âges.

Déblocage sous l'application d'une contrainte

Jusque là, nous avons principalement décrit la transition de blocage qui se produit en augmentant la densité du système. Il est aussi possible de considérer l'effet de la contrainte appliquée.

Olsson *et al.* ont mené des études numériques de systèmes de disques répulsifs et ont considéré leur courbe d'écoulement. La transition de blocage se caractérise par le brusque passage d'un système rhéofluidifiant à un fluide à seuil [Olsson07, Olsson10, Olsson11]. En outre, les courbes d'écoulement obtenues peuvent toutes être ramenées à deux courbes maîtresses, de part et d'autre de la transition : cela indique que le point de *jamming* domine le comportement du système y compris dans l'état fluide. Cette observation rappelle fortement la bifurcation de viscosité que nous avons mentionnée pour les fluides à seuil dans le paragraphe 1.2.2. À faible cisaillement, le système se compose d'un ensemble d'agrégats solides en écoulement [Heussinger09].

L'obtention de deux courbes maîtresses a été confirmée expérimentalement pour des systèmes de colloïdes répulsifs [Nordstrom10] et pour des émulsions [Paredes13, Dinkgreve15], pour lesquels la fraction volumique peut être convenablement contrôlée.

Conséquences des frottements

Les milieux granulaires, par leur caractère athermique, apparaissent comme un excellent candidat pour l'étude du *jamming*. Toutefois, l'existence de frottement solide dans ces systèmes en complique la dynamique et modifie les propriétés de la transition. La fraction volumique ϕ_J à laquelle l'empilement se bloque diminue en présence de frottement [Silbert10], la transition devient hystérétique et sensible à la méthode de préparation du système [Dagois-Bohy12, Bandi13], et les exposants critiques mesurés changent [Kovalcinova16].

La conséquence des frottements est l'apparition de chaînes de forces sous l'effet du cisaillement : à proximité du blocage, le réseau de forces s'organise en chaînes

le long desquelles les grains sont fortement comprimés. Ces chaînes ont été décrites théoriquement [Cates98] et observées directement dans des simulations [Radjai98] et des expériences utilisant des disques photoélastiques [Howell99, Zhang10]. Elles sont extrêmement sensibles aux détails microscopiques du système et à l'histoire du matériau [Iikawa16].

De nombreuses études se sont intéressées à cette distinction entre *jamming* frictionnel ou non conduisant récemment à un concept paradoxal : le blocage par le cisaillement (*shear jamming*) [Bi11]. Lorsque le matériau est cisailé, les frottements sont sollicités en son sein. Les chaînes de forces sont alors susceptibles de s'organiser et de bloquer l'écoulement pour des densités plus faibles qu'un matériau non frictionnel. Il est ainsi possible d'observer des régimes où, sous l'effet d'une contrainte de cisaillement, un écoulement commence à s'effectuer, puis s'interrompt subitement, en association avec le blocage du système par les chaînes de forces [Pica Ciamarra11] : le diagramme de phase résultant est présenté sur la figure 4.2(c). La structure du réseau de forces est alors fortement anisotrope, orienté perpendiculairement au cisaillement imposé.

Expérimentalement, il est possible de quantifier le réseau de forces pour des systèmes bidimensionnels en utilisant des grains photoélastiques. De tels grains deviennent biréfringents sous l'application d'une contrainte, et l'analyse des interférences de biréfringence obtenue en lumière polarisée permet de mesurer la contrainte localement appliquée à chaque grain, comme on le voit sur la photographie 4.3. Cette technique permet de mener une étude locale de l'évolution du réseau de contraintes sous l'action d'un cisaillement imposé aux parois [Howell99, Majmudar07, Zhang10], d'une compression globale [Farhadi15] ou d'une perturbation locale du système, comme l'inflation d'un grain [Coulais13, Coulais14]. Il a récemment été proposé une nouvelle description des milieux granulaires bloqués reposant sur le réseau de contraintes, et permettant d'exploiter des outils de théorie des réseaux [Sarkar13, Tordesillas15, Sarkar16] : sa mesure directe apparaît donc comme d'une importance cruciale.

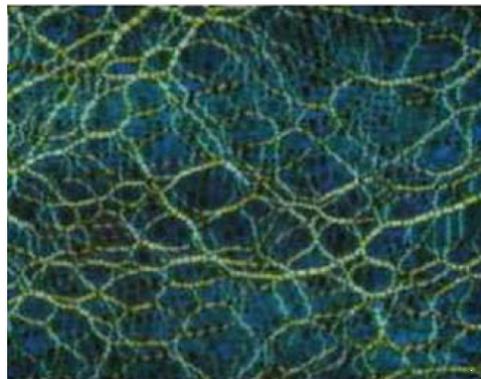


FIGURE 4.3 – Chaînes de forces dans un empilement cisailé de disques photoélastiques. Photographie tirée de [Zhang10].

L'organisation du réseau de contraintes par les frottements est essentielle pour un phénomène relié au *jamming* [Hong15] : l'engorgement (*clogging*). Lorsqu'un matériau granulaire s'écoule par une ouverture, les chaînes de forces tendent à former des arches autour de l'orifice, pouvant ainsi interrompre l'écoulement. Ce phénomène a initialement été étudié pour la décharge de matériaux granulaires [Zuriguél05, Janda09, Rubio-

Largo15, Hu15], au vu de ses applications pratiques à la vidange de silos, mais peut également s'observer avec des systèmes actifs comme des moutons [Garcimartín15] ou encore des humains [Pastor15]. Il est possible de le décrire par un diagramme de phase analogue à celui du *jamming* [Zuriguel14].

Plasticité des matériaux granulaires

La description de la transition de blocage nécessite de décrire la dynamique du système sous l'effet de sollicitations mécaniques. Numériquement, il est possible de générer une déformation plastique localisée dans un matériau bloqué et d'observer le champ de déformation qu'elle induit [Shaebani07, Shaebani08, Puosi15] : on constate qu'il décroît en loi de puissance avec la distance à la perturbation. Des expériences du même type ne peuvent être menées qu'à deux dimensions, où l'on peut agir directement sur les grains : la réponse à une oscillation d'un grain a par exemple été mesurée, donnant des résultats en accord avec les simulations mentionnées [Kolb04, Kolb06].

Il est possible également de réaliser des expériences pour des milieux tridimensionnels, en suivant la déformation par diffusion multiple de la lumière comme cela a été fait dans le groupe de Rennes : on parvient ainsi à étudier l'évolution lente d'un empilement granulaire lors de l'enfoncement d'un objet [Erpelding10], du cisaillement par une pale [Amon12], d'avalanches obtenues en augmentant progressivement l'inclinaison du milieu [Amon13] ou de tests de compression uniaxiale [Le Bouil14b, Le Bouil14a]. Ces études montrent que la déformation quasi-statique des matériaux granulaires se fait de façon intermittente, en des zones spatialement localisées, les « points chauds ». À l'approche de la fluidification, la fréquence d'apparition de ces points chauds augmente, et ils s'organisent spatialement pour former une bande de cisaillement. L'apparition de lignes de cisaillement a aussi été constatée dans des simulations et expériences de compression d'un matériau granulaire à parois latérales libres [Li15b].

4.1.3 Écoulements de milieux granulaires

À l'opposé du régime bloqué, les milieux granulaires peuvent présenter un comportement fluide, à condition que de l'énergie leur soit continuellement apportée en quantité suffisante. Nous détaillons dans la suite de ce paragraphe les observations correspondant à ce régime.

Écoulements rapides et dilués : le gaz granulaire

Lorsqu'un milieu granulaire est fortement agité, son comportement ressemble à celui d'un gaz fortement dissipatif. De multiples théories tentent donc de décrire ce régime à partir de la théorie cinétique. Pour cela, on décompose la vitesse de chaque grain en une composante moyenne et une fluctuation

$$\vec{v}_i = \langle \vec{v} \rangle + \delta \vec{v}_i. \quad (4.3)$$

On peut alors définir une température granulaire selon $T = \langle (\delta \vec{v})^2 \rangle$. Il s'agit dès lors de se ramener à une description de type hydrodynamique par différentes approximations.

Quand l'agitation devient plus faible, du fait de la forte dissipation, les grains tendent à former des agrégats [Olafsen98, Baldassarri15, Castillo15] : des contacts persistants se forment alors, violant l'hypothèse de chaos moléculaire sous-tendant la théorie cinétique, et il est nécessaire de tenir compte d'interactions à plus de deux corps [Lois06]. On entre dans un régime liquide : cette transition fait encore l'objet de recherches actives, mais qui sortent de l'objet de ce manuscrit.

Écoulements denses : le liquide granulaire

Les écoulements granulaires denses sont omniprésents dans la nature et leur étude est nécessaire à la compréhension de multiples phénomènes géologiques [Andreotti11]. Les études fondamentales, expérimentales et numériques, se sont concentrées sur quelques géométries modèles, présentées sur la figure 4.4. De nombreux résultats expérimentaux ont été compilés dans des revues [Pouliquen02a, GDRMiDi04].

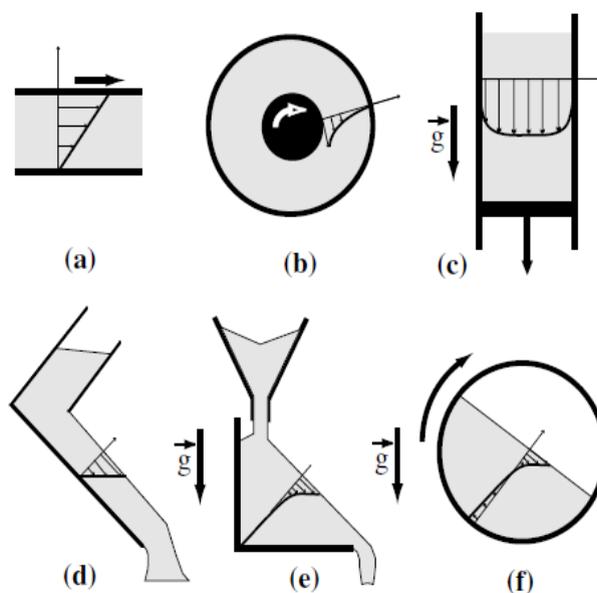


FIGURE 4.4 – Géométries usuelles d'étude des écoulements granulaires, schémas tirés de [GDRMiDi04] : (a) cisaillement simple (b) écoulement de Couette (c) silo (d) écoulement sur plan incliné (e) écoulement sur tas (f) écoulement en tambour tournant

La situation la plus simple que l'on puisse imaginer est la cellule de cisaillement simple : le milieu granulaire est contenu dans une boîte sur les parois de laquelle on applique une contrainte de cisaillement. Expérimentalement, il n'est pas possible d'atteindre ainsi de grandes déformations et cette géométrie n'est donc pas utilisable pour l'étude d'écoulements. Numériquement en revanche, l'application de conditions aux bords périodiques permet d'éviter cet inconvénient [Radjai02, daCruz05].

Un autre écoulement rhéométrique, plus adapté aux expériences [Howell99, Mueth00, Mueth01] mais également étudié numériquement [Koval09, Singh14], est la géométrie de Couette où le matériau est contenu entre deux cylindres. Dans ce cas, on observe l'apparition d'une bande de cisaillement à proximité du rotor, sur une distance de l'ordre

de quelques diamètres de grains, le reste du matériau restant immobile. Nous reviendrons dans la suite sur cette affirmation et verrons qu'un lent mouvement de fluage se produit en dehors de la bande de cisaillement.

La géométrie du silo a été beaucoup étudiée, en rapport avec l'effet Janssen et les problèmes d'engorgement. Une première configuration consiste à laisser le matériau granulaire s'écouler hors d'un récipient par une ouverture, sous l'effet de la gravité. Loin de l'ouverture, l'écoulement est équivalent à celui que l'on obtient dans une seconde configuration, où l'on abaisse progressivement le fond du récipient comme représenté sur la figure 4.4(c). Ces situations ont été étudiées expérimentalement [Pouliquen96, Menon97, Janda12, Rubio-Largo15] et numériquement [Percier13a, Rubio-Largo15]. Loin de l'ouverture, le cisaillement est localisé près des parois, sur quelques épaisseurs de grains, et on observe un écoulement bouchon dans le centre de la conduite. Quand on approche de l'ouverture, les arches responsables du phénomène d'engorgement mentionné dans le paragraphe 4.1.2 modifient l'écoulement.

Plus récemment, une géométrie originale a été étudiée, la cellule à fond tournant : les grains sont placés dans un cylindre, dont le fond est séparé entre un disque central et un anneau périphérique, l'un des deux pouvant tourner. L'écoulement généré a été caractérisé expérimentalement [Fenistein03, Fenistein04, Cheng06, Dijkstra10] et numériquement [Cheng06, Jop08]. Contrairement aux géométries précédentes, nous obtenons ici une bande de cisaillement vaste, ne restant pas localisée à proximité des parois. Dans certains des cas mentionnés précédemment, la cellule contient en fait un cylindre plein en son centre.

Les études d'écoulements sur des plans inclinés sous l'effet de la gravité, tant numériques qu'expérimentales, sont nombreuses [Pouliquen99, Taberlet03, GDRMiDi04, Bi05, Saingier15]. Les écoulements obtenus se caractérisent par l'existence d'un angle minimal pour la mise en écoulement θ_{start} et d'un angle d'arrêt $\theta_{\text{stop}} < \theta_{\text{start}}$: la différence entre ces deux angles est à l'origine de phénomènes d'hystérèse. Ces angles sont associés à une épaisseur stationnaire de l'écoulement $h(\theta)$.

Enfin, de nombreuses études ont été menées pour des écoulements granulaires à surface libre, qui ont une application directe en géophysique et dans certains procédés industriels. Deux géométries ont été particulièrement étudiées : celle de l'écoulement sur un tas de grains déjà formé [Jop05, Bi05, Jop06, Lefebvre16], représentative de multiples situations géophysiques, et celle de l'écoulement dans un tambour tournant [Jop05, Bonamy02, Taberlet06], intéressante dans le contexte du mélange industriel de matériaux granulaires. Dans ces deux cas, le taux de cisaillement est constant près de la surface, puis diminue exponentiellement en s'enfonçant dans le milieu granulaire : nous parlons alors de fond érodible car il n'y a pas de délimitation claire de la zone en écoulement. Quand le débit de grains augmente, on observe une transition entre un régime d'avalanches intermittentes et un écoulement continu. Il a été montré pour l'écoulement sur un tas que le frottement sur les parois de la cellule domine la dynamique du problème [Jop05].

L'étude des écoulements granulaires a été considérablement améliorée par le développement des simulations numériques. En effet, il est difficile d'obtenir des informations sur l'écoulement à l'intérieur du matériau et les méthodes permettant d'effectuer de telles mesures, comme la diffusion multiple de la lumière [Menon97], ne peuvent pas résoudre un écoulement rapide. Par conséquent, la plupart des études n'observent que

l'écoulement de surface. Une alternative possible est l'utilisation de géométries quasi-bidimensionnelles, en utilisant des grains cylindriques [Pouliquen96], ou en confinant les écoulements dans des cellules de Hele-Shaw étroites.

Descriptions locales

La recherche d'un formalisme de milieu continu pour décrire les écoulements granulaires denses reste un sujet ouvert. Une première approche a été développée dans le cadre des écoulements le long d'un plan incliné, dans le cas où l'épaisseur de l'écoulement est petite devant les distances typiques de variation de la vitesse [Savage89]. Il est alors possible, en moyennant les équations de Navier-Stokes, d'obtenir des équations d'évolution, dites de Saint-Venant, qui relient l'épaisseur locale de l'écoulement et sa vitesse moyenne, à condition de connaître la contrainte exercée par le support sur le milieu granulaire, pour lesquelles diverses lois empiriques ont été proposées. Cette approche permet de décrire convenablement diverses propriétés des écoulements [Pouliquen02b, Saingier15, Parez16]. Cependant, elle est limitée à des écoulements minces, ce qui en limite le domaine d'application. En outre, elle doit être complétée pour décrire les écoulements sur fond érodible, où l'interface entre les phases statique et fluide devient une nouvelle inconnue du problème. Enfin, le choix du frottement basal est empirique.

Plus récemment, une rhéologie locale, reposant sur l'analyse dimensionnelle, a été proposée et appliquée à diverses situations [GDRMiDi04, Forterre08, Jop15]. Considérons un milieu granulaire monodisperse, composé de grains sphériques de diamètre d et de densité ρ , soumis à une contrainte normale P et dont l'écoulement est décrit par un taux de cisaillement $\dot{\gamma}$. Un unique nombre sans dimension caractérise alors le problème, le nombre inertiel

$$I = \dot{\gamma} d \sqrt{\frac{\rho}{P}}. \quad (4.4)$$

Ce nombre peut se mettre sous la forme d'un rapport $I = t_P/t_c$ entre le temps caractéristique de réarrangement d'un grain sous l'effet de la pression de confinement $t_P = d\sqrt{\rho/P}$ et du temps caractéristique associé à l'écoulement $t_c = 1/\dot{\gamma}$.

Alors, la rhéologie du milieu granulaire est décrite par la relation

$$\sigma = \mu(I)P \quad (4.5)$$

où σ est la contrainte de cisaillement donnant lieu à l'écoulement. La fraction volumique des grains ϕ ne dépend également que de I . Les fonctions $\mu(I)$ et $\phi(I)$ sont alors obtenues empiriquement, à partir de simulations et d'expériences. De manière générale, le coefficient de frottement effectif μ croît avec le nombre inertiel et la compacité décroît. Les lois

$$\mu(I) = \mu_1 + \frac{\mu_2 - \mu_1}{I_0/I + 1} \quad \text{et} \quad \phi(I) = \phi_c - (\phi_c - \phi_m)I \quad (4.6)$$

ont été respectivement proposées dans [Jop05] et [Pouliquen06] afin de décrire les données expérimentales et numériques. Les paramètres μ_1 et μ_2 représentent respectivement le coefficient de frottement statique et le coefficient de frottement effectif dans la limite de grands nombres inertiels. I_0 correspond à un nombre inertiel caractéristique du matériau, délimitant les régimes d'écoulement lent et rapide. ϕ_c correspond

à la compacité maximale que peut atteindre un empilement aléatoire ($\phi_c \simeq 64\%$ pour un empilement tridimensionnel de sphères monodisperses) alors que ϕ_m représente la compacité minimale obtenue dans le cas d'un écoulement rapide et stationnaire. Nous voyons déjà à cette formule ne pourra convenir aux écoulements à grand nombre inertiel, puisque la compacité doit rester positive.

Dans le cas général, le taux de cisaillement n'est pas homogène : on fait alors une hypothèse de localité, en supposant que la contrainte en un point donné de l'écoulement est univoquement déterminée par le taux de cisaillement en ce même point. En considérant un nombre inertiel dépendant de la position, nous pouvons appliquer en tout point la loi rhéologique obtenue. Une telle approche permet une description satisfaisante des résultats obtenus pour des écoulements unidimensionnels, comme en cisaillement simple [GDRMiDi04, daCruz05], pour l'écoulement sur un plan incliné [GDRMiDi04] ou sur un tas érodible [Jop05].

Cette théorie peut être étendue à trois dimensions en supposant que les axes principaux des tenseurs des contraintes $\boldsymbol{\sigma}$ et des taux de déformation $\dot{\boldsymbol{\gamma}}$ sont confondus. Alors on peut proposer la loi

$$\boldsymbol{\sigma} = -P\mathbf{1} + \mu(I)P \frac{\dot{\boldsymbol{\gamma}}}{\dot{\gamma}} \quad (4.7)$$

où nous définissons maintenant $\dot{\gamma} = \sqrt{\text{tr}(\dot{\boldsymbol{\gamma}}^2)}/2$, le second invariant du tenseur des taux de déformations [Jop06]. Cette formulation permet de rendre compte d'écoulements tridimensionnels, comme les ondes de Kapitza observées à la surface d'un écoulement granulaire sur plan incliné [Forterre06] ou l'effondrement d'une colonne de grains [Lacaze09].

Cependant, cette approche a ses limites. Tout d'abord, si l'on considère des grains polydisperses ou qui ne sont pas sphériques, d'autres nombres sans dimension, décrivant la distribution de taille et la forme des grains, vont intervenir dans la description du système : en particulier, la fraction volumique dépend notablement de ces paramètres. Des expériences avec des grains de formes variées [Börszönyi08, Wortel15a, Mallogi15] montrent des différences quantitatives par rapport aux observations pour des billes sphériques.

Si l'on utilise des grains cohésifs, humides [Singh14] ou en interaction électrostatique par exemple, l'analyse dimensionnelle fait à nouveau apparaître d'autres paramètres sans dimension et la description proposée est incomplète. Il est intéressant de remarquer qu'une analogie peut être faite entre la rhéologie locale présentée ci-dessus pour les milieux granulaires secs et celle de suspensions dans le régime visqueux, où l'inertie est négligeable. Dans ce cas, il est possible de mener la même analyse en remplaçant le nombre inertiel I par le nombre visqueux $I_v = \eta\dot{\gamma}/P$ où η désigne la viscosité du fluide [Boyer11]. La description de la transition entre les régimes visqueux et inertiel reste un sujet ouvert.

La limite des grands nombres inertiels n'est pas décrite correctement par l'approche précédente. Pour des écoulements sur un plan fortement incliné, l'écoulement devient dilué et le frottement de l'air acquiert une importance notable [Börszönyi06]. Si l'on considère des grains lancés à grande vitesse sur un plan rugueux, on peut observer un régime plus surprenant où une couche diluée existe à la base de l'écoulement, correspondant à un effet Leidenfrost granulaire [Taberlet07]. Dans ces régimes, l'écoulement

dépend notablement du coefficient de restitution, paramètre sans dimension qui n'est pas pris en compte dans la description rhéologique proposée.

Toutes ces limitations sont explicables par une défaillance de l'analyse dimensionnelle simple : de nouveaux paramètres sans dimension entrent en jeu dans la physique du système. Nous allons voir maintenant que la limite de faibles nombres inertiels n'est pas non plus modélisée correctement par la rhéologie locale décrite par les équations (4.4) à (4.7).

Écoulements granulaires lents

Dans le régime quasi-statique, de multiples caractéristiques des écoulements granulaires ne sont pas prévues par la rhéologie locale [GDRMiDi04, Pouliquen06, Forterre08]. Par exemple, sur un plan incliné, la théorie locale prédit un taux de cisaillement uniforme près de la surface libre et du fond, ce qui n'est pas le cas expérimentalement, et la prédiction devient mauvaise pour des écoulements peu épais. Elle prédit en outre un angle d'arrêt θ_{stop} constant, alors qu'il dépend en pratique de l'épaisseur de l'écoulement [Pouliquen99, GDRMiDi04, Börszönyi08]. Pour les écoulements sur un tas, la rhéologie locale ne parvient pas à rendre compte du profil de cisaillement exponentiel observé avec la profondeur, du seuil d'écoulement, ni de l'existence d'un régime intermittent à bas débit. Le frottement effectif $\mu = \sigma/P$ mesuré dans des simulations de cellule de Couette [Koval09] ou lors de la traction d'un intrus dans un empilement bidimensionnel [Seguin16] ne conduit pas à une courbe maîtresse en fonction du nombre inertiel I . Enfin, dans les géométries de Couette ou à fond tournant, la rhéologie locale prédit que la taille de la bande de cisaillement tend vers zéro à bas nombre inertiel, ce qui n'est pas le cas [Jop08]. De façon générale, la théorie présentée plus haut ne parvient donc pas à rendre compte des écoulements lents ou au voisinage des bandes de cisaillement.

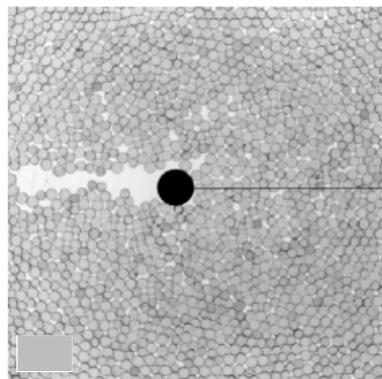
Il a été constaté qu'à basse vitesse, dans diverses géométries comme le cisaillement simple [Radjai02], le tambour tournant [Bonamy02, Wang15b, Wang15a] ou le plan incliné [Pouliquen04, Baran06, Staron08], des groupes de grains apparaissent dont la vitesse est fortement corrélée. Pour un écoulement extrêmement lent, ces groupes se comportent comme des agrégats solides et dominant l'écoulement [Heussinger09], et dans le régime bloqué, un événement plastique induit une déformation à longue distance [Kolb04, Kolb06, Shaebani07, Shaebani08]. Ces observations sont en désaccord avec l'hypothèse de localité, fondamentale pour la théorie proposée à travers les équations (4.4) à (4.7).

L'échec de la rhéologie locale à décrire le comportement à bas nombre inertiel repose donc sur l'apparition d'effets non locaux. Ces effets ont été mis en évidence de façon spectaculaire dans les géométries de Couette [Reddy11] et en cellule à fond tournant [Nichol10, Nichol12]. Dans les deux cas, un intrus est placé dans un milieu granulaire et soumis à une force faible, insuffisante pour le déplacer. Dès qu'un écoulement est établi dans le milieu granulaire, l'intrus se met à bouger bien qu'il se trouve hors de la bande de cisaillement, c'est-à-dire dans une zone où les grains semblent immobiles. On observe donc un effet à grande distance du cisaillement dans le matériau.

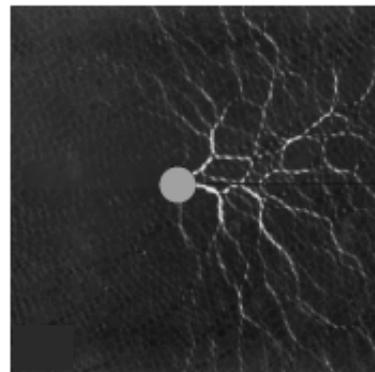
Pour aller au-delà de ces observations qualitatives, il est nécessaire d'obtenir une information spatialement résolue sur la déformation des milieux granulaires lors d'écou-

lements quasi-statiques. Nous rejoignons ici les problématiques associées à la transition de blocage, présentées dans le paragraphe 4.1.2. Une manière d'obtenir de telles données est d'effectuer de la microrhéologie active, en déplaçant un intrus dans un empilement granulaire.

Une première expérience a été réalisée par Candelier *et al.*, où un grain est tracté par une force constante dans un empilement granulaire bidimensionnel [Candelier09]. Dans le régime bloqué, on constate que le mouvement du grain est intermittent, et provoque une déformation à grande distance. Une expérience similaire a récemment été menée en tractant le grain à vitesse constante au milieu de disques photoélastiques [Seguin16] : le frottement effectif associé semble indépendant du nombre inertiel, pour de faibles vitesses de traction. Le mouvement de l'intrus est à nouveau associé à de vastes recirculations du milieu granulaire, à la formation de chaînes de forces en amont, que l'on peut voir sur la figure 4.5(b), et d'un sillage à l'arrière, que l'on peut voir sur la figure 4.5(a). À grande vitesse, la force exercée pour maintenir une vitesse constante semble diverger quand la compacité de l'empilement se rapproche de la compacité critique ϕ_J [Takehara14, Takada16].



(a) Observation en lumière normale.



(b) Observation entre polariseur et analyseur croisés.

FIGURE 4.5 – Photographies de l'expérience de [Seguin16] : un grain est tracté dans un empilement de disques photoélastiques.

Une autre expérience consiste à faire tourner un cylindre perpendiculairement à son axe à l'intérieur d'un milieu granulaire : l'intrus subit alors une force de frottement indépendante de la profondeur à laquelle il se trouve [Guillard13] ainsi qu'une force de portance [Guillard14]. Une simulation numérique [Guillard15] montre que le mouvement du cylindre est associé à la formation d'une zone de dépression autour de lui, rappelant la formation d'arches dans les écoulements de silos mais ne s'appuyant pas ici sur les parois du récipient.

Toutes ces observations appuient l'idée que dans le régime de bas nombres inertiels, le réseau de forces dans l'empilement entier est modifié par l'existence d'un écoulement, même localisé.

Vers une rhéologie non locale

Plusieurs propositions empiriques ont été faites pour rendre compte de ces effets non-locaux. De nombreux modèles reposent sur l'idée que l'écoulement génère un bruit mécanique se propageant dans l'empilement, susceptible d'engendrer des déformations plastiques à grande distance [Pouliquen01, Pouliquen09]. Cette idée est aussi à l'origine des modèles décrits dans le paragraphe 1.2.2 pour expliquer l'écoulement des fluides à seuil, et les modèles développés dans ce contexte ont été étendus au cas des milieux granulaires, en les adaptant à la théorie statistique d'Edwards [Edwards89], comme les modèles KEP [Kamrin12, Henann13, Henann14] et SGR [Behringer08, Bi09]. Une théorie de couplage de modes a également été récemment proposée [Suzuki15].

Ces dernières années, il a par ailleurs été suggéré d'utiliser les modèles de fluidité pour décrire les effets non-locaux, en prenant le nombre inertiel lui-même comme paramètre de fluidité. Cette idée est justifiée par les observations d'Amon *et al.* lors de tests de compression biaxiale ou d'inclinaison d'une couche granulaire [Amon12, Amon13] : en effet, la fréquence d'apparition des points chauds, c'est-à-dire des événements plastiques localisés visualisés par diffusion multiple de la lumière, naturellement associée à la fluidité, est proportionnelle au taux de cisaillement. Une telle approche permet de rendre compte du fluage logarithmique observé à basse contrainte dans les milieux granulaires [Nguyen11]. Les effets non locaux peuvent être obtenus par un développement de type Landau-Ginzburg du frottement effectif avec la fluidité

$$\frac{\tau}{P} = \mu(I) \left[1 - \ell^2 \frac{\Delta I}{I} \right] \quad (4.8)$$

où ℓ est une taille caractéristique empirique. Une telle approche permet de rendre compte de façon satisfaisante de simulations d'un cisaillement dans un profil de pression de confinement hétérogène [Bouزيد13, Bouزيد15].

Enfin, toutes les théories présentées jusqu'à présent considèrent l'état liquide comme point de départ, et tentent d'y incorporer des effets non locaux pour décrire le comportement quasi-statique. Une approche alternative a été développée ces dernières années, considérant l'état solide comme référence et tentant de décrire l'écoulement lent comme une perturbation par rapport au système bloqué [Lerner12a, Lerner12b]. Cette approche, applicable aux milieux granulaires ainsi qu'aux suspensions, permet de connecter les rhéologies locales proposées pour ces deux systèmes tout en les reliant à des caractéristiques microscopiques du matériau au voisinage du *jamming*.

4.1.4 Vibrations, acoustique et milieux granulaires

Nous avons vu que les écoulements induisent des fluctuations des contraintes en profondeur au sein des matériaux granulaires, y compris dans les régions où l'empilement semble statique. Il est donc naturel de s'intéresser à l'effet de vibrations imposées par l'extérieur sur la dynamique d'un empilement. En outre, comme nous allons le constater, une telle étude présente de nombreux intérêts pratiques dans l'industrie (problèmes d'engorgement, caractérisation acoustique de matériaux, *etc.*) et en géophysique (sismologie, pédologie, *etc.*).

Effet de vibrations sur un empilement granulaire

Nous avons vu qu'un milieu granulaire soumis à des vibrations intenses, de fréquence de l'ordre de quelques dizaines de hertz, peut se comporter comme un gaz. Pour des vibrations de fréquences comparables mais d'amplitudes plus modestes, quoique supérieures à l'accélération de la pesanteur, appliquées dans les directions verticale [Umbanhowar96, Eshuis07] ou horizontale [Heckel15], on peut observer un comportement liquide, associé à diverses instabilités d'écoulement. Nous n'en discuterons cependant pas plus en détail dans ce manuscrit et nous nous concentrerons sur des vibrations de faible amplitude.

Une expérience simple et surprenante consiste à placer un morceau de bois dans un récipient contenant du sable, puis à taper doucement sur les parois du récipient : le bâton se retrouve alors piégé et il est même possible de s'en servir comme poignée pour soulever le récipient. Pour le débloquent, il faut lui appliquer un effort de torsion. À l'échelle mésoscopique, lors des légers coups sur les parois, le milieu granulaire se compacte légèrement, et les frottements sont sollicités, formant des chaînes de forces s'appuyant sur le bâton et sur les parois du récipient. L'évolution des chaînes de forces sous l'effet de coups extérieurs a récemment été mesurée dans un système bidimensionnel de disques photoélastiques [Iikawa15].

La compaction d'un milieu granulaire sous l'effet de vibrations mécaniques imposées à l'ensemble du récipient a été étudiée en détails par diverses équipes depuis une vingtaine d'années [Knight95, Ben-Naim98, Josserand00, Richard05, Umbanhowar05] : sous l'effet de vibrations du récipient contenant l'empilement, celui-ci se compacte progressivement, et des phénomènes d'hystérèse apparaissent lorsque l'on effectue des cycles d'amplitude de vibration. La vitesse de compaction augmente avec l'amplitude de vibration, mais la compacité atteinte aux temps longs diminue. Les résultats obtenus peuvent être décrits en utilisant la théorie statistique d'Edwards mentionnée précédemment.

L'application de vibrations légères permet une réorganisation des contraintes pouvant avoir des conséquences importantes sur les problèmes d'engorgement de silos. Il a été montré que des vibrations modérées diminuent la taille critique de l'ouverture pour laquelle le blocage se produit. En dessous de cette taille, les vibrations permettent l'obtention d'un écoulement intermittent, pour lequel la durée moyenne des phases de blocage diminue quand l'amplitude des vibrations augmente [Janda09, Lozano12, Lozano15].

Des vibrations globales verticales ont un effet important sur la rhéologie d'un empilement granulaire à bas nombre inertiel : le frottement exercé sur une sphère tractée [Caballero-Robledo09] ou sur un disque en rotation [Dijksman11, Wortel14] est abaissé en présence de vibrations modérées. Il a été montré récemment [Wortel15b] que les vibrations induisent une lente relaxation de l'anisotropie du réseau de contraintes d'un empilement qui a été cisailé. Ces études semblent en outre indiquer une suppression du seuil d'écoulement, confirmée dans le cas de suspensions [Hanotin12, Hanotin13, Marchal13]. Lastakowski *et al.* ont montré que l'utilisation de vibrations horizontales supprimait l'instabilité de collé-glissé observée pour un patin tracté à force constante sur un empilement granulaire, au profit d'un régime de glissement continu pour une force appliquée suffisante [Lastakowski15]. Ces résultats semblent confirmer

l'idée que les vibrations permettent d'activer l'écoulement dans un milieu granulaire.

Néanmoins, un autre protocole utilisé semble indiquer une conclusion différente. Pons *et al.* ont appliqué à une pale plongée dans un matériau granulaire une contrainte oscillant autour d'une valeur non nulle [Pons15,Pons16]. Les oscillations sont imposées de façon à ne pas induire de bruit mécanique dans l'empilement granulaire. Dans ce cas, on observe que le régime de fluage logarithmique constaté en dessous du seuil d'écoulement [Nguyen11], disparaît même pour de très faibles oscillations. En l'absence de bruit mécanique, l'hypothèse d'un écoulement activé ne peut être employée : en revanche, le modèle de fluidité décrit dans le paragraphe 4.1.3 permet de rendre compte des observations. À nouveau, l'observation des points chauds associés à la déformation montre que leur fréquence est proportionnelle au taux de déformation, justifiant l'hypothèse de base du modèle. L'écoulement observé apparaît alors comme dû à l'accumulation progressive de déformations plastiques microscopiques.

Ondes acoustiques dans les milieux granulaires

Nous avons considéré dans le paragraphe précédent des vibrations d'ensemble du matériau granulaire, pour des fréquences relativement basses de l'ordre de quelques dizaines de hertz. Ces vibrations sont imposées aux parois du récipient et induisent un mouvement global de l'empilement. Nous considérons maintenant des oscillations de longueur d'onde nettement plus courtes et nous nous intéressons à la propagation d'ondes acoustiques ultrasonores dans un empilement granulaire.

La non-linéarité de la loi de Hertz, caractérisant la compressibilité d'un grain dans un milieu granulaire, induit une forte dispersion des ondes acoustiques [Wang15a,Lan-glois15]. Dans des chaînes unidimensionnelles, il est par exemple possible d'observer la propagation de solitons [Huillard11,Wang15a]. La propagation du son se fait au niveau des contacts entre grains, et est par conséquent sensible à la pression de confinement appliquée à l'empilement. Dans un milieu sec, les ondes acoustiques sont peu atténuées, la dissipation étant faible pour des empilements statiques. En revanche, en présence d'humidité, la dissipation augmente significativement, d'une part du fait d'un frottement accru par la présence d'une couche d'eau adsorbée à la surface des grains, et d'autre part par la dissipation viscoélastique dans les ponts capillaires [Brunet08b].

Nous parlerons dans la suite exclusivement d'ondes de volume, bien que les matériaux granulaires permettent également la propagation d'ondes de surface [Bonneau07,Bonneau08]. Nous nous restreindrons également à l'étude d'ondes d'amplitude modérées. Pour des excitations plus fortes, il est possible d'observer des ondes de chocs, dont les propriétés ont été étudiées expérimentalement [vandenWildenberg13b,Santibanez16] et numériquement [Gomez12]. Récemment, la propagation de telles ondes a été observée dans des disques photoélastiques, permettant de suivre la dynamique des chaînes de forces au sein de l'empilement suite à l'impact d'un intrus [Clark15].

L'expérience la plus simple pour étudier la propagation d'ondes acoustiques dans un milieu granulaire consiste à y immerger un émetteur et un récepteur. Dans un milieu tridimensionnel, suite à une excitation harmonique en un point donné, on observe deux signaux au niveau du récepteur [Liu92,Jia99], comme nous le voyons sur la figure 4.6. Un premier signal, peu déformé, correspond à la propagation ballistique directe de l'onde. Ensuite, un signal incohérent arrive, appelé « coda », et qui correspond à la diffusion

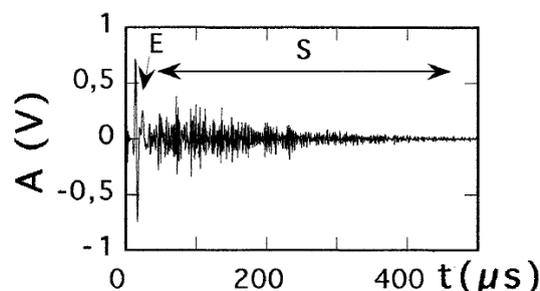


FIGURE 4.6 – Figure tirée de [Jia99]. Une oscillation unique, de fréquence 500 kHz et de durée 2 μ s, est émise par un émetteur dans un milieu granulaire polydisperse formé de billes de verre de diamètres $d \sim 0.4 - 0.8$ mm, sous une pression de confinement $P = 0.75$ MPa. La figure représente le signal acoustique mesuré au niveau du récepteur, situé à une distance $L \simeq 1$ cm de l'émetteur. Il se décompose en deux signaux, l'un, bref et peu déformé, correspondant à la propagation ballistique directe (E) et l'autre, long et distordu, au signal diffusé par le milieu granulaire (S).

multiple du signal initial dans le matériau granulaire. Cette coda peut s'analyser, ce qui permet de sonder l'état d'un matériau granulaire par un analogue acoustique de la diffusion multiple de la lumière [Jia04]. Le signal ballistique, quant à lui, permet de mesurer le nombre moyen de contacts par grain le long du chemin suivi par l'onde ainsi que leur anisotropie [Lherminier14].

Pour des ondes acoustiques plus intenses, il est possible d'exploiter des effets acoustiques non linéaires, comme l'auto-démodulation ou la transmission de modulation entre deux ondes [Tournat04, Zaitsev05]. Contrairement à la méthode précédente, principalement sensible au réseau de chaînes de forces, cette technique permet de sonder les propriétés des contacts faibles et a été exploitée pour observer la relaxation suite aux précurseurs d'avalanche [Zaitsev08, Kiesgendorfer10] ou à de légères vibrations globales [Zaitsev14].

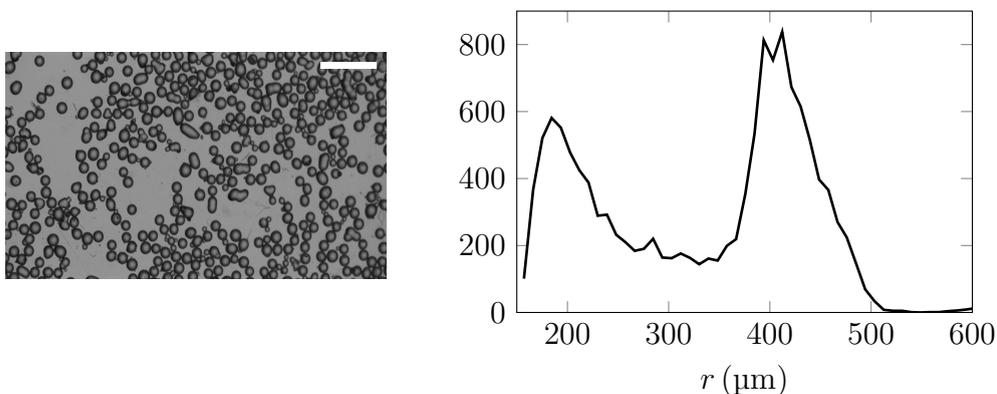
Jusque là, nous avons considéré les ultrasons comme une simple sonde de l'état du matériau granulaire. Ils peuvent cependant induire activement une évolution de la microstructure. Quand l'intensité des ondes appliquées augmente, le signal s'enrichit spectralement au cours de sa propagation [Brunet08a, vandenWildenberg13a] et sa vitesse diminue [Jia11, vandenWildenberg13a]. La fréquence de résonance permettant une transmission optimale du son se déplace quant à elle vers de plus faibles valeurs [Olson Reichhardt15]. Ces observations traduisent un amollissement de l'empilement sous l'effet des ultrasons. Suite à leur application, l'état du milieu granulaire évolue lentement. Pour des amplitudes modérées, la perturbation est réversible, attribuable alors à des glissements au niveau des aspérités microscopiques des grains [Brunet08a, Jia11]. Pour des excitations plus intenses, les ultrasons induisent des changements du réseau de contacts, et le système ne revient pas à son état initial [vandenWildenberg13a]. Les ultrasons permettent en outre une compaction lente du milieu granulaire [Brunet08a], se traduisant par un fluage logarithmique qui peut être reproduit par un modèle de fluidité [Espindola12]. Ces effets des ondes acoustiques sont susceptibles d'induire des mouvements au niveau de fractures du matériau granulaire [Giacco15] et pourraient contribuer au déclenchement de répliques sismiques [Johnson05, Gomberg05]

Toutes ces études considèrent des ultrasons de longueur d'onde grande devant la taille du grain, et d'intensité relativement modérée : l'effet observé est limité au déclenchement de glissements microscopiques. Ceux-ci peuvent avoir des conséquences notables sur le comportement du milieu granulaire, mais l'effet des ultrasons est alors indirect. Or, nous avons vu que des ondes acoustiques intenses peuvent exercer des forces stationnaires sur une interface ou sur des particules comme des grains par exemple : il semble donc possible d'agir directement sur un empilement granulaire pour y induire de véritables réarrangements macroscopiques. Pourtant, de tels effets des ultrasons sur des matériaux granulaires n'ont à notre connaissance jamais été démontrés expérimentalement : leur mise en évidence et leur étude font l'objet de la suite de ce chapitre.

4.2 Dispositif expérimental

4.2.1 Description de l'expérience

Le matériau granulaire que nous étudions dans cette expérience est composé de billes de verre de densité $2.5 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$. Les billes ont été préalablement tamisées, entre des tamis de maille $500 \mu\text{m}$ et $630 \mu\text{m}$, et la distribution de taille résultante est présentée figure sur la 4.7(b). Cette distribution a été obtenue en prenant des images des grains à l'aide d'un microscope, comme celle présentée sur la figure 4.7(a), et en détectant des cercles sur l'image seuillée à l'aide de la transformée de Hough. La distribution obtenue présente deux pics, l'un pour des rayons autour de $200 \pm 30 \mu\text{m}$ et l'autre pour des rayons autour de $420 \pm 30 \mu\text{m}$. Cependant, cette distribution est surtout indicative : d'une part, comme on peut le constater, de nombreux grains ne sont pas sphériques et ne sont pas détectés ou donnent lieu à de faux positifs, et d'autre part, la transformée de Hough est assez sensible au bruit et détecte de multiples artefacts de petite taille. Il est donc probable que le pic pour les plus petits rayons soit notablement surestimé.



(a) Photographie des grains. La barre d'échelle mesure 4.5 mm.

(b) Distribution de tailles de grains sur un échantillon d'environ 13000 grains.

FIGURE 4.7 – Distribution de tailles de grains.

Les billes de verre sont placées dans une cellule transparente, qui est ensuite remplie d'eau, fermée avec une membrane de film alimentaire épaisse de quelques dizaines de

microns, puis retournée. Les grains sédimentent alors rapidement sur la membrane, suffisamment rigide pour ne pas être déformée sous l'effet de leur poids, et on obtient une colonne d'environ 1 cm de hauteur. On focalise alors l'onde acoustique émise par un transducteur ultrasonore en bas de la colonne, comme représenté sur la figure 4.8(a).

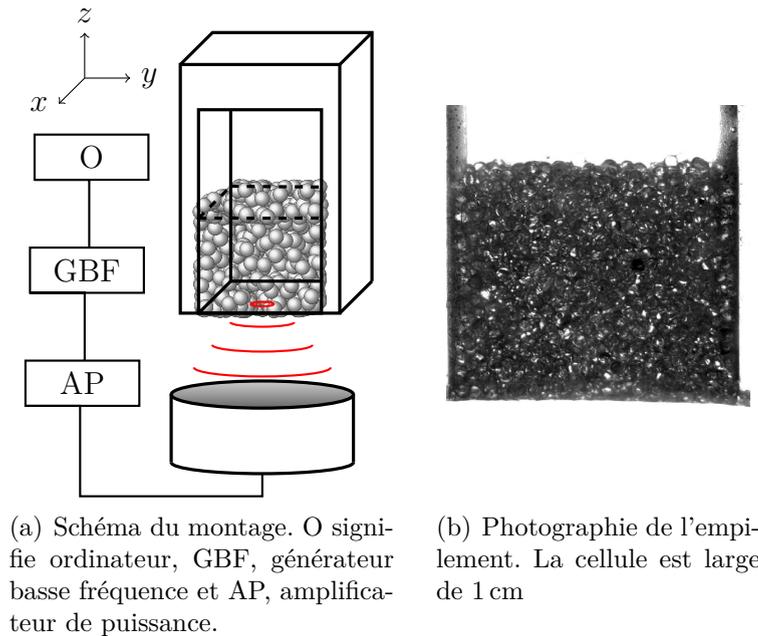


FIGURE 4.8 – Dispositif expérimental.

Plus précisément, la cellule a une hauteur de 3 cm, suffisamment grande pour ne pas confiner verticalement les grains, une largeur de 1 cm et une profondeur de 0.5 cm. Ces deux dimensions sont nettement plus faibles, correspondant à quelques diamètres de grains. Le champ acoustique est focalisé légèrement au-dessus de la membrane, jusqu'à 2 mm à l'intérieur du matériau, et à proximité de la face avant de la cellule afin d'améliorer la visualisation.

La cellule est tenue par un dispositif relié à une platine de translation dans trois dimensions, motorisée par des moteurs pas à pas contrôlés par un ordinateur. Par le biais de platines de translation micrométriques, nous pouvons également déplacer le transducteur dans trois dimensions.

Le système entier est placé dans un grand récipient rempli d'eau, de température non contrôlée mais restant aux alentours de $20.0 \pm 0.5^\circ\text{C}$ durant la période où les expériences ont été menées. Il est éclairé par un panneau de diodes électroluminescentes assurant un fond lumineux homogène, et on filme le mouvement du sédiment à l'aide d'une caméra CCD montée sur un microscope, permettant d'atteindre une cadence de 300 images par seconde. Un exemple d'image de l'empilement est présenté figure 4.8(b).

4.2.2 Excitation acoustique

Protocole d'excitation

Nous utilisons dans ces expériences le transducteur focalisé de fréquence 5 MHz, correspondant à une longueur d'onde autour de $300\ \mu\text{m}$ dans l'eau, présenté dans le

paragraphe 2.1.2. Rappelons qu'il crée une tache de rayon $\ell_x = 0.3$ mm et de longueur $\ell_z = 2$ mm dans la direction verticale.

L'immersion de l'ensemble du dispositif dans de l'eau assure la propagation des ultrasons avec une atténuation faible, et permet également de refroidir le transducteur. Pour éviter tout échauffement du transducteur, nous envoyons des trains d'onde de durée $\tau = 0.5$ s séparés par des temps de repos de 1.5 s, ce qui correspond à un rapport cyclique de 25%, comme représenté sur la figure 4.9. Pendant l'intervalle entre deux trains d'onde successifs, le sédiment a toujours le temps de revenir au repos.

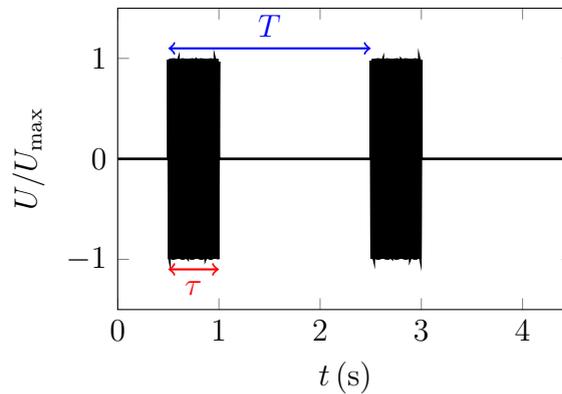


FIGURE 4.9 – Schéma de l'excitation acoustique : des trains d'onde à $f = 5$ MHz de durée $\tau = 0.5$ s sont envoyés sur l'empilement toutes les $T = 2$ s.

Champ de pression dans le milieu granulaire

Tout d'abord, au vu des dimensions relatives de la cellule et de la tache focale, nous supposons que les bords de la cellule n'induisent pas une distorsion conséquente du faisceau acoustique. Nous n'avons toutefois pas moyen de nous en assurer directement, la cellule ne permettant pas d'y faire passer l'aiguille d'un hydrophone.

Quoiqu'il en soit, il est vraisemblable que l'effet des grains sera beaucoup plus notable. En effet, ces derniers présentant un fort contraste acoustique avec l'eau, ils diffusent fortement l'onde ultrasonore, si bien que la structure de la tache focale risque d'être détruite rapidement au cours de la traversée du milieu granulaire.

Afin de quantifier plus précisément la diffusion par les grains, nous plaçons une monocouche de grains sur une membrane à une distance ζ au-dessus du transducteur, dont nous pouvons changer la position, et mesurons le champ de pression derrière la couche de grain à l'aide d'un hydrophone à aiguille de diamètre $40 \mu\text{m}$. La situation est représentée sur la figure 4.10. Nous envoyons alors des trains d'onde de courte durée, afin qu'ils n'induisent pas de mouvement dans la couche de grains. Les données présentées dans ce paragraphe ont été obtenues en juin et juillet 2014, au cours du stage de L3 de Thibaut Minne, étudiant en physique à l'ENS de Lyon.

Pour des grains situés à une distance $\zeta \simeq 2$ mm en dessous de la tache focale, le champ de pression résultant est représenté sur la figure 4.11. Pour comparaison, on se réfère au champ libre présenté sur la figure 2.5. On constate que la structure de la tache focale est fortement déformée et fortement atténuée (d'environ 16 dB) par

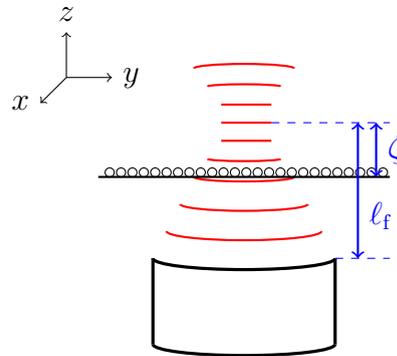


FIGURE 4.10 – On focalise le transducteur à une distance ζ derrière une monocouche de grains reposant sur une membrane et l'on mesure le champ de pression au niveau de la tache focale.

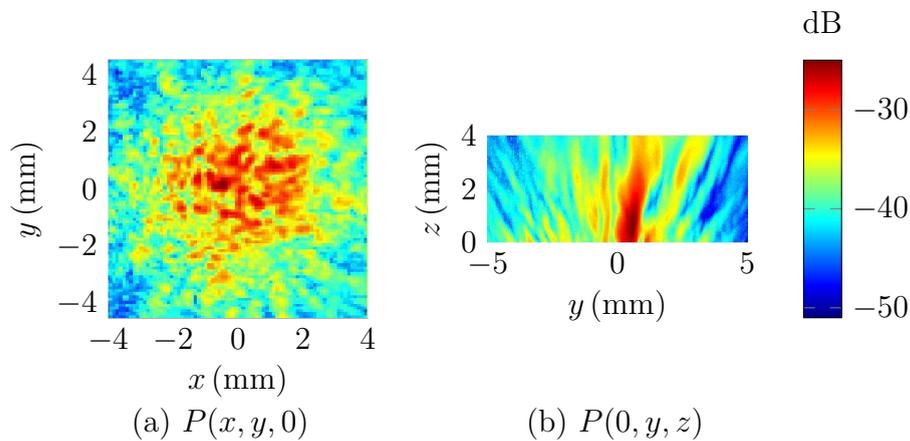


FIGURE 4.11 – On focalise le transducteur à une distance $\zeta \simeq 2$ mm derrière une monocouche de grains reposant sur une membrane et l'on mesure le champ de pression au niveau de la tache focale. L'échelle de couleur correspond au gain $G = 20 \log (P/P_{\text{ref}})$, où P_{ref} correspond à la pression mesurée en l'absence de grains. On constate que l'onde acoustique est notablement diffractée et atténuée par rapport à la situation en l'absence de grains (voir figure 2.5).

rapport au champ mesuré en l'absence de grains. Dans le plan transverse (xy), nous pouvons tracer des profils de pression unidimensionnels $P(x, 0, 0)$ au niveau du point focal : la figure 4.12 présente les profils mesurés pour différentes valeurs de ζ . On observe que la membrane ne modifie quasiment pas la structure de la tache focale et atténue simplement les lobes latéraux du champ de pression. La présence des grains, sans détruire l'existence d'un maximum de pression central, induit en revanche une forte atténuation, d'autant plus marquée que la couche se trouve à proximité de la tache focale.

Ainsi, seuls les grains appartenant aux couches inférieures de l'empilement sont soumis à une pression de radiation acoustique conséquente. On comprend dès lors l'importance du réglage de la position verticale du transducteur pour observer des effets importants : le transducteur doit être focalisé à proximité du bas de la colonne

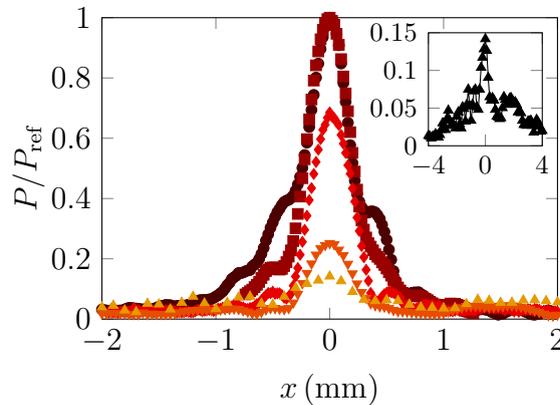


FIGURE 4.12 – Profils de pression unidimensionnels $P(x, 0, 0)$, normalisés par la pression maximale P_{ref} mesurée dans le même plan en l’absence de grains : (\circ) profil libre au niveau de la tache focale, (\square) profil au niveau de la tache focale derrière une membrane de film alimentaire en l’absence de grains, (\diamond) profil au niveau de la tache focale derrière une monocouche de grains située au niveau du transducteur ($\zeta \simeq 20$ mm), (∇) profil au niveau de la tache à une distance $\zeta = 2$ mm au-dessus d’une monocouche de grains, (\triangle et insert) profil 1 mm au-dessus d’une monocouche de grains située au niveau de la tache focale (c’est-à-dire $\zeta = 0$).

granulaire. En outre, notre dispositif de visualisation ne nous permet d’observer que les grains à proximité du bord de la cellule le plus proche de la caméra : nous focalisons le transducteur environ un millimètre derrière la paroi afin d’observer un écoulement plus intense au niveau de la paroi.

Il nous est donc impossible de quantifier précisément la force exercée sur le milieu granulaire. L’intensité de cette force est vraisemblablement proportionnelle à la pression P mesurée au centre de la tache focale pour une onde libre : nous utiliserons donc cette grandeur pour décrire l’intensité de l’excitation acoustique par la suite.

4.2.3 Premières observations expérimentales

Lorsque la pression acoustique est suffisante, on observe une importante recirculation des grains à l’intérieur du sédiment. Nous caractérisons dans un premier temps l’écoulement des grains au cours d’une excitation unique.

Mise en écoulement de l’empilement

À l’aide de la caméra, nous filmons l’empilement granulaire à une cadence de 300 images par seconde durant une excitation ultrasonore d’une durée de 0.5 s à intensité constante. Nous pouvons alors analyser par PIV sur les films obtenus, en utilisant les codes Matlab PIVlab. Il est important de garder à l’esprit que nous observons uniquement l’écoulement à proximité du bord de la cellule. Il faut donc rester prudents dans l’interprétation quantitative des profils de vitesse obtenus.

Nous décidons ainsi de n’exploiter que l’« aire fluidifiée » A_f . Pour la mesurer, nous choisissons tout d’abord un niveau de bruit, dû à l’acquisition et à l’analyse des images,

défini comme égal à la vitesse maximale mesurée par PIV sur un sédiment au repos. Nous comptons alors pour chaque image le nombre de cellules de PIV dont la vitesse est supérieure au niveau de bruit : en multipliant le nombre obtenu par la surface de la cellule de PIV, nous obtenons A_f .

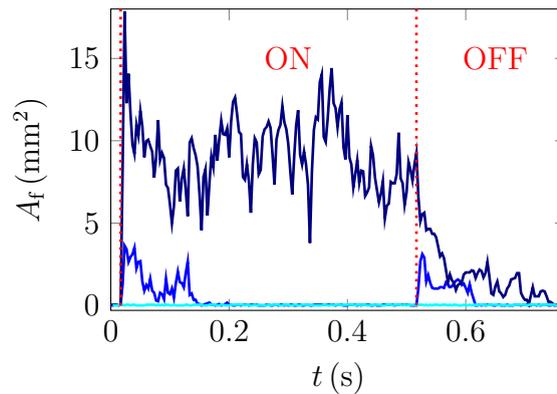


FIGURE 4.13 – Aire fluidifiée en fonction du temps pour $P = 0.27, 0.81$ et 1.2 MPa.

Nous obtenons ainsi l'aire fluidifiée $A_f(t)$ à chaque instant. Le résultat est présenté sur la figure 4.13. À basse intensité acoustique, le sédiment reste au repos. Pour des intensités modérées, quelques réarrangements se produisent et la colonne granulaire est légèrement poussée vers le haut, puis trouve un nouvel état bloqué. Quand les ultrasons sont arrêtés, les grains retombent sur la membrane. Enfin, à haute intensité, un écoulement continu apparaît. Par ailleurs, comme nous le voyons sur la figure 4.14, l'extension de la zone fluidifiée croît avec l'intensité des ultrasons.

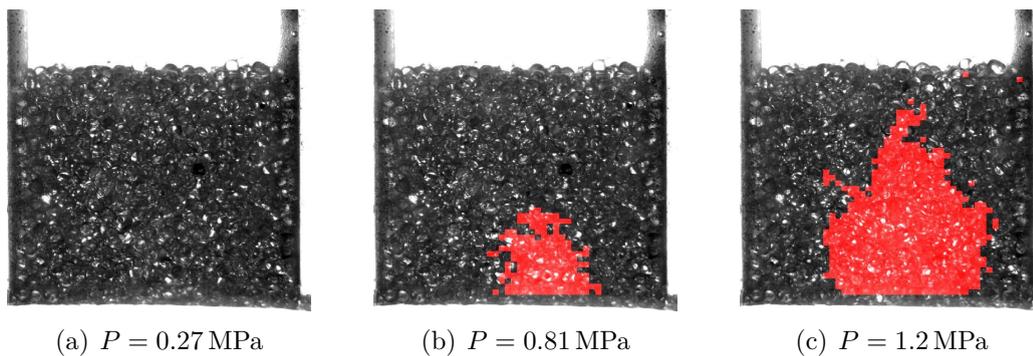


FIGURE 4.14 – À l'image du sédiment, on superpose en rouge la zone fluidifiée au cours de l'excitation ultrasonore pour différentes intensités. La cellule a une largeur de 1 cm.

Interprétation

Il est donc possible de fluidifier un empilement granulaire à l'aide d'ondes acoustiques. Le mouvement induit peut *a priori* résulter de la compétition entre diverses forces : le poids et le frottement entre grains qui s'opposent à la mise en mouvement

d'une part, et la pression de radiation et le streaming acoustique, moteurs de l'écoulement d'autre part. Essayons de quantifier plus précisément l'effet de ces différentes forces.

Comme nous l'avons vu dans le paragraphe 2.2.1, le calcul de la pression de radiation acoustique exercée sur un objet n'est pas aisé, même pour des champs de pression simples. Nous ne prétendons donc pas obtenir une valeur précise de la force de radiation subie par un grain de l'empilement. Calculons la force exercée sur un grain au bas de la colonne granulaire. Un premier ordre de grandeur peut être obtenu en utilisant la formule (2.43) qui donne la pression de radiation Π_{rad} s'exerçant sur une interface plane entre un fluide de densité ρ_f , d'impédance acoustique Z_f et où le son se propage à la vitesse $c_f = Z_f/c_f$, et un milieu d'impédance acoustique Z_o et où le son se propage à la vitesse c_o :

$$\Pi_{\text{rad}} = \left[1 + \left(\frac{Z_f - Z_o}{Z_f + Z_o} \right)^2 - \frac{c_f}{c_o} \frac{4Z_f Z_o}{(Z_f + Z_o)^2} \right] \frac{P^2}{2\rho_f c_f^2}. \quad (4.9)$$

Nous pouvons alors estimer la force exercée sur une sphère de rayon $r = d/2$ comme $F_{\text{rad}} \sim \Pi_{\text{rad}} \pi r^2$. Pour une bille de verre ($\rho_o = 2.5 \times 10^3 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$, $c_o = 5600 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$) de rayon $r = 400 \mu\text{m}$ dans de l'eau ($\rho_f = 1.0 \times 10^3 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$, $c_f = 1500 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$), nous obtenons pour $P = 1 \text{ MPa}$ une force $F_{\text{rad}} \simeq 2 \times 10^{-4} \text{ N} \simeq 26mg$, avec m le poids d'un grain et g l'intensité de la pesanteur.

Cette estimation est bien entendue simpliste du point de vue acoustique. Nous pouvons la raffiner en utilisant la formule (2.44) : nous obtenons alors $F_{\text{rad}} \simeq 1.9 \times 10^{-5} \text{ N} \simeq 2.9mg$ avec les paramètres utilisés dans l'estimation précédente. Cependant, comme nous l'avons vu, le calcul est fait pour une bille seule, située exactement au point focal du transducteur et en négligeant la viscosité. Nous retiendrons que l'ordre de grandeur de la force exercée sur un grain au bas de l'empilement est de l'ordre du poids d'un grain.

Nous avons montré dans le paragraphe 2.2.2 que l'onde acoustique, du fait de son absorption par l'eau, induit en outre un écoulement de *streaming* de vitesse \vec{v}_s [Lighthill78]. En modélisant la tache focale par un cylindre de rayon ℓ_x et de longueur ℓ_z , loin de tout obstacle, nous avons obtenu la formule (2.57), donnant la vitesse de *streaming* au point focal

$$v_s = \frac{\omega^2 \ell_x^2}{2\rho_f^2 c_f^5} \left(\frac{1}{3} + \frac{\zeta}{4\eta} \right) \ln \left[\frac{\sqrt{4\ell_x^2 + \ell_z^2} + \ell_z}{\sqrt{4\ell_x^2 + \ell_z^2} - \ell_z} \right] P^2 \quad (4.10)$$

où $\omega = 2\pi f$ est la pulsation de l'onde, et η et ζ sont respectivement les viscosités de cisaillement et de compression du fluide. Dans notre expérience, $f = 5 \text{ MHz}$, $\ell_x = 0.3 \text{ mm}$ et $\ell_z = 2 \text{ mm}$ ce qui donne une vitesse typique dans de l'eau $v_s \simeq 2 \text{ cm} \cdot \text{s}^{-1}$.

En conséquence de cet écoulement, deux forces vont s'exercer sur les grains :

- d'une part, une force de traînée visqueuse que nous estimons, le nombre de Reynolds à l'échelle du grain $\text{Re} = \rho_f v_s r / \eta$ étant de l'ordre de l'unité, *via* la relation de Stokes $F_{\text{visc}} = 6\pi r \eta v_s \simeq 1 \times 10^{-7} \text{ N} \simeq 0.03mg$,
- d'autre part une force inertielle due à un terme de masse ajoutée [Maxey83] $F_{\text{inert}} = 3m_f \|(\vec{v}_s \cdot \vec{\nabla}) \vec{v}_s\| \sim 3m_f v_s^2 / 2\ell_z$, où m_f correspond à la masse de fluide déplacée par la sphère : dans les conditions de l'expérience, nous obtenons $F_{\text{inert}} \simeq 1 \times 10^{-7} \text{ N} \simeq 0.02mg$.

Ainsi, les forces dues au *streaming* acoustique sont négligeables devant la pression de radiation. Cette hiérarchie est en outre probablement nettement plus marquée puisque la formule (4.10) est obtenue en l'absence de tout obstacle. Or, la présence de la membrane au bas de la cellule et des grains limite fortement la mise en place de l'écoulement et nous surestimons par conséquent F_{visc} et F_{inert} . Notons enfin que l'on a $F_{\text{rad}} \sim P^2$, $F_{\text{visc}} \sim P^2$ et $F_{\text{inert}} \sim P^4$: pour les pressions considérées dans nos expériences, la pression de radiation acoustique reste la force dominante, les forces ayant été calculées pour une pression proche de la valeur maximale accessible à notre transducteur.

Nous pouvons donc expliquer la mise en écoulement du sédiment granulaire : sous l'effet de la pression de radiation, les grains situés au fond de l'empilement sont poussés vers le haut et induisent le déblocage puis une recirculation du reste de l'empilement. Notons que le milieu granulaire reste toujours dense à proximité de la tache focale avec les billes de verres, contrairement à ce que nous évoquerons dans le paragraphe 4.6.4 pour des billes de polystyrène.

4.3 Principe des simulations numériques

4.3.1 Dynamique moléculaire

Les progrès de la miniaturisation des composants électroniques a permis au cours des dernières décennies une impressionnante amélioration des capacités de calcul numérique. L'outil informatique permet, grâce à des méthodes adéquates, une résolution approchée suffisamment précise d'équations ou de systèmes d'équations différentielles pour effectuer de véritables expériences numériques pour des systèmes dont les équations constitutives sont connues.

Pour la simulation de dynamique des fluides, on peut distinguer deux types de méthodes : d'une part, des approches de type milieu continu, pour lesquelles on tâche de résoudre les équations décrivant l'échelle mésoscopique (équations d'Euler, de Navier-Stokes, etc.), et d'autre part, les approches de dynamique moléculaire [Allen87], intégrant directement les équations de la dynamique à l'échelle microscopique.

Afin de rendre compte de nos observations, nous avons décidé d'utiliser un code de dynamique moléculaire de sphères déformables adapté au cas des milieux granulaires [Wolf96], permettant la description de situations variées pour de grandes assemblées de grains en un temps de simulation raisonnable. À chaque pas de temps de la simulation, nous intégrons les équations du mouvement de chaque grain afin d'obtenir sa trajectoire, et nous avons ainsi accès à chaque instant à la position et à la vitesse de chaque grain, ainsi qu'aux diverses forces auxquelles il est soumis.

Plus précisément, nous considérons une assemblée tridimensionnelle de N grains, indexés par un entier $i \in \llbracket 1, N \rrbracket$, de rayons a_i aléatoires tirés selon une loi uniforme sur un intervalle centré sur 1. La polydispersité résultante, contrôlée par la largeur de l'intervalle, permet d'éviter la cristallisation de l'empilement. Les grains sont contenus dans une boîte rigide de dimension $L \times W \times H$.

À chaque pas de temps, nous commençons par calculer la force exercée sur chaque grain. Outre une éventuelle force extérieure (comme la pesanteur par exemple), un grain subit des forces de la part des grains ou des murs avec lesquels il est en contact.

Il nous faut donc déterminer quelles collisions se produisent. Naïvement, il faudrait calculer toutes les distances $\|\vec{r}_i - \vec{r}_j\|$ entre couples de grains (i, j) et trouver la force associée chaque fois que la séparation est inférieure à $a_i + a_j$. Cela représente $N(N-1)/2$ distances à calculer, ce qui ralentit inutilement la simulation, le nombre de contacts réels étant nettement inférieur⁽¹⁾.

Afin d'augmenter l'efficacité du code, nous utilisons la méthode des cellules liées. Nous quadrillons l'espace de simulation avec une grille de pas $2.5\langle a \rangle$, légèrement supérieur au diamètre d'un grain, et attribuons à chaque grain une des cellules de cette grille : deux grains ne peuvent entrer en collision que s'ils sont dans la même cellule ou dans des cellules voisines. Nous créons donc deux objets : un tableau tridimensionnel \mathcal{T} de taille $N_x \times N_y \times N_z$ correspondant au nombre de cellules dans chaque dimension, et une liste L de taille N , dont toutes les valeurs sont initialisées à 0. Pour chaque grain, nous commençons par calculer dans quelle cellule (n_x, n_y, n_z) il se trouve :

- si $\mathcal{T}(n_x, n_y, n_z) = 0$, la cellule est vide, et nous lui attribuons alors la valeur i : $\mathcal{T}(n_x, n_y, n_z) = i$.
- si un grain $k < i$ est déjà placé dans cette cellule, $\mathcal{T}(n_x, n_y, n_z) = k$: nous attribuons alors $L[i] = k$ et remplaçons la valeur de la cellule par $\mathcal{T}(n_x, n_y, n_z) = i$.

Dès lors, à la fin de la boucle, il est simple de connaître quels grains se trouvent dans la cellule (n_x, n_y, n_z) : il suffit de regarder la valeur de $\mathcal{T}(n_x, n_y, n_z)$, puis de remonter la liste L. Pour trouver les collisions que le grain i peut subir, on regarde dans quelle cellule il se trouve, puis on calcule la distance le séparant des grains de la même cellule ou des cellules adjacentes. De la sorte, il n'y a besoin que de calculer quelques distances (une dizaine typiquement) pour chaque grain, réduisant considérablement la complexité algorithmique du code, en particulier pour un grand nombre de particules.

Une fois les collisions détectées, il nous faut calculer les forces associées. Avant de rentrer dans le détail du modèle de force utilisé pour les simulations de milieux granulaires, achevons la description de l'algorithme. Le mouvement de chaque grain est régi par l'équation de Newton

$$m_i \frac{d^2 \vec{r}_i}{dt^2} = \sum_{j \neq i} \vec{F}_{j/i} + \vec{F}_i^{\text{ext}} \equiv \vec{F}_i \quad (4.11)$$

où $\vec{F}_{j/i}$ représente la force exercée par le grain j sur le grain i , non-nulle seulement si les deux grains sont en collision, et \vec{F}_i^{ext} représente les forces extérieures appliquées au grain i , incluant également la force exercée par une paroi avec laquelle le grain serait en contact. Nous pouvons effectuer les développements limités suivants

$$\begin{cases} \vec{r}_i(t + dt) = \vec{r}_i(t) + \partial_t \vec{r}_i(t) dt + \partial_t^2 \vec{r}_i(t) \frac{dt^2}{2} + \partial_t^3 \vec{r}_i(t) \frac{dt^3}{6} + \mathcal{O}(dt^4) \\ \vec{r}_i(t - dt) = \vec{r}_i(t) - \partial_t \vec{r}_i(t) dt + \partial_t^2 \vec{r}_i(t) \frac{dt^2}{2} - \partial_t^3 \vec{r}_i(t) \frac{dt^3}{6} + \mathcal{O}(dt^4) \end{cases} \quad (4.12)$$

d'où, en sommant ces deux équations et en utilisant (4.11),

$$\vec{r}_i(t + dt) = 2\vec{r}_i(t) - \vec{r}_i(t - dt) + \frac{\vec{F}_i}{m_i} dt^2 + \mathcal{O}(dt^4). \quad (4.13)$$

(1). Pour un empilement monodisperse tridimensionnel, la coordonnée maximale est de 12, soit beaucoup moins que $N(N-1)/2$.

Cette méthode d'intégration, dite de Verlet, nous permet, connaissant les positions des grains aux temps t et $t - dt$, d'approximer leurs positions au pas de temps ultérieur $t + dt$ avec une erreur d'ordre quartique en le pas de temps. Il nous reste à initialiser le système : pour ce faire, nous répartissons les grains sur un réseau cubique de pas supérieur de 25% au diamètre moyen d'un grain, avec un léger bruit aléatoire, et leur donnons une vitesse initiale nulle. Nous laissons alors les grains sédimenter sous l'effet de la gravité, modélisée par une force constante appliquée à chaque grain, et obtenons ainsi un empilement initial aléatoire et dense.

Jusqu'ici, la description de l'algorithme de dynamique moléculaire n'est pas spécifique aux systèmes granulaires : il peut s'appliquer tel quel à tout système particulaire à interactions de contact. Si les interactions entre particules sont à courte portée, la méthode des cellules liées devient approximative mais reste viable tant que la taille des cellules est supérieure à la portée des interactions.

4.3.2 Interactions entre grains

Rentrons maintenant dans la spécificité des matériaux granulaires [Schafer96, Wolf96]. Nous avons décrit dans le paragraphe 4.3.2 les interactions de contact existant entre les grains. Pour un contact entre deux grains i et j donnés, la force considérée comporte une composante normale au plan de contact, liée à l'élasticité et à la dissipation dans le grain, et une composante tangentielle, due au frottement solide : $\vec{F}_{j/i} = \vec{f}_n + \vec{f}_t$.

Force normale

La force normale élastique exercée entre deux sphères déformables est donnée par la loi de contact de Hertz $f_n \sim \delta^{3/2}$ où $\delta = (a_i + a_j) - \|\vec{r}_i - \vec{r}_j\|$ est l'interpénétration entre les deux sphères, à laquelle il faut ajouter une composante dissipative, liée par exemple à des déformations plastiques à l'intérieur des grains. Un tel modèle est complexe à mettre en oeuvre, et nous préférons représenter la force normale par un oscillateur harmonique amorti

$$f_n = -\kappa\delta - \gamma\dot{\delta} \quad (4.14)$$

où κ représente un coefficient de raideur élastique et γ un coefficient de dissipation visqueuse. Rappelons que lors d'une collision, $\delta = (a_i + a_j) - \|\vec{r}_i - \vec{r}_j\|$ est positif.

Le choix de cette force impose la durée des collisions : en effet, l'équation régissant l'interpénétration de deux sphères au cours d'une collision s'écrit

$$\frac{m}{2}\ddot{\delta} + \gamma\dot{\delta} + \kappa\delta = 0 \quad (4.15)$$

le facteur $m/2$ provenant du fait que l'on se place dans le référentiel barycentrique des deux grains. Donc dans le cas considéré d'une dissipation suffisamment faible, où $\gamma < \sqrt{\kappa m/2}$, nous avons

$$\delta(t) = a_0 \exp\left(-\frac{\gamma t}{m}\right) \sin\left[\sqrt{\frac{2\kappa}{m} - \left(\frac{\gamma}{m}\right)^2} t\right] \quad (4.16)$$

en imposant que le choc commence à $t = 0$. Ainsi, le temps de collision, durée séparant deux annulations successives de δ , et le coefficient de restitution, rapport des vitesses avant et après le choc, valent respectivement

$$\Delta t_{\text{coll}} = \pi \sqrt{\frac{m}{2\kappa}} \left(1 - \frac{\gamma^2}{2m\kappa}\right)^{-1/2} \quad (4.17)$$

$$e = \exp\left(-\frac{\gamma \Delta t_{\text{coll}}}{m}\right) = \exp\left(-\frac{\pi}{\sqrt{1 - \frac{\gamma^2}{2m\kappa}}}\right). \quad (4.18)$$

La durée de collision contraint le choix du pas de temps : afin de résoudre correctement les interactions entre grains, il est nécessaire de choisir $dt \ll \Delta t_{\text{coll}}$. Afin de satisfaire à cette condition tout en conservant un temps de calcul raisonnable, nous simulons généralement des grains notablement plus mous que ceux considérés dans l'expérience. Néanmoins, l'interpénétration maximale observée pour nos simulations $\delta_{\text{max}} \simeq 0.8\langle a \rangle$ reste inférieure au rayon des grains.

Force tangentielle

Il nous reste à rendre compte de la composante tangentielle de frottement solide entre grains. Notons $\vec{v}_g = v_g \vec{t}$ la vitesse de glissement. La force de frottement tangentielle est déterminée par la loi de Coulomb, présentée sur la figure 4.15(a) :

$$\begin{cases} \vec{f}_t = -\mu_d f_n \vec{t} & \text{si } v_g \neq 0 \\ \|\vec{f}_t\| \leq \mu_s \|\vec{f}_n\| & \text{si } v_g = 0 \end{cases} \quad (4.19)$$

où μ_s et μ_d sont respectivement les coefficients de frottement statique et dynamique du matériau. *A priori* différents, ils sont à l'origine de phénomènes d'hystérèse et de l'instabilité de collé-glissé. Nous négligerons cependant ce problème dans la suite, considérerons qu'ils sont égaux et les noterons μ . Un autre problème persiste cependant : la force tangentielle au repos est indéterminée, dépendant de l'histoire du contact considéré. Afin de pallier cette difficulté, il est par exemple possible de régulariser la loi de Coulomb, comme présenté sur la figure 4.15(b), en raccordant les zones à vitesse de glissement positive et négative par un segment de pente finie à faible vitesse de glissement. Cependant, une telle approximation ne permet pas de rendre compte de l'existence de frottements dans un empilement statique.

Une solution plus satisfaisante est proposée par le modèle de Cundall [Cundall79]. En notant $u_t = \int v_g dt$ le déplacement tangentiel d'un grain par rapport à l'autre, on modélise la force par un ressort tangentiel de raideur k_t avec une saturation de la force donnée par la loi de Coulomb, soit

$$\vec{f}_t = -\min(k_t u_t, \mu f_n) \vec{t}. \quad (4.20)$$

4.3.3 Modélisation de l'expérience

Forces subies par les grains

Nous avons présenté dans le paragraphe 4.3.2 la façon dont nous modélisons l'interaction entre les grains. Nous traitons de la même façon les collisions entre les grains et

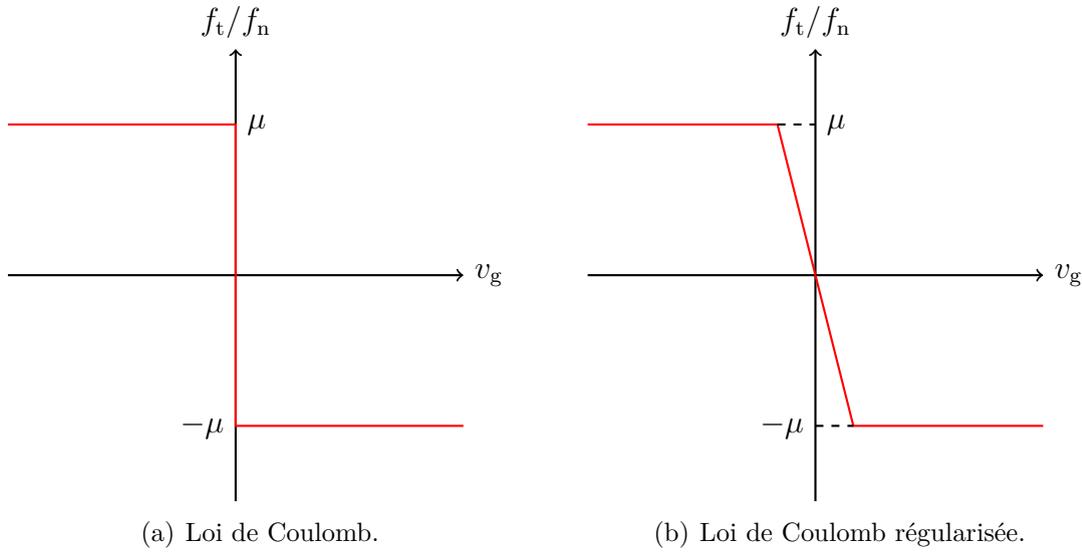


FIGURE 4.15 – Modèles de frottement solide.

la paroi du domaine de simulation, en considérant la paroi comme un grain immobile, avec les mêmes coefficients de frottement. Une force aisée à ajouter est la pesanteur, prise comme une force constante agissant sur chaque grain, proportionnelle à sa masse.

Nous faisons le choix de simuler des grains secs, ce qui est discutable, puisque le fluide exerce une force de traînée visqueuse sur les grains. *A minima*, nous pourrions supposer le fluide immobile et introduire une force de Stokes sur chaque grain, mais cela ajoute un nouveau paramètre à la simulation, la viscosité du fluide. De plus, pour obtenir un modèle réaliste, il nous faudrait également simuler la mise en mouvement du fluide, ce qui nécessiterait un code beaucoup plus sophistiqué. Par souci de simplicité, nous allons donc considérer que le seul rôle du fluide dans nos expériences est de permettre la transmission des ultrasons.

Enfin, il nous faut modéliser la pression de radiation acoustique. Une modélisation réaliste devrait prendre en compte la modification du champ de pression par la présence des grains, dont nous avons vu qu'elle était importante dans le paragraphe 4.2.2. Cependant, modéliser un tel couplage est difficile : nous nous trouvons dans le régime où la taille des grains est comparable à la longueur d'onde des ondes, pour lequel la description de l'interaction avec l'onde est incertaine. Nous préférons donc à nouveau conserver un modèle le plus simple possible, et considérons la pression de radiation acoustique comme une force appliquée à chaque grain, d'intensité spatialement inhomogène. Nous adoptons une force de répartition gaussienne

$$\vec{F}_{\text{rad}} = F \exp\left(-\frac{x^2}{2\sigma_x^2}\right) \exp\left(-\frac{y^2}{2\sigma_y^2}\right) \exp\left(-\frac{z^2}{2\sigma_z^2}\right) \vec{e}_z \quad (4.21)$$

représentée sur la figure 4.16. Dans la direction transverse, nous choisissons une extension spatiale $\sigma_x = \sigma_y = d$ comparable aux dimensions de la tache focale. Dans la direction de propagation, nous avons vu que seuls les grains des couches inférieures de la colonne subissent une pression de radiation conséquente : nous choisissons $\sigma_z = 2.5d$ afin de rendre compte de cet effet.

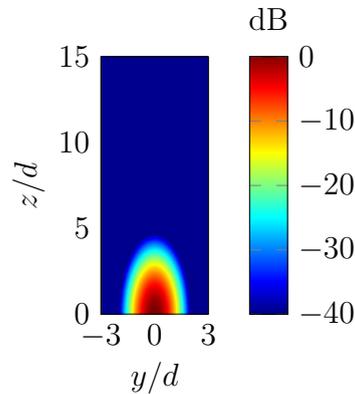


FIGURE 4.16 – Champ de force à répartition gaussienne modélisant l’effet de la pression de radiation acoustique dans la simulation.

Afin de comparer les résultats numériques et expérimentaux, nous définissons $P_{\text{DEM}} = \sqrt{F}$ comme une pression, attendu que la force de radiation acoustique est proportionnelle au carré de la pression comme nous l’avons vu dans le paragraphe 2.2.1.

Protocole de simulation

Tout d’abord, les grains sont disposés sur un réseau cubique de pas supérieur à la taille du grain, avec un bruit aléatoire, et nous les laissons sédimenter sous l’effet de la gravité. L’empilement obtenu est désordonné, avec une compacité ϕ typiquement comprise entre 0.55 et 0.65, comme représenté sur la figure 4.17.

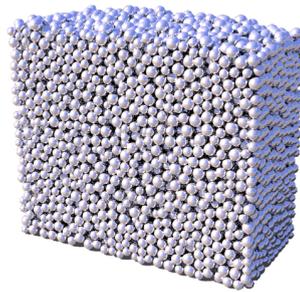


FIGURE 4.17 – Image de l’empilement granulaire initial.

Nous ajoutons ensuite la force de radiation F_{rad} pendant un temps t_{US} avant de laisser le sédiment reposer pendant le même temps. Divers protocoles seront envisagés dans la suite : l’évolution du système pendant une unique excitation d’intensité F donnée (paragraphe 4.3.4), pour une succession d’excitations à la même intensité (paragraphe 4.4.1), ou pour des excitations successives dont l’amplitude est cyclée (paragraphe 4.4.2).

Choix des paramètres numériques

Avant de lancer une simulation, il est nécessaire de déterminer de multiples paramètres. Tout d’abord, nous choisissons les dimensions de l’espace de simulation comme

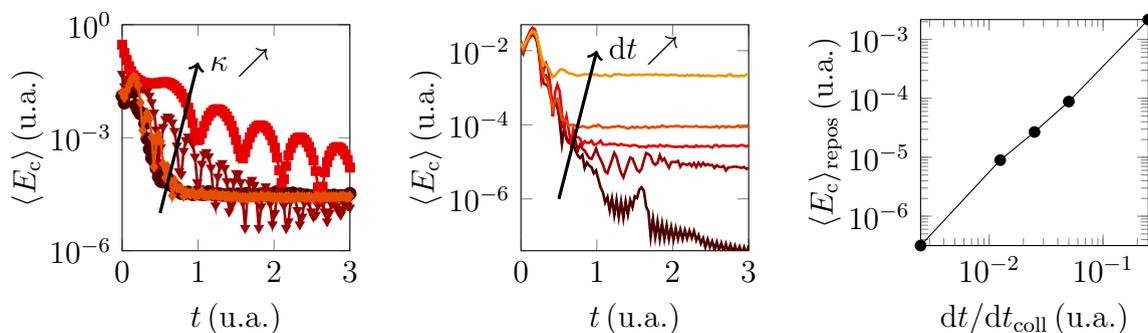
$(L, W, H) = (10, 20, 50)d$, comparables aux dimensions de la cellule dans l'expérience, et nous simulons $N = 7500$ grains, de façon à ce que le sédiment au repos forme une colonne de hauteur approximative $20d$, là encore comparable à l'expérience.

Nous considérons des grains de diamètres choisis uniformément entre 0.8 et 1.2, assurant un diamètre moyen $d = 1$ et un écart-type de $0.11d$. Nous ne tenons pas compte de la population de petits grains observés sur la figure 4.7 dont nous avons dit qu'elle était surestimée, et prenons une polydispersité comparable à celle de la population de gros grains.

Comme nous l'avons mentionné plus haut, le pas de temps dt de la simulation doit être choisi inférieur au temps de collision Δt_{coll} qui dépend de κ : pour diminuer la durée de la simulation, il est profitable de choisir une raideur faible. Cependant, lorsque la raideur est trop faible, on peut observer la propagation d'ondes acoustiques dans l'empilement granulaire, se traduisant par des oscillations de diverses grandeurs, et on obtient de fortes valeurs de l'interpénétration δ des grains. Afin d'illustrer ce phénomène, considérons la relaxation de la colonne granulaire après avoir appliqué la force F_{rad} pendant t_{US} . Nous pouvons par exemple considérer l'évolution au cours du temps de l'énergie cinétique moyenne de l'empilement, définie par

$$\langle E_c \rangle = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \frac{m_i \vec{v}_i^2}{2} \quad (4.22)$$

où \vec{v}_i désigne la vitesse du grain i . Comme on le voit sur la figure 4.18(a), quand κ diminue, des oscillations de plus en plus lentes apparaissent. Le choix du coefficient d'amortissement γ intervenant dans la force tangentielle est quant à lui contraint par la nécessité de se placer dans un régime suramorti $\gamma < \sqrt{m\kappa}/2$, pour m et κ fixés. En prenant $\gamma = 10$, $m = 1$ et $\kappa = 10^4$ quelques oscillations sont observables mais s'atténuent rapidement. Le temps de collision associé vaut alors $dt_{\text{coll}} = 0.02$ et le coefficient de restitution, $e = 0.80$.



(a) Relaxation de l'énergie cinétique de l'empilement après application de la force F_{rad} : $\kappa = 5 \times 10^4$ (\circ), 10^4 (\diamond), 10^3 (∇), 10^2 (\square) pour $m = 1$, $\gamma = 10$ et $dt = dt_{\text{coll}}/40$. (b) Relaxation de l'énergie cinétique de l'empilement après application de la force F_{rad} : de bas en haut, $dt = dt_{\text{coll}}/\alpha$ avec $\alpha = 400, 80, 40, 20, 4$ pour $m = 1$, $\gamma = 10$ et $\kappa = 10^4$. (c) Énergie cinétique de l'empilement au repos en fonction du pas de temps dt .

FIGURE 4.18 – Choix des paramètres de simulation.

Il nous faut également choisir le pas de temps dt : il est nécessaire qu'il soit inférieur au temps de collision, mais il est avantageux de le choisir le plus grand possible pour limiter le temps de simulation. Comme on le constate sur les figures 4.18(b) et 4.18(c), l'énergie cinétique dans l'empilement au repos $\langle E_c \rangle_{\text{repos}}$, qui reflète le niveau de bruit numérique de la simulation, augmente avec dt . Nous choisissons pour la suite $dt = 5 \times 10^{-4} = dt_{\text{coll}}/40$.

Nous devons ensuite déterminer le coefficient de frottement μ , dont nous rappelons qu'il a été choisi identique pour les interactions entre grains ou avec les murs. La plupart des résultats présentés par la suite correspondent à $\mu = 0.1$. Il s'agit d'un choix arbitraire, qui peut sembler un peu faible puisqu'il correspondrait à un angle de repos $\arctan \mu \simeq 5^\circ$. Cependant, il ne s'identifie pas en réalité avec le coefficient de frottement macroscopique du matériau granulaire μ_{macro} [daCruz05, Taberlet07] : μ_{macro} augmente doucement avec μ , et seul le cas $\mu = 0$ est singulier. L'expérience est en outre réalisée dans l'eau. Notre choix n'est donc pas déraisonnable.

Enfin, nous choisissons pour le frottement solide une constante de raideur $k_t = 3300$, en accord avec les préconisations de [Schafer96]. Ce jeu de paramètres a été utilisé dans un code reposant sur le même principe pour simuler l'effet de cycles de températures sur une colonne granulaire [Percier13b].

L'ensemble du code est écrit en langage C. Il a été adapté d'un code initialement écrit par Nicolas Taberlet, avec l'aide de ce dernier.

4.3.4 Résultats des simulations

Nous étudions tout d'abord le mouvement des grains résolu en temps au cours d'une excitation unique. Nous connaissons la vitesse de chaque grain à chaque pas de temps et nous avons estimé le bruit numérique précédemment : nous pouvons donc compter à chaque instant la fraction de grains dont la vitesse excède le niveau de bruit $\sqrt{\langle E_c \rangle_{\text{repos}}/m}$. Cela nous permet de définir un volume fluidifié V_f au cours du temps. Les résultats obtenus pour différentes valeurs de P_{DEM} sont représentés sur la figure 4.19.

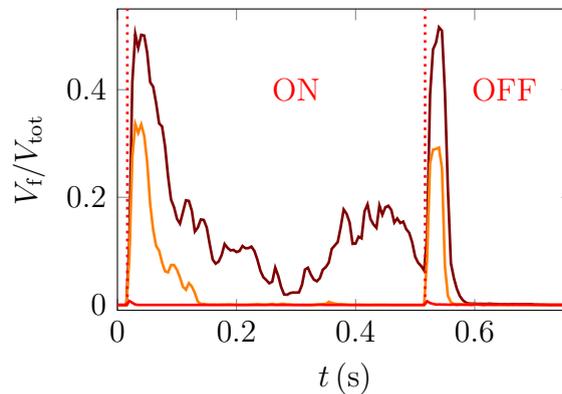


FIGURE 4.19 – Volume fluidifié V_f normalisé par le volume total des grains V_{tot} en fonction du temps pour $P_{\text{DEM}} = 4.4, 9.5$ et 11 , de bas en haut.

Nous retrouvons, en changeant l'intensité de la force acoustique, les trois régimes

observés dans l'expérience et décrits dans le paragraphe 4.2.3, avec l'existence d'un seuil pour la fluidification de l'empilement. Notons cependant que, contrairement à l'expérience où aucun mouvement n'est détectable à très basse amplitude d'excitation, nous observons toujours un mouvement, même léger, des grains dans la simulation. Cela peut tout d'abord être dû au fait que nous ne voyons dans l'expérience que les grains au voisinage immédiat de la paroi, et nous ne pouvons donc exclure l'existence de légers réarrangements plus en profondeur dans l'empilement. Par ailleurs, la présence du fluide dans l'expérience contribue vraisemblablement à limiter la mise en mouvement du matériau.

La simulation nous permet d'avoir un aperçu quantitatif du profil de vitesse à l'intérieur du milieu granulaire. Nous représentons sur la figure 4.20 le profil de vitesse lagrangien dans une tranche au centre de la cellule, moyenné sur la durée de l'excitation, ainsi que le contour de la zone fluidifiée.

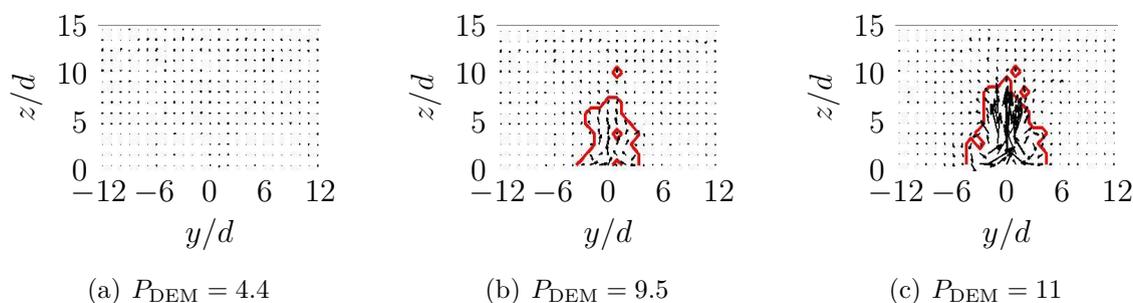


FIGURE 4.20 – Profil de vitesse dans une tranche au centre de la cellule, moyenné sur la durée de l'excitation. La zone fluidifiée est entourée en rouge.

Nous constatons que les écoulements obtenus par la simulation numérique sont en accord qualitatif avec les observations expérimentales.

Une analyse résolue en temps de l'état de contrainte de l'empilement au cours d'une excitation serait intéressante : nous pourrions ainsi tester dans cette configuration les prédictions de la rhéologie locale présentée dans le paragraphe 4.1.3.

4.4 Caractéristiques de la fluidification

À travers les premières expériences et simulations précédentes, nous avons vu qu'au-dessus d'une pression seuil, la pression de radiation acoustique permet de débloquer et de fluidifier un empilement granulaire, puis nous avons caractérisé l'écoulement induit. Dans ce paragraphe, nous nous intéressons aux caractéristiques physiques sous-jacentes à cette transition en nous efforçant de décrire l'état du milieu granulaire. Pour cela, nous utilisons deux protocoles distincts qui nous permettent de mettre en évidence des phénomènes d'hystérèse et d'intermittence associés à la fluidification de l'empilement.

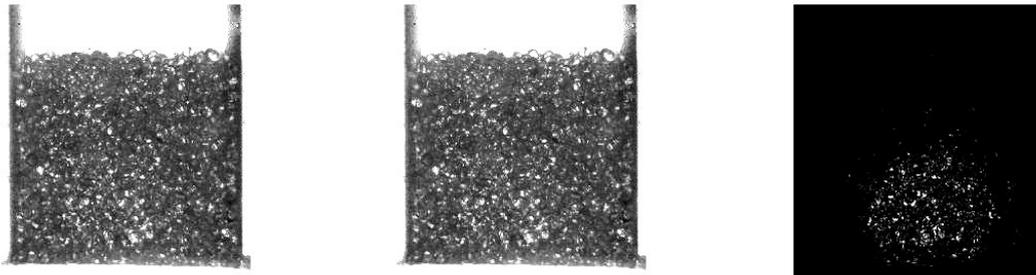
4.4.1 Intermittence

Protocole

Dans un premier temps, nous envoyons des séries d'excitations à amplitude constante sur le sédiment, préalablement compacté par deux cycles d'amplitude consécutifs (voir paragraphe 4.4.2). Rappelons que l'excitation ultrasonore dure 0.5 s et qu'elle est suivie d'un temps de repos de 1.5 s au cours duquel l'empilement retombe sur la membrane et retourne dans un état statique. Nous numérotions les excitations par un indice n_p , plus pertinent ici que le temps écoulé.

Filmer le sédiment au cours de l'excitation ultrasonore génère des fichiers volumineux, et les données obtenues sont longues à traiter par PIV. Afin d'obtenir une statistique suffisante sur nos expériences, nous utilisons ici une autre méthode, plus rapide, pour déterminer l'aire fluidifiée, dont nous testerons la pertinence quantitative dans le paragraphe 4.4.2.

Nous prenons des photographies de l'empilement entre chaque excitation ultrasonore : en effectuant la différence (figure 4.21(c)) de l'image après (figure 4.21(b)) et avant l'excitation (figure 4.21(a)), nous pouvons repérer les zones où un mouvement a eu lieu. En comptant sur la différence le nombre de pixels d'intensité supérieure au niveau de bruit, déterminé à partir des fluctuations d'intensité lumineuse pour des images du sédiment au repos, nous obtenons l'aire totale fluidifiée A au cours de l'excitation.



(a) Image de l'empilement avant excitation. (b) Image de l'empilement après excitation ($P = 1.2$ MPa). (c) Différence entre les deux images.

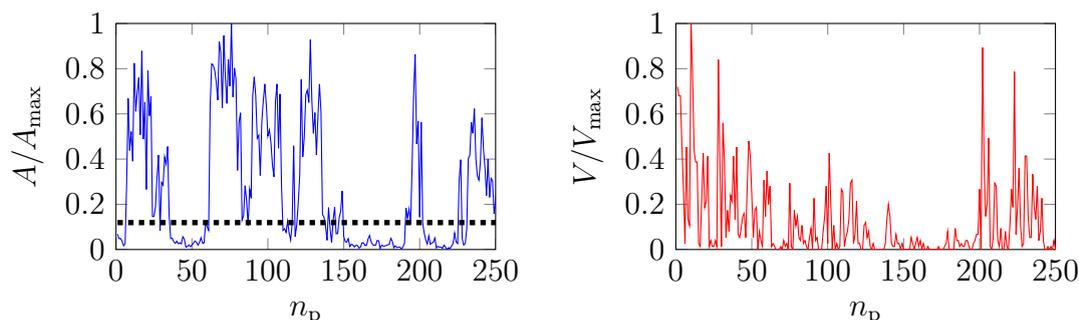
FIGURE 4.21 – Illustration de la méthode de différence d'images.

Nous pouvons reproduire numériquement ce type de protocole. Nous avons constaté que, contrairement à l'expérience, des cycles d'amplitude n'induisent pas de compaction notable de l'empilement simulé : nous ne commençons donc pas les simulations par deux cycles préalables. L'expérience numérique nous donne accès à la position de chaque grain à chaque instant. Afin d'obtenir une observable comparable, nous définissons le volume fluidifié V par une excitation donnée comme le volume occupé par les grains ayant bougé sur une distance supérieure à leur diamètre entre les états au repos avant et après excitation.

Résultats

Que ce soit dans l'expérience (figure 4.22(a)) ou dans la simulation (figure 4.22(b)), pour des amplitudes de pression « intermédiaires » ($P \simeq 0.7 - 1$ MPa dans l'expé-

rience, $P_{\text{DEM}} \simeq 9.5 - 10.5$ dans la simulation), on constate que la fluidification est intermittente.



(a) Exemple d'intermittence pour l'expérience, pour $P = 0.83$ MPa. (b) Exemple d'intermittence pour la simulation, pour $P_{\text{DEM}} = 10$ MPa.

FIGURE 4.22 – Exemples de signaux intermittents dans l'expérience et la simulation, respectivement l'aire fluidifiée A et le volume fluidifié V . On normalise les signaux par leur valeur maximale (respectivement A_{max} et V_{max}). L'indice n_p désigne le nombre d'excitations qui ont été appliquées à l'empilement.

À partir de signaux comme ceux présentés sur la figure 4.22, il est possible, en choisissant un seuil, de mesurer la fraction ϕ d'excitations ayant induit une fluidification. Le seuil choisi pour les données expérimentales est tracé en pointillés sur la figure 4.22(a), il correspond au triple du niveau de bruit observé pour un sédiment au repos. Pour la simulation, nous considérons qu'une excitation a fluidifié le sédiment si au moins deux grains se sont déplacés sur une distance supérieure à leur diamètre. L'évolution de ϕ avec l'amplitude des ultrasons est tracée sur la figure 4.23. Nous nous sommes assurés qu'une modification raisonnable des seuils choisis ne modifie pas notablement la courbe obtenue.

La courbe expérimentale correspond à une moyenne effectuée sur les données résultant de différents remplissages de la cellule (toujours sur une hauteur approximative de 1 cm) et différents réglages de la position du transducteur, ainsi que sur différents protocoles incluant un temps de repos plus ou moins long après les cycles de compaction initiaux. L'intermittence observée est indépendante du bruit mécanique extérieur, certaines données ayant été obtenues en journée avec la présence de personnes dans la pièce, et d'autres ayant été obtenues de nuit.

On constate qu'à haute intensité ultrasonore ($P > 1$ MPa ou $P_{\text{DEM}} > 10.5$), toutes les excitations ultrasonores fluidifient le matériau ($\phi \simeq 1$), alors qu'il reste au repos ($\phi \simeq 0$) à basse intensité ($P < 0.5$ MPa ou $P_{\text{DEM}} < 9$). Pour des intensités intermédiaires, la fluidification est intermittente. Il y a donc un accord qualitatif entre la simulation et les expériences. Nous ne pouvons pas comparer les données quantitativement en l'absence de lien exact entre P_{DEM} et P : les échelles de la figure 4.23 ont été décalées de façon *ad hoc* afin de faire grossièrement coïncider les deux courbes. En particulier, leurs zéros ne coïncident pas, ce qui n'est pas physique. Cependant, des simulations préliminaires ont montré que l'intermittence persiste pour d'autres valeurs du coefficient de frottement μ , mais se décale vers les forces plus importantes : des simulations menées

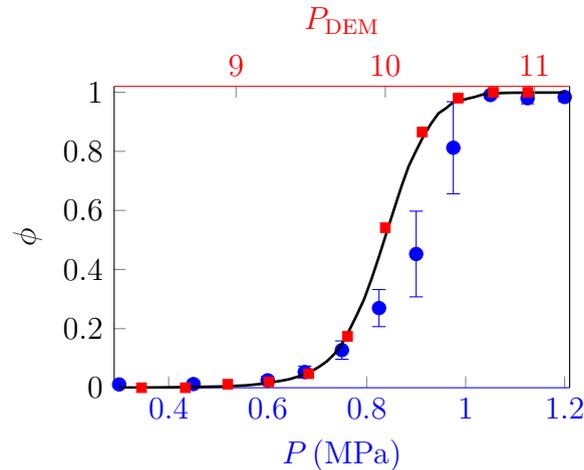


FIGURE 4.23 – Fraction d’excitations induisant une fluidification en fonction de l’amplitude de l’onde. En bleu sont tracées les données expérimentales, moyennées sur divers protocoles donnant des résultats similaires. En rouge sont tracées les données numériques. La courbe continue noire correspond au résultat du modèle décrit dans le paragraphe 4.5, pour 1000 excitations successives.

à un coefficient de frottement bien choisi permettraient probablement d’obtenir des courbes concordantes en fixant une origine similaire pour les deux pressions.

La simulation nous permet en outre de caractériser plus précisément l’écoulement observé en calculant par exemple le champ d’énergie cinétique moyenne, moyenné sur l’intégralité de l’excitation, comme représenté sur la figure 4.24.

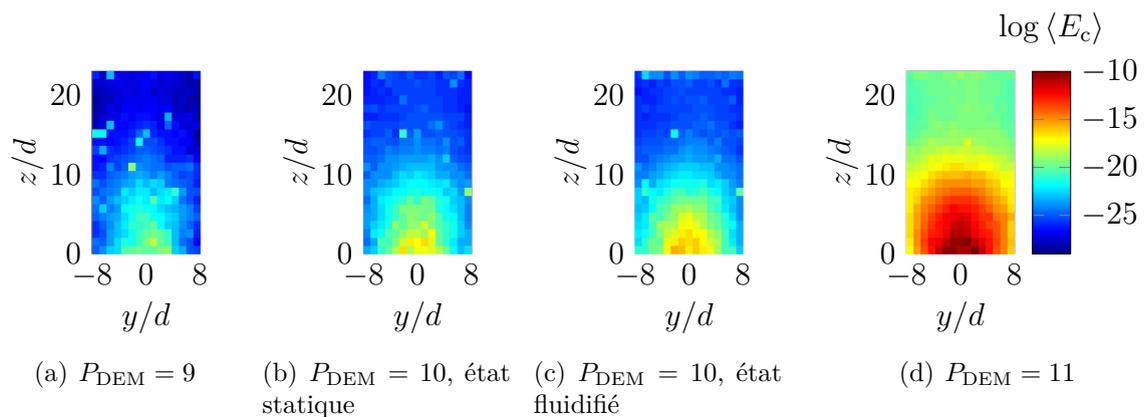


FIGURE 4.24 – Cartes d’énergie cinétique moyennées dans la profondeur de la cellule et sur l’ensemble des excitations, en distinguant le cas échéant les sédiments fluidifiés des sédiments restant statiques.

On constate que l’énergie cinétique moyennée sur la durée de l’excitation et la taille de la zone fluidifiée augmentent avec l’intensité de la pression de radiation. On peut en outre, dans le cas où la fluidification est intermittente, effectuer la moyenne sélectivement sur les excitations induisant une fluidification ou non. On observe à nouveau

que l'énergie cinétique et la zone en mouvement sont plus grandes dans le cas où une fluidification a été détectée. Pour observer plus précisément cette distinction, on peut calculer la température granulaire moyenne de l'ensemble de l'empilement au cours de l'excitation, comme tracé sur la figure 4.25.

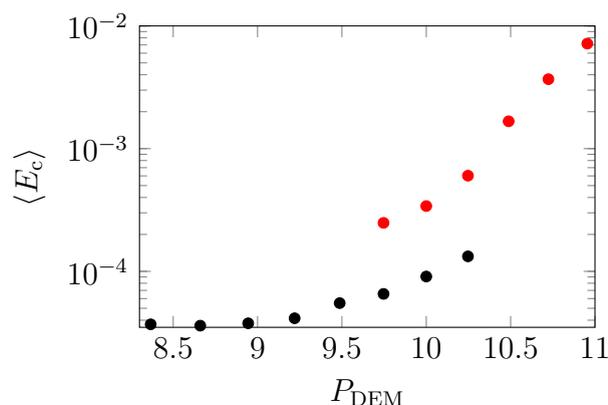


FIGURE 4.25 – Énergie cinétique moyenne du sédiment au cours de l'excitation en fonction de l'intensité de la force : en rouge, sédiments fluidifiés au cours de l'excitation, en noir, sédiments non-fluidifiés statiques.

On constate que les états fluidifiés et les états statiques ont des énergies cinétiques moyennes nettement distinctes. Cette observation n'est en rien surprenante, mais elle permet de valider le critère choisi pour distinguer les deux types d'empilement.

Analyse structurelle

Afin de préciser l'origine microscopique de l'intermittence, nous avons exploité la myriade de données fournies par la simulation, en nous concentrant sur la description de l'état de contrainte du matériau. Nous cherchons à identifier une éventuelle caractéristique l'état de l'empilement qui permettrait de prédire son comportement au cours de la prochaine excitation. Pour ce faire, nous caractérisons l'état moyen de l'empilement, d'une part pour les empilements qui vont être débloqués lors de la prochaine excitation, et d'autre part pour ceux qui vont rester statiques.

La simulation nous donne en effet les forces exercées sur chaque grain à chaque pas de temps : nous pouvons ainsi, en moyennant à une échelle mésoscopique, calculer le tenseur des contraintes. Pour un empilement granulaire au repos, le tenseur des contraintes σ pour un élément mésoscopique δV s'écrit

$$\sigma = \frac{1}{\delta V} \sum_{\alpha \in \delta V} \vec{f}^{(\alpha)} \otimes \vec{r}^{(\alpha)} \quad (4.23)$$

où la somme porte sur l'ensemble des contacts α contenus dans δV , $\vec{f}^{(\alpha)}$ représente la force associée au contact et $\vec{r}^{(\alpha)}$ le vecteur liant les centres des deux grains en contact. La connaissance du tenseur des contraintes nous permet d'accéder au champ de pression, défini comme sa trace $\Pi(\vec{r}) = \text{tr}[\sigma(\vec{r})]$, et à l'orientation des chaînes de forces, correspondant au vecteur propre associé à la plus forte valeur propre de σ .

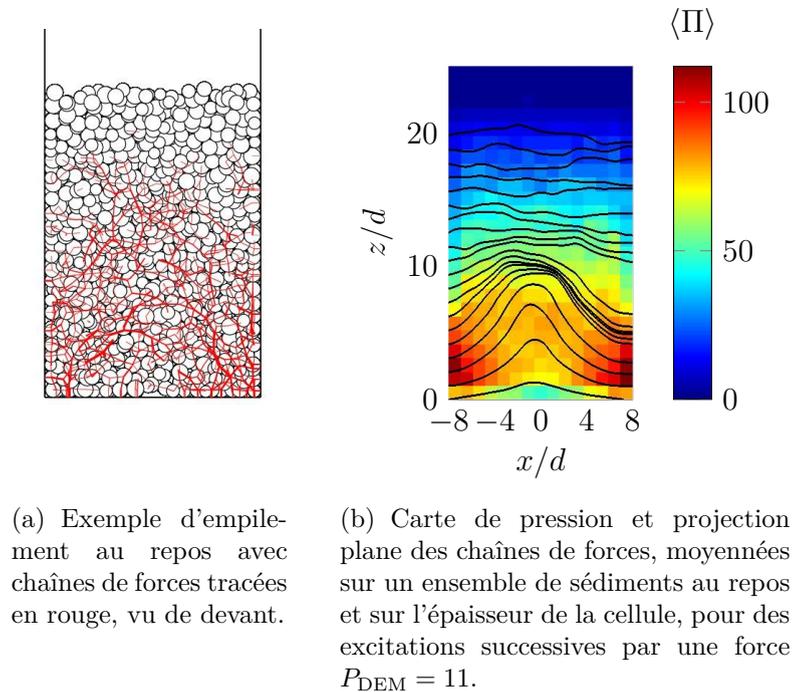


FIGURE 4.26 – État de contrainte moyen de l'empilement granulaire.

Un exemple d'empilement et les chaînes de forces associées sont présentés sur la figure 4.26(a). On distingue des arches s'appuyant sur les coins et sur les parois de la cellule. Sur la figure 4.26(b), nous traçons en échelle de couleurs le champ de pression dans le sédiment au repos, moyenné pour une centaine d'excitations successives et dans la profondeur de la cellule (dans la direction x). Nous y superposons la projection des chaînes de forces moyennées de la même façon. On constate à nouveau la formation d'arches s'appuyant au bas de la cellule, accompagnées d'une forte pression. Au contraire, une dépression est observable au niveau de la tache focale, réminiscente de l'écoulement. Cette structure se retrouve quasiment à l'identique que l'on moyenne sur l'ensemble des excitations, uniquement sur celles ayant induit une fluidification ou uniquement sur celles ayant laissé l'empilement statique. Le même type de structure s'observe pour les cartes de fraction volumique ou de densité de contacts : les grains sont plus compactés sur les bords de la cellule et une légère déplétion se crée au centre, mais il n'est pas possible de distinguer les empilements qui seront fluidifiés à la prochaine excitation de ceux qui ne le seront pas.

Nous avons représenté sur la figure 4.27 la densité de probabilité de la pression dans le sédiment, moyennée sur les empilements qui seront fluidifiés (en pointillés bleus) et sur ceux qui ne le seront pas (en ligne continue rouge) : à nouveau, on constate que les deux situations sont indiscernables. La même observation reste valable si l'on regarde les probabilités de fraction volumique ou de nombre de contacts.

Ainsi, nous n'avons trouvé aucune observable statique permettant de discriminer les empilements qui seront fluidifiés à la prochaine excitation de ceux qui resteront statiques. Afin d'étayer cette idée, intéressons-nous à la corrélation entre les champs

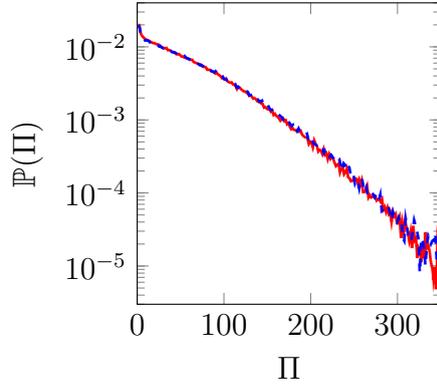


FIGURE 4.27 – Densité de probabilité de la pression sur l'ensemble de l'empilement dans un cas où l'on observe de l'intermittence ($P_{\text{DEM}} = 10$). On a tracé en pointillés bleus la densité moyennée sur les empilements qui seront fluidifiés lors de la prochaine excitation.

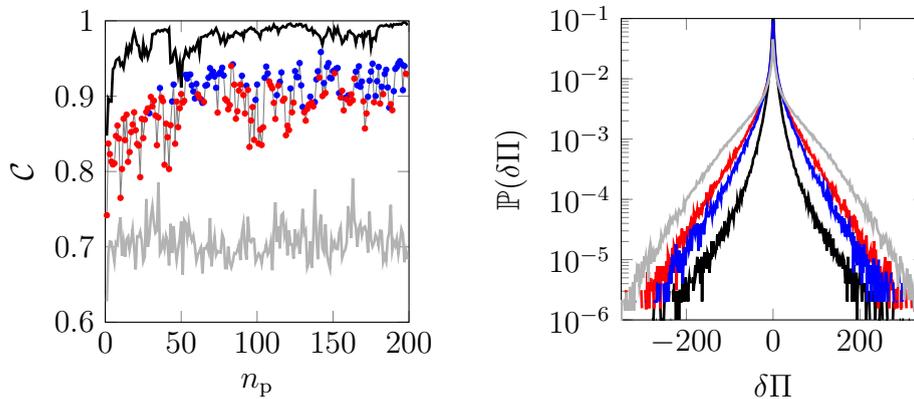
de pression d'empilements au repos successifs :

$$\mathcal{C}(n_p) = \frac{\langle \tilde{\Pi}(\vec{r}, n_p) \tilde{\Pi}(\vec{r}, n_p + 1) \rangle}{\langle \tilde{\Pi}(\vec{r}, n_p) \rangle \langle \tilde{\Pi}(\vec{r}, n_p + 1) \rangle} \quad (4.24)$$

où $\tilde{\Pi}(\vec{r}, n_p) = \Pi(\vec{r}, n_p) - \langle \Pi(\vec{r}, n_p) \rangle$ et où les moyennes sont prises sur l'ensemble des points \vec{r} de l'empilement. Si l'excitation n_p n'induit pas de fluidification, on attend une valeur de $\mathcal{C}(n_p)$ proche de 1, traduisant une forte corrélation entre la répartition spatiale des états avant et après excitation. Au contraire, une valeur nettement inférieure à 1 traduit la décorrélation du champ de pression au cours de l'excitation. On observe ces deux situations limites sur la figure 4.28(a), dans les cas où il n'y a pas d'intermittence : pour $P_{\text{DEM}} = 9$, où il n'y a jamais fluidification de l'empilement, \mathcal{C} reste proche de 1, traduisant seulement de faibles fluctuations du champ de pression, alors que pour $P_{\text{DEM}} = 11$ où la fluidification est systématique, \mathcal{C} fluctue autour de 0.7, traduisant une décorrélation de l'état du sédiment au cours de l'excitation ultrasonore.

Dans le cas intermittent, s'il existait une structure caractéristique d'un état rigide, nous attendrions un niveau de corrélation proche de 1 pour les excitations laissant le sédiment statique, et une valeur notablement plus basse pour les excitations induisant une fluidification. Or, comme on le constate sur la courbe intermédiaire de la figure 4.28(a), le niveau de corrélation reste sensiblement constant, indépendamment de l'effet de l'excitation ultrasonore. On peut toutefois distinguer une différence entre les impulsions fluidifiantes (points rouges), pour lesquelles $\langle \mathcal{C} \rangle = 0.873 \pm 0.017$, et les impulsions laissant le sédiment statique $\langle \mathcal{C} \rangle = 0.921 \pm 0.035$, mais elle est légère : les excitations fluidifiantes induisent une décorrélation légèrement plus forte, mais si les empilements restant statiques étaient caractérisés par une structure spécifique, nous attendrions une distinction beaucoup plus nette entre les deux situations. Ces observations restent valides si l'on regarde la corrélation d'autres champs, comme la fraction volumique, les angles donnant les directions principales du tenseur des contraintes ou encore son anisotropie.

Considérons enfin la statistique des incréments de pression, représentée sur la figure 4.28(b) : nous calculons en chaque point \vec{r} de l'empilement la différence $\delta\Pi(\vec{r}, n_p)$ entre



(a) Corrélation moyenne du champ de pression C entre deux empilements statiques successifs en fonction du nombre d'excitations n_p .

(b) Densité de probabilité des incréments de pression locaux $\delta\Pi$ entre deux empilement successifs, cumulée sur tout l'empilement et sur l'ensemble des excitations.

FIGURE 4.28 – Fluctuations de l'état de l'empilement pour différentes intensités : en noir, cas statique ($P_{\text{DEM}} = 9$), en bleu, empilements restant statiques dans le cas intermittent ($P_{\text{DEM}} = 10$), en rouge, empilements fluidifiés dans le cas intermittent ($P_{\text{DEM}} = 10$), et en gris, cas fluidifié ($P_{\text{DEM}} = 11$).

la valeur de la pression en ce point après l'excitation n_p et avant l'excitation $n_p + 1$. Nous traçons alors la densité de probabilité de ces incréments de pression, cumulée en chaque point et sur toutes les excitations, en distinguant les impulsions fluidifiantes des autres dans le cas où la fluidification est intermittente. Dans le cas d'une fluidification systématique (courbe grise), la distribution obtenue a une valeur moyenne $\langle \delta\Pi \rangle = -0.218$ et un écart-type $\sigma_{\delta\Pi} = 36.0$, tandis que dans le cas statique (courbe noire), elle a une moyenne $\langle \delta\Pi \rangle = +0.196$ et un écart-type $\sigma_{\delta\Pi} = 28.8$: ainsi, lorsque le système reste bloqué, la pression moyenne augmente, traduisant une consolidation de l'empilement, tandis que la fluidification induit une diminution de la pression moyenne, accompagnée de variations spatiales plus importantes. Dans le cas d'une fluidification systématique, les ailes de la distribution sont proches d'une gaussienne alors qu'elles ressemblent plus à une loi de puissance dans le cas où le sédiment n'est jamais fluidifié. Dans le cas intermittent, les distributions observées sont intermédiaires entre ces deux comportements.

Pour conclure cette analyse des simulations, nous n'avons pas trouvé de caractéristique structurelle statique permettant de prédire si un empilement sera fluidifié ou non lors de l'excitation suivante : la structure moyenne de l'empilement est identique dans tous les cas. La seule différence entre ces deux états s'observe dans des grandeurs purement dynamiques : quand le système reste dans un état bloqué, l'excitation induit une consolidation et un niveau de fluctuations inférieur au cas où le sédiment est fluidifié, mais sans qu'une structure spatiale particulière émerge. Il serait bien entendu intéressant d'approfondir l'analyse de ces simulations, afin de trouver une observable permettant de distinguer les deux états. Une première possibilité serait de considérer des paramètres caractérisant la réponse mécanique locale du matériau, comme un

module élastique par exemple. Cependant, il est possible que la fluidification ne soit déclenchée que par des événements très localisés, comme l'ouverture de certains contacts, auquel cas les approches de type milieu continu n'aboutiront pas.

4.4.2 Hystérèse

L'observation d'une intermittence évoque une bistabilité de l'empilement granulaire et montre l'existence d'un effet mémoire. Cette caractéristique est souvent associée, dans le contexte des transitions de phase, à une hystérèse de la transition. Pour approfondir cette idée, nous considérons à présent un protocole d'excitation cyclique.

Protocole et premières observations

Nous diminuons par paliers l'amplitude des trains d'ondes jusqu'à zéro, puis l'augmentons à nouveau jusqu'à sa valeur maximale, et envoyons pour chaque palier N_{palier} trains d'onde ultrasonores. Rappelons à nouveau que ce protocole diffère d'autres méthodes de fluidification de matériaux granulaires par son aspect discontinu : entre chaque excitation, le sédiment a le temps de retourner à un nouvel état de repos. Dans la suite, nous considérons des cycles avec $N_{\text{palier}} = 25$ et des pas en amplitude $\delta P = 0.03 \text{ MPa}$, correspondant à une durée raisonnable des expériences (environ une heure par cycle).

Un exemple de réalisation est présenté sur la figure 4.29, où l'aire fluidifiée au cours de la première excitation de chaque palier est tracée en fonction de la pression acoustique. Partant d'une intensité ultrasonore élevée et en la diminuant, on constate que l'aire fluidifiée décroît progressivement jusqu'à atteindre zéro pour une pression $P_{\downarrow} \simeq 0.8 \text{ MPa}$. Le sédiment reste ensuite statique. Quand on augmente l'intensité, la fluidification reprend au-dessus d'un seuil $P_{\uparrow} \simeq 1.1 \text{ MPa} > P_{\downarrow}$. Comme nous le pensions, la transition présente donc une hystérèse non négligeable.

À nouveau, plutôt que de filmer le sédiment au cours de chacune des excitations, nous préférons mesurer l'intensité moyenne de la différence entre les photographies du sédiment au repos, avant et après excitation. Afin de valider cette méthode, lors d'un cycle, nous filmons la première excitation de chaque palier d'amplitude et, par PIV, obtenons le profil de vitesse lagrangien résolu en temps comme expliqué dans le paragraphe 4.2.3. Nous calculons alors l'aire totale A fluidifiée en comptant le nombre de points dont la vitesse passe au-dessus du niveau de bruit au cours de l'excitation. Parallèlement, nous appliquons la technique de différence d'image décrite dans le paragraphe 4.4.1.

Les valeurs absolues des aires mesurées par les deux procédures ne sont pas en accord quantitatif (A_{max} est différent), ce qui n'est pas surprenant, étant attendu que la différence d'images sous-estime l'aire fluidifiée. On constate néanmoins que les aires normalisées sont en excellent accord. En particulier, les seuils de blocage P_{\downarrow} et de fluidification P_{\uparrow} sont exactement identiques pour les deux méthodes. Cela valide donc la méthode de différence d'images, par ailleurs plus rapide et beaucoup moins gourmande en mémoire informatique que la PIV.

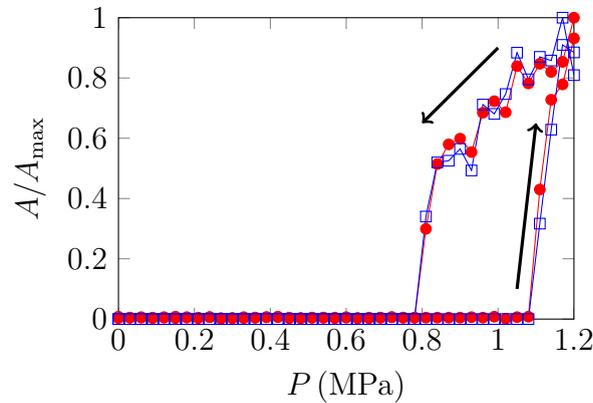


FIGURE 4.29 – Aire totale fluidifiée au cours de la première excitation de chaque palier, normalisée par sa valeur maximale A_{\max} pour un cycle réalisé avec $N_{\text{palier}} = 25$ excitations par palier. En rouge, l'aire cumulée mesurée à partir de la PIV et en bleu, celle mesurée par différence d'image pour la première excitation.

Résultats

La figure 4.30 présente en bleu la moyenne de l'aire fluidifiée sur les N_{exc} excitations à une même amplitude en fonction de l'intensité acoustique. On observe un cycle d'hystérèse marqué.

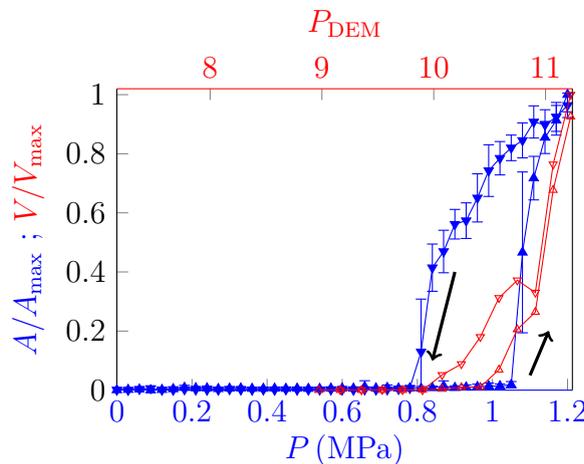


FIGURE 4.30 – Cycle d'hystérèse : (Δ) intensités croissantes ; (∇) intensités décroissantes. En bleu, courbe expérimentale pour $N_{\text{palier}} = 25$: on représente la moyenne sur les N_{palier} impulsions de chaque palier en fonction de l'amplitude, les barres d'erreur représentant la dispersion observée. En rouge, courbe de simulation obtenue pour $N_{\text{palier}} = 5$.

En réalisant plusieurs cycles consécutifs, on constate que l'aire maximale fluidifiée décroît parfois légèrement au cours des premiers cycles, traduisant une légère compaction du sédiment, après quoi elle reste constante et aucun mouvement n'est observé en haut de l'empilement. La branche du cycle correspondant aux intensités décroissantes

est relativement robuste d'un cycle à l'autre, avec un seuil de blocage P_{\downarrow} fluctuant d'environ 10% et une décroissance progressive de l'aire fluidifiée. La branche croissante, en revanche, varie fortement : certains cycles sont très marqués, tandis que d'autres sont quasiment fermés. Elle est toujours très abrupte, avec un retour rapide sur la branche haute du cycle. Par ailleurs, on n'observe pas d'intermittence au cours du cycle : une fois la fluidification arrêtée (respectivement reprise), le sédiment reste bloqué (respectivement fluidifié) jusqu'à la fin du cycle. Cette absence d'intermittence peut s'expliquer par le faible nombre d'excitations par paliers, comparé aux temps de persistance observés dans le protocole à amplitude constante (voir figure 4.22(a)). Enfin, les seuils P_{\downarrow} et P_{\uparrow} sont toujours contenus dans l'intervalle de pressions pour lesquelles la fluidification est intermittente sur un grand nombre d'excitations.

Ces observations restent qualitativement valables quand on vide puis que l'on recharge la cellule avec de nouveaux grains. Les valeurs de l'aire fluidifiée maximale A_{\max} et du seuil de blocage P_{\downarrow} sont cependant modifiés, probablement du fait d'un positionnement légèrement différent de la cellule par rapport au transducteur.

Nous pouvons reproduire le protocole expérimental numériquement en cyclant l'amplitude du champ de force. Nous décidons de n'envoyer que $N_{\text{palier}} = 5$ impulsions par palier d'amplitude afin de converger une durée de simulation raisonnable, de l'ordre de quelques jours pour trois cycles. Comme nous le voyons sur la courbe rouge de la figure 4.30, la fluidification est aussi hystérétique dans la simulation. Quelques différences qualitatives sont toutefois à noter. On n'observe tout d'abord pas de compaction lors des premiers cycles, et le haut du sédiment bouge toujours légèrement. Il est vraisemblable que la compacité de l'empilement expérimental soit inférieure à celle du sédiment numérique du fait de l'absence de fluide interstitiel dans la simulation. Par ailleurs, le cycle est nettement moins marqué dans la simulation que dans l'expérience.

Néanmoins, l'hystérèse se produit, comme dans l'expérience, pour des intensités de la force acoustique coïncidant avec le régime de fluidification intermittente. Qualitativement tout au moins, les simulations rendent donc bien compte de l'expérience, validant *a posteriori* les hypothèses effectuées lors de la modélisation. Il ne semble donc pas nécessaire d'introduire une rétroaction des grains sur le champ de force ni de tenir compte du fluide interstitiel pour reproduire la phénoménologie observée.

4.4.3 Intermittence et hystérèse dans les lits fluidifiés

La fluidification présente donc, dans une gamme intermédiaire d'intensités acoustiques, de l'intermittence et de l'hystérèse. Ces caractéristiques sont usuellement observées en physique des milieux granulaires. Par exemple, la transition entre le régime d'écoulement continu et d'avalanches successives en tambour tournant est également, pour une gamme de vitesses de rotation intermédiaire, hystérétique [Rajchenbach90] et intermittente [Fischer09].

Les mouvements de grains observés dans nos expériences rappellent l'étude des lits fluidifiés. Un premier type d'expérience consiste à fluidifier une colonne de matériau granulaire immergée en y injectant de l'eau : pour des débits suffisants, l'écoulement ouvre un canal où la densité du milieu diminue [Nicolas94, Nicolas96, Duru02]. Dans une colonne conique, des phénomènes d'hystérèse ont été observés [Peng95, Peng96] et attribués à une compaction locale de l'empilement, liée à la géométrie considérée. Ils

ne sont toutefois pas associés à de l'intermittence.

Un autre type de fluidification consiste à injecter de l'air à la base d'une couche de grains [Zoueshtiagh07, Varas09, Varas11b, Varas11a, Philippe13, Ramos15, Poryles16]. Les études menées se sont principalement concentrées sur la morphologie [Zoueshtiagh07, Varas11b, Varas11a] et la dynamique [Ramos15] de la zone fluidifiée, sur la dynamique des grains [Poryles16] et sur le processus de redéposition des grains [Varas09]. La recirculation de grains constatée dans [Poryles16] quand la couche est fluidifiée peut rappeler celle que nous observons dans notre expérience. On peut en outre mentionner, pour des flux d'air injectés modérés, une intermittence entre un régime de bullage et d'écoulement continu [Varas09] mais la tension de surface, absente de nos expériences, est vraisemblablement un paramètre essentiel pour ce phénomène.

La différence majeure entre nos expériences et les études menées précédemment tient au mode d'injection discontinu de l'énergie dans notre système. Alors que dans les lits fluidifiés, le fluide est injecté en permanence, dans notre cas, nous envoyons des excitations successives entre lesquelles le sédiment granulaire retourne au repos. En outre, notre sollicitation du matériau se fait à distance, sans aucun contact avec l'empilement.

4.5 Modèle heuristique

4.5.1 Description et justification du modèle

Nous proposons finalement un modèle simple rendant compte de façon satisfaisante des observations et reposant sur des idées provenant du modèle des pièges pour la transition vitreuse [Bouchaud92] et du modèle SGR [Sollich97].

Le comportement du système au cours d'une excitation est décrit par une variable m pouvant prendre deux valeurs : $m = 0$ si le système reste bloqué et $m = 1$ s'il est fluidifié. L'état du système est décrit par une contrainte interne Σ , traduisant sa capacité à résister à la pression de radiation. Chaque fois que le système est fluidifié, une nouvelle valeur de Σ est choisie aléatoirement selon une loi normale

$$\mathbb{P}(\Sigma) = \frac{1}{\sqrt{\pi}\omega} \exp \left[- \left(\frac{\Sigma - \Sigma_0}{\omega} \right)^2 \right]. \quad (4.25)$$

Les excitations acoustiques sont caractérisées par une contrainte σ_p qui peut éventuellement être modifiée au cours du temps. À chaque excitation i , nous appliquons la procédure suivante :

- si $\Sigma_{i-1} < \sigma_{p,i}$, l'excitation acoustique à elle seule permet la fluidification et l'empilement change de structure : $m_i = 1$ et nous choisissons une nouvelle valeur pour la contrainte interne Σ_i selon la loi (4.25).
- sinon, l'excitation ne suffit pas à fluidifier le système. Elle induit néanmoins des fluctuations mécaniques à l'intérieur de l'empilement, comme le montrent les simulations. Nous modélisons alors, en accord avec la proposition du modèle SGR, l'effet de l'excitation comme un bruit mécanique. Les fluctuations associées peuvent permettre la fluidification, vue comme un processus de franchissement activé de Kramers d'une barrière de hauteur $\Sigma_{i-1} - \sigma_{p,i}$ [Kramers40].

Nous choisissons la valeur de m_i dans $\{0, 1\}$ avec une probabilité $\{p, 1 - p\}$ où $p = \exp[-\beta(\Sigma_{i-1} - \sigma_{p,i})]$, où $1/\beta$ correspond à une température effective du bruit mécanique. Afin de tenir compte de la différence du niveau de fluctuation entre les deux états observée dans les simulations, nous supposons que le système est plus « solide », c'est-à-dire plus « froid », s'il était au repos à l'étape précédente que s'il était fluidifié. Nous considérons donc deux valeurs pour la température $1/\beta$:

- ★ si le système était au repos ($m_{i-1} = 0$), nous choisissons une température effective basse $1/\beta_j$,
- ★ si le système était fluidifié ($m_{i-1} = 1$), nous choisissons une température effective haute $1/\beta_f > 1/\beta_j$.

Les principes de ce modèle sont en accord avec les observations effectuées sur les simulations : en effet, la mémoire y est introduite sans faire appel à un effet structurel. On considère simplement des niveaux de fluctuations différents selon l'état antérieur de l'empilement. Il est implémenté à l'aide d'un code Matlab.

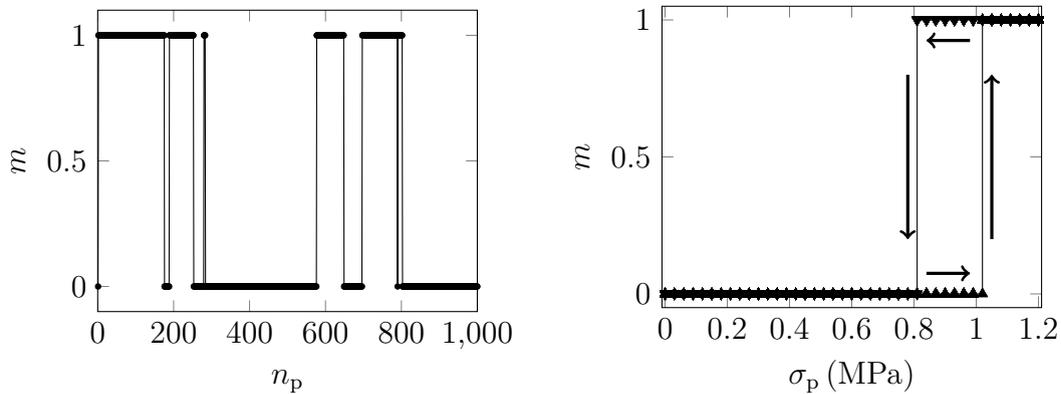
4.5.2 Observations

Selon que nous conservions σ_p constant ou que nous le fassions varier cycliquement, nous pouvons reproduire les deux protocoles considérés précédemment. Il nous reste à choisir les multiples paramètres intervenant dans notre modèle. Nous choisissons Σ_0 et ω à partir du constat que toutes les excitations à une pression supérieure à $P_{\max} = 1.05 \text{ MPa} \equiv \Sigma_{\max}$ fluidisent le sédiment. Comme, par ailleurs, Σ doit être une grandeur positive, les valeurs de Σ doivent être comprises entre 0 et Σ_{\max} . Nous prenons $\Sigma_0 = 0.525 \text{ MPa} = \Sigma_{\max}/2$ et $\omega = 0.15 \text{ MPa}$: de la sorte, la probabilité de choisir une valeur de Σ hors de l'intervalle souhaité est donné par $1 - \text{erf}[(\Sigma_{\max} - \Sigma_0)/\omega] \simeq 10^{-6}$. Notons que nous avons également essayé d'utiliser des lois uniformes et log-normales, mais, tant que la moyenne et la variance sont préservées, les résultats obtenus sont similaires pour les trois distributions.

Pour un choix de températures inverses $\beta_j = 0.2$ et $\beta_f = 0.02$, nous obtenons des résultats qui reproduisent qualitativement les observations expérimentales. En conservant σ_p constant, nous traçons, sur 1000 excitations successives, la fraction $\phi = \langle m \rangle$ d'excitations induisant une fluidification en fonction de σ_p , en ligne noire continue sur la figure 4.23. Cette courbe a été obtenue en moyennant les résultats de 100 réalisations du modèle. On observe la même allure sigmoïdale que dans l'expérience et la simulation. Un exemple de signal obtenu est présenté sur la figure 4.31(a). Si l'intermittence est manifeste, il est à noter que les temps de persistance observés, c'est-à-dire le nombre d'excitations que le système passe en restant dans le même état, sont très nettement supérieurs à ceux de l'expérience ou de la simulation (voir figure 4.22).

Notons que la moyenne sur plusieurs réalisations n'a que peu d'effet sur la courbe $\phi(\sigma_p)$ obtenue : une moyenne sur quelques réalisations suffit pour qu'elle converge vers la forme présentée.

Avec le même jeu de paramètres, et en effectuant des cycles de σ_p avec N_{palier} excitations par palier de pas $\delta\sigma_p = 0.03 \text{ MPa}$, nous obtenons des cycles d'hystérèse comparables à ceux observés dans l'expérience, dont un exemple est présenté sur la figure



(a) Exemple de signal intermittent obtenu par le modèle, pour $\sigma_p = 0.8$ MPa. (b) Exemple de cycle d'hystérèse obtenu par le modèle, pour $N_{\text{palier}} = 25$ et des pas $\delta\sigma_p = 0.03$ MPa.

FIGURE 4.31 – Exemples de réalisation du modèle pour $\Sigma_0 = 0.525$ MPa, $\omega = 0.15$ MPa, $\beta_f = 0.02$ et $\beta_j = 0.2$.

4.31(b). En particulier, on n'observe quasiment pas d'intermittence sur les branches du cycle. Le seuil de fluidification est toujours supérieur au seuil de blocage, mais les valeurs des deux seuils fluctuent d'un cycle à l'autre de façon beaucoup plus importante que dans l'expérience. On a représenté sur la figure 4.32 le cycle d'hystérèse moyen sur 1000 réalisations du modèle : on constate que l'hystérèse existe en moyenne. Qui plus est, elle se produit pour des amplitudes auxquelles la fluidification est intermittente, tout comme dans l'expérience et la simulation. Néanmoins, les deux branches paraissent beaucoup plus symétriques que pour les cycles expérimentaux, mais nous atteignons sans doute là la limite d'une modélisation globale par un système à deux états. Il serait certainement intéressant d'en proposer une version locale.

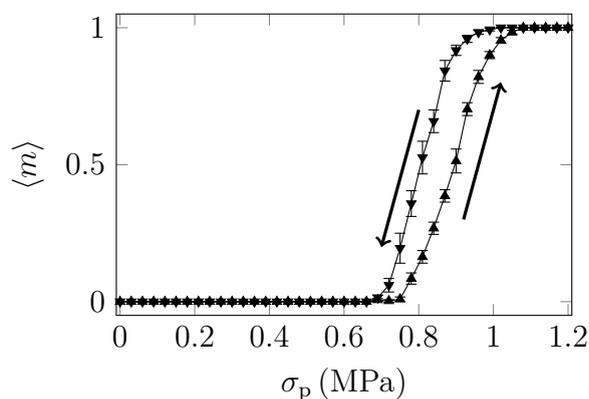


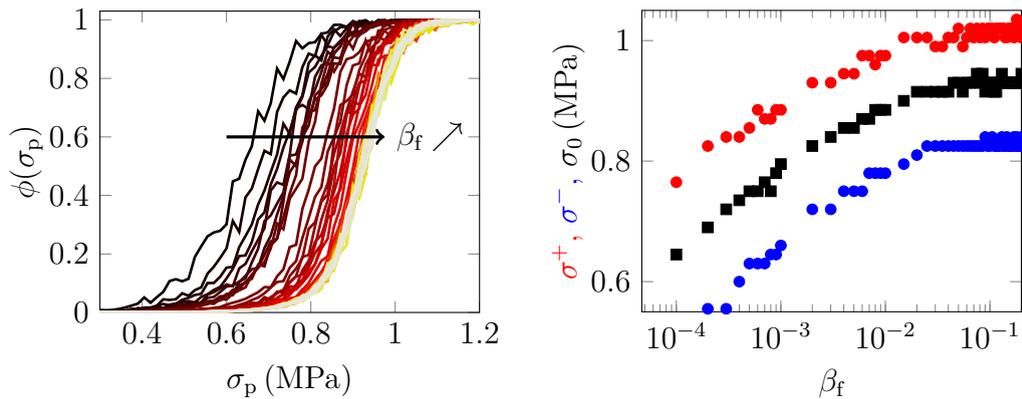
FIGURE 4.32 – Cycle d'hystérésis moyenné sur 1000 réalisations du modèle pour $\Sigma_0 = 0.525$ MPa, $\omega = 0.15$ MPa, $\beta_f = 0.02$, $\beta_j = 0.2$, $N_{\text{palier}} = 25$ et $\delta\sigma_p = 0.03$ MPa.

4.5.3 Effet des différents paramètres

Enfin, nous tentons d'évaluer l'influence des différents paramètres du modèle sur les résultats obtenus. Considérons tout d'abord le cas de l'intermittence. Nous traçons la fraction ϕ d'excitations fluidifiant le système, pour N_{exc} excitations simulées, en fonction de l'amplitude σ_p des excitations pour différentes valeurs des paramètres. Nous nous intéressons plus particulièrement à trois seuils σ^- , σ_0 et σ^+ respectivement définis par $\phi(\sigma^-) = 0.1$, $\phi(\sigma_0) = 0.5$ et $\phi(\sigma^+) = 0.9$.

Influence de β_f

Sur la figure 4.33, nous considérons l'effet de la température $1/\beta_f$ dans l'état fluidifié. On constate que la zone d'intermittence se décale vers les amplitudes plus élevées en rétrécissant légèrement quand β_f augmente, puis devient constante pour $\beta_f > 0.03$. Il est raisonnable que l'intermittence s'observe à plus basse amplitude quand la température de l'état fluidifié $1/\beta_f$ augmente. La valeur choisie $\beta_f = 0.02$ reproduisant bien les observations expérimentales se situe à la limite de la zone où les propriétés d'intermittence ne dépendent plus de cette température.



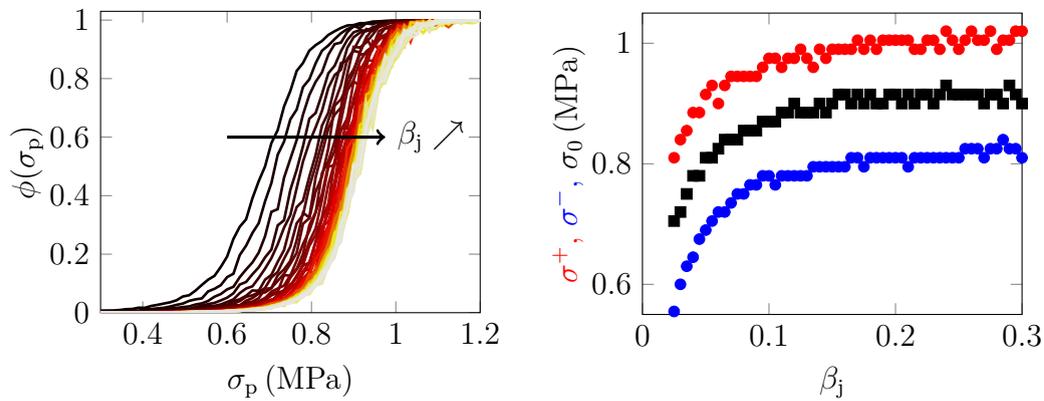
(a) Évolution de la courbe $\phi(\sigma_p)$ lorsque β_f varie de 10^{-4} à 0.2 (de gauche à droite). (b) Effet de β_f sur la largeur de la courbe $\phi(\sigma_p)$.

FIGURE 4.33 – Effet de β_f sur l'intermittence, en conservant $\Sigma_0 = 0.525$ MPa, $\omega = 0.15$ MPa, $\beta_j = 0.2$ et $N_{\text{exc}} = 1000$.

Influence de β_j

Sur la figure 4.34, nous considérons l'effet de la température $1/\beta_j$ dans l'état bloqué. À nouveau, la zone d'intermittence se déplace vers les amplitudes plus élevées quand β_j augmente, puis sature au delà de $\beta_j \simeq 0.15$. Ce décalage est également attendu : si l'on augmente la température de l'état bloqué, il aura plus de chances d'être fluidifié. La valeur de température $\beta_j = 0.2$ choisie reproduisant les observations se situe dans le régime où l'intermittence ne dépend plus de β_j .

Nous touchons là à un problème intéressant dans ce modèle, qu'il conviendrait d'examiner plus précisément : il s'agit de la question des temps de persistance dans un état donné. En effet, il est possible d'obtenir des réorganisations initiales menant à



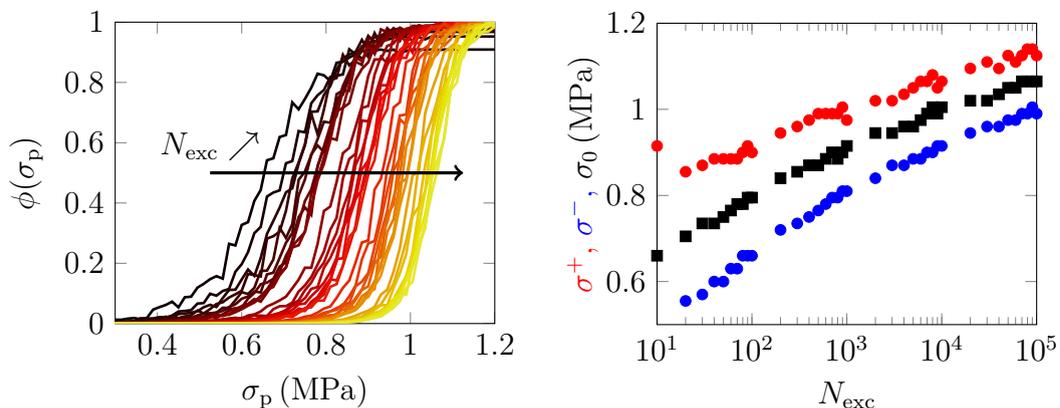
(a) Évolution de la courbe $\phi(\sigma_p)$ lorsque β_j varie de $2.5 \cdot 10^{-2}$ à 0.3 (de gauche à droite). (b) Effet de β_j sur la largeur de la courbe $\phi(\sigma_p)$.

FIGURE 4.34 – Effet de β_j sur l’intermittence, en conservant $\Sigma_0 = 0.525$ MPa, $\omega = 0.15$ MPa, $\beta_f = 0.02$ et $N_{\text{exc}} = 1000$.

un état stable, qui ne sera ensuite jamais fluidifié car le nombre d’excitations simulées N_{exc} étant fini, augmenter la durée de cette phase initiale augmente la valeur de $\phi(\sigma_p)$ sans pour autant correspondre à de l’intermittence. Dans ce cas, ϕ tendrait vers zéro pour un nombre d’excitations simulées tendant vers l’infini. Il semble qu’augmenter la température de l’état fluide $1/\beta_f$ produise cet effet, tandis qu’une augmentation de la température de l’état bloqué $1/\beta_j$ induit une véritable intermittence.

Effet de N_{exc}

Une façon de tester cette idée consiste, à températures $1/\beta_f$ et $1/\beta_j$ données, à augmenter le nombre d’excitations considérées N_{exc} pour calculer $\phi(\sigma_p)$. On représente sur la figure 4.35 l’évolution des courbes $\phi(\sigma_p)$ et des seuils, pour $\beta_f = 0.02$ et $\beta_j = 0.2$.



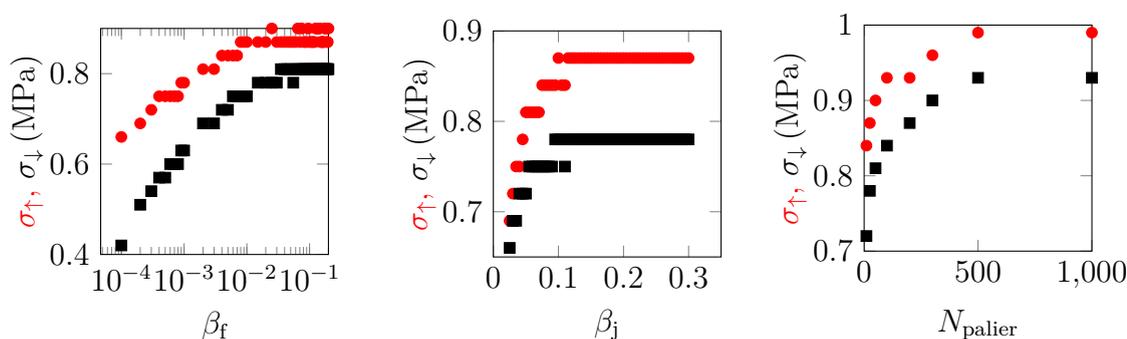
(a) Évolution de la courbe $\phi(\sigma_p)$ lorsque N_{exc} varie de 10 à 10^5 (de gauche à droite). (b) Effet de N_{exc} sur la largeur de la courbe $\phi(\sigma_p)$.

FIGURE 4.35 – Effet de N_{exc} sur l’intermittence, en conservant $\Sigma_0 = 0.525$ MPa, $\omega = 0.15$ MPa, $\beta_f = 0.02$ et $\beta_j = 0.2$.

On constate que la courbe d'intermittence dépend fortement du nombre d'excitations considéré, la zone d'intermittence se décalant vers les fortes amplitudes. Cela montre donc que la courbe $\phi(\sigma_p)$ n'est pas uniquement due à l'intermittence, mais aussi à un effet de temps fini. Cependant, nous nous sommes assurés que même aux grandes valeurs de N_{exc} , la fluidification reste intermittente aux temps longs. Il existe donc vraisemblablement un régime transitoire durant lequel les statistiques d'intermittence ne sont pas stationnaires, effet qu'il serait intéressant de quantifier.

Caractéristiques de l'hystérèse

Nous considérons enfin l'effet des différents paramètres sur l'hystérèse, les résultats sont présentés sur la figure 4.36. Pour ce faire, nous mesurons le cycle d'hystérèse moyen obtenu pour 1000 réalisations du modèle, et relevons les valeurs σ_\uparrow (seuil de fluidification) et σ_\downarrow (seuil de blocage) de σ_p pour lesquelles $\langle m \rangle(\sigma_p) = 0.5$ sur les branches d'amplitude croissante et décroissante respectivement.



(a) Effet de β_f sur les cycles pour $\beta_j = 0.2$ et $N_{\text{palier}} = 25$. (b) Effet de β_j pour $\beta_f = 0.02$ et $N_{\text{palier}} = 25$. (c) Effet de N_{palier} pour $\beta_j = 0.2$ et $\beta_f = 0.02$.

FIGURE 4.36 – Évolution des seuils de blocage et de fluidification en fonction des paramètres du modèle, avec $\Sigma_0 = 0.525$ MPa et $\omega = 0.15$ MPa.

Lorsque l'on diminue la température de l'état fluidifié, c'est-à-dire que l'on augmente β_f , la largeur du cycle moyen décroît, et le cycle se décale vers les zones de plus forte intensité, tout comme la zone d'intermittence. Quand on diminue la température $1/\beta_j$ de l'état bloqué, le cycle se décale également vers les plus hautes intensités mais il s'élargit. Le décalage vers les hautes intensités n'est pas surprenant : quand la température diminue, le système se bloque plus facilement, et se fluidifie plus difficilement. La réduction de la largeur du cycle quand les températures se rapprochent l'une de l'autre montre que c'est la différence entre l'amplitude des fluctuations dans les deux états qui est à l'origine de l'hystérèse. Pour des températures suffisamment basses ($\beta_f > 0.03$ et $\beta_j > 0.15$), tout comme pour l'intermittence, le cycle d'hystérèse n'évolue plus.

Quand le nombre d'excitations par palier augmente, à températures fixées, le cycle moyen ne change pas de forme mais se déplace vers les excitations de forte amplitude. Nous pouvons expliquer cet effet par le fait qu'en augmentant le nombre d'excitations, nous augmentons également la probabilité que le système trouve un état robuste, avec

une forte valeur de Σ . Le cycle devient indépendant de N_{palier} au-delà de $N_{\text{palier}} = 500$: la valeur $N_{\text{palier}} = 25$ choisie précédemment est donc largement en dehors de ce régime.

Pour finir, mentionnons qu'il est possible, en modifiant les températures, d'observer des signaux plus intermittents que celui présenté sur la figure 4.31(a), c'est-à-dire avec des temps de persistance plus faibles, en meilleur accord avec les observations expérimentales. Cependant, le protocole de cyclage d'amplitude ne donne alors plus de cycle d'hystérèse clair, les deux branches présentant une forte intermittence.

4.6 Perspectives et bilan

Dans les paragraphes qui suivent, nous présentons quelques expériences complémentaires que nous avons menées et proposons diverses perspectives qui permettraient d'enrichir l'étude présentée.

4.6.1 Effet des paramètres expérimentaux sur l'hystérèse

Expérimentalement, nous avons mené quelques expériences préliminaires en modifiant certains paramètres expérimentaux sur les cycles d'hystérèse, sans parvenir à en extraire des résultats probants.

L'effet du nombre d'excitations par palier N_{palier} n'est pas très clair. Nous avons essayé d'effectuer des cycles pour $N_{\text{palier}} = 5, 25$ et 100 mais aucune tendance ne se dégage. Il semble que l'hystérèse soit plus marquée pour $N_{\text{palier}} = 25$ que pour les deux autres cas, mais nous manquons de statistique pour pouvoir conclure.

Nous avons également changé la hauteur de la colonne granulaire en prenant $h = 2$ cm : en ce cas, la phénoménologie reste inchangée, on observe de l'hystérèse et de l'intermittence. La différence majeure est que l'aire maximale fluidifiée est plus faible, augmentant ainsi le bruit de mesure. En utilisant des hauteurs plus faibles, typiquement pour $h < 0.5$ cm, la zone fluidifiée atteint le sommet de la colonne, il est même possible de propulser des grains en hauteur pour de fortes intensités ultrasonores. Nous n'avons pas tenté d'exploiter plus ces observations.

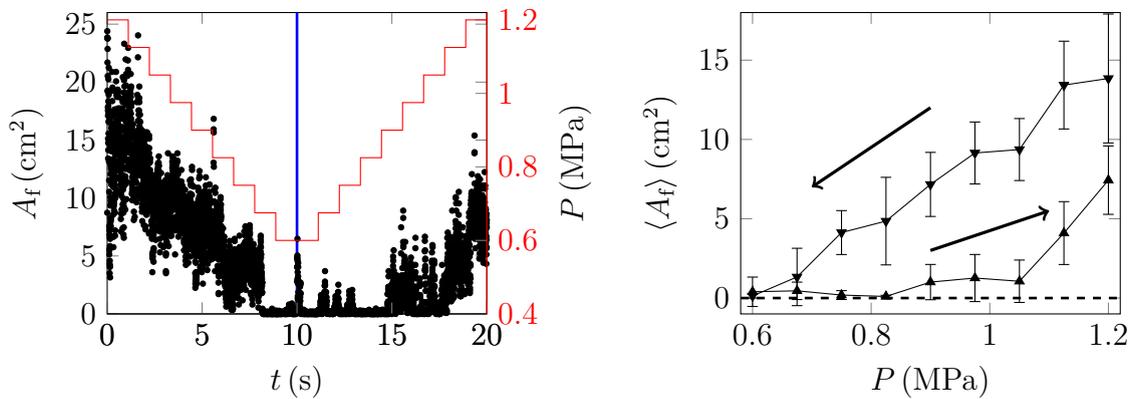
Enfin, nous avons essayé d'utiliser des grains de plus petite taille : dans ce cas, la lumière ne parvient plus à traverser l'empilement et les images sont trop sombres pour être exploitables. Nous avons alors tenté de travailler dans un fluide mieux adapté en indice optique. Dans le cas du glycérol, nous ne sommes parvenus à obtenir que de faibles mouvements : en effet, sa viscosité élevée freine d'une part le mouvement des grains, et par ailleurs, son impédance acoustique diffère de celle de l'eau du bain environnant, conduisant à une réflexion notable des ultrasons au niveau de la membrane. Nous avons également utilisé une solution saturée d'iodure de sodium NaI : nous reviendrons sur ce cas dans le paragraphe 4.3.2.

4.6.2 Autres types d'excitations acoustiques

Comme nous l'avons dit, nos transducteurs ne peuvent être utilisés en continu sous peine de subir des dommages : ils sont limités à un rapport cyclique maximal de 25% et ne doivent pas être utilisés pendant plus de $\tau_{\text{max}} = 10$ s en continu. Afin de limiter le

temps de manipulation, nous avons choisi de travailler avec des excitations de 0.5 s et n'avons pas fait varier ce paramètre. Cependant, étant donné que le sédiment revient dans un état de repos entre chaque train d'onde, il est vraisemblable que ce paramètre n'ait que peu d'effet.

Il est possible d'effectuer des cycles d'amplitude en continu pourvu que leur durée n'excède pas τ_{\max} , ce qui correspond au protocole classique de l'étude des lits fluidifiés.



(a) Aire fluidifiée en fonction du temps en noir, et pression en fonction du temps en rouge. (b) Aire fluidifiée moyenne $\langle A_f \rangle$ sur chaque palier de pression en fonction de la pression. Les pointillés marquent l'axe des abscisses.

FIGURE 4.37 – Cycle réalisé en continu : on mesure l'aire fluidifiée au cours du temps par PIV. Les branches d'intensité décroissante et croissante sont réalisées séparément : l'intensité est laissée nulle pendant 30 s au niveau de la ligne bleue.

Pour ce faire, sans éteindre le transducteur, nous diminuons tout d'abord en 10 s la pression de $P_{\max} = 1.2$ MPa à $P_{\min} = 0.6$ MPa par paliers de $\delta P = 0.075$ MPa, de même durée. Pendant ce temps, nous filmons le sédiment à la caméra rapide. Ensuite, après avoir laissé le transducteur reposer 30 s, nous réalisons l'autre branche du cycle en augmentant la pression, par le même protocole. Les deux films obtenus sont traités par PIV afin d'obtenir l'aire fluidifiée A_f au cours du temps, selon la procédure décrite dans le paragraphe 4.2.3. Le résultat obtenu est présenté sur la figure 4.37(a).

On constate que l'aire fluidifiée fluctue fortement mais décroît jusqu'à s'arrêter brutalement lorsque la pression est basse. À ce stade cependant, l'empilement est encore légèrement poussé en bloc vers le haut : à l'arrêt des ultrasons, on observe une retombée du sédiment sur la membrane. Lorsque l'on augmente ensuite à nouveau l'intensité, on observe à basse amplitude quelques réarrangements, puis une brusque reprise de la fluidification, à nouveau avec de fortes fluctuations.

On peut alors calculer l'aire fluidifiée moyenne au cours de chaque palier et la tracer en fonction de la pression acoustique : on observe un net cycle d'hystérèse. L'aire fluidifiée à la fin du cycle est inférieure à celle observée initialement, à la même amplitude, ce qui peut être, au moins en partie, attribué à un effet de compaction de l'empilement.

Nous avons esquissé une étude systématique de la compaction de l'empilement du fait des excitations ultrasonores, mais les résultats sont très peu reproductibles et ne peuvent par conséquent pas être interprétés avec confiance. On constate qu'un empile-

ment lâche, formé en laissant retomber les grains sur la membrane après avoir retourné la cellule, ne se compacte que quand la pression de radiation induit une recirculation au bas de la colonne. Les effets observés sont légers et nécessitent un grand nombre d'excitations. Il serait intéressant de les étudier à l'aide du transducteur à 2.25 MHz, plus puissant.

4.6.3 Effet des interactions entre grains

Comme mentionné plus haut, nous avons tenté de manipuler dans une solution saturée d'iodure de sodium, de concentration massique $C \simeq 1.8 \text{ kg} \cdot \text{L}^{-1}$, afin d'avoir un fluide mieux adapté en indice de façon à pouvoir travailler avec des grains plus petits (de diamètre entre 200 et 300 μm). Nous ajoutons à cette solution quelques grains de thiosulfate de sodium afin d'éviter le jaunissement de la solution, dû à l'oxydation des ions iodures. Cependant, même avec les grains initiaux de gros diamètre, la phénoménologie observée dans l'iodure de sodium est différente.

La figure 4.38 montre un cycle d'hystérèse représentatif obtenu avec $N_{\text{palier}} = 25$, mesuré par différence d'images. On constate que le cycle est quasiment inexistant, avec des branches évoluant de façon très régulière. Le fluide semble donc avoir un effet notable sur l'hystérèse observée.

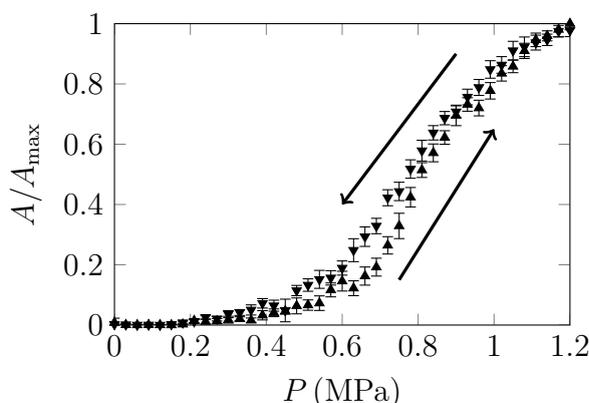


FIGURE 4.38 – Cycle d'hystérésis dans une solution saturée d'iodure de sodium : on trace l'aire fluidifiée moyennée sur les $N_{\text{palier}} = 25$ excitations à même amplitude, mesurée par différence d'images.

Ce constat n'est cependant pas en désaccord avec la conclusion de notre étude numérique, stipulant que le fluide ne jouait pas un rôle majeur dans le phénomène d'hystérèse. En effet, nous savons que les billes de verre portent une charge de surface : leurs interactions sont donc vraisemblablement modifiées en présence d'un électrolyte concentré comme l'iodure de sodium. Or, nous avons vu dans les simulations que le coefficient de frottement entre grains influençait les résultats obtenus. Nous pouvons donc supposer que l'iodure de sodium modifie le frottement entre les grains et change ainsi significativement l'effet d'hystérèse.

Une étude plus poussée de l'effet des interactions entre grains, tant du point de vue expérimental que numérique, serait bien évidemment très intéressante.

4.6.4 Réponse mécanique locale d'un empilement bloqué

Comme nous l'avons vu dans le paragraphe 4.2.2, les billes de verre diffusent très fortement les ultrasons : il n'est dès lors pas possible de focaliser l'onde profondément dans le matériau. Toutefois, si nous parvenions à exercer une force localisée en tout point d'un empilement bloqué, nous pourrions en sonder la réponse mécanique locale et obtenir ainsi des informations intéressantes pour l'étude de la transition de *jamming*.

Pour y parvenir, il faudrait utiliser un matériau dont le contraste acoustique avec le fluide soit relativement faible, pour limiter la diffusion de l'onde, tout en préservant une pression de radiation acoustique suffisante. Nous avons essayé pour cela d'utiliser des billes de polystyrène de diamètre autour de 300 μm , de densité proche de celle de l'eau, au cours du stage de L3 de Thibaut Minne, étudiant en physique à l'ENS de Lyon.

Malheureusement, l'expérience ne fut pas concluante : si les ultrasons se propagent effectivement mieux à travers le sédiment, le champ de pression n'est pas suffisamment focalisé pour exercer une force sur un volume localisé. Dès que la pression de radiation est suffisante, elle induit de fortes recirculations dans tout le sédiment. La fluidification obtenue est beaucoup plus complexe que celle observée avec les billes de verre : en effet, toute une région vide de grains apparaît autour de la tache focale comme on le voit sur la figure 4.39, où le *streaming* acoustique devient vraisemblablement important. L'étude de l'écoulement granulaire induit serait certainement intéressante, mais nous n'avons pas eu le temps de la réaliser. Il rappelle a priori fortement les observations menées dans les lits fluidifiés [Nicolas94, Nicolas96, Duru02], et l'existence d'un fort *streaming* nous met vraisemblablement dans des conditions expérimentales comparables.

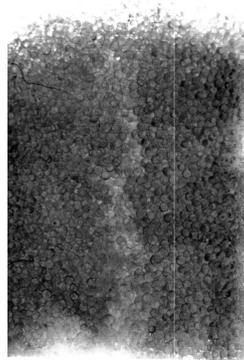


FIGURE 4.39 – Fluidification d'un sédiment de billes de polystyrène de diamètre 200 – 300 μm pour une pression $P = 1 \text{ MPa}$ au niveau de la tache focale. On observe la formation d'un canal où le sédiment est nettement dilué.

La perspective de pouvoir sonder la réponse mécanique locale d'un empilement paraît donc compromise, mais resterait envisageable, par exemple en étudiant des empilements de particules d'hydrogel dans un fluide adapté. Il pourrait également être nécessaire d'utiliser des transducteurs plus fortement focalisés.

4.6.5 Résumé du chapitre

Ainsi, nous avons vu au cours de ce chapitre qu'il était possible de fluidifier sans contact un sédiment granulaire bloqué à l'aide d'ultrasons de puissance. Contrairement aux études effectuées auparavant sur les ultrasons dans les milieux granulaires, l'utilisation de fréquences élevées et d'ondes focalisées nous permet d'atteindre des intensités acoustiques suffisantes pour que la pression de radiation acoustique provoque des recirculations du sédiment. Cette méthode pourrait trouver de multiples applications pratiques pour débloquer des canalisations, par exemple. D'un point de vue fondamental, bien que le système étudié ici ne soit pas adapté, l'utilisation d'ultrasons de puissance pourrait s'avérer un outil efficace pour sonder la réponse locale d'empilements bloqués, et par conséquent pour étudier expérimentalement la transition de *jamming* dans un système tridimensionnel.

Nous avons étudié en détails la transition de fluidification induite par les ultrasons, selon un mode original avec une injection discontinue d'énergie dans le système. La fluidification apparaît comme intermittente et hystérétique, caractéristiques laissant penser à l'existence d'une bistabilité du système.

Les observations sont, tout au moins qualitativement, bien reproduites par des simulations numériques de dynamique moléculaire en trois dimensions. Un tel accord avec l'expérience suggère que les hypothèses de modélisation (absence de fluide intersituel, champ de force indépendant de la concentration granulaire locale) sont pertinentes : les éléments négligés ne sont pas nécessaires pour expliquer nos observations.

Les simulations numériques nous donnent accès à des informations structurelles permettant de mieux comprendre la physique à l'œuvre. Nous avons ainsi pu conclure à l'absence d'une caractéristique structurelle statique permettant de prédire la robustesse d'un empilement donné. La fluidification apparaît alors comme un processus aléatoire. En accord avec les observations numériques, nous avons proposé un modèle simple, considérant la fluidification comme un processus activé par les fluctuations induites par la pression de radiation, qui rend compte de façon satisfaisante des expériences menées.

Chapitre 5

Effets d'ultrasons de puissance sur la rhéologie d'un gel colloïdal

De par ma chandelle verte, ça va-t-il finir, à la fin de la fin ? Encore un ! Ah ! Si j'avais ici mon cheval à phynances !

Alfred Jarry, *Ubu Roi* (V,2).

Sommaire

5.1	Présentation de l'expérience	172
5.1.1	Dispositif	172
5.1.2	Gels de noir de carbone	176
5.2	Résultats expérimentaux	181
5.2.1	Courbe d'écoulement	181
5.2.2	Modules viscoélastiques	182
5.2.3	Fluidification à contrainte imposée	185
5.3	Discussion	186
5.3.1	Glissement	186
5.3.2	Forces normales	188
5.3.3	Effet irréversible	189
5.3.4	Conclusion et perspectives	191

Comme nous l’avons vu dans le paragraphe 2.3, peu d’études fondamentales se sont intéressées à l’effet d’ultrasons de puissance sur des matériaux mous. Pourtant, nous avons constaté dans le chapitre 4 que des ondes acoustiques intenses sont susceptibles de fluidifier un empilement granulaire bloqué. Il semble donc vraisemblable que l’application d’ultrasons de puissance puisse influencer la rhéologie de certains matériaux mous : c’est ce que nous allons montrer dans ce chapitre, en nous intéressant à l’effet de vibrations ultrasonores sur la rhéologie de gels colloïdaux de noir de carbone.

5.1 Présentation de l’expérience

5.1.1 Dispositif

Présentation de l’expérience

Dans cette expérience, nous remplaçons le plan d’un rhéomètre usuel par un transducteur piézoélectrique plan, comme représenté sur la figure 5.1. Nous pouvons ainsi mesurer les propriétés rhéologiques de nos échantillons lorsqu’ils sont soumis à des ultrasons. Nous travaillons en géométrie cône-plan, avec un cône lisse de diamètre 25.0 mm et d’angle 1.0° (modèle Anton Paar CP25-1), tronqué à une hauteur de $47\ \mu\text{m}$.

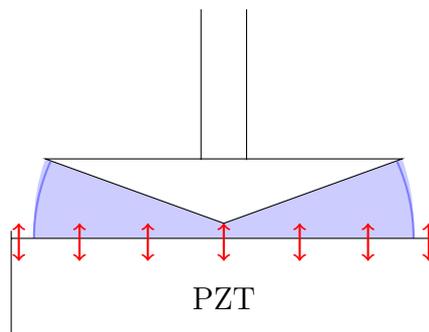


FIGURE 5.1 – Schéma du dispositif expérimental. Nous remplaçons le plan d’un rhéomètre par un transducteur piézoélectrique plan (PZT) de fréquence 45 kHz.

Le transducteur ultrasonore utilisé a un diamètre de 30 mm et une fréquence de résonance de 45 kHz. Il est fourni par la société Sofranel (modèle BP-45/30). Ces transducteurs sont normalement conçus pour envoyer des impulsions dans des matériaux durs, comme du béton, afin d’en caractériser la structure. Leur fréquence de résonance $f = 45\ \text{kHz}$ correspond à une longueur d’onde $\lambda \simeq 3\ \text{cm}$ dans de l’eau ou dans l’huile minérale que nous emploierons par la suite. Constatons donc dès maintenant que cette longueur d’onde est de plusieurs ordres de grandeur supérieure à l’entrefer de notre rhéomètre : on peut considérer que la perturbation acoustique est appliquée de façon homogène à l’échelle de l’échantillon.

Le transducteur est alimenté par un amplificateur de puissance (Amplifier Research, modèle 75A250A) de large bande passante (10 kHz – 250 MHz). Son gain est réglable et nous le laisserons dans la suite à sa valeur maximale $G_{\text{max}} = 115\ \text{dB}$ à la fréquence 45 kHz. En mesurant ce gain, nous nous sommes assurés de la linéarité de l’amplificateur : pour toutes les tensions d’entrée employées, le signal de sortie est purement

harmonique, à l'exception de la valeur la plus élevée pour laquelle des distorsions apparaissent, quand l'amplitude de la tension de sortie approche 100 V.

Le transducteur est normalement conçu pour être alimenté par de brèves impulsions intenses, d'amplitude atteignant quelques centaines de volts. Aucune recommandation ne nous a été fournie pour une excitation continue comme celle que nous souhaitons utiliser. La limitation de l'excitation acoustique sera fixée par les capacités de l'amplificateur. Nous observons pour les excitations électriques utilisées un échauffement progressif et modéré du transducteur que nous caractériserons dans la suite.

Nous avons ensuite calibré la vitesse d'oscillation du transducteur en fonction de la tension appliquée en entrée de l'amplificateur par un générateur de fonctions (Agilent 33522A), contrôlable informatiquement. Pour cela, nous nous sommes servis d'un vibromètre laser Doppler (Polytec, OFV-505) : par l'analyse du décalage Doppler d'un laser se réfléchissant sur la surface vibrante du transducteur, il est possible d'en mesurer la vitesse d'oscillation v . En pratique, le vibromètre délivre une tension proportionnelle à la vitesse d'oscillation du transducteur, le coefficient de proportionnalité étant fourni. Pour réduire le bruit de mesure, nous utilisons le filtre intégré au dispositif et effectuons une moyenne à l'oscilloscope sur une centaine d'acquisitions. Le signal résultant fluctue toutefois au cours du temps et une dérive régulière se produit lors des premières secondes de fonctionnement du transducteur : nous évaluons l'incertitude relative de mesure à environ 5% pour les excitations de plus haute amplitude. Cette incertitude est légèrement surestimée pour les excitations de basse amplitude, où les fluctuations sont moindres.

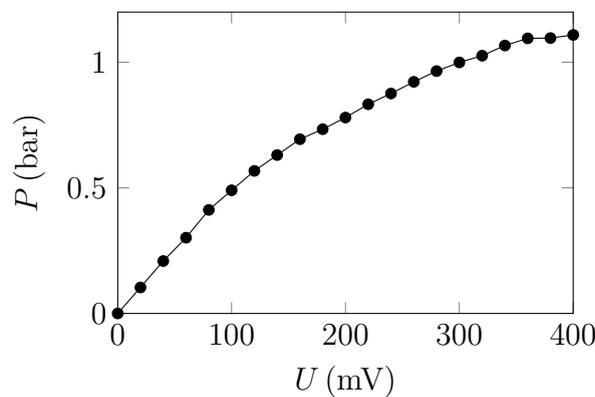


FIGURE 5.2 – Amplitude de pression imposée par le transducteur en fonction de la tension appliquée en entrée de l'amplificateur.

Sur la figure 5.2, nous présentons le résultat obtenu. Nous avons converti la vitesse d'oscillation en pression acoustique $P = Zv$ en utilisant l'impédance acoustique Z de l'huile minérale que nous emploierons dans la suite. À température ambiante, la vitesse du son dans cette huile $c_f = 1.42 \times 10^3 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$ a été mesurée précédemment [Grenard12] et sa masse volumique vaut $\rho_f = 838 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$: nous en déduisons l'impédance acoustique de l'huile $Z = \rho_f c_f = 1.2 \times 10^6 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$.

Nous constatons que la réponse du transducteur n'est pas linéaire. La pression maximale obtenue est de l'ordre de $P_{\max} = 1.1 \text{ bar}$. Par ailleurs, le vibromètre permet d'effectuer une mesure locale de la vitesse de vibration, moyennée sur la taille du

faisceau laser de rayon millimétrique : nous avons ainsi pu constater que l'amplitude de vibration varie de moins de 10% sur la surface du transducteur.

Échauffement du transducteur

Ayant remplacé le plan du rhéomètre par un transducteur, nous ne disposons plus de système permettant de thermostatier l'échantillon. Or, le transducteur est susceptible de chauffer au cours de son utilisation : cela va donc imposer des restrictions sur la durée des protocoles utilisés.

Afin de quantifier cet échauffement, nous avons placé un thermocouple de type K entre le cône et le plan, en immersion dans le gel de noir de carbone que nous étudierons ensuite. L'entrefer de la géométrie étant trop étroit pour pouvoir y positionner la tête du thermocouple, nous avons dû remonter le cône d'environ un millimètre par rapport à sa position nominale pour effectuer la mesure. Nous espérons toutefois que les températures mesurées sont représentatives de celles atteintes au cours des expériences.

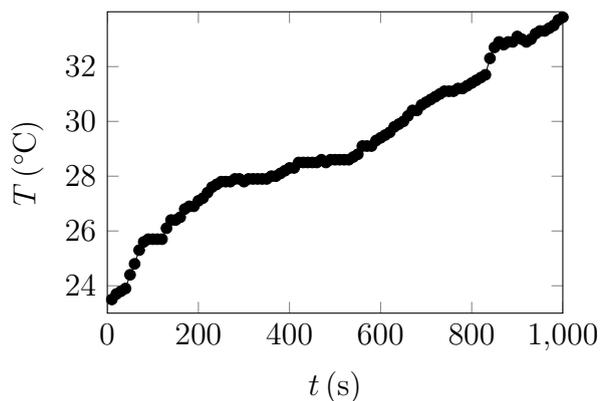


FIGURE 5.3 – Évolution de la température du gel de noir de carbone au repos dans le rhéomètre au cours du temps pour une excitation acoustique continue d'amplitude $P = 1.1$ bar.

Sur la figure 5.3, nous avons représenté l'évolution de la température dans le gel au repos au cours du temps lorsque le transducteur oscille à son amplitude maximale, correspondant à une pression acoustique $P = 1.1$ bar. Sur une durée d'un quart d'heure, la température s'élève régulièrement d'une dizaine de degrés, sans signe de saturation. Après arrêt du transducteur, le retour à température ambiante se fait plus lentement.

Afin d'éviter des artefacts dus à des effets thermiques, nous devons limiter la durée des protocoles rhéologiques utilisés. Dans les expériences présentées dans la suite, les ultrasons ne sont pas allumés plus de cinq minutes en continu et nous laissons le transducteur éteint pendant un temps au moins égal au triple de sa durée d'utilisation afin de le laisser refroidir. Nous enregistrons en parallèle la température sur le bord du transducteur, en y accolant un thermocouple : l'élévation totale de température au cours des expériences présentées ensuite n'excède pas 5°C.

Effets mécaniques sur le rhéomètre

Comme nous l'avons vu dans le paragraphe 2.2.1, une onde acoustique intense exerce une pression de radiation sur toute interface entre deux milieux d'impédances acoustiques distinctes. Ainsi, l'onde générée par le transducteur exerce une force sur le cône du rhéomètre.

Une conséquence possible de cette force serait d'induire une remontée du cône sous l'effet des ultrasons, ce qui pourrait fausser la mesure rhéologique. Notre rhéomètre MCR-301 ne dispose pas d'une observation directe de la taille de l'entrefer mais déduit la position du cône de la force normale mesurée en appliquant un coefficient de raideur effectif. Nous évoquerons plus en détails les forces normales dans le paragraphe 5.3.2. Dans de l'huile minérale et pour une excitation acoustique maximale, le rhéomètre indique un déplacement du cône de $h_0 = 2 \mu\text{m}$, à comparer à sa troncature $h = 47 \mu\text{m}$. Nous ne pouvons toutefois pas savoir dans quel mesure le cône se déplace effectivement. Il est toutefois certain que les ultrasons ont un effet mécanique sur le rhéomètre : après les avoir appliqués à forte intensité, le cône se retrouve fermement coincé sur l'axe. Cependant, l'ajustage des pièces d'un rhéomètre est extrêmement précis et il est donc vraisemblable qu'un déplacement minime du cône parvienne à le bloquer.

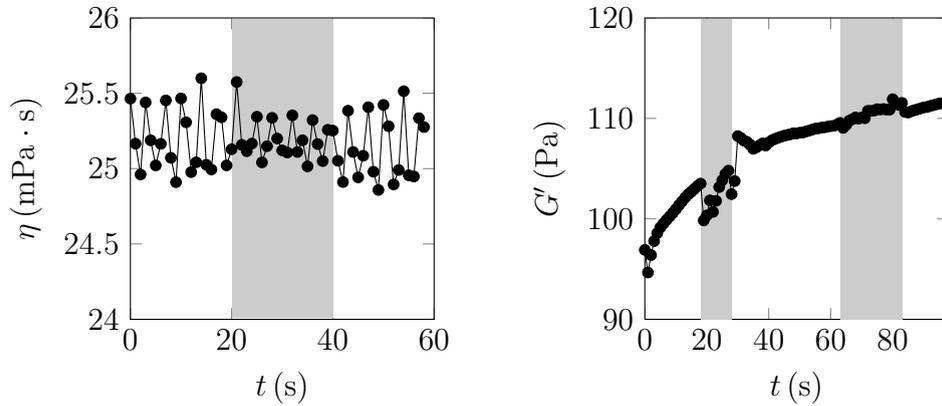
Nous avons tenté de mesurer une éventuelle remontée du cône en observant l'ombre du cône placé dans une nappe laser. Nous n'avons rien observé de la sorte mais le dispositif employé ne permet pas de mesure des déplacements inférieurs à une dizaine de microns : nous pouvons ainsi poser une borne supérieure au déplacement du cône sous l'effet de la pression de radiation. Nous avons également vérifié que la position de contact entre le cône et le plan mesurée par le rhéomètre ne change pas après l'application d'ultrasons. Le cône du rhéomètre ne remonte donc pas de façon permanente, mais nous ne pouvons cependant pas exclure qu'il le fasse pendant la durée de l'excitation acoustique.

En utilisant la formule (A.6) démontrée dans l'annexe A, nous pouvons estimer la variation du couple mesuré sous l'effet d'un déplacement du cône. Deux effets d'ordres de grandeur comparables se produisent alors : d'une part, la correction géométrique associée à la troncature est modifiée, et d'autre part, le rayon de contact entre l'échantillon et le cône change. Pour la géométrie que nous utilisons, une remontée du cône d'une hauteur $h_0 = 2 \mu\text{m}$ provoquerait une variation relative du couple de 1%.

Pour observer si un tel effet existe, nous avons mesuré la viscosité sous cisaillement continu d'un fluide newtonien, une huile minérale (Sigma Aldrich, *light mineral oil*, densité 0.838, CAS:8042-47-5), en appliquant ou non des vibrations ultrasonores. Le résultat obtenu est présenté sur la figure 5.4(a). L'application d'ultrasons n'induit pas de modification notable de la viscosité mesurée, mais une variation de 1% serait toutefois vraisemblablement noyée dans le bruit de mesure.

Nos résultats ne permettent donc pas d'exclure un déplacement du cône sous l'effet des ultrasons, mais l'effet d'un tel mouvement serait inférieur au bruit de mesure du rhéomètre.

Sur la figure 5.4(b), nous montrons l'évolution du module élastique G' d'un des gels de carbopol étudiés dans le chapitre 3 en présence de vibrations. L'effet observé n'est pas très clair : la première application des ultrasons fait chuter G' d'environ 3% tandis que la seconde application n'a pas d'effet notable. Nous avons reproduit l'expérience



(a) Viscosité $\eta = \sigma/\dot{\gamma}$ d'une huile minérale : on applique un taux de cisaillement continu $\dot{\gamma} = 1 \text{ s}^{-1}$ et l'on mesure la contrainte nécessaire σ .

(b) Module élastique d'un gel de carbopol de concentration massique $C = 2\%$, mesuré sous des oscillations d'amplitude $\gamma = 1\%$ et de fréquence $f = 1 \text{ Hz}$, après un pré-cisaillement d'intensité $\dot{\gamma}_p = 100 \text{ s}^{-1}$ et de durée $t_p = 300 \text{ s}$.

FIGURE 5.4 – Effet d'ultrasons sur la viscosité d'une huile minérale et sur le module élastique d'un microgel de carbopol. Les ultrasons sont allumés à leur intensité maximale $P = 1.1 \text{ bar}$ dans les zones grisées sur les courbes.

à plusieurs reprises et ne parvenons pas à observer un effet systématique. À nouveau, nous ne pouvons donc pas exclure un effet des ultrasons sur le carbopol, mais il induit alors de faibles variations. En outre, nous utilisons un cône de petite taille, avec un entrefer étroit : il est alors possible que nous voyions des effets de confinement et que la première diminution du module élastique soit dû au déblocage de particules de carbopol piégées en dessous de la troncature.

5.1.2 Gels de noir de carbone

Comme nous l'avons constaté, les effets des ultrasons sur le carbopol, s'ils existent, sont extrêmement ténus. Cela n'est toutefois pas surprenant au vu de la microstructure des microgels : il est peu vraisemblable que des ondes planes à 45 kHz induisent de fortes réorganisations des particules de carbopol.

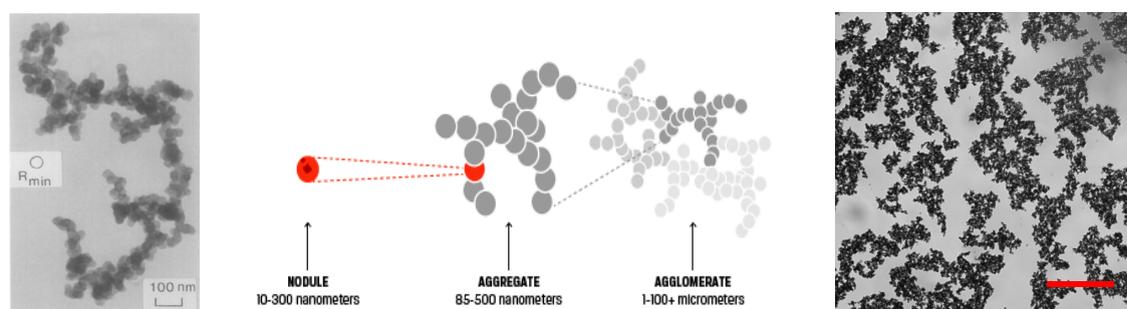
Afin d'observer des effets plus marqués, il nous faut un système dont la microstructure soit fragile et susceptible d'évoluer drastiquement lorsqu'on lui applique des ultrasons intenses. En outre, nous souhaitons pouvoir effectuer des expériences sur des temps longs, ce qui nécessite de trouver un système stable dans le temps et peu sensible à l'évaporation, car notre dispositif ne permet pas d'utiliser une cloche à solvant. Les gels de noir de carbone que nous décrivons dans ce paragraphe satisfont à ces deux conditions.

Présentation du gel colloïdal utilisé

Le noir de carbone désigne des particules colloïdales provenant de la combustion partielle ou de la décomposition thermique d'hydrocarbures. Il se présente sous forme de particules noires, de taille de l'ordre de quelques centaines de nanomètres [vander-Waarden50, Samson87, Int16]. Il possède diverses applications industrielles [Donnet93]. Il peut être utilisé pour renforcer des élastomères, comme le caoutchouc employé dans les pneus de voiture [Medalia70a]. Les particules de noir de carbone conduisent le courant électrique [Pantea03, Helal16] et peuvent donc être incorporées à des polymères pour les rendre conducteurs [Jäger01]. Enfin, leur forte absorption de la lumière [Chýlek95, Bond06] permet de s'en servir comme encre, une fois dispersées dans un solvant.

Les particules de noir de carbone sont en réalité des agrégats de particules de carbone comme nous pouvons le voir sur l'image de microscopie électronique de la figure 5.5(a) [Medalia70b, Medalia70a, Ehrburger-Dolle90]. Ces agrégats sont qualifiés de primaires et se forment de façon irréversible lors de la combustion des hydrocarbures. Leur structure est fractale, de dimension $d_f \simeq 2.2$ [Trappe00].

Une fois dispersés dans de l'huile, ces agrégats primaires présentent entre eux une interaction attractive, d'intensité $U \sim 30k_B T$ notablement supérieure à l'agitation thermique [Trappe07]. Sous l'effet de ces interactions, ils diffusent les uns vers les autres. Une fois en contact, l'agitation thermique est insuffisante pour les redisperser et ils s'agrègent pour former un réseau d'agglomérats qui percole à travers tout le système (voir figure 5.5(b)), selon un processus d'agrégation limitée par la diffusion [Weitz84a, Weitz84b, Weitz85]. Le système ainsi créé forme un gel colloïdal bloqué, susceptible de résister à des sollicitations mécaniques [Trappe00, Trappe01, Trappe07]. La microstructure est toutefois très lâche et les particules occupent une faible fraction de l'espace comme nous pouvons le voir sur la photographie 5.5(c). Les gels obtenus sont par conséquent extrêmement fragiles : ils s'effondrent par exemple progressivement sous leur propre poids [Perge14a].



(a) Image par microscopie électronique d'un agrégat primaire, tirée de [Ehrburger-Dolle90].

(b) Représentation schématique de la microstructure d'un gel de noir de carbone, tirée de [Int16] : les particules constituant le noir de carbone sont en fait des agrégats qui, une fois dispersés dans de l'huile, s'agglomèrent pour former un gel.

(c) Image au microscope optique d'un gel de noir de carbone de concentration massique $C = 6\%$, placé entre lame et lamelle. Barre d'échelle : 100 μm .

FIGURE 5.5 – Microstructure d'un gel de noir de carbone.

Pour former les gels de noir de carbone que nous étudierons dans la suite, nous

dispersion la poudre de noir de carbone (Carbot Vulcan XC72R, densité 1.8) dans une huile minérale (Sigma Aldrich, *light mineral oil*, densité 0.838, CAS:8042-47-5). Nous commençons par agiter manuellement et vigoureusement le mélange afin de l'homogénéiser puis le passons pendant une heure dans un sonicateur, afin de briser les agrégats de plus grande taille selon le protocole décrit dans [Trappe07].

Caractérisation rhéologique

Dans la suite de ce paragraphe, nous présentons les caractéristiques rhéologiques d'un gel de noir de carbone de concentration massique $C = 6\%$, que nous utiliserons exclusivement par la suite.

Sur la figure 5.6, nous traçons la courbe d'écoulement du gel, obtenue en diminuant puis en augmentant le taux de cisaillement, par paliers de durée 1 s, espacés logarithmiquement. Nous constatons que cette courbe présente une forte hystérèse, typique des systèmes dont la structure évolue sous l'effet du cisaillement, comme nous le mentionnions dans le paragraphe 1.2.2. Ici, nous voyons que la courbe correspondant aux contraintes croissantes se situe en dessous de celle correspondant aux contraintes décroissantes : cette caractéristique pourrait être attribuée à la rhéopectie du gel de noir de carbone [Ovarlez13a]. Pour des taux de cisaillement $\dot{\gamma}$ supérieurs à 10 s^{-1} , la branche décroissante, partant d'un état fluide, est bien décrite par la loi de Herschel-Bulkley (1.11) avec une contrainte seuil $\sigma_c = 13 \text{ Pa}$. Autour de $\dot{\gamma} = 1 \text{ s}^{-1}$, on observe un épaulement, caractéristique du glissement du matériau [Meeker04b]. Pour des taux de cisaillement inférieurs, le matériau glisse totalement : il se comporte alors comme un volume de solide et la courbe d'écoulement traduit la rhéologie des couches de lubrification aux parois [Grenard14].

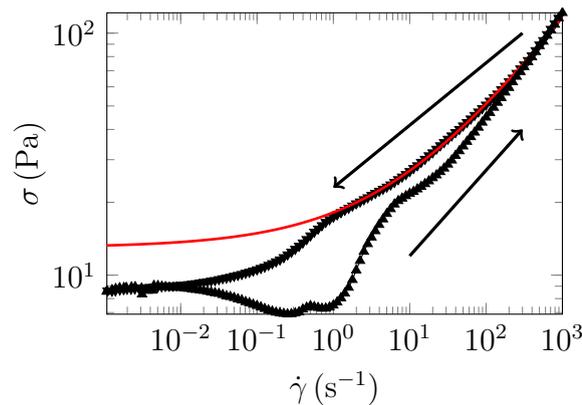
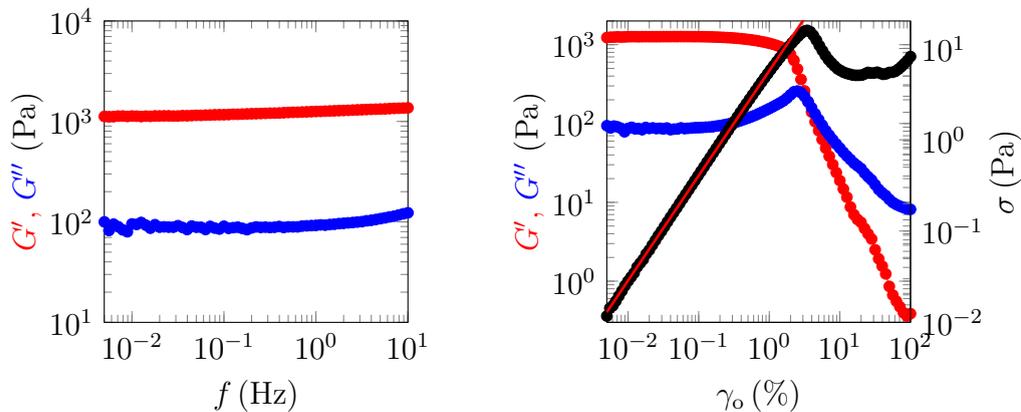


FIGURE 5.6 – Courbe d'écoulement d'un gel de noir de carbone de concentration massique $C = 6\%$, pour des taux de cisaillement appliqués décroissants (∇) puis croissants (Δ), échantillonnés logarithmiquement, et avec un temps d'attente de 1 s par palier. La courbe rouge correspond à un ajustement par la loi de Herschel-Bulkley (1.11) des données pour $\dot{\gamma} > 10 \text{ s}^{-1}$, avec $\sigma_c = 13 \text{ Pa}$, $k = 5.2 \text{ S.I.}$ et $n = 0.4$. Nous avons utilisé la procédure d'ajustement décrite dans le paragraphe 3.2.2.

La rhéopectie du matériau impose de prendre des précautions particulières sur la préparation de l'échantillon pour obtenir des résultats reproductibles. Dans toute la

suite de ce chapitre, et sauf mention contraire, nous appliquons le protocole présenté dans [Gibaud10]. Le matériau est tout d'abord précisailé à un taux $\dot{\gamma}_p = 1000 \text{ s}^{-1}$ dans une direction, puis dans l'autre, chaque étape durant un temps t_p . Ensuite, nous laissons le matériau reposer pendant un temps t_w , en enregistrant l'évolution de ses modules élastiques sous de petites oscillations d'amplitude $\gamma_o = 0.1\%$ et de fréquence $f = 1 \text{ Hz}$. En quelques millisecondes suite au précisaillement, le gel reprend un état solide et sa structure évolue lentement.

La figure 5.7 présente les propriétés viscoélastiques du gel étudié après précisaillement ($t_p = 20 \text{ s}$, $t_w = 300 \text{ s}$). Sur la figure 5.7(a), nous constatons que les modules viscoélastiques ne dépendent quasiment pas de la fréquence et que le module élastique $G' \simeq 1100 \text{ Pa}$ est supérieur d'un ordre de grandeur environ au module visqueux $G'' \simeq 90 \text{ Pa}$. Si l'on augmente l'amplitude des oscillations à fréquence donnée (voir figure 5.7(b)), nous constatons que le module élastique devient inférieur au module visqueux, pour une déformation excédant $\gamma_o^* = 2\%$, ce qui correspond à une contrainte $\sigma_o^* \simeq 10 \text{ Pa}$. Pour des déformations $\gamma_o < 0.9\%$, les modules viscoélastiques sont sensiblement indépendants de l'amplitude de l'oscillation et la contrainte lui est proportionnelle, avec un coefficient de proportionnalité $\tilde{G}_0 = 1200 \text{ Pa}$. Nous marquons ainsi les limites du domaine linéaire. Constatons *a posteriori* que les oscillations d'amplitude $\gamma_o = 0.1\%$ appliquées pendant la phase de repos se situent bien dans ce régime et ne fluidifient donc pas l'échantillon.



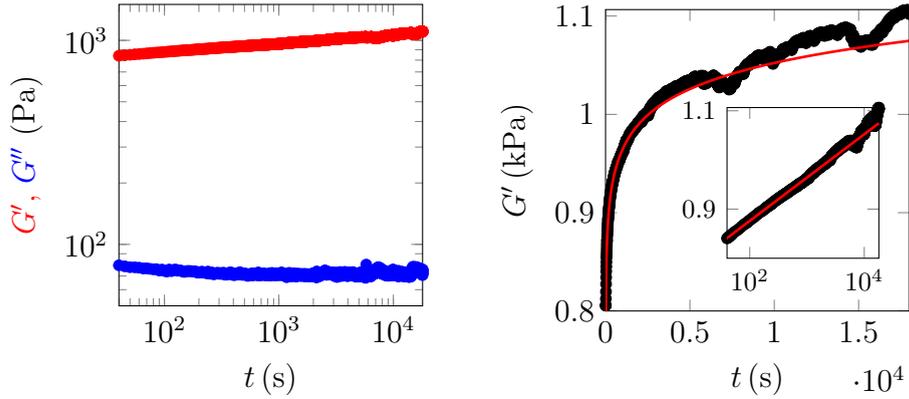
(a) Évolution des modules viscoélastiques avec la fréquence, pour une amplitude d'oscillation $\gamma_o = 0.1\%$ fixée.

(b) Évolution des modules viscoélastiques et de la contrainte avec l'amplitude d'oscillation γ_o . La droite rouge correspond à un ajustement linéaire de la contrainte $\sigma_o = \tilde{G}_0 \gamma_o$ avec $\tilde{G}_0 = 1200 \text{ Pa}$. L'ajustement est effectué sur les points tels que $\gamma_o < 0.9\%$

FIGURE 5.7 – Viscoélasticité d'un gel de noir de carbone de concentration massique $C = 6\%$ après précisaillement ($t_p = 20 \text{ s}$, $t_w = 300 \text{ s}$).

Les gels de noir de carbone présentent des propriétés de vieillissement, présentées sur la figure 5.7(a) : après précisaillement, nous avons enregistré pendant cinq heures l'évolution des modules viscoélastiques du système. Nous observons une augmentation lente du module élastique au cours du temps, convenablement décrite par une loi logarithmique comme nous le voyons sur l'insert de la figure 5.8(b). Pour des temps supérieurs

à quelques heures, la reprise se fait de façon plus irrégulière mais en moyenne, le module élastique continue toutefois de croître. La mesure étant effectuée sans contrôle de la température, les variations que l'on observe peuvent être dues à des effets thermiques.



(a) Évolution des modules viscoélastiques ($f = 1$ Hz, $\gamma_o = 0.1\%$) immédiatement après un précisaillement ($t_p = 200$ s).

(b) Reprise logarithmique du module élastique. La courbe rouge correspond à un ajustement de la forme $G' = G_1 \ln(t/\tau)$ où $G_1 = 38.3$ Pa et $\tau = 1.1 \times 10^{-8}$ s.

FIGURE 5.8 – Vieillissement d'un gel de noir de carbone au repos pour des oscillations de faible amplitude $\gamma_o = 0.1\%$ à une fréquence $f = 1$ Hz, suite à un précisaillement ($t_p = 200$ s).

Enfin, nous avons vu que le transducteur ultrasonore chauffe quand il est mis en fonctionnement. Nous avons donc mesuré l'évolution du module élastique du gel de noir de carbone avec la température, en revenant au dispositif de rhéologie conventionnel, incluant un plan à élément Peltier. Sur la figure 5.9, nous traçons le module élastique G' mesuré après un temps $t_w = 300$ s après précisaillement. Nous constatons que G' augmente avec la température, d'environ 20% pour une vingtaine de degrés. Cette augmentation du module élastique est en accord qualitatif avec les observations de Won *et al.* [Won05].

Pour conclure cette caractérisation rhéologique, constatons la variation importante des valeurs obtenues d'un chargement à l'autre : pour un même système, suivant un protocole de précisaillement identique, le module élastique après $t_w = 300$ s de reprise peut varier entre 800 Pa et 1300 Pa. Cette forte variabilité peut s'expliquer par le fait que nous travaillons avec un cône de petite taille : les effets de bords y sont vraisemblablement importants et nous ne pouvons contrôler suffisamment précisément la façon dont nous chargeons l'échantillon pour obtenir des mesures de G' et G'' reproductibles. Toutefois, si nous considérons par exemple la reprise du module élastique, toutes les courbes de rejoignent sur une unique courbe maîtresse si nous normalisons le module par sa valeur prise en un temps τ quelconque après le précisaillement. Dans la suite, de façon à nous abstraire de ce problème de chargement, nous nous intéresserons au module élastique normalisé

$$g'(t) \equiv \frac{G'(t)}{G'(\tau)} \quad (5.1)$$

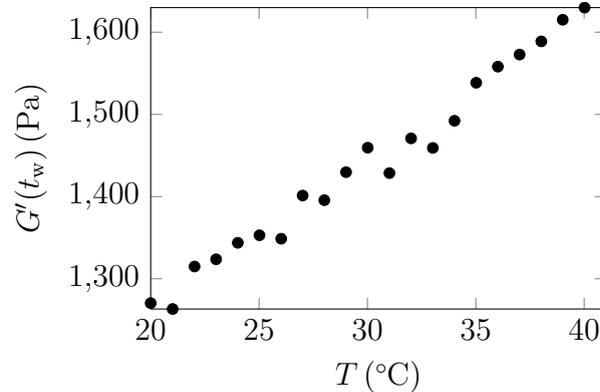


FIGURE 5.9 – Module élastique pour de petites oscillations d’amplitude $\gamma_0 = 1\%$ et de fréquence 1 Hz après un temps de repos $t_w = 300$ s en fonction de la température. L’échantillon a préalablement été soumis à deux précisaillements successifs dans des directions opposées, de durée $t_p = 20$ s et d’intensité $\dot{\gamma}_p = 1000$ s⁻¹.

avec $\tau = 20$ s. Nous nous sommes assurés que la courbe maîtresse obtenue reste la même si l’on change la valeur de τ , tant que celle-ci est choisie supérieure à quelques secondes. En effet, le rhéomètre met quelques secondes pour parvenir à imposer l’amplitude d’oscillation demandée et les premiers points sont par conséquent peu reproductibles.

Notons enfin que le système est extrêmement fragile et que des vibrations ténues suffisent à le déstabiliser notablement. Pour éviter tout problème lié au passage de personnes dans la pièce, il est nécessaire d’effectuer les manipulations de nuit ou durant les week ends.

5.2 Résultats expérimentaux

Ayant caractérisé le dispositif expérimental que nous utilisons ainsi que la rhéologie et la structure du système étudié, nous présentons maintenant les résultats que nous avons obtenus en présence d’ultrasons. Nous cherchons à observer et à décrire l’effet des vibrations ultrasonores appliquées par le transducteur sur plusieurs protocoles rhéologiques.

5.2.1 Courbe d’écoulement

Considérons tout d’abord l’effet d’ultrasons sur la courbe d’écoulement. Nous réalisons des courbes d’écoulement en imposant le taux de cisaillement, que nous abaissons par paliers logarithmiquement espacés durant chacun 1 s : l’acquisition d’une courbe d’écoulement s’effectue en une minute environ. Nous mesurons plusieurs courbes consécutives en augmentant progressivement l’intensité des ultrasons. Avant chaque courbe d’écoulement, nous précisailons le système en prenant un temps $t_p = 100$ s et nous déclenchons l’excitation acoustique à la fin du précisaillement. Cette procédure laisse un temps suffisant au transducteur pour revenir quasiment à température ambiante : au cours de l’intégralité de la procédure, la température s’est élevée de 1 °C.

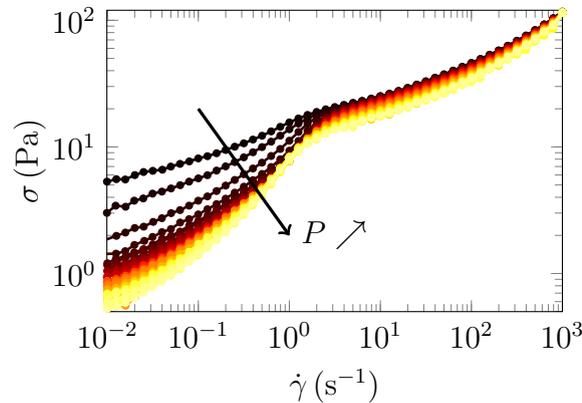


FIGURE 5.10 – Courbes d’écoulement d’un gel de noir de carbone soumis à des ultrasons de pression croissante allant de $P = 0$ jusqu’à $P = 1.1$ bar (du plus sombre au plus clair), après un précisaillement ($t_p = 100$ s, $t_w = 60$ s). On abaisse progressivement le taux de cisaillement par paliers logarithmiquement espacés de durée 1 s.

Les courbes d’écoulement obtenues pour des intensités acoustiques croissantes sont présentées sur la figure 5.10. Pour des taux de cisaillement au-dessus de l’épaule lié au glissement (à $\dot{\gamma} \simeq 1 \text{ s}^{-1}$), nous constatons que la contrainte nécessaire pour imposer un taux de cisaillement donné diminue légèrement avec la pression acoustique. En dessous du décrochement, nous voyons que la contrainte appliquée diminue également, rapidement d’abord puis plus lentement, à mesure que l’intensité acoustique augmente.

Il est difficile d’interpréter plus avant ces courbes car plusieurs effets entrent en jeu simultanément : le glissement aux parois, la rhéopectie et les vibrations. Retenons toutefois que les ultrasons semblent favoriser le glissement puisque le décrochement observé vers $\dot{\gamma} = 1 \text{ s}^{-1}$ est d’autant plus marqué que l’intensité ultrasonore est élevée. Nous allons dorénavant nous concentrer sur des situations plus simples, pour lesquelles nous partons d’un état mieux contrôlé.

5.2.2 Modules viscoélastiques

Dans ce paragraphe, nous nous intéressons à l’évolution du module élastique du gel de noir de carbone lorsqu’il est soumis à des vibrations. Nous commençons par précisaillement le système, avec un temps $t_p = 20$ s, puis le laissons reposer pendant $t_w = 180$ s en enregistrant la reprise du module élastique sous de petites oscillations. Ensuite, nous allumons les ultrasons pendant un temps $t_{US} = 20$ s, suffisamment court pour que nous ne mesurions pas d’élévation notable de la température. Nous enregistrons enfin l’évolution du module élastique après application des ultrasons. Ce protocole est répété en augmentant progressivement l’intensité acoustique.

Le résultat obtenu est présenté sur la figure 5.11, où nous avons tracé le module normalisé g' au cours du temps pour des pressions acoustiques variant de $P = 0$ à $P = 1.1$ bar. Tout d’abord, comme annoncé plus haut, nous voyons qu’une fois normalisée, la reprise du module élastique donne une courbe maîtresse avant application des ultrasons. L’insert de la figure 5.11 montre qu’aucune évolution systématique de la valeur $G'(\tau)$ n’est observable au cours de l’expérience, légitimant la normalisation utilisée.

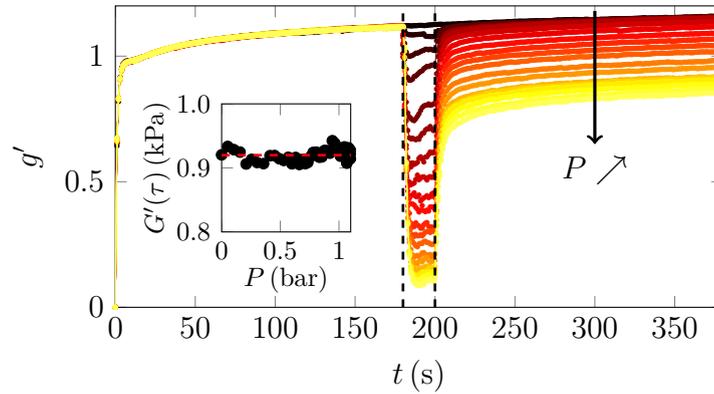


FIGURE 5.11 – Évolution du module élastique d'un gel de noir de carbone normalisé par sa valeur au temps $\tau = 20$ s après un précisaillement ($t_p = 20$ s). Après $t_w = 180$ s de reprise, le gel est soumis à des ultrasons intenses pendant une durée $t_{US} = 20$ s. Les courbes les plus claires correspondent aux pressions acoustiques P les plus fortes, la pression acoustique variant de $P = 0$ à $P = 1.1$ bar. En insert, on a représenté le module élastique après un temps de reprise $\tau = 20$ s suite à un précisaillement, qui sert de normalisation.

Nous observons une évolution régulière lorsque l'on augmente l'amplitude P des vibrations. Afin de définir les différentes observables auxquelles nous allons nous intéresser, nous avons tracé sur la figure 5.12 la courbe obtenue sans ultrasons appliqués et celle obtenue pour des ultrasons d'intensité $P = 1$ bar.

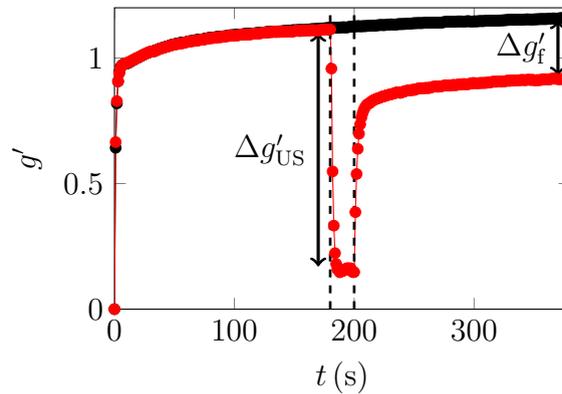
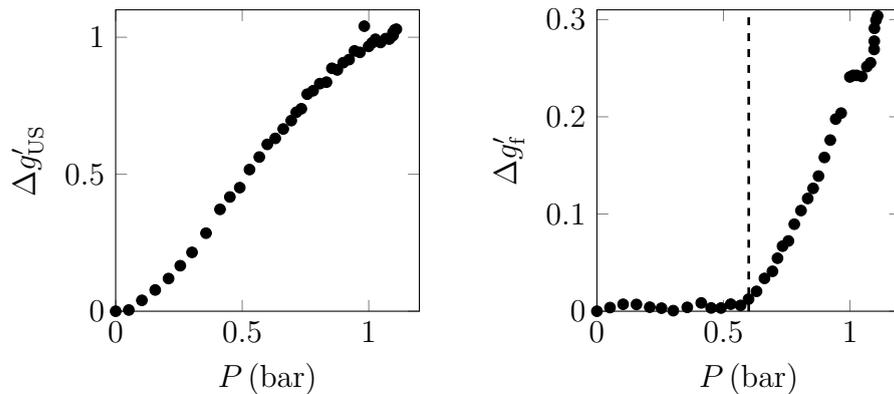


FIGURE 5.12 – Évolution du module élastique d'un gel de noir de carbone normalisé par sa valeur à $\tau = 20$ s après un précisaillement ($t_p = 20$ s). Pour la courbe rouge, après $t_w = 180$ s de reprise, des ultrasons d'intensité $P = 1$ bar sont appliqués à l'échantillon pendant $t_{US} = 20$ s : à leur allumage, le module élastique chute instantanément d'une quantité $\Delta g'_{US}$. Après extinction du transducteur, le module élastique reprend à nouveau, mais à des valeurs plus faibles : après un temps $t_{tot} = 380$ s, le module atteint une valeur réduite d'une quantité $\Delta g'_f$ par rapport au gel n'ayant pas été soumis aux ultrasons.

Nous pouvons constater deux phénomènes. Tout d'abord, lorsque les ultrasons sont appliqués, le module élastique chute d'une valeur $\Delta g'_{US} = g'(t = t_{US}^-) - g'(t = t_{US}^+)$.

Cet effet ne peut pas être attribué à la température : en effet, la diminution observée est quasiment instantanée et nous ne notons pas d'échauffement significatif du transducteur. En outre, une élévation de la température tendrait à augmenter le module élastique, comme nous l'avons vu sur la figure 5.9, tandis qu'il diminue ici. De même, nous éliminons un artefact lié à un effet mécanique : comme nous l'avons vu, si la pression de radiation déplaçait le cône du rhéomètre, la variation relative du couple mesuré serait inférieure à quelques pourcents pour les plus hautes intensités acoustiques, alors que la diminution du module élastique peut dépasser 90% dans le cas présent. Sur la figure 5.13(a), nous présentons l'évolution de $\Delta g'_{US}$ avec la pression acoustique appliquée P . Nous constatons que la chute du module élastique sous l'effet des ultrasons augmente régulièrement avec P .

D'autre part, après arrêt des ultrasons, le module élastique augmente à nouveau. Pour des intensités ultrasonores modérées, la reprise rejoint la courbe obtenue sans application des ultrasons, mais au-delà d'une pression seuil $P_c \simeq 0.6$ bar, le module élastique reste inférieur à la valeur obtenue en l'absence d'ultrasons : nous notons $\Delta g'_f$ la diminution du module élastique à la fin de l'expérience. Elle est tracée en fonction de l'intensité ultrasonore sur la figure 5.13(b). Ainsi, pour des vibrations excédant la pression seuil, le système garde la mémoire de l'application des ultrasons.



(a) Diminution du module élastique lors de l'application des ultrasons.

(b) Diminution du module élastique suite à une reprise pendant un temps $t_w = 180$ s après l'application des ultrasons. Les pointillés marquent la pression seuil $P_c = 0.6$ bar au-delà de laquelle un effet mémoire commence à se faire sentir.

FIGURE 5.13 – Effet des ultrasons sur le module élastique.

Nous ne disposons pas de cône rugueux de taille suffisamment petite pour pouvoir être utilisé normalement avec notre transducteur de diamètre 30 mm. Cependant, nous avons effectué quelques tests préliminaires avec le cône rugueux de diamètre 40 mm utilisé dans le chapitre 3 pour l'étude du carbopol, plus large que le transducteur, en ne le remplissant pas complètement. Les quelques résultats obtenus sont alors qualitativement similaires.

5.2.3 Fluidification à contrainte imposée

Sous l'effet d'une contrainte imposée suffisamment forte, les gels de noir de carbone présentent une fluidification retardée, c'est-à-dire qu'ils se mettent en écoulement après une phase de fluage transitoire, du fait de l'endommagement progressif de la microstructure du système [Sprakel11, Lindström12]. Cet effet a été quantifié en partant d'un état solide sous l'effet d'une contrainte constante [Gibaud10, Grenard12, Grenard14] ou oscillante [Grenard12, Perge14c, Perge14a, Gibaud15]. Toutefois, l'état obtenu après un brusque arrêt du précisaillement est mal contrôlé [Ovarlez13a] : nous préférons donc utiliser le protocole proposé dans cette dernière publication.

Après le précisaillement, et sans laisser au système de temps de repos, nous appliquons directement une contrainte constante σ au matériau, dans la même direction que le dernier précisaillement et nous mesurons l'évolution du taux de cisaillement au cours du temps pendant une durée de 300 s. Le résultat obtenu est présenté sur la figure 5.14.

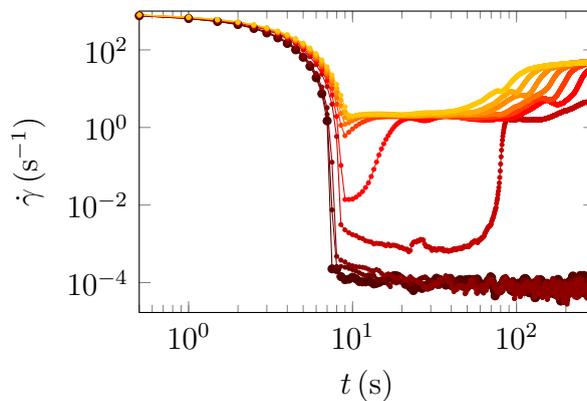


FIGURE 5.14 – Fluage d'un gel de noir de carbone partant d'un état fluidifié après un précisaillement ($t_p = 200$ s, $t_w = 0$ s) sous l'application d'une contrainte $\sigma = 7, 8, 9, 10, 11, 12, 13, 14, 15, 16$ Pa, du plus foncé au plus clair. Aucune vibration n'est appliquée.

Les observations sont très similaires à celles décrites dans [Ovarlez13a]. À basse contrainte ($\sigma < 10$ Pa), le gel se reforme après le précisaillement et résiste à la contrainte appliquée, si bien que le rotor s'arrête et le taux de cisaillement reste extrêmement faible sur toute la durée de l'expérience. Lorsque la contrainte augmente, nous voyons apparaître une fluidification du système. Nous constatons qu'elle se fait en deux temps : le taux de cisaillement commence par atteindre un plateau à $\dot{\gamma} \sim 1$ s⁻¹, puis augmente à nouveau brusquement vers une valeur plus importante $\dot{\gamma} \sim 50 - 100$ s⁻¹. Des observations locales par vélocimétrie ultrasonore ont montré, en géométrie de Couette rugueuse, que ces deux étapes sont respectivement associées à une situation de glissement total aux parois, puis à une fluidification complète [Gibaud10, Grenard14].

Nous nous proposons d'étudier l'effet des ultrasons sur cette fluidification. Pour ce faire, après la phase de précisaillement, nous appliquons une contrainte σ et imposons des vibrations d'amplitude P : nous recommençons ce protocole en augmentant progressivement l'intensité des ultrasons. Nous nous sommes assurés que l'élévation de température ne dépasse pas 5 °C au cours de l'expérience.

Sur la figure 5.15(a), nous présentons le résultat obtenu pour une contrainte $\sigma = 9$ Pa, pour laquelle nous n'observons pas de fluidification en l'absence d'ultrasons. Nous

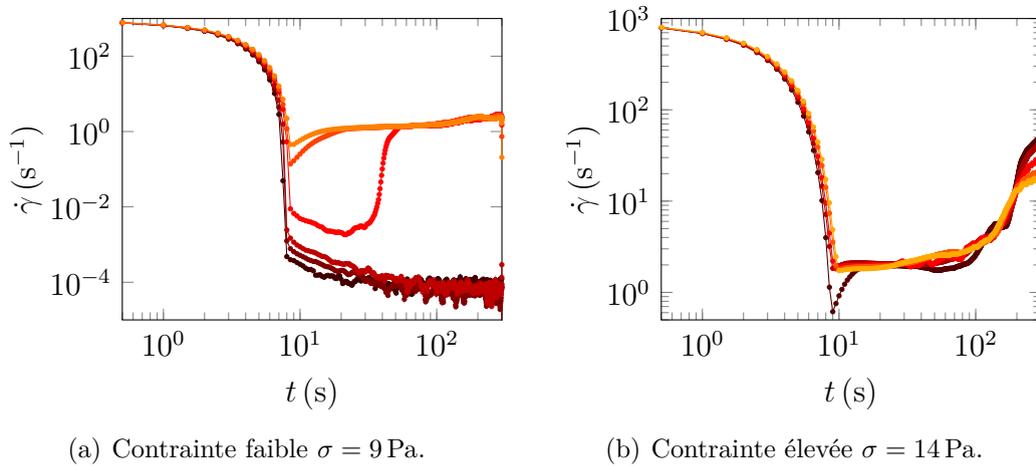


FIGURE 5.15 – Fluage d’un gel de noir de carbone partant d’un état fluidifié après un précisaillement ($t_p = 200$ s, $t_w = 0$ s) sous l’application d’une contrainte constante σ et d’ultrasons de pression $P = 0, 0.3, 0.5, 0.7, 0.8, 0.9$ bar (du plus foncé au plus clair).

voions qu’en augmentant la pression des ultrasons appliqués, nous passons d’un régime de fluage au régime de glissement total caractérisé par un taux de cisaillement $\dot{\gamma} \simeq 1 \text{ s}^{-1}$. Nous n’observons cependant pas la seconde augmentation du taux de cisaillement qui traduirait une véritable fluidification en volume du matériau.

Pour une contrainte plus élevée $\sigma = 14$ Pa, comme nous le voyons sur la figure 5.15(b), les ultrasons ne modifient pas notablement la durée du régime de glissement total observé initialement, mais semblent réduire la valeur du taux de cisaillement dans l’état fluidifié.

Ainsi, il semble qu’à contrainte imposée, les ultrasons contribuent principalement à favoriser le glissement aux parois. Il serait toutefois intéressant d’observer plus quantitativement si un effet existe sur les temps de fluidification et de sonder plus précisément la transition en effectuant des paliers de contrainte plus rapprochés. Il serait aussi utile de travailler avec une géométrie rugueuse, pour laquelle les résultats en l’absence d’ultrasons étaient plus reproductibles [Grenard14].

5.3 Discussion

5.3.1 Glissement

Ainsi, nous voyons que les ultrasons influencent les propriétés mécaniques du gel de noir de carbone. Les effets observés peuvent être dus à un effet de volume, c’est-à-dire à la destructuration du gel sous l’effet des vibrations, mais semblent aussi attribuables à des effets surfaciques, c’est-à-dire à une favorisation du glissement. À ce stade, le caractère global des mesures rhéologiques ne permet pas de trancher. Il est également possible que les effets observés résultent d’une combinaison d’effets volumiques et surfaciques.

Pour tenter de clarifier cet effet de glissement, nous nous sommes intéressés à un protocole plus simple que les courbes d’écoulement. Après un précisaillement et un temps

de repos t_w en petites oscillations, nous imposons un taux de cisaillement constant $\dot{\gamma}$ tout en appliquant des vibrations de pression acoustique P . L'évolution de la contrainte au cours du temps est représentée sur la figure 5.16.

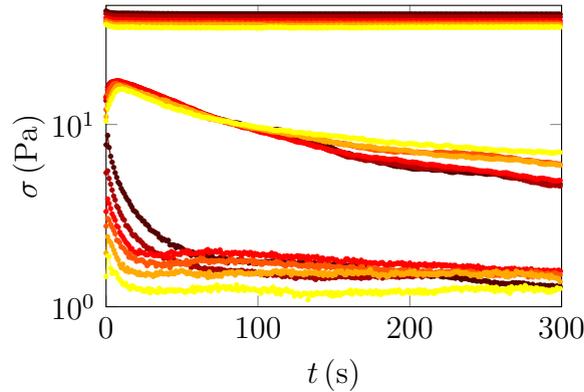


FIGURE 5.16 – Évolution de la contrainte au cours du temps à $\dot{\gamma} = 0.1, 5$ et 100 s^{-1} de bas en haut, pour des pressions appliquées $P = 0, 0.3, 0.5, 0.7, 0.8$ et 0.9 bar, du plus foncé au plus clair. Le système est initialement précisailé ($t_p = 200 \text{ s}$) puis laissé au repos pendant $t_w = 200 \text{ s}$.

Pour les faibles taux de cisaillement, en dessous de l'épaule observé sur les courbes d'écoulement de la figure 5.10, le système est *a priori* en glissement total. Nous constatons que les ultrasons contribuent à diminuer légèrement la contrainte appliquée. Pour les taux de cisaillement intermédiaires, situés au voisinage du décrochement, la situation semble plus complexe : on observe une lente relaxation de la contrainte qui n'atteint pas d'état stationnaire sur la durée de l'expérience, y compris en l'absence d'ultrasons. L'effet des vibrations semble irrégulier dans ce régime. Enfin, aux forts taux de cisaillement, nous voyons que les ultrasons diminuent également la contrainte en régime stationnaire. Dans ce dernier cas, l'effet du glissement est probablement moins important et nous pouvons supposer qu'un effet volumique des vibrations existe, mais nous ne pouvons le vérifier directement.

En l'absence d'une caractérisation locale complémentaire, ces expériences à taux de cisaillement imposé partant d'un état solide sont difficiles à interpréter même en l'absence d'ultrasons appliqués [Grenard12] et nous ne tenterons pas de les exploiter plus ici. Notons qu'au cours de ce type d'expérience, les gels de noir de carbone peuvent se structurer en rouleaux à bas taux de cisaillement [Grenard11]. Avec le cône utilisé, l'entrefer varie entre $50 \mu\text{m}$ et $200 \mu\text{m}$: pour de tels confinements, les rouleaux apparaissent pour des taux de cisaillement de l'ordre de 1 s^{-1} . Nous ne pouvons pas vérifier si ces rouleaux se forment : d'une part, la géométrie utilisée ne nous permet pas de voir l'échantillon directement, et remonter le cône détruirait les rouleaux et d'autre part, même avec un dispositif de visualisation, les rouleaux seraient extrêmement difficiles à observer à l'œil pour des gels aussi concentrés que les nôtres.

5.3.2 Forces normales

Comme nous l'avons mentionné dans le paragraphe 5.1.1, l'onde acoustique générée par le transducteur exerce une force normale sur le cône. Sur la figure 5.17, nous traçons l'évolution de la force normale ressentie par le cône lorsque l'on applique de petites oscillations à de l'huile minérale.

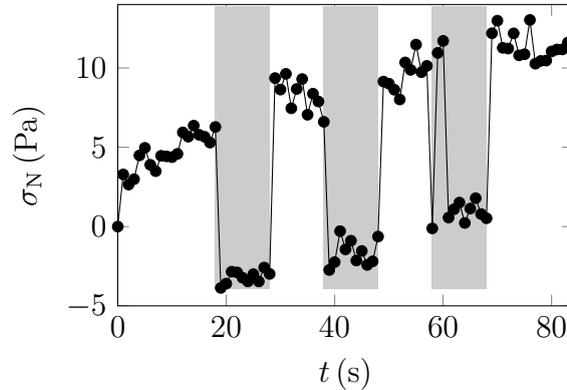


FIGURE 5.17 – Contrainte normale dans l'huile minérale pendant que l'on applique de petites oscillations, d'amplitude $\gamma_0 = 1\%$ et de fréquence $f = 1$ Hz. Des ultrasons d'intensité $P = 1.1$ bar sont appliqués pendant les zones grisées.

Notre rhéomètre présente une dérive lente de la force normale mesurée, usuelle avec le capteur dont est équipé le rhéomètre, mais nous pouvons toutefois constater un effet très net des ultrasons : quand ils sont allumés, pour l'amplitude de pression maximale, la force normale chute d'environ 10 Pa, ce qui correspond à une « aspiration » du cône vers le transducteur. Afin d'estimer l'ordre de grandeur de la pression de radiation exercée sur le cône en contact avec de l'huile, nous utilisons la formule (2.43) donnant l'expression de la pression de radiation exercée sur une interface plane. En prenant pour la masse volumique de l'acier $\rho_{\text{acier}} \simeq 8000 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$ et pour la vitesse du son $c_{\text{acier}} \simeq 6000 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$, nous obtenons une impédance acoustique $Z_{\text{acier}} = \rho_{\text{acier}} c_{\text{acier}} \simeq 4.8 \times 10^7 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$. Dès lors, pour une pression $P = 1.1$ bar nous obtenons une pression de radiation $\Pi_{\text{rad}} = 6.6$ Pa. Cette force est du même ordre de grandeur que la force normale mesurée. Elle est toutefois orientée dans la direction opposée, c'est-à-dire qu'elle pousse sur le cône.

Nous pouvons également supposer que l'onde exerce une force de radiation sur les ménisques : en considérant une interface entre de l'air ($\rho_{\text{air}} \simeq 1 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$, $c_{\text{air}} \simeq 340 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$) et de l'huile, nous obtenons une pression poussant les ménisques vers l'extérieur d'intensité $\Pi_{\text{rad}} = 7$ Pa. Cette force exercée sur les ménisques pourrait résulter en une force normale sur le cône, l'attirant vers le transducteur.

Bien entendu, l'utilisation de la formule (2.43) est sujette à caution car la structure du champ acoustique peut être complexe du fait du confinement dans une cavité de taille très inférieure à la longueur d'onde. Les ordres de grandeur des pressions de radiation exercées sur le cône et sur les ménisques sont comparables à celui de la force normale mesurée : un calcul précis serait nécessaire pour expliquer la succion du cône lorsque les ultrasons sont allumés. Elle pourrait s'expliquer par la traction exercée par les ménisques, si la pression de radiation exercée sur ces derniers dépasse celle appliquée

au cône. Jouer sur le matériau constituant le cône, et donc sur la rupture d'impédance acoustique entre l'outil et l'échantillon, permettrait peut-être de trancher la question.

Dans les expériences menées avec le gel de noir de carbone, l'application d'ultrasons s'accompagne également d'une force normale, poussant cette fois-ci le cône vers le haut, et d'une intensité pouvant atteindre $\sigma_N = 80 \text{ Pa}$ pour les pressions les plus importantes. Nous n'essaierons cependant pas d'interpréter cette valeur car l'effet direct des ultrasons se mêle à la dynamique propre du gel, dont les forces normales ont une évolution complexe [Gibaud15]. Toutefois, l'existence d'une telle force normale, corrélée à l'application des ultrasons, soulève également des questions sur l'effet des vibrations : il n'est pas anodin d'appliquer une telle contrainte sur le cône, et cela pourrait par exemple favoriser un décollement du matériau aux parois et les effets de glissement pressentis plus haut.

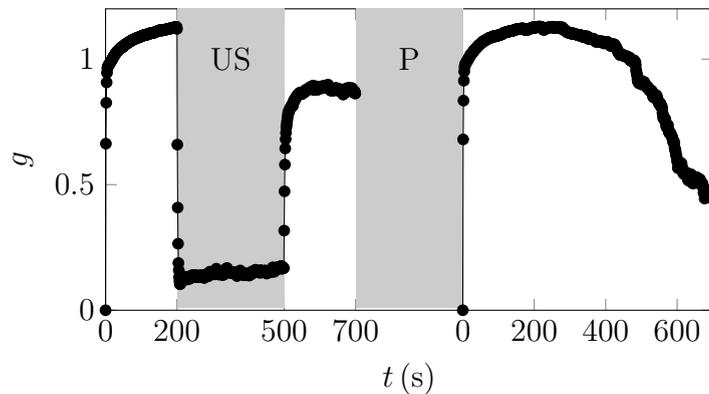
5.3.3 Effet irréversible

Nous avons vu dans le paragraphe 5.2.2 que le gel de noir de carbone pouvait conserver une mémoire de l'application des ultrasons, pour des intensités acoustiques suffisamment élevées. En effectuant des expériences plus longues, comme nous le voyons sur la figure 5.18(a), nous constatons qu'après l'application d'ultrasons à très forte intensité, le module élastique augmente, puis passe par un maximum et décroît ensuite. Cette décroissance se fait régulièrement pendant plusieurs dizaines de minutes jusqu'à ce que le module élastique sature à une valeur basse, de l'ordre de quelques dizaines de pascals.

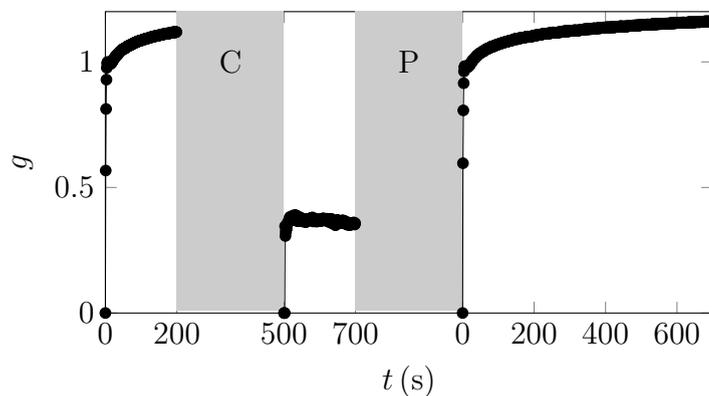
Un effet similaire peut être obtenu en imposant un faible taux de cisaillement $\dot{\gamma} \sim 1 \text{ s}^{-1}$ à l'échantillon, c'est-à-dire en le forçant à glisser, comme nous le voyons sur la figure 5.18(b). On pourrait donc attribuer le comportement anormal du module élastique à une modification de l'adhésion du gel aux parois du rhéomètre. Toutefois, avec un tel protocole, un précisaillement suffit pour que le gel reprenne un comportement habituel. Au contraire, après application des ultrasons, un précisaillement ne remet pas le système dans son état initial : pour effacer la mémoire du gel, il est nécessaire de le laisser au repos pendant plusieurs heures, puis de le précisaillement.

Les ultrasons ont donc un effet irréversible sur le noir de carbone, difficile à effacer. Dans toutes les données présentées précédemment, nous avons pris garde à ce que cet effet n'ait pas eu lieu. Nous ne sommes pas parvenus à en identifier la nature mais n'avons fait que des tests préliminaires ne permettant pas de conclure. Au microscope optique, nous n'avons observé aucune différence entre un gel qui a été soumis à des vibrations et un gel normal. Cependant, il est peu vraisemblable que les ultrasons appliqués parviennent à changer notablement la taille des agrégats primaires. En outre, nous sommes forcés de sortir le gel du rhéomètre et de le placer entre lame et lamelle pour l'observer au microscope : nous détruisons ainsi le réseau d'agrégats. Si les ultrasons ont un effet sur la structure de ce réseau, nous ne pouvons pas l'observer de cette manière. Nous avons également essayé de mesurer le module élastique d'un gel venant d'être passé au bain à ultrasons et n'ayant pas été précisaillement : le module élastique a alors l'ordre de grandeur attendu et ne présente pas de maximum suivi d'une décroissance aux temps longs.

Ainsi, l'application de vibrations ultrasonores suffisamment intenses permet de mo-



(a) Évolution du module élastique d'un gel de noir de carbone après un précisaillement ($t_p = 200$ s, $t_p = 200$ s). On applique des ultrasons intenses ($P = 1.1$ bar) dans la zone grisée marquée US. La zone P correspond à un nouveau précisaillement ($t_p = 1000$ s). Après le précisaillement, on observe une reprise anormale du module élastique.



(b) Évolution du module élastique d'un gel de noir de carbone après un précisaillement ($t_p = 200$ s, $t_p = 200$ s). Pendant la zone grisée C, on impose un taux de cisaillement $\dot{\gamma} = 1$ s⁻¹ à l'échantillon. La zone P correspond à un nouveau précisaillement ($t_p = 200$ s). Le module élastique reprend ensuite normalement.

FIGURE 5.18 – Effet irréversible des ultrasons sur le gel de noir de carbone.

difier durablement les propriétés d'un gel de noir de carbone, mais nous ne sommes pas encore parvenus à identifier l'origine de cette altération. Une possibilité serait que les ultrasons favorisent la sédimentation du gel, dont nous savons qu'il est susceptible de s'effondrer sous l'effet de son propre poids, et induisent ainsi la formation de couches de lubrification aux parois du rhéomètre. Cette hypothèse expliquerait les effets de glissement observés mais pas la nécessité de laisser le système reposer afin de pouvoir le remettre dans son état initial par un précisaillement. Là encore, une étude plus détaillée de cet effet est en cours.

5.3.4 Conclusion et perspectives

Au cours de ce chapitre, nous avons vu que l'application d'ultrasons intenses à un gel de noir de carbone permet d'en modifier les propriétés rhéologiques. Le module élastique du gel est fortement diminué pendant l'application des ultrasons, de façon potentiellement irréversible pour des pressions acoustiques suffisantes, et les ultrasons favorisent le glissement du gel. Cette étude n'est encore que préliminaire et nous n'excluons pas à ce stade la possibilité d'agir sur la microstructure du gel en volume. L'observation d'un effet irréversible, se conservant après un précisaillement, apparaît comme plutôt prometteuse, mais des expériences complémentaires sont nécessaires pour caractériser cet effet et l'expliquer microscopiquement.

Une étude plus approfondie de la fluidification sous contrainte imposée s'avère nécessaire, afin de déterminer s'il est possible de fluidifier entièrement le système à l'aide des ultrasons. Il serait également intéressant de reproduire cette étude avec des conditions aux limites rugueuses, afin de limiter les effets de glissement.

La principale lacune de ce travail est l'absence de visualisation de la dynamique microscopique du gel. La petite taille de la géométrie utilisée et l'opacité du noir de carbone rendent impossible toute observation directe avec le dispositif actuel. Il serait toutefois possible de caractériser directement le glissement en travaillant en géométrie plan-plan et en comparant les résultats obtenus pour différentes tailles d'entrefer [Yoshimura88].

Enfin, nous souhaiterions observer les effets d'ultrasons à d'autres fréquences et sur d'autres systèmes. Nous avons fait quelques tests préliminaires sur un gel colloïdal de Ludox (particules de silice), qui semblent concluants, mais le gel s'évapore en quelques minutes, ce qui pose un problème majeur pour nos expériences. Il faudra donc adapter le dispositif de façon à pouvoir contrôler l'humidité ou à utiliser une cloche anti-évaporation. Nous allons donc commencer par voir si l'on retrouve les mêmes effets sur des gels de noir de carbone de concentrations différentes et dans des géométries différentes.

Conclusion

Jusqu'à présent, dans le contexte de la physique des fluides complexes, les ultrasons ont principalement été utilisés à basse intensité pour observer passivement la structure et la déformation des matériaux. Au cours de cette thèse, nous avons exploré différentes façons d'agir activement sur les matériaux mous à l'aide d'ultrasons de puissance, à travers un effet acoustique non linéaire : la pression de radiation acoustique. Nous avons pour cela mis en place trois expériences différentes, en utilisant des systèmes variés.

Tout d'abord, dans le chapitre 3, nous avons proposé une technique de microrhéologie passive, la « mésorhéologie acoustique », reposant sur l'analyse du mouvement d'une sonde sous l'effet de la pression de radiation acoustique. Les échelles de taille et de force mises en jeu sont intermédiaires entre celles accessibles à la rhéométrie rotative et aux méthodes traditionnelles de microrhéologie. Nous avons mis en place le dispositif et en avons testé les possibilités pour la caractérisation du fluage d'un fluide à seuil simple : un microgel de carbopol. Les résultats obtenus coïncident qualitativement avec les observations effectuées en rhéologie classique. L'analyse de ces données devrait permettre de mesurer localement le seuil d'écoulement et le module élastique du gel. Toutefois, l'analyse quantitative des résultats reste problématique car la déformation engendrée ne correspond pas à un cisaillement simple et une estimation naïve de la contrainte et du cisaillement engendrés par l'intrus fournit des résultats en désaccord avec la mesure rhéologique. Nous avons en outre constaté et caractérisé la formation d'une cavité acoustique entre le transducteur et le traceur, qui complique l'analyse dès lors que les déplacements excèdent la demi-longueur d'onde des ultrasons. Nous avons néanmoins proposé d'utiliser des billes de plus petite taille, ce qui permettrait de s'affranchir de ce problème mais nécessiterait un système d'imagerie mieux résolu. La méthode semble prometteuse et pourrait permettre, une fois le dispositif amélioré, de mesurer des quantités intéressantes, comme des modules élastiques dans un système déformé, à une échelle mésoscopique.

Dans le chapitre 4, nous avons montré que des ultrasons de puissance focalisés à haute fréquence permettent de débloquent sans contact direct un empilement granulaire et de le mettre en écoulement. Nous avons étudié cette transition de déblocage à la fois expérimentalement et numériquement, par des simulations de dynamique moléculaire de sphères molles. Cette fluidification présente des propriétés rappelant celles des transitions de phase du premier ordre : l'hystérèse et l'intermittence. Le protocole d'excitation, avec une injection discontinue d'énergie, se distingue des études menées auparavant sur la fluidification des milieux granulaires. La possibilité de solliciter localement et sans contact un matériau granulaire ouvre des perspectives tant appliquées que fondamentales. En particulier, les ultrasons de puissance pourraient s'avérer un

outil efficace pour sonder localement les propriétés mécaniques de systèmes bloqués.

Enfin, dans le chapitre 5, nous avons remplacé le plan d'un rhéomètre classique par un transducteur piézoélectrique fonctionnant à « basse fréquence », afin de sonder l'effet de vibrations globales sur la rhéologie de matériaux mous. Après avoir déterminé les limitations du dispositif mis en place, nous avons étudié l'effet d'ultrasons sur les propriétés mécaniques d'un gel colloïdal attractif de noir de carbone. Nous observons des effets très nets des ultrasons, mais où il est à ce stade difficile de faire la part entre les phénomènes de glissement et la modification en volume de la structure du gel. S'il est frustrant de ne pas avoir identifié clairement un effet sur la structure du matériau, la possibilité d'en contrôler le glissement reste toutefois une perspective intéressante. En outre, cette étude n'est encore que préliminaire et l'observation d'un effet irréversible des ultrasons sur le gel laisse à penser que les vibrations ont également une action en volume. Nous sommes en train de compléter ce travail et souhaitons généraliser les résultats obtenus à des gels de concentrations différentes et à d'autres fréquences acoustiques. Il serait également intéressant d'utiliser d'autres matériaux mais il faudrait pour cela parvenir à contrôler l'évaporation des échantillons.

Les ultrasons de puissance apparaissent donc comme un outil innovant et efficace pour caractériser et agir sur les matériaux mous, ouvrant de nombreuses perspectives pour des recherches fondamentales et appliquées. Leur bonne pénétration en font une alternative intéressante aux méthodes optiques pour induire des forces stationnaires à l'intérieur de matériaux mous, offrant une nouvelle voie pour les études rhéologiques locales. En outre, leur capacité à interagir directement avec la microstructure des matériaux permettent d'imaginer de les employer pour la structuration de matériaux. De tels matériaux seraient susceptibles de changer drastiquement de comportement mécanique sous la simple application d'ondes acoustiques intenses, formant ainsi des matériaux « acousto-rhéologiques ».

Annexe A

Couple en géométrie cône-plan

Dans cette annexe, nous détaillons le calcul du couple exercé sur un cône tronqué situé à une distance arbitraire au dessus d'un plan, comme schématisé sur la figure A.1.

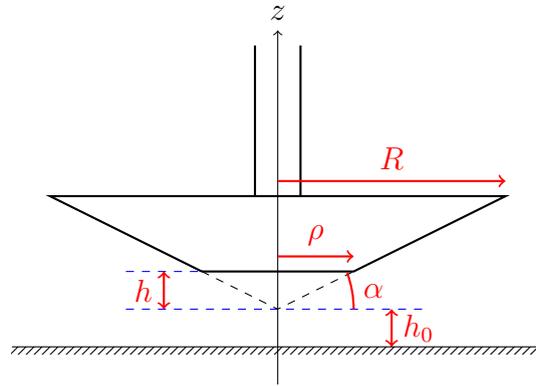


FIGURE A.1 – On considère un cône d'angle θ et de rayon R , tronqué à une hauteur h_0 , et situé à une distance h d'un plan.

Nous notons $\vec{\Gamma}$ le couple appliqué au cône et $\vec{\omega} = \omega \vec{e}_z$ sa vitesse angulaire de rotation.

A.1 Écoulement de base

Calculons tout d'abord le profil de vitesse de l'écoulement : nous cherchons une solution de l'équation de Stokes sous la forme $\vec{v}(r, \theta, z) = \vec{v}(r, z) \vec{e}_\theta$ vérifiant une condition de non-glissement aux parois du rotor et du plan.

En dessous de la partie plane, c'est-à-dire pour $r \leq \rho$, nous avons $\vec{v}(r, z = 0) = \vec{0}$ et $\vec{v}(r, z = h_0 + h) = r\omega \vec{e}_\theta$. Dès lors, le profil de vitesse s'écrit

$$\vec{v}(r, z) = \frac{r\omega z}{h + h_0} \vec{e}_\theta \quad \text{soit} \quad \dot{\gamma} = \frac{r\omega}{h + h_0}. \quad (\text{A.1})$$

Sous la partie conique, pour $r \geq \rho$, la condition de non-glissement au plan s'écrit toujours $\vec{v}(r, z = 0) = \vec{0}$ mais celle au niveau du rotor devient $\vec{v}(r, z = h_0 + r \tan \alpha) =$

$r\omega\vec{e}_\theta$. Le profil de vitesse s'écrit

$$\vec{v}(r, z) = \frac{r\omega z}{h_0 + r \tan \alpha} \vec{e}_\theta \quad \text{soit} \quad \dot{\gamma} = \frac{r\omega}{h_0 + r \tan \alpha}. \quad (\text{A.2})$$

A.2 Calcul du couple

Calculons tout d'abord le couple exercé sur la partie conique $\vec{\Gamma}_c$:

$$\vec{\Gamma}_c = \int_\rho^R (r\vec{e}_r) \times \left(\eta\dot{\gamma} \cdot \frac{2\pi r dr}{\cos \alpha} \vec{e}_\theta \right) = \frac{2\pi\eta\omega}{\sin \alpha} \left(\frac{h_0}{\tan \alpha} \right)^3 \int_{\xi_1}^{\xi_2} \frac{\xi^3}{1 + \xi} d\xi \vec{e}_z \quad (\text{A.3})$$

où $\xi_1 = \rho \tan \alpha / h_0$ et $\xi_2 = R \tan \alpha / h_0$. En effectuant trois intégrations par parties (ou en demandant son avis à Mathematica), nous trouvons

$$\vec{\Gamma}_c = \frac{2\pi\eta\omega}{\sin \alpha} \left(\frac{h_0}{\tan \alpha} \right)^3 \left[\frac{\xi^3}{3} - \frac{\xi^2}{2} + \xi - \ln(1 + \xi) \right]_{\xi_1}^{\xi_2} \vec{e}_z. \quad (\text{A.4})$$

Sur la partie plane, le calcul est plus aisé

$$\vec{\Gamma}_p = \int_0^\rho (r\vec{e}_r) \times (\eta\dot{\gamma} \cdot 2\pi r dr \vec{e}_\theta) = \frac{\pi\eta\omega}{2(h_0 + h)} \rho^4 \vec{e}_z. \quad (\text{A.5})$$

Finalement, le couple exercé par le fluide sur le rotor est dirigé selon \vec{e}_z et s'écrit

$$\Gamma = \frac{\pi\eta\omega}{2(h_0 + h)} \rho^4 + \frac{2\pi\eta\omega}{\sin \alpha} \left(\frac{h_0}{\tan \alpha} \right)^3 \left[\left(\frac{\tan \alpha}{h_0} \right)^3 \frac{R^3 - \rho^3}{3} - \left(\frac{\tan \alpha}{h_0} \right)^2 \frac{R^2 - \rho^2}{2} + \frac{\tan \alpha}{h_0} (R - \rho) - \ln \left(\frac{h_0 + R \tan \alpha}{h_0 + \rho \tan \alpha} \right) \right]. \quad (\text{A.6})$$

Nous retrouvons bien la limite idéale présentée dans le paragraphe 1.3.1 en prenant $h_0, h, \rho \rightarrow 0$, mais en conservant $h = \rho \tan \alpha$.

Annexe B

Acoustique linéaire

Dans cette annexe, nous démontrons certains résultats rappelés dans le texte concernant l'acoustique linéaire. La présentation est inspirée de [Landau59] et [Kinsler00].

B.1 Description des ondes acoustiques linéaires

B.1.1 Équation de propagation

On note $(p(\vec{r}, t), \vec{v}(\vec{r}, t))$ les champs eulériens de pression dynamique et de vitesse. On notera par un indice 0 les champs décrivant le fluide au repos, et par un indice 1 la perturbation associée à l'onde. Notons par ailleurs $\rho(\vec{r}, t) = \rho_0 + \rho_1(\vec{r}, t)$ la masse volumique du fluide.

La dynamique du fluide est décrite par l'équation de Navier-Stokes

$$\rho \left[\frac{\partial \vec{v}}{\partial t} + (\vec{v} \cdot \vec{\nabla}) \vec{v} \right] = \eta \Delta \vec{v} - \vec{\nabla} p + \left(\zeta + \frac{\eta}{3} \right) \vec{\nabla} (\vec{\nabla} \cdot \vec{v}) \quad (\text{B.1})$$

qui traduit la conservation de la quantité de mouvement du fluide et par l'équation de continuité

$$\frac{d\rho}{dt} + \rho \vec{\nabla} \cdot \vec{v} = 0 \quad (\text{B.2})$$

traduisant la conservation de la masse.

Il nous faut enfin, pour fermer ce système d'équations, relier la pression et la masse volumique du fluide. Pour ce faire, nous introduisons l'équation d'état

$$p(\rho) = p(\rho_0) + \left. \frac{\partial p}{\partial \rho} \right|_S \rho_1 \equiv p_0 + \frac{\rho_1}{\rho \chi_S} \quad (\text{B.3})$$

où nous avons fait apparaître le coefficient de compressibilité isentropique du fluide χ_S , qui à ce stade dépend de la masse volumique ρ .

Afin d'étudier la dynamique de l'onde acoustique, effectuons quelques hypothèses :

- L'écoulement induit est supposé parfait : cela revient à négliger les phénomènes diffusifs. Plus précisément, la dissipation visqueuse est négligée et on considère la propagation de l'onde comme adiabatique. Cette dernière hypothèse suppose que la diffusion thermique est lente par rapport à la propagation de l'onde. Si l'on

note c_f la vitesse de l'onde et D le coefficient de diffusion thermique du fluide, cela implique que la fréquence soit faible devant $\nu_{\text{diff}} = c_f^2/D \simeq 2 \times 10^{13}$ Hz pour de l'eau. Dès lors, la propagation est isentropique⁽¹⁾.

- On se place dans l'approximation acoustique en traitant les perturbations liées au passage de l'onde comme des infiniment petits du premier ordre : $\rho_1(\vec{r}, t) \ll \rho_0$ et $\|\vec{v}_1(\vec{r}, t)\| \ll c_f$. On linéarise ainsi les équations de la dynamique du fluide.
- On suppose que le coefficient de compressibilité isentropique du fluide

$$\chi_S = \frac{1}{\rho} \left. \frac{\partial \rho}{\partial P} \right|_S \quad (\text{B.4})$$

est constant. On linéarise ainsi l'équation d'état décrivant la thermodynamique du fluide. Notons que la condition $\rho_1(\vec{r}, t) \ll \rho_0$ implique alors $p_1 \ll \chi_S^{-1}$.

Dans ces conditions, les équations précédentes se réécrivent à l'ordre un

$$\rho_0 \frac{\partial \vec{v}_1}{\partial t} = -\vec{\nabla} p_1 \quad (\text{B.5})$$

$$\frac{\partial \rho_1}{\partial t} + \rho_0 \vec{\nabla} \cdot \vec{v}_1 = 0 \quad (\text{B.6})$$

$$\chi_S = \frac{\rho_1}{\rho_0 p_1}. \quad (\text{B.7})$$

Nous pouvons dès lors établir l'équation de d'Alembert pour la pression acoustique⁽²⁾

$$\left(\Delta - \frac{1}{c_f^2} \frac{\partial^2}{\partial t^2} \right) p_1 = 0 \quad (\text{B.8})$$

où la vitesse de phase de l'onde est donnée par

$$c_f = \sqrt{\frac{1}{\rho_0 \chi_S}}. \quad (\text{B.9})$$

Pour les ondes que nous utiliserons, nous aurons typiquement $p_1 \simeq 1$ MPa, $v_1 \simeq 1 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$ et $\rho_1 \simeq 0.5 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$: l'approximation acoustique est donc parfaitement légitime. Insistons à l'occasion sur le fait que la condition sur la pression n'est pas $p_1 \ll p_0$, qui est fautive dans le cas présent.

B.1.2 Propagation de l'énergie

Cherchons maintenant l'expression de l'énergie volumique e d'une onde acoustique. Il s'agit de la somme de l'énergie cinétique et de l'énergie potentielle du fluide

$$e = \frac{1}{2} \rho v^2 + \epsilon \quad (\text{B.10})$$

(1). Historiquement, Newton proposa un modèle de propagation isotherme, prédisant une vitesse du son erronée. C'est Laplace qui rectifia cette erreur en supposant la propagation adiabatique.

(2). Notons qu'une équation analogue est obtenue pour la vitesse \vec{v}_1 .

où ϵ désigne l'énergie interne volumique du fluide. La première identité thermodynamique appliquée au fluide fournit $d\epsilon = Tds - pdV/V = pd\rho/\rho$ puisque la propagation est adiabatique. Dès lors, en introduisant le coefficient de compressibilité, on obtient $\epsilon = \chi_S p^2/2$ d'où

$$e = \frac{1}{2}\rho v^2 + \frac{1}{2}\chi_S p^2. \quad (\text{B.11})$$

Considérons alors les sources de dissipation d'énergie : elles proviennent des phénomènes de diffusion que nous avons négligés en supposant l'écoulement parfait. Évaluons ici l'influence de la viscosité : si l'on conserve les termes visqueux, l'équation de propagation devient

$$\left(\Delta - \frac{1}{c_f^2} \frac{\partial^2}{\partial t^2}\right) p_1 = -\chi_S \left(\frac{4}{3}\eta + \zeta\right) \Delta \frac{\partial p_1}{\partial t} \equiv -\tau \Delta \frac{\partial p_1}{\partial t} \quad (\text{B.12})$$

où nous avons fait apparaître le temps τ caractéristique associé à la dissipation. Pour de l'eau à température ambiante, $\chi_S \simeq 4.6 \times 10^{-10} \text{ Pa}^{-1}$, $\eta = 1 \times 10^{-3} \text{ Pa} \cdot \text{s}$ et $\zeta = 2.4 \times 10^{-3} \text{ Pa} \cdot \text{s}$ donc $\tau \simeq 2 \times 10^{-12} \text{ s}$: la dissipation visqueuse est négligeable pour $\nu \ll \nu_{\text{visc}} = 1/\tau \simeq 5 \times 10^{11} \text{ Hz}$. Pour les ultrasons utilisés au cours de cette thèse, $\nu \leq 5 \text{ MHz}$ donc l'approximation d'écoulement parfait est valable.

Si l'on recherche des solutions en ondes planes progressives $p_1 = p_1^0 e^{i(\vec{k} \cdot \vec{r} - \omega t)}$, la relation de dispersion devient

$$k = \frac{1}{\sqrt{1 + i\omega\tau c_f}} \frac{\omega}{c_f}. \quad (\text{B.13})$$

Rappelons enfin que l'énergie d'une onde plane s'exprime selon la formule (2.16) vue dans le corps du texte

$$\langle e \rangle = \frac{1}{2}\rho_0 |\underline{v}_1^0|^2 + \frac{1}{2}\chi_S |p_1^0|^2 = \rho_0 |\underline{v}_1^0|^2 = \chi_S |p_1^0|^2. \quad (\text{B.14})$$

B.1.3 Comportement aux interfaces

Considérons la situation représentée sur la figure 2.1. Une interface, supposée plane, immobile et indéformable, située en $x = 0$, délimite un milieu A ($x < 0$) caractérisé par une impédance Z_A et une vitesse du son c_A , et un milieu B ($x > 0$) d'impédance Z_B et de vitesse du son c_B . On s'intéresse au comportement d'une onde propagative de pulsation ω_i provenant du milieu A avec un vecteur d'onde \vec{k}_i et arrivant sur l'interface. Dans le milieu A , le champ acoustique obtenu résulte de la superposition de l'onde incidente (que nous noterons avec un indice i) et de l'onde réfléchie (indice r) à la paroi, alors que dans le milieu B , il correspond à l'onde transmise (indice t). Nous cherchons des solutions propagatives pour la perturbation du champ de pression sous la forme

$$\begin{cases} p_{1,i} &= \underline{p}_{1,i}^0 e^{i(\vec{k}_i \cdot \vec{x} - \omega_i t)} \\ p_{1,r} &= \underline{p}_{1,r}^0 e^{i(\vec{k}_r \cdot \vec{x} - \omega_r t)} \\ p_{1,t} &= \underline{p}_{1,t}^0 e^{i(\vec{k}_t \cdot \vec{x} - \omega_t t)} \end{cases} \quad (\text{B.15})$$

et une forme similaire pour le champ de vitesse. Nous cherchons à connaître les coefficients de réflexion et de transmission $r = \underline{p}_{1,r}^0 / \underline{p}_{1,i}^0$ et $t = \underline{p}_{1,t}^0 / \underline{p}_{1,i}^0$ de la pression au passage d'un milieu à l'autre.

L'interface étant supposée rigide et immobile, la pression et la vitesse normale sont continues à la traversée de l'interface, nous avons donc en tout point \vec{r} de l'interface et à tout instant t

$$p_{1,i} + p_{1,r} = p_{1,t} \quad (\text{B.16})$$

$$(\vec{v}_{1,i} + \vec{v}_{1,r}) \cdot \vec{e}_r = \vec{v}_{1,t} \cdot \vec{e}_r \quad (\text{B.17})$$

Exploitions tout d'abord l'équation (B.16) : elle se réécrit

$$1 + r e^{i[(\vec{k}_r - \vec{k}_i) \cdot \vec{r} - (\omega_r - \omega_i)t]} = t e^{i[(\vec{k}_t - \vec{k}_i) \cdot \vec{r} - (\omega_t - \omega_i)t]} \quad (\text{B.18})$$

Pour que cette relation soit valable en tout point de l'interface et à tout instant, il faut donc avoir $\omega_r = \omega_t = \omega_i$: la fréquence d'oscillation est conservée à la traversée de l'interface, et nous la noterons désormais ω . En outre, $\vec{k}_r \cdot \vec{r} = \vec{k}_t \cdot \vec{r} = \vec{k}_i \cdot \vec{r}$ en tout point de l'interface. Cette relation nous apprend donc que les vecteurs d'onde des ondes incidente, réfléchie et transmise appartiennent tous trois à un même plan. En introduisant les angles θ formés par les différents vecteurs d'onde avec la normale à l'interface \vec{e}_x , et en écrivant que $\omega = ck$ dans les milieux A et B, nous trouvons

$$\sin \theta_r = \sin \theta_i \quad \text{et} \quad \frac{\sin \theta_t}{c_B} = \frac{\sin \theta_i}{c_A} \quad (\text{B.19})$$

Ces deux dernières relations décrivent les directions des différentes ondes intervenant dans le problème. Elles sont générales en physique des ondes et sont appelées lois de Snell-Descartes en électromagnétisme. On définit de la sorte une acoustique géométrique, de la même façon qu'en optique.

Nous pouvons maintenant reprendre le calcul des coefficients de réflexion. La condition aux limites (B.16) impose maintenant $1 + r = t$. L'équation d'Euler linéarisée (2.4) nous donne $\rho_0 \omega \vec{v}_1 = \vec{k} p_1$. La condition aux limites sur les vitesses (B.17) nous donne alors

$$\cos \theta_i + r \cos \theta_r = t \frac{Z_A}{Z_B} \cos \theta_t \quad (\text{B.20})$$

En utilisant les lois de Descartes précédemment obtenues, nous montrons que

$$r = \frac{Z_B \cos \theta_i - Z_A \cos \theta_t}{Z_A \cos \theta_t + Z_B \cos \theta_i} \quad \text{et} \quad t = \frac{2Z_B \cos \theta_i}{Z_A \cos \theta_t + Z_B \cos \theta_i} \quad (\text{B.21})$$

où θ_t peut être exprimé en fonction de θ_i en utilisant la troisième loi de Descartes. On constate donc que les coefficients de réflexion et de transmission en amplitude dépendent simultanément de l'orientation de l'onde incidente et des propriétés acoustiques du milieu.

Nous pouvons alors aisément obtenir les coefficients de réflexion et de transmission en intensité acoustique $I = c\langle e \rangle$, définis selon

$$R \equiv \frac{\langle I_r \rangle}{\langle I_i \rangle} = \left| \frac{p_{1,r}^0}{p_{1,i}^0} \right|^2 = |r|^2 \quad \text{et} \quad T \equiv \frac{\langle I_t \rangle}{\langle I_i \rangle} = \frac{Z_A}{Z_B} \left| \frac{p_{1,t}^0}{p_{1,i}^0} \right|^2 = \frac{Z_A}{Z_B} |t|^2 \quad (\text{B.22})$$

On constate que $R + T \cos \theta_t / \cos \theta_i = 1$: il y a conservation de l'intensité acoustique à la traversée de l'interface, le préfacteur faisant intervenir les angles permettant de ramener les différents faisceaux à une même surface.

B.2 Diffraction des ondes sonores

Ayant obtenu l'équation de d'Alembert (2.7), nous nous proposons de la résoudre pour des conditions aux limites données. Puisque cette équation est linéaire, il est possible d'employer le formalisme des fonctions de Green pour parvenir à ce but. Toute cette présentation est tout à fait similaire au traitement de la diffraction en optique que l'on peut trouver dans [Born59, Appel02]. Le cas de l'acoustique est traité dans [Kino00].

B.2.1 Fonction de Green causale

Nous avons supposé l'écoulement parfait et initialement au repos : dès lors, il est irrotationnel. Le champ de vitesse \vec{v} découle donc d'un potentiel ϕ tel que $\vec{v} = \vec{\nabla}\phi$ satisfaisant également à l'équation de d'Alembert

$$\Delta\phi - \frac{1}{c_f^2} \frac{\partial^2\phi}{\partial t^2} = 0. \quad (\text{B.23})$$

Afin de résoudre cette équation pour des conditions aux limites arbitraires, cherchons en les fonctions de Green, qui satisfont par définition à

$$\Delta G - \frac{1}{c_f^2} \frac{\partial^2 G}{\partial t^2} = \delta(\vec{r})\delta(t). \quad (\text{B.24})$$

G représente l'onde créée par un impulsion localisée à l'origine se produisant à $t = 0$.

L'équation étant linéaire, il est pertinent d'utiliser la transformée de Fourier

$$\widehat{G}(\vec{k}, \omega) = \int_{\mathbb{R}^3} d^3r \int_{-\infty}^{+\infty} dt G(\vec{r}, t) e^{-i(\vec{k}\cdot\vec{r} - \omega t)}. \quad (\text{B.25})$$

Dans le domaine de Fourier, l'équation (B.24) s'écrit

$$\left(k^2 - \frac{\omega^2}{c_f^2}\right) \widehat{G}(\vec{k}, \omega) = -1. \quad (\text{B.26})$$

Nous constatons, sans surprise, que les pôles de la fonction de Green redonnent la relation de dispersion des ondes acoustiques. En revenant dans le domaine spatio-temporel, on trouve

$$\begin{aligned} G(\vec{r}, t) &= \frac{1}{(2\pi)^4} \int_{\mathbb{R}^3} d^3k \int_{-\infty}^{+\infty} d\omega \widehat{G}(\vec{k}, \omega) e^{i(\vec{k}\cdot\vec{r} - \omega t)} \\ &= -\frac{c_f^2}{(2\pi)^4} \int_{\mathbb{R}^3} d^3k \int_{-\infty}^{+\infty} d\omega \frac{1}{(c_f k)^2 - \omega^2} e^{i(\vec{k}\cdot\vec{r} - \omega t)}. \end{aligned} \quad (\text{B.27})$$

La fonction $\widehat{G}(\vec{k}, \omega)$ ne dépendant que de la norme de \vec{k} , on peut effectuer l'intégration sur les angles en coordonnées sphériques en prenant \vec{r} comme axe de référence

$$\begin{aligned} G(\vec{r}, t) &= -\frac{c_f^2}{(2\pi)^4} \int_{-\infty}^{+\infty} d\omega e^{-i\omega t} \int_{-\infty}^{+\infty} dk \frac{k^2}{(c_f k)^2 - \omega^2} \int_0^\pi d\theta \sin\theta e^{ikr \cos\theta} \int_0^{2\pi} d\phi \\ &= -\frac{c_f^2}{4\pi^3 r} \int_{-\infty}^{+\infty} d\omega e^{-i\omega t} \int_{-\infty}^{+\infty} dk \frac{k}{(c_f k)^2 - \omega^2} \sin(kr). \end{aligned} \quad (\text{B.28})$$

Calculons alors

$$I_\varepsilon(R) \equiv \int_\Gamma \frac{e^{-i\omega t}}{(c_f k)^2 - (\omega - i\varepsilon)^2} d\omega \quad (\text{B.29})$$

où Γ est un contour semi-circulaire de rayon R dans le plan complexe, suivant l'axe $\omega \in \mathbb{R}$ puis bouclant à l'infini par le haut si $t > 0$ et par le bas si $t < 0$. Notons que nous choisissons pour déplacer les pôles la prescription menant à la fonction de Green causale, pertinente dans notre cas. On a

$$G(\vec{r}, t) = -\frac{c_f^2}{4\pi^3 r} \int_{-\infty}^{+\infty} dk k \sin(kr) \lim_{\varepsilon \rightarrow 0} \lim_{R \rightarrow +\infty} I_\varepsilon(R), \quad (\text{B.30})$$

la contribution à $I_\varepsilon(R)$ de l'intégration sur la partie circulaire de Γ s'annulant dans la limite $R \rightarrow +\infty$. Calculons alors $I_\varepsilon \equiv \lim_{R \rightarrow +\infty} I_\varepsilon(R)$.

Pour $t < 0$, les pôles $\omega_\pm = \pm c_f k + i\varepsilon$ sont à l'extérieur du contour Γ et le théorème des résidus nous permet d'affirmer la nullité de I_ε et par conséquent, celle de $G(\vec{r}, t)$. Au contraire, pour $t > 0$, Γ entoure les pôles, et le théorème des résidus nous donne alors

$$I_\varepsilon = -2i\pi \left(\frac{e^{-i\omega_+ t}}{\omega_+ - \omega_-} + \frac{e^{-i\omega_- t}}{\omega_- - \omega_+} \right) \Theta(t) = \frac{2\pi \sin(c_f k t)}{c_f k} e^{\varepsilon t} \Theta(t) \quad (\text{B.31})$$

où $\Theta(t)$ désigne la distribution de Heaviside. Dès lors, en prenant la limite $\varepsilon \rightarrow 0$, nous pouvons écrire

$$G(\vec{r}, t) = -\frac{c_f}{8\pi^2 r} \int_{-\infty}^{+\infty} dk \sin(c_f k t) \sin(kr) \Theta(t) = -\frac{c_f}{4\pi r} \delta\left(t - \frac{r}{c_f}\right). \quad (\text{B.32})$$

Cette fonction de Green décrit la réponse d'un milieu linéaire à une excitation ponctuelle : l'onde se propage avec une enveloppe sphérique de rayon $c_f t$ et une amplitude inversement proportionnelle à la distance parcourue depuis le point d'émission. Si l'on considère une source acoustique en volume d'amplitude connue au cours du temps, il est possible par convolution avec la fonction de Green de déterminer l'expression du champ de pression en tout point de l'espace et à tout instant.

B.2.2 Équation de Helmholtz

Nous allons maintenant considérer plus spécifiquement que l'onde acoustique créée est progressive et sinusoïdale en temps, de pulsation ω : nous cherchons le potentiel des vitesses sous la forme $\phi(\vec{r}, t) = \Phi(\vec{r})e^{i\omega t}$. Le problème étant linéaire, il n'y a pas de perte de généralité : le formalisme de Fourier nous permettra de repasser au cas général. En posant $k = \omega/c_f$, l'équation de d'Alembert se réduit à l'équation de Helmholtz

$$\Delta\Phi + k^2\Phi = 0. \quad (\text{B.33})$$

La fonction de Green $g(\vec{r})$ de cette équation satisfait à

$$\Delta g + k^2 g = \delta(\vec{r}). \quad (\text{B.34})$$

Elle est alors la transformée de Fourier par rapport au temps de la fonction de Green de l'équation de d'Alembert (B.32) évaluée en $\omega = c_f k$

$$g(\vec{r}) = -\frac{c_f}{4\pi r} e^{ikr}. \quad (\text{B.35})$$

B.2.3 Formule de Kirchhoff

Nous souhaiterions maintenant pouvoir obtenir le champ acoustique en tout point, pour un système excité harmoniquement à partir de ses bords. Pour ce faire, nous allons établir la formule de Kirchhoff : nous cherchons à résoudre l'équation de Helmholtz dans un volume \mathcal{V} en imposant la valeur $\phi(\vec{r}, t) = \Phi(\vec{r})e^{i\omega t}$ (ou éventuellement de ses dérivées) sur la surface $\Sigma = \partial\mathcal{V}$ entourant ledit volume. Nous disposons à ce stade de la fonction de Green g calculée précédemment.

Pour tout champ vectoriel \vec{f} suffisamment aimable, le théorème de Green-Ostrogradsky nous garantit l'égalité

$$\oiint_{\Sigma} \vec{f} \cdot d\vec{S} = \iiint_{\mathcal{V}} \vec{\nabla} \cdot \vec{f} dV. \quad (\text{B.36})$$

Appliquons alors cette propriété à $\vec{f} = \Phi \vec{\nabla} g - g \vec{\nabla} \Phi$ et calculons séparément les intégrales volumiques et surfaciques.

La contribution volumique s'écrit

$$\iiint_{\mathcal{V}} \vec{\nabla} \cdot \vec{f} dV = \iiint_{\mathcal{V}} [\Phi \Delta g - g \Delta \Phi] dV. \quad (\text{B.37})$$

Nous pouvons utiliser les équations (B.33) et (B.34) pour évaluer les laplaciens : afin d'éviter la singularité à l'origine de la fonction de Green, nous calculons dans un premier temps cette intégrale sur un volume \mathcal{V}_ε dont on a exclu une sphère de rayon ε centrée sur l'origine. Nous prendrons ensuite la limite où ε tend vers zéro. Dans ce cas, on a

$$\iiint_{\mathcal{V}_\varepsilon} \vec{\nabla} \cdot \vec{f} dV = 0. \quad (\text{B.38})$$

Maintenant, considérons la contribution surfacique. $\partial\mathcal{V}_\varepsilon$ comporte maintenant deux surfaces, $\Sigma = \partial\mathcal{V}$ et Σ_ε , surface de la sphère que nous avons exclue : dès lors, l'intégrale volumique étant nulle, le théorème de Green-Ostrogradsky donne

$$\iint_{\Sigma} (\Phi \vec{\nabla} g - g \vec{\nabla} \Phi) \cdot d\vec{S} + \iint_{\Sigma_\varepsilon} (\Phi \vec{\nabla} g - g \vec{\nabla} \Phi) \cdot d\vec{S} \equiv J + J_\varepsilon = 0. \quad (\text{B.39})$$

Nous pouvons calculer

$$\vec{\nabla} g = \frac{c_f}{4\pi} \left[ik - \frac{1}{r} \right] \frac{e^{ikr}}{r^2} \vec{r}. \quad (\text{B.40})$$

On obtient alors la contribution J_ε : puisque le vecteur $d\vec{S}$ est orienté vers l'extérieur de \mathcal{V}_ε , on a en coordonnées sphériques $d\vec{S} = -\varepsilon^2 \sin\theta d\theta d\varphi \vec{e}_r$ sur Σ_ε . Nous en déduisons donc que

$$J_\varepsilon = -\frac{c_f}{4\pi} e^{ik\varepsilon} \iint_{\Sigma_\varepsilon} \sin\theta d\theta d\varphi \left[(1 - ik\varepsilon)\Phi + \varepsilon \vec{\nabla} \Phi \cdot \vec{e}_r \right] \xrightarrow{\varepsilon \rightarrow 0} -c_f \Phi(\vec{0}). \quad (\text{B.41})$$

Dès lors, nous pouvons relier la valeur de Φ au centre de la sphère exclue à l'intégrale J sur une surface quelconque entourant cette sphère. Dans un souci de légèreté des notations, nous avons considéré cette sphère comme centrée en l'origine. Cependant, le même calcul peut être fait pour tout point \vec{r} à l'intérieur du volume \mathcal{V} : il suffit pour

cela d'utiliser la fonction de Green translattée $g(\vec{r} - \vec{r}')^*$ et d'intégrer sur les valeurs de \vec{r}' . On obtient alors la formule de Helmholtz-Kirchhoff

$$\Phi(\vec{r}) = -\frac{1}{4\pi} \iint_{\Sigma} d\vec{r}' \cdot \left[\Phi(\vec{r}') \vec{\nabla}' \left(\frac{e^{ik\|\vec{r}-\vec{r}'\|}}{\|\vec{r}-\vec{r}'\|} \right) - \frac{e^{ik\|\vec{r}-\vec{r}'\|}}{\|\vec{r}-\vec{r}'\|} \vec{\nabla}' \Phi \right] \quad (\text{B.42})$$

où $\vec{\nabla}'$ désigne le gradient par rapport à la coordonnée \vec{r}' .

B.2.4 Formule de Rayleigh-Sommerfeld

Nous cherchons maintenant à utiliser la formule de Kirchhoff (B.42) pour calculer le champ acoustique rayonné par une surface plane Σ_1 vibrante dont le centre définit l'origine des coordonnées. Nous supposons que les dimensions de Σ_1 sont grandes devant la longueur d'onde acoustique. On désigne par Σ_R une portion de sphère, centrée sur le point \vec{r}_1 auquel nous souhaitons calculer le champ et de rayon R . Nous notons Σ_2 une surface plane faisant la jonction entre Σ et Σ_1 , comme représenté sur la figure B.1. Nous prendrons la limite $R \rightarrow \infty$.

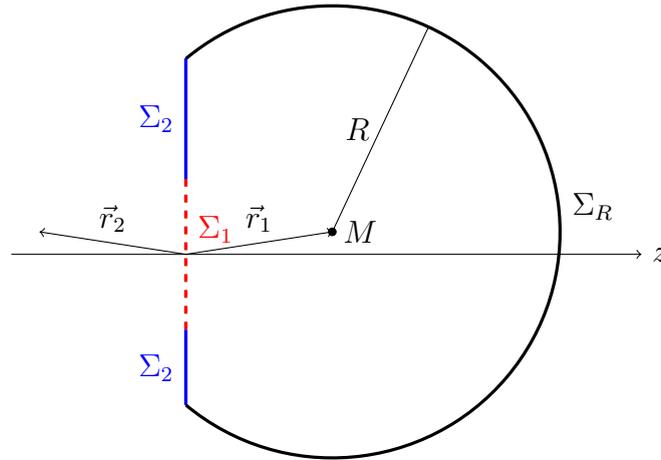


FIGURE B.1 – On cherche la valeur du champ au point M créé par une surface vibrante Σ_1 . Pour le calculer, on utilise l'intégrale de Kirchhoff sur une surface formée d'une sphère Σ_R connectée au plan vibrant par une surface Σ_2 .

Nous pouvons tout d'abord évaluer la contribution de Σ_R à l'intégrale (B.42) : en effet, pour tout point \vec{r}' appartenant à Σ_R , $\|\vec{r}_1 - \vec{r}'\| = R$. On montre dès lors que l'intégrale sur Σ_R est nulle à la condition que

$$\lim_{R \rightarrow \infty} R \left[\left(ik - \frac{1}{R} \right) \Phi - \vec{\nabla} \Phi \cdot \vec{e}_r \right] = 0. \quad (\text{B.43})$$

Il s'agit de la condition de Sommerfeld, que nous supposerons valide : les champs sont supposés décroître suffisamment rapidement à l'infini pour que la contribution de Σ_R s'annule. Elle implique que toutes les ondes traversant Σ_R soient sortantes.

Connaissant la valeur du champ imposée par la surface vibrante, il nous reste à évaluer la contribution de la surface de raccord Σ_2 , dont nous souhaitons qu'elle soit

nulle, afin de relier directement le champ au point \vec{r} à la condition imposée sur Σ_1 . Une première possibilité, proposée par Kirchhoff, consiste à supposer Φ et $\vec{\nabla}\Phi \cdot \vec{dS}$ simultanément nuls sur la surface Σ_2 . Cependant, cette hypothèse n'est pas raisonnable : mathématiquement, il n'est pas possible dans la situation considérée d'imposer simultanément des conditions aux limites sur le champ (conditions de Dirichlet) et sur sa dérivée (conditions de Neumann). Plus physiquement, il n'est pas possible, sachant que le champ est non-nul sur la surface Σ_1 , d'imposer un champ nul sur Σ_2 sans avoir de fortes variations du champ à proximité de la surface vibrante : il n'est alors pas acceptable d'imposer aussi le gradient du champ.

Une autre méthode consiste à choisir une fonction de Green qui s'annule ou dont la dérivée s'annule sur Σ_2 . Alors, nous pouvons choisir d'imposer respectivement la dérivée du champ ou sa valeur sur Σ_2 : il n'est plus nécessaire de connaître l'autre quantité pour calculer l'intégrale. Soit \vec{r}_2 le symétrique de \vec{r}_1 par rapport au plan défini par Σ_1 , nous utilisons la fonction de Green modifiée

$$\tilde{g}(\vec{r} - \vec{r}_1) = -\frac{c_f}{4\pi} \left(\frac{e^{ik\|\vec{r}-\vec{r}_1\|}}{\|\vec{r} - \vec{r}_1\|} \pm \frac{e^{ik\|\vec{r}-\vec{r}_2\|}}{\|\vec{r} - \vec{r}_2\|} \right) \quad (\text{B.44})$$

qui s'annule sur Σ_2 si l'on choisit le signe négatif ou dont le gradient s'annule si on choisit le signe positif.

\tilde{g} n'est plus une fonction de Green de l'équation de Helmholtz : elle représente le champ rayonné par deux sources situées respectivement en \vec{r}_1 et \vec{r}_2 . Cependant, comme on le voit dans la formule de Kirchhoff (B.42), la valeur du champ en un point du volume \mathcal{V} est entièrement déterminée par le comportement du champ sur le bord $\partial\mathcal{V}$. Dès lors, rajouter des sources à l'extérieur de \mathcal{V} ne perturbe pas le champ à l'intérieur tant que les conditions aux bords ne sont pas modifiées : il s'agit d'une application du théorème des images électriques.

Considérons maintenant que l'on impose la vitesse de l'écoulement, c'est-à-dire le gradient du potentiel Φ sur la surface Σ_1 , et que la vitesse soit nulle à travers Σ_2 . Il nous faut donc choisir une fonction de Green modifiée dont le gradient s'annule sur Σ_2 : nous choisissons donc le signe positif. Alors, l'intégrale sur Σ_2 est nulle et nous obtenons la formule de Rayleigh-Sommerfeld

$$\Phi(\vec{r}) = -\frac{1}{2\pi} \iint_{\Sigma_1} \frac{e^{-ik\|\vec{r}-\vec{r}'\|}}{\|\vec{r} - \vec{r}'\|} \vec{v} \cdot \vec{dS} \quad (\text{B.45})$$

puisque pour tout point \vec{r}' de Σ_1 , on a $\|\vec{r}_1 - \vec{r}'\| = \|\vec{r}_2 - \vec{r}'\|$.

Il est également possible de faire le même calcul dans le cas où la surface vibrante impose la pression (ou, de façon équivalente, le potentiel des vitesses) : on choisit alors le signe négatif dans la fonction de Green modifiée et l'intégrale présente alors un préfacteur différent et fait intervenir un facteur d'inclinaison $\cos\theta$. Il s'agit du cas généralement considéré en électromagnétisme.

Annexe C

Modèle de cavité acoustique unidimensionnelle

Nous donnons ici les détails du modèle utilisé dans le paragraphe 3.4.2, afin de rendre compte des oscillations de la force appliquée sur la bille. Nous considérons deux réflecteurs plans, de normale commune \vec{e}_z et situés en $z = 0$ et $z = L$. On note ρ et r leurs coefficients de réflexion en amplitude respectifs. Nous supposons que le plan en $z = 0$ impose une vitesse, et émet une onde plane incidente décrite par $\underline{v}_0^i(z, t) = V_0 e^{i(\omega t - kz)}$ se propageant dans le sens des z croissants, c'est-à-dire vers l'autre surface. La situation est schématisée sur la figure C.1.

Notons \underline{v}_j^i l'onde se propageant dans la direction des z croissants après j réflexions sur le transducteur ($z = 0$), et \underline{v}_j^r l'onde se propageant dans la direction des z décroissants après j réflexions sur la bille ($z = L$).

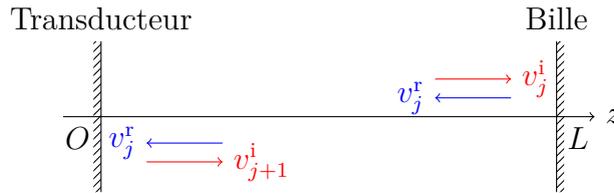


FIGURE C.1 – On considère une onde plane se dirigeant dans la direction z et se réfléchissant successivement sur deux plans, situés en $z = 0$ et $z = L$ de coefficients de réflexion en amplitude respectifs ρ et r .

Considérons tout d'abord la réflexion j sur le plan $z = L$, qui représente la bille : nous avons $\underline{v}_j^r(L, t) = r\underline{v}_j^i(L, t)$ donc,

$$\underline{v}_j^r(z, t) = \underline{v}_j^r(L, t)e^{ik(z-L)} = r\underline{v}_j^i(L, t)e^{ik(z-L)}. \quad (\text{C.1})$$

De la même façon, pour la réflexion j sur le transducteur, nous pouvons écrire $\underline{v}_{j+1}^i(0, t) = \rho\underline{v}_j^r(0, t)$ d'où

$$\underline{v}_{j+1}^i(z, t) = \rho\underline{v}_j^r(0, t)e^{-ikz}. \quad (\text{C.2})$$

En combinant les deux relations obtenues, et en utilisant le fait que $\underline{v}_j^i(z, t) = \underline{v}_j^i(L, t)e^{-ik(z-L)}$, nous trouvons une relation de récurrence simple portant sur les ondes

se propageant vers la bille

$$\underline{v}_{j+1}^i(z, t) = \rho r e^{-2ikL} \underline{v}_j^i(z, t) \quad (\text{C.3})$$

qui s'intègre aisément en

$$\underline{v}_j^i(z, t) = \left(\rho r e^{-2ikL}\right)^j V_0 e^{i(\omega t - kz)}. \quad (\text{C.4})$$

Nous pouvons également en déduire l'expression de l'onde se propageant en retour vers le transducteur

$$\underline{v}_j^i(z, t) = \rho^j \left(r e^{-2ikL}\right)^{j+1} V_0 e^{i(\omega t + kz)}. \quad (\text{C.5})$$

La structure de l'onde à l'intérieur de la cavité est alors donnée par $\underline{v}_{\text{tot}}(z, t) = \sum_{j=0}^{+\infty} [\underline{v}_j^i(z, t) + \underline{v}_j^r(z, t)]$.

Néanmoins, afin de calculer la pression de radiation exercée sur la bille, nous préférons connaître la pression : pour l'obtenir à partir de la vitesse, nous introduisons l'impédance acoustique Z du milieu séparant les deux réflecteurs. Il faut prendre garde au changement de signe intervenant pour des ondes se propageant dans des directions opposées : $\underline{p}_{\text{tot}}(z, t) = \sum_{j=0}^{+\infty} Z [\underline{v}_j^i(z, t) - \underline{v}_j^r(z, t)]$. Dès lors, nous avons à sommer une suite géométrique et nous obtenons

$$\underline{p}_{\text{tot}}(z, t) = \frac{P_0 \left[e^{i(\omega t - kz)} - \rho r e^{i[\omega t - k(z-2L)]} - r e^{i[\omega t + k(z-2L)]} + \rho r^2 e^{i(\omega t + kz)} \right]}{1 - 2\rho r \cos(2kL) + (\rho r)^2}. \quad (\text{C.6})$$

En repassant aux grandeurs réelles, nous trouvons

$$P_{\text{tot}}(z, t) = \frac{P_0}{1 - 2\rho r \cos(2kL) + (\rho r)^2} \left[\cos(\omega t - kz) - \rho r \cos[\omega t - k(z - 2L)] - r \cos[\omega t + k(z - 2L)] + \rho r^2 \cos(\omega t + kz) \right]. \quad (\text{C.7})$$

On a donc une superposition d'ondes se propageant selon deux directions opposées, donnant une structure partiellement stationnaire à l'intérieur de la cavité.

Après quelques calculs, nous obtenons la moyenne sur une période acoustique du carré de la pression :

$$\langle P_{\text{tot}}^2 \rangle(z) = \left[\frac{P_0}{1 - 2\rho r \cos(2kL) + (\rho r)^2} \right]^2 \cdot \left[\frac{1 + r^2 + (\rho r)^2 + (\rho r^2)^2}{2} - \rho r (1 + r^2) \cos(2kL) - r [1 - 2\rho r \cos(2kL) + (\rho r)^2] \cos(2k(z - L)) \right]. \quad (\text{C.8})$$

Finalement, la pression de radiation acoustique F_{rad} exercée sur la bille est proportionnelle à $\langle P_{\text{tot}}^2 \rangle(z = L)$ soit

$$F_{\text{rad}} \propto \frac{A + B \cos(2kL)}{(C + D \cos(2kL))^2} \equiv \Phi(L) \quad (\text{C.9})$$

où nous avons posé

$$\begin{cases} A = [1 + r^2 + (\rho r)^2 + (\rho r^2)^2] / 2 - r (1 + (\rho r)^2) \\ B = -\rho r (1 - r)^2 \\ C = 1 + (\rho r)^2 \\ D = -2\rho r \end{cases}. \quad (\text{C.10})$$

Bibliographie

- [Abu-Much08] Abu-Much, R. et Gedanken, A. Sonochemical Synthesis under a Magnetic Field : Fabrication of Nickel and Cobalt Particles and Variation of Their Physical Properties. *Chemistry European Journal*, 14 :10115 – 10122 (2008).
- [Agoritsas15] Agoritsas, E., Bertin, E., Martens, K. et Barrat, J. On the relevance of disorder in athermal amorphous materials under shear. *European Physics Journal E*, 38 :71 (2015).
- [Ahmad12] Ahmad, A., Che Lah, N., Ismail, S. et Ooi, B. Membrane Antifouling Methods and Alternatives : Ultrasound Approach. *Separation and Purification Reviews*, 41 :318–346 (2012).
- [Allen87] Allen, M. et Tildesley, D. *Computer Simulation of Liquids*. Springer (1987).
- [Amblard96] Amblard, F., Maggs, A., Yurke, B., Pargellis, A. et Leibler, S. Subdiffusion and Anomalous Local Viscoelasticity in Actin Networks. *Physical Review Letters*, 77 :4470–4473 (1996).
- [Amitrano16] Amitrano, D. et Girard, L. Fiber bundle model under fluid pressure. *Physical Review E*, 93 :033003 (2016).
- [Amon12] Amon, A., Nguyen, V., Bruand, A., Crassous, J. et Clément, E. Hot Spots in an Athermal System. *Physical Review Letters*, 108 :135502 (2012).
- [Amon13] Amon, A., Bertoni, R. et Crassous, J. Experimental investigation of plastic deformations before a granular avalanche. *Physical Review E*, 87 :012204 (2013).
- [Andrade10] Andrade, E. d. C. On the viscous flow in metals, and allied phenomena. *Proceedings of the Royal Society of London A*, 84 :1–12 (1910).
- [Andrade32] Andrade, E. d. C. et Chalmers, B. The Resistivity of Polycrystalline Wires in Relation to Plastic Deformation, and the Mechanism of Plastic Flow. *Proceedings of the Royal Society of London A*, 138 :348–374 (1932).
- [Andrade52] Andrade, E. d. C. et Jolliffe, K. The Flow of Polycrystalline Metals under Simple Shear. *Proceedings of the Royal Society of London A*, 138 :3–26 (1952).
- [Andreotti11] Andreotti, B., Forterre, Y. et Pouliquen, O. *Les milieux granulaires, entre fluide et solide*. CNRS Editions (2011).
- [Antfolk12] Antfolk, M., Muller, P., Augustsson, P., Bruus, H. et Laurell, T. Focusing of sub-micrometer particles and bacteria enabled by two-dimensional acoustophoresis. *Lab on a Chip*, 14 :2791–2799 (2012).
- [Apgar00] Apgar, J., Tseng, Y., Fedorov, E., Herwig, M., Almo, S. et Wirtz, D. Multiple-Particle Tracking Measurements of Heterogeneities in Solutions of Actin Filaments and Actin Bundles. *Biophysical Journal*, 79 :1095–1106 (2000).

- [Appel02] Appel, W. *Mathématiques pour la physique et les physiciens*. H & K (2002).
- [Atapattu95] Atapattu, D., Chhabra, R. et Uhlherr, P. Creeping sphere motion in Herschel-Bulkley fluids : flow field and drag. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 59 :245–265 (1995).
- [Azanza99] Azanza, E., Chevoir, F. et Moucheront, P. Experimental study of collisional granular flows down an inclined plane. *Journal of Fluid Mechanics*, 400 :199–227 (1999).
- [Baldassarri15] Baldassarri, A., Puglisi, A. et Sarracino, A. Coarsening in granular systems. *Comptes Rendus Physique*, 16 :291–302 (2015).
- [Balland06] Balland, M., Desprat, N., Icard, D., Féréol, S., Asnacios, A., Browaeys, J., Hénon, S. et Gallet, F. Power laws in microrheology experiments on living cells : Comparative analysis and modeling. *Physical Review E*, 74 :021911 (2006).
- [Ballauff13] Ballauff, M., Brader, J., Egelhaaf, S., Fuchs, M., Horbach, J., Koumki, N., Kruger, M., Laurati, M., Mutch, K., Petekidis, G., Siebenburger, M., Voigtmann, T. et Zausch, J. Residual Stresses in Glasses. *Physical Review Letters*, 110 :215701 (2013).
- [Ballesta08] Ballesta, P., Besseling, R., Isa, L., Petekidis, G. et Poon, W. Slip and Flow of Hard-Sphere Colloidal Glasses. *Physical Review Letters*, 101 :258301 (2008).
- [Ballesta16] Ballesta, P. et Petekidis, G. Creep and aging of hard-sphere glasses under constant stress. *Physical Review E*, 93 :042613 (2016).
- [Balmforth14] Balmforth, N., Frigaard, I. et Ovarlez, G. Yielding to Stress : Recent Developments in Viscoplastic Fluid Mechanics. *Annual Review of Fluid Mechanics*, 46 :121–146 (2014).
- [Bandi13] Bandi, M., Rivera, M., Krzkala, F. et Ecke, R. Fragility and hysteretic creep in frictional granular jamming. *Physical Review E*, 87 :042205 (2013).
- [Baran06] Baran, O., Ertas, D., Halsey, T., Grest, G. et Lechman, J. Velocity correlations in dense gravity-driven granular chute flow. *Physical Review E*, 74 :051302 (2006).
- [Baravian98] Baravian, C. et Quemada, D. Using instrumental inertia in controlled stress rheometry. *Rheologica Acta*, 37 :223–233 (1998).
- [Baravian07] Baravian, C., Benbelkacem, G. et Caton, F. Unsteady rheometry : can we characterize weak gels with a controlled stress rheometer ? *Rheologica Acta*, 46 :577–581 (2007).
- [Bardelang09] Bardelang, D. Ultrasound induced gelation : a paradigm shift. *Soft Matter*, 5 :1969–1971 (2009).
- [Baresch13a] Baresch, D., Thomas, J.-L. et Marchiano, R. Spherical vortex beams of high radial degree for enhanced single-beam tweezers. *Journal of Applied Physics*, 113 :184901 (2013).
- [Baresch13b] Baresch, D., Thomas, J.-L. et Marchiano, R. Three-dimensional acoustic radiation force on an arbitrarily located elastic sphere. *Journal of the Acoustical Society of America*, 133(1) :25–36 (2013).

- [Baresch16] Baresch, D., Thomas, J. et Marchiano, R. Observation of a Single-Beam Gradient Force Acoustical Trap for Elastic Particles : Acoustical Tweezers. *Physical Review Letters*, 116 :024301 (2016).
- [Barnes95] Barnes, H. A review of the slip (wall depletion) of polymer solutions, emulsions and particle suspensions in viscometers : its cause, character, and cure. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 56 :221–251 (1995).
- [Barnes97] Barnes, H. Thixotropy - a review. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 70 :1–33 (1997).
- [Barnes99] Barnes, H. The yield stress—a review or ‘*παντα ρει*’—everything flows? *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 81 :133–178 (1999).
- [Baskurt03] Baskurt, O. et Meiselman, H. Blood Rheology and Hemodynamics. *Seminars in Thrombosis and Hemostasis*, 29 :435–450 (2003).
- [Baudonnet04] Baudonnet, L., Grossiord, J. et Rodriguez, F. Effect of Dispersion Stirring Speed on the Particle Size Distribution and Rheological Properties of Three Carbomers. *Journal of Dispersion Science and Technology*, 25 :183–192 (2004).
- [Bauer06] Bauer, T., Oberdisse, J. et Ramos, L. Collective Rearrangement at the Onset of Flow of a Polycrystalline Hexagonal Columnar Phase. *Physical Review Letters*, 97 :258303 (2006).
- [Bausch99] Bausch, A., Möller, W. et Sackmann, E. Measurement of Local Viscoelasticity and Forces in Living Cells by Magnetic Tweezers. *Biophysical Journal*, 76 :573–579 (1999).
- [Beaulne97] Beaulne, M. et Mitsoulis, E. Creeping motion of a sphere in tubes filled with Herschel–Bulkley fluids. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 72 :55–71 (1997).
- [Beaumont13] Beaumont, J., Louvet, N., Divoux, T., Fardin, M., Bodiguel, H., Lerouge, S., Manneville, S. et Colin, A. Turbulent flows in highly elastic wormlike micelles. *Soft Matter*, 9 :735–749 (2013).
- [Bécu06] Bécu, L., Manneville, S. et Colin, A. Yielding and Flow in Adhesive and Nonadhesive Concentrated Emulsions. *Physical Review Letters*, 96 :138302 (2006).
- [Behringer08] Behringer, R., Bi, D., Chakraborty, B., Henkes, S. et Hartley, R. Why Do Granular Materials Stiffen with Shear Rate? Test of Novel Stress-Based Statistics. *Physical Review Letters*, 101 :268301 (2008).
- [Beissner86] Beissner, K. Two concepts of acoustic radiation pressure. *Journal of the Acoustical Society of America*, 79 :1610–1612 (1986).
- [Ben-Naim98] Ben-Naim, E., Knight, J., Nowak, E., Jaeger, H. et Nagel, S. Slow relaxation in granular compaction. *Physica D*, 123 :380–385 (1998).
- [Benmouffok-Benbelkacem10] Benmouffok-Benbelkacem, G., Caton, F., Baravian, C. et Skali-Lami, S. Non-linear viscoelasticity and temporal behavior of typical yield stress fluids : Carbopol, Xanthan and Ketchup. *Rheologica Acta*, 49 :305–314 (2010).
- [Bercoff04] Bercoff, J., Tanter, M. et Fink, M. Supersonic Shear Imaging : A New Technique for Soft Tissue Elasticity Mapping. *IEEE transactions on ultrasonics, ferroelectrics, and frequency control*, 51 :396–409 (2004).

- [Beris85] Beris, A., Tsamopoulos, J., Armstrong, R. et Brown, R. Creeping motion of a sphere through a Bingham plastic. *Journal of Fluid Mechanics*, 158 :219–244 (1985).
- [Berthier00] Berthier, L., Barrat, J. et Kurchan, J. A two-time-scale, two-temperature scenario for nonlinear rheology. *Physical Review E*, 61 :5464–5472 (2000).
- [Berthier11] Berthier, L., Biroli, J., Bouchaud, J., Cipelletti, L. et van Saarloos, W. *Dynamical Heterogeneities in Glasses, Colloids and Granular Media*. Oxford University Press (2011).
- [Besseling10] Besseling, R., Isa, L., Ballesta, P., Petekidis, G., Cates, M. et Poon, W. Shear Banding and Flow-Concentration Coupling in Colloidal Glasses. *Physical Review Letters*, 105 :268301 (2010).
- [Beyer50] Beyer, R. Radiation Pressure in a Sound Wave. *American Journal of Physics*, 18 :25–29 (1950).
- [Beyer74] Beyer, R. Nonlinear Acoustics. Technical report, DTIC Document (1974).
- [Beyer78] Beyer, R. Radiation pressure : the history of a mislabeled tensor. *Journal of the Acoustical Society of America*, 63 :1025–1030 (1978).
- [Bi05] Bi, W., Delannay, R., Richard, P., Taberlet, N. et Valance, A. Two- and three-dimensional confined granular chute flows : experimental and numerical results. *Journal of Physics : Condensed Matter*, 17 :2457–2480 (2005).
- [Bi09] Bi, D. et Chakraborty, B. Rheology of granular materials : dynamics in a stress landscape. *Philosophical Transactions of the Royal Society A*, 367 :5073–5090 (2009).
- [Bi11] Bi, D., Zhang, J., Chakraborty, B. et Behringer, R. Jamming by shear. *Nature*, 480 :355–358 (2011).
- [Blackery97] Blackery, J. et Mitsoulis, E. Creeping motion of a sphere in tubes filled with a Bingham plastic material. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 70 :59–77 (1997).
- [Blair47] Blair, G., Veinoglou, B. et Caffyn, J. Limitations of the Newtonian Time Scale in Relation to Non-Equilibrium Rheological States and a Theory of Quasi-Properties. *Proceedings of the Royal Society of London A*, 189 :69–87 (1947).
- [Blanc13] Blanc, B. et Géminard, J. Intrinsic creep of a granular column subjected to temperature changes. *Physical Review E*, 88 :022201 (2013).
- [Bocquet98] Bocquet, L., Charlaix, E., Ciliberto, S. et Crassous, J. Moisture-induced ageing in granular media and the kinetics of capillary condensation. *Nature*, 396 :735–737 (1998).
- [Bocquet09] Bocquet, L., Colin, A. et Ajdari, A. Kinetic Theory of Plastic Flow in Soft Glassy Materials. *Physical Review Letters*, 103 :036001 (2009).
- [Bodiguel15] Bodiguel, H., Beaumont, J., Machado, A., Martinie, L., Kellay, H. et Colin, A. Flow Enhancement due to Elastic Turbulence in Channel Flows of Shear Thinning Fluids. *Physical Review Letters*, 114 :028302 (2015).
- [Bonamy02] Bonamy, D., Daviaud, F., Laurent, L., Bonetti, M. et Bouchaud, J. Multiscale Clustering in Granular Surface Flows. *Physical Review Letters*, 89 :034301 (2002).

- [Bond06] Bond, T. et Bergstrom, R. Light Absorption by Carbonaceous Particles : An Investigative Review. *Aerosol Science and Technology*, 40 :27–67 (2006).
- [Bonn02] Bonn, D., Coussot, P., Huynh, H., Bertrand, F. et Debrégeas, G. Rheology of soft glassy materials. *Europhysics Letters*, 59 :786–792 (2002).
- [Bonn09] Bonn, D. et Denn, M. Yield Stress Fluids Slowly Yield to Analysis. *Science*, 324 :1401–1402 (2009).
- [Bonn16] Bonn, D., Paredes, J., Denn, M., Berthier, L., Divoux, T. et Manneville, S. Yield Stress Materials in Soft Condensed Matter. *Review of Modern Physics*, page to be published (2016).
- [Bonneau07] Bonneau, L., Andreotti, B. et Clément, É. Surface elastic waves in granular media under gravity and their relation to booming avalanches. *Physical Review E*, 75 :016602 (2007).
- [Bonneau08] Bonneau, L., Andreotti, B. et Clément, E. Evidence of Rayleigh-Hertz Surface Waves and Shear Stiffness Anomaly in Granular Media. *Physical Review Letters*, 101 :118001 (2008).
- [Borgnis52] Borgnis, F. Acoustic Radiation Pressure of Plane-Compressional Waves at Oblique Incidence. *Journal of the Acoustical Society of America*, 24 :468–469 (1952).
- [Borgnis53] Borgnis, F. Acoustic Radiation Pressure of Plane Compressional Waves. *Reviews of Modern Physics*, 25 :653–664 (1953).
- [Born59] Born, M. et Wolf, E. *Principles of optics*. Pergamon Press (1959).
- [Börszönyi06] Börszönyi, T. et Ecke, R. Rapid granular flows on a rough incline : Phase diagram, gas transition, and effects of air drag. *Physical Review E*, 74 :061301 (2006).
- [Börszönyi08] Börszönyi, T., Halsey, T. et Ecke, R. Avalanche dynamics on a rough inclined plane. *Physical Review E*, 78 :011306 (2008).
- [Bouchaud92] Bouchaud, J. Weak ergodicity breaking and aging in disordered systems. *Journal de Physique I*, 9 :1705–1713 (1992).
- [Bouchaud16] Bouchaud, J., Gualdi, S., Tarzia, M. et Zamponi, F. Spontaneous instabilities and stick-slip motion in a generalized Hébraud–Lequeux model. *Soft Matter*, 12 :1230–1237 (2016).
- [Bouchbinder11] Bouchbinder, E. et Langer, J. Shear-transformation-zone theory of linear glassy dynamics. *Physical Review E*, 83 :061503 (2011).
- [Boujlel12b] Boujlel, J., Maillard, M., Lindner, A., Ovarlez, G., Chateau, X. et Coussot, P. Boundary layer in pastes—Displacement of a long object through a yield stress fluid. *Journal of Rheology*, 56 :1083–1108 (2012).
- [Boujlel12a] Boujlel, J. et Coussot, P. Measuring yield stress : a new, practical, and precise technique derived from detailed penetrometry analysis. *Rheologica Acta*, 51 :867–882 (2012).
- [Boukany10] Boukany, P., Hemminger, O., Wang, S. et Lee, L. Molecular Imaging of Slip in Entangled DNA Solution. *Physical Review Letters*, 105 :027802 (2010).
- [Bourquin14] Bourquin, Y., Syed, A., Reboud, J., Ranford-Cartwright, L., Barrett, M. et Cooper, J. Rare-Cell Enrichment by a Rapid, Label-Free, Ultrasonic Isopycnic Technique for Medical Diagnostics. *Angewandte Chemie International Edition*, 53 :5587–5590 (2014).

- [Bouزيد13] Bouزيد, M., Trulsson, M., Claudin, P., Clément, E. et Andreotti, B. Non-local Rheology of Granular Flows across Yield Conditions. *Physical Review Letters*, 111 :238301 (2013).
- [Bouزيد15] Bouزيد, M., Izzet, A., Trulsson, M., Clément, E., Claudin, P. et Andreotti, B. Non-local rheology in dense granular flows. *European Physical Journal E*, 38 :125 (2015).
- [Boyer11] Boyer, F., Guazzelli, E. et Pouliquen, O. Unifying Suspension and Granular Rheology. *Physical Review Letters*, 107 :188301 (2011).
- [Brader09] Brader, J., Voigtmann, T., Fuchs, M., Larson, R. et Cates, M. Glass rheology : From mode-coupling theory to a dynamical yield criterion. *Proceedings of the National Academy of Science*, 106 :15816–15191 (2009).
- [Brenner02] Brenner, M., Hilgenfeldt, S. et Lohse, D. Single-bubble sonoluminescence. *Reviews of Modern Physics*, 74 :425–484 (2002).
- [Brenner09] Brenner, T., Nicolai, T. et Johannsson, R. Rheology of thermo-reversible fish protein isolate gels. *Food Research International*, 42 :915–924 (2009).
- [Brenner13] Brenner, T., Matsukawa, S., Nishinari, K. et Johannsson, R. Failure in a soft gel : Delayed failure and the dynamic yield stress. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 196 :1–7 (2013).
- [Brown10] Brown, E., Rodenberg, H., Amend, J., Mozeika, A., E., S., Zakin, M., Lipson, H. et Jaeger, H. Universal robotic gripper based on the jamming of granular material. *Proceedings of the National Academy of Sciences*, 107(44) :18743–19132 (2010).
- [Brown14] Brown, E. et Jaeger, H. Shear thickening in concentrated suspensions : phenomenology, mechanisms and relations to jamming. *Reports on Progress in Physics*, 77 :046602 (2014).
- [Brunet08b] Brunet, T., Jia, X. et Mills, P. Mechanisms for Acoustic Absorption in Dry and Weakly Wet Granular Media. *Physical Review Letters*, 101 :138001 (2008).
- [Brunet08a] Brunet, T., Jia, X. et Johnson, P. Transitional nonlinear elastic behaviour in dense granular media. *Geophysical Research Letters*, 35 :L19308 (2008).
- [Brunet12] Brunet, T., Raffy, S., Mascaro, B., Leng, J., Wunenburger, R., Mondain-Monval, O., Poncelet, O. et Aristégui, C. Sharp acoustic multipolar-resonances in highly monodisperse emulsions. *Applied Physics Letters*, 101 :011913 (2012).
- [Brunet15] Brunet, T., Merlin, A., Mascaro, B., Zimny, K., Leng, J., Poncelet, O., Aristégui, C. et Mondain-Monval, O. Soft 3D acoustic metamaterial with negative index. *Nature Materials*, 14 :384–388 (2015).
- [Caballero-Robledo09] Caballero-Robledo, G. et Clément, E. Rheology of a sonofluidized granular packing. *European Physical Journal E*, 30 :395–401 (2009).
- [Cai09] Cai, M., Wang, S., Zheng, Y. et Liang, H. Effects of ultrasound on ultrafiltration of Radix astragalus extract and cleaning of fouled membrane. *Separation and Purification Technology*, 68 :351–356 (2009).
- [Caleap14] Caleap, M. et Drinkwater, B. Acoustically trapped colloidal crystals that are reconfigurable in real time. *Proceedings of the National Academy of Sciences*, 111 :6226–6230 (2014).

- [Caleap16] Caleap, M. et Drinkwater, B. Three-dimensional ultrasonic colloidal crystals. *Comptes Rendus Physique* (2016).
- [Callaghan08] Callaghan, P. Rheo NMR and shear banding. *Rheologica Acta*, 47 :243–255 (2008).
- [Candelier09] Candelier, R. et Dauchot, O. Creep Motion of an Intruder within a Granular Glass Close to Jamming. *Physical Review Letters*, 103 :128001 (2009).
- [Cappallo07] Cappallo, N., Lapointe, C., Reich, D. et Leheny, R. Nonlinear microrheology of wormlike micelle solutions using ferromagnetic nanowire probes. *Physical Review E*, 76 :031505 (2007).
- [Cappelaere97] Cappelaere, E., Berret, J., Decruppe, J., Cressely, R. et Lindner, P. Rheology, birefringence, and small-angle neutron scattering in a charged micellar system : Evidence of a shear-induced phase transition. *Physical Review E*, 56 :1869–1878 (1997).
- [Cardinaux02] Cardinaux, F., Cipelletti, L., Scheffold, F. et Schurtenberger, P. Micro-rheology of giant-micelle solutions. *Europhysics Letters*, 57 :738–744 (2002).
- [Carnali92] Carnali, J. et Naser, M. The use of dilute solution viscometry to characterize the network properties of carbopol microgels. *Colloid and Polymer Science*, 270 :183–193 (1992).
- [Castillo15] Castillo, G., Mujica, N. et Soto, R. Universality and criticality of a second-order granular solid-liquid-like phase transition. *Physical Review E*, 91 :012141 (2015).
- [Cates98] Cates, M., Wittmer, J., Bouchaud, J. et Claudin, P. Jamming, Force Chains, and Fragile Matter. *Physical Review Letters*, 81(9) :1841 (1998).
- [Cates06] Cates, M. et Fielding, S. Rheology of giant micelles. *Advances in Physics*, 55 :799–879 (2006).
- [Chafe05] Chafe, N. et de Bruyn, J. Drag and relaxation in a bentonite clay suspension. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 131 :44–52 (2005).
- [Chan14] Chan, H. et Mohraz, A. Microdynamics of dense colloidal suspensions and gels under constant-stress deformation. *Journal of Rheology*, 58 :1419–1439 (2014).
- [Chapman14] Chapman, C. et Robertson-Anderson, R. Nonlinear Microrheology Reveals Entanglement-Driven Molecular-Level Viscoelasticity of Concentrated DNA. *Physical Review Letters*, 113 :098303 (2014).
- [Chaudhuri13] Chaudhuri, P. et Horbach, J. Onset of flow in a confined colloidal glass under an imposed shear stress. *Physical Review E*, 88 :040301 (2013).
- [Chen93] Chen, X., Schwarz, K. et Parker, K. Radiation pattern of a focused transducer : A numerically convergent solution. *Journal of the Acoustical Society of America*, 94(5) :2979–2991 (1993).
- [Chen96] Chen, X. et Apfel, R. Radiation force on a spherical object in an axisymmetric wave field and its application to the calibration of high-frequency transducers. *Journal of the Acoustical Society of America*, 99(2) :713–724 (1996).
- [Chen97] Chen, X. et Apfel, R. Radiation force on a spherical object in the field of a focused cylindrical transducer. *Journal of the Acoustical Society of America*, 101(5) :2443–2447 (1997).

- [Chen06] Chen, D., Weavers, L. et Walker, H. Ultrasonic control of ceramic membrane fouling by particles : Effect of ultrasonic factors. *Ultrasonics Sonochemistry*, 13 :379–387 (2006).
- [Chen13] Chen, Y., Ding, X., Lin, S., Yang, S., Huang, P., Nama, N., Zhao, Y., Nawaz, A., Guo, F., Wang, W., Gu, Y., Mallouk, T. et Huang, T. Tunable Nanowire Patterning Using Standing Surface Acoustic Waves. *ACS Nano*, 7 :3306–3314 (2013).
- [Cheng06] Cheng, X., Lechman, J., Fernandez-Barbero, A., Grest, G., Jaeger, H., Karczmar, G., Möbius, M. et Nagel, S. Three-Dimensional Shear in Granular Flow. *Physical Review Letters*, 96 :038001 (2006).
- [Chérier97] Chérier, L., J.M. ans Bélec et Gacougnolle, J. The Three Successive Stages of Creep of PMMA Between 55°C and 90°C. *Polymer Engineering and Science*, 37 :1664–1671 (1997).
- [Chevalier13] Chevalier, T., Rodts, S., Chateau, X., Boujlel, J., Maillard, M. et Coussot, P. Boundary layer (shear-band) in frustrated viscoplastic flows. *Europhysics Letters*, 102 :48002 (2013).
- [Chhabra07] Chhabra, R. *Bubbles, drops and particles in non-newtonian fluids*. CNRS Editions (2007).
- [Choi11] Choi, S., Steltenkamp, S., Zasadzinski, J. et Squires, T. Active microrheology and simultaneous visualization of sheared phospholipid monolayers. *Nature Communications*, 2 :312 (2011).
- [Christopoulou09] Christopoulou, C., Petekidis, G., Erwin, B., Cloitre, M. et Vlassopoulos, D. Ageing and yield behaviour in model soft colloidal glasses. *Philosophical Transactions of the Royal Society A*, 367 :5051–5071 (2009).
- [Chu82] Chu, B.-T. et Apfel, R. Acoustic radiation pressure produced by a beam of sound. *Journal of the Acoustical Society of America*, 72 :1673–1687 (1982).
- [Chýlek95] Chýlek, P., Videen, G., Ngo, D., Pinnick, R. et Klett, J. Effect of black carbon on the optical properties and climate forcing of sulfate aerosols. *Journal of Geophysical Research*, 100 :16325–16332 (1995).
- [Cinbis92] Cinbis, C. et Khuri Yakub, B. A noncontacting technique for measuring surface tension of liquids. *Review of Scientific Instruments*, 63 :2048–2050 (1992).
- [Clara-Rahola15] Clara-Rahola, J., Brzinski, T., Semwogerere, D., Feitosa, K., Crocker, J., Sato, J., Breedveld, V. et Weeks, E. Affine and nonaffine motions in sheared polydisperse emulsions. *Physical Review E*, 91 :010301 (2015).
- [Clark15] Clark, A., Petersen, A., Kondic, L. et Behringer, R. Nonlinear Force Propagation During Granular Impact. *Physical Review Letters*, 114 :144502 (2015).
- [Clerk Maxwell67] Clerk Maxwell, J. On the Dynamical Theory of Gases. *Philosophical Transactions of the Royal Society of London*, 157 :49–88 (1867).
- [Cloitre00] Cloitre, M., Borrega, R. et Leibler, L. Rheological Aging and Rejuvenation in Microgel Pastes. *Physical Review Letters*, 85 :4819–4822 (2000).
- [Cloître03] Cloître, M., Borrega, R., Monti, F. et Leibler, L. Glassy Dynamics and Flow Properties of Soft Colloidal Pastes. *Physical Review Letters*, 90 :068303 (2003).

- [Coakley00] Coakley, W., Hawkes, J., Sobanski, M., Cousins, C. et Spengler, J. Analytical scale ultrasonic standing wave manipulation of cells and microparticles. *Ultrasonics*, 38 :638–641 (2000).
- [Cohen06] Cohen, B., I. and Davidovitch, Schofield, A., Brenner, M. et Weitz, D. Slip, Yield, and Bands in Colloidal Crystals under Oscillatory Shear. *Physical Review Letters*, 97 :215502 (2006).
- [Cottrell52] Cottrell, A. The time laws of creep. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 1 :53–63 (1952).
- [Cottrell96] Cottrell, A. Criticality in Andrade creep. *Philosophical Magazine A*, 74 :1041–1046 (1996).
- [Cottrell97] Cottrell, A. Logarithmic and Andrade creep. *Philosophical Magazine Letters*, 75 :301–308 (1997).
- [Coulais13] Coulais, C., Seguin, A. et Dauchot, O. Elasticité des empilements granulaires proche de la transition de blocage. *Matériaux et Techniques*, 103 :305 (2013).
- [Coulais14] Coulais, C., Seguin, A. et Dauchot, O. Shear Modulus and Dilatancy Softening in Granular Packings above Jamming. *Physical Review Letters*, 113 :198001 (2014).
- [Coussot02] Coussot, P., Nguyen, Q., Huynh, H. et Bonn, D. Viscosity bifurcation in thixotropic, yielding fluids. *Journal of Rheology*, 46 :573–589 (2002).
- [Coussot06] Coussot, P., Tabuteau, H., Chateau, X., Tocquer, L. et Ovarlez, G. Aging and solid or liquid behavior in pastes. *Journal of Rheology*, 50 :975–994 (2006).
- [Coussot10] Coussot, P. et Ovarlez, G. Physical origin of shear-banding in jammed systems. *European Physics Journal E*, 33 :183–188 (2010).
- [Coussot14] Coussot, P. Yield stress fluid flows : A review of experimental data. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 211 :31–49 (2014).
- [Cowan02] Cowan, M., Jones, I., Page, J. et Weitz, D. Diffusing acoustic wave spectroscopy. *Physical Review E*, 65 :066605 (2002).
- [Crassous05] Crassous, J., Régisser, R., Ballauff, M. et Willenbacher, N. Characterization of the viscoelastic behavior of complex fluids using the piezoelectric axial vibrator. *Journal of Rheology*, 49 :851–863 (2005).
- [Cravotto09] Cravotto, G. et Cintras, P. Molecular self-assembly and patterning induced by sound waves. The case of gelation. *Chemical Society Reviews*, 38 :2684–2697 (2009).
- [Cribb13] Cribb, J., Vasquez, P., Moore, P., Norris, S., Shah, S., Forest, M. et Superfine, R. Nonlinear signatures in active microbead rheology of entangled polymer solutions. *Journal of Rheology*, 57 :1247–1264 (2013).
- [Crocker96] Crocker, J. et Grier, D. Methods of Digital Video Microscopy for Colloidal Studies. *Journal of Colloid and Interface Science*, 179 :298–310 (1996).
- [Crocker00] Crocker, J., Valentine, M., Weeks, E., Gisler, T., Kaplan, P., Yodh, A. et Weitz, D. Two-Point Microrheology of Inhomogeneous Soft Materials. *Physical Review Letters*, 85 :888–891 (2000).

- [Cundall79] Cundall, P. et Strack, O. A discrete numerical model for granular assemblies. *Géotechnique*, 29 :47–65 (1979).
- [Curran02] Curran, S., Hayes, R., Afacan, A., Williams, M. et Tanguy, P. Properties of Carbopol Solutions as Models for Yield-Stress Fluids. *Journal of Food Science*, 67 :176–180 (2002).
- [Cushing13] Cushing, K., Piyasena, M., Carroll, N., Maestas, G., López, B., Edwards, B., Graves, S. et López, G. Elastomeric Negative Acoustic Contrast Particles for Affinity Capture Assays. *Analytical Chemistry*, 85 :2208–2215 (2013).
- [daCruz02] da Cruz, F., Chevoir, F., Bonn, D. et Coussot, P. Viscosity bifurcation in granular materials, foams, and emulsions. *Physical Review E*, 66 :05135 (2002).
- [daCruz05] da Cruz, F., Emam, S., Prochnow, M., Roux, J. et Chevoir, F. Rheophysics of dense granular materials : Discrete simulation of plane shear flows. *Physical Review E*, 72 :021309 (2005).
- [Dagois-Bohy12] Dagois-Bohy, S., Tighe, B., Simon, J., Henkes, S. et van Hecke, M. Soft-Sphere Packings at Finite Pressure but Unstable to Shear. *Physical Review Letters*, 109 :095703 (2012).
- [Dalecki04] Dalecki, D. Mechanical Bioeffects of Ultrasound. *Annual Review of Biomedical Engineering*, 6 :229–248 (2004).
- [Dao02] Dao, T. et Archer, L. Stick-Slip Dynamics of Entangled Polymer Liquids. *Langmuir*, 18 :2616–2624 (2002).
- [Dasgupta02] Dasgupta, B., Tee, S., Crocker, J., Frisken, B. et Weitz, D. Microrheology of polyethylene oxide using diffusing wave spectroscopy and single scattering. *Physical Review E*, 65 :051505 (2002).
- [Dauchot05] Dauchot, O., Marty, G. et Biroli, G. Dynamical Heterogeneity Close to the Jamming Transition in a Sheared Granular Material. *Physical Review Letters*, 95 :265701 (2005).
- [deBruyn04] de Bruyn, J. Transient and steady-state drag in foam. *Rheologica Acta*, 44 :150–159 (2004).
- [Decruppe06] Decruppe, J., Greffier, O., Manneville, S. et Lerouge, S. Local velocity measurements in heterogeneous and time-dependent flows of a micellar solution. *Physical Review E*, 73 :061509 (2006).
- [deGennes79] de Gennes, P.-G. *Scaling concepts in polymer physics*. Cornell University Press (1979).
- [deGennes92] de Gennes, P. Soft Matter (Nobel lecture). *Review of Modern Physics*, 64 :645–648 (1992).
- [Denn01] Denn, M. Extrusion instabilities and wall slip. *Annual Review of Fluid Mechanics*, 33 :265–287 (2001).
- [DePuit11] DePuit, R., Khair, A. et Squires, T. A theoretical bridge between linear and nonlinear microrheology. *Physics of Fluids*, 23 :063102 (2011).
- [DePuit12] DePuit, R. et Squires, T. Micro–macro-discrepancies in nonlinear microrheology : I. Quantifying mechanisms in a suspension of Brownian ellipsoids. *Journal of Physics : Condensed Matter*, 24 :464106 (2012).

- [Derec01] Derec, C., Ajdari, A. et Lequeux, F. Rheology and aging : A simple approach. *European Physical Journal E*, 4 :355–364 (2001).
- [deSouza Mendes14] de Souza Mendes, P., Thompson, R., Alicke, A. et Leite, R. The quasilinear large-amplitude viscoelastic regime and its significance in the rheological characterization of soft matter. *Journal of Rheology*, 58 :537–561 (2014).
- [Desprat05] Desprat, N., Richert, A., Simeon, J. et Asnacios, A. Creep function of a Single Living Cell. *Biophysical Journal*, 88 :2224–2233 (2005).
- [deVicente13] de Vicente, J. et Berli, C. Aging, rejuvenation, and thixotropy in yielding magnetorheological fluids. *Rheologica Acta*, 52 :467–483 (2013).
- [Deymier15] Deymier, P., Swintek, N., Runge, K., Deymier-Black, A. et Hoying, J. Effect of sound on gap-junction-based intercellular signaling : Calcium waves under acoustic irradiation. *Physical Review E*, 92 :052711 (2015).
- [Dijksman10] Dijksman, J. et van Hecke, M. Granular flows in split-bottom geometries. *Soft Matter*, 6 :2901–2907 (2010).
- [Dijksman11] Dijksman, J., Wortel, G., van Dallen, L., Dauchot, O. et van Hecke, M. Jamming, Yielding, and Rheology of weakly Vibrated Granular Media. *Physical Review Letters*, 107 :108303 (2011).
- [Dimitriou13] Dimitriou, C., Ewoldt, R. et McKinley, G. Describing and prescribing the constitutive response of yield stress fluids using large amplitude oscillatory shear stress (LAOStress). *Journal of Rheology*, 57 :27–70 (2013).
- [Ding13] Ding, X., Li, P., Lin, S., Stratton, Z., Nama, N., Guo, F., Slotcavage, D., Mao, X., Shi, J., Costanzo, F. et Huang, T. Surface acoustic wave microfluidics. *Lab on a Chip*, 13 :3626–3649 (2013).
- [Dinkgreve15] Dinkgreve, M., Paredes, J., Michels, M. et Bonn, D. Universal rescaling of flow curves for yield-stress fluids close to jamming. *Physical Review E*, 92 :012305 (2015).
- [Dinno89] Dinno, M., Dyson, M., Young, S., Mortimer, A., Hart, J. et Crum, L. The significance of membrane changes in the safe and effective use of therapeutic and diagnostic ultrasound. *Physics in Medicine and Biology*, 34 :1543–1552 (1989).
- [Divoux08] Divoux, T., Gayvallet, H. et Géminard, J. Creep motion of a granular pile induced by thermal cycling. *Physical Review Letters*, 101 :148303 (2008).
- [Divoux10] Divoux, T., Tamarii, D., Barentin, C. et Manneville, S. Transient Shear Banding in a Simple Yield Stress Fluid. *Physical Review Letters*, 104 :208301 (2010).
- [Divoux11a] Divoux, T., Barentin, C. et Manneville, S. From stress-induced fluidization processes to Herschel-Bulkley behaviour in simple yield stress fluids. *Soft Matter*, 7 :8409–8418 (2011).
- [Divoux11b] Divoux, T., Barentin, C. et Manneville, S. Stress overshoot in a simple yield stress fluid : An extensive study combining rheology and velocimetry. *Soft Matter*, 7 :9335–9349 (2011).
- [Divoux12] Divoux, T., Tamarii, D., Barentin, C., Teitel, S. et Manneville, S. Yielding dynamics of a Herschel–Bulkley fluid : a critical-like fluidization behaviour. *Soft Matter*, 8 :4151–4164 (2012).

- [Divoux13] Divoux, T., Grenard, V. et Manneville, S. Rheological Hysteresis in Soft Glassy Materials. *Physical Review Letters*, 110 :018304 (2013).
- [Divoux15] Divoux, T., Fardin, M., Manneville, S. et Lerouge, S. Shear Banding of Complex Fluids. *Annual Review of Fluid Mechanics*, 48 :81–103 (2015).
- [Doi86] Doi, M. et Edwards, S. *The theory of polymer dynamics*. Oxford University Press (1986).
- [Doinikov94a] Doinikov, A. Acoustic radiation pressure on a compressible sphere in a viscous fluid. *Journal of Fluid Mechanics*, 267 :1–21 (1994).
- [Doinikov94b] Doinikov, A. Acoustic radiation pressure on a rigid sphere in a viscous fluid. *Proceedings of the Royal Society of London A*, 447 :447–466 (1994).
- [Donnet93] Donnet, J., Bansal, R. et Wang, M. *Carbon black : Science and technology*. Marcel Dekker Inc. (1993).
- [DuprédeBeaubigny15] Dupré de Beaubigny, J., Benzaquen, M., Mortagne, C., Devailly, C., Kosgodagan Acharige, S., Laurent, J., Steinberger, A., Salvetat, J., Aimé, J. et Ondarçuhu, T. AFM study of hydrodynamics in boundary layers around micro- and nanofibers. *ArXiv*, page 1603.00518 (2015).
- [Duru02] Duru, P., Nicolas, M., Hinch, J. et Guazzelli, E. Constitutive laws in liquid-fluidized beds. *Journal of Fluid Mechanics*, 452 :371–404 (2002).
- [Edwards89] Edwards, S. et Oakeshott, R. Theory of Powders. *Physica A*, 157 :1080–1090 (1989).
- [Ehrburger-Dolle90] Ehrburger-Dolle, F., Misono, S. et Lahaye, J. Characterization of the Aggregate Void Structure of Carbon Blacks by Thermoporometry. *Journal of Colloid and Interface Science*, 135 :468–485 (1990).
- [Epstein-Barash10] Epstein-Barash, H., Orbey, G., Polat, B., Ewoldt, R., Feshitan, J., Langer, R., Borden, M. et Kohane, D. A microcomposite hydrogel for repeated on-demand ultrasound-triggered drug delivery. *Biomaterials*, 31 :5208–5217 (2010).
- [Erni12] Erni, P. et Parker, A. Nonlinear Viscoelasticity and Shear Localization at Complex Fluid Interfaces. *Langmuir*, 28 :7757–7767 (2012).
- [Erpelding10] Erpelding, M., Amon, A. et Crassous, J. Mechanical response of granular media : New insights from Diffusing-Wave Spectroscopy. *European Physics Letters*, 91 :18002 (2010).
- [Errico15] Errico, C., Pierre, J., Pezet, S., Desailly, Y., Lenkei, Z., Couture, O. et Tanter, M. Ultrafast ultrasound localization microscopy for deep super-resolution vascular imaging. *Nature*, 527 :499–507 (2015).
- [Eshuis07] Eshuis, P., van der Weele, K., van der Meer, D., Bos, R. et Lohse, D. Phase diagram of vertically shaken granular matter. *Physics of Fluids*, 19 :123301 (2007).
- [Espindola12] Espindola, D., Galaz, B. et Melo, F. Ultrasound Induces Aging in Granular Materials. *Physical Review Letters*, 109 :158301 (2012).
- [Evander07] Evander, M., Johansson, L., Lilliehorn, T., Piskure, J., Lindvall, M., Johansson, S., Almqvist, M., Laurell, T. et Nilsson, J. Noninvasive Acoustic Cell Trapping in a Microfluidic Perfusion System for Online Bioassays. *Analytical Chemistry*, 79 :2984–2991 (2007).

- [Ewoldt07] Ewoldt, R. et McKinley, G. Creep Ringing in Rheometry or How to deal with Oft-Discarded Data in Step Stress Tests! *Rheology Bulletin*, 76 (2007).
- [Ewoldt15] Ewoldt, R., Johnston, M. et Caretta, L. Experimental Challenges of Shear Rheology : How to Avoid Bad Data. In S. Spagnolie, editor, *Complex Fluids in Biological Systems*, chapter 4, pages 207–241. Springer (2015).
- [Falcon99] Falcon, E., Fauve, S. et Laroche, C. Cluster formation, pressure and density measurements in a granular medium fluidized by vibrations. *European Physical Journal B*, 9 :183–186 (1999).
- [Falk98] Falk, M. et Langer, J. Dynamics of viscoplastic deformation in amorphous solids. *Physical Review E*, 57 :7192–7205 (1998).
- [Falk11] Falk, M. et Langer, J. Deformation and Failure of Amorphous, Solidlike Materials. *Annual Reviews of Condensed Matter Physics*, 2 :353–373 (2011).
- [Faran Jr.51] Faran Jr., J. Sound Scattering by Solid Cylinders and Spheres. *Journal of the Acoustical Society of America*, 23(4) :405–418 (1951).
- [Fardin12] Fardin, M., Ober, T., Grenard, V., Divoux, T., Manneville, S., McKinley, G. et Lerouge, S. Interplay between elastic instabilities and shear-banding : three categories of Taylor–Couette flows and beyond. *Soft Matter*, 8 :10072–10089 (2012).
- [Fardin14b] Fardin, M., Perge, C. et Taberlet, N. « The hydrogen atom of fluid dynamics » – introduction to the Taylor–Couette flow for soft matter scientists. *Soft Matter*, 10 :3523–3535 (2014).
- [Fardin14a] Fardin, M. On the rheology of cats. *Rheology Bulletin*, 83 (2014).
- [Farhadi15] Farhadi, S., Zhu, A. et Behringer, R. Stress Relaxation for Granular Materials near Jamming under Cyclic Compression. *Physical Review Letters*, 115 :188001 (2015).
- [Fenistein03] Fenistein, D. et van Hecke, M. Wide shear zones in granular bulk flow. *Nature*, 425 :256 (2003).
- [Fenistein04] Fenistein, D., van den Meent, J. et van Hecke, M. Universal and Wide Shear Zones in Granular Bulk Flow. *Physical Review Letters*, 92 :094301 (2004).
- [Ferry80] Ferry, J. *Viscoelastic properties of polymers*. Wiley (1980).
- [Fielding00a] Fielding, S. Ageing, driving and effective temperatures : from soft rheology to glassy dynamics. Ph.D. thesis, University of Edinburgh (2000).
- [Fielding00b] Fielding, S., Sollich, P. et Cates, M. Aging and rheology in soft materials. *Journal of Rheology*, 44 :323–369 (2000).
- [Fieldings08] Fieldings, S., Cates, M. et Sollich, P. Shear banding, aging and noise dynamics in soft glassy materials. *Soft Matter*, 5 :2378–2382 (2008).
- [Fischer09] Fischer, R., Gondret, P. et Rabaud, M. Transition by Intermittency in Granular Matter : From Discontinuous Avalanches to Continuous Flow. *Physical Review Letters*, 103 :128002 (2009).
- [Forterre06] Forterre, Y. Kapiza waves as a test for three-dimensional granular flow rheology. *Journal of Fluid Mechanics*, 563 :123–132 (2006).
- [Forterre08] Forterre, Y. et Pouliquen, O. Flows of Dense Granular Media. *Annual Review of Fluid Mechanics*, 40 :1–24 (2008).

- [Frahsa15] Frahsa, F. Nonlinear response of glass-forming dispersions under applied time-dependent deformations. Ph.D. thesis, Universität Konstanz (2015).
- [Fritz03] Fritz, G., Pechhold, W., Willenbacher, N. et Wagner, N. Characterizing complex fluids with high frequency rheology using torsional resonators at multiple frequencies. *Journal of Rheology*, 47 :303–319 (2003).
- [Fry50] Fry, W., Wulff, V., Tucker, D. et Fry, F. Physical Factors Involved in Ultrasonically Induced Changes in Living Systems : I. Identification of Non-Temperature Effects. *Journal of the Acoustical Society of America*, 22 :867–876 (1950).
- [Fry57] Fry, F., Ades, H. et Fry, W. Production of Reversible Changes in the Central Nervous System by Ultrasound. *Science*, 127 :83–84 (1957).
- [Gallot13] Gallot, T., Perge, C., Grenard, V., Fardin, M., Taberlet, N. et Manneville, S. Ultrafast ultrasonic imaging coupled to rheometry : Principle and illustration. *Review of Scientific Instruments*, 84 :045107 (2013).
- [Galloway54] Galloway, W. An Experimental Study of Acoustically Induced Cavitation in Liquids. *Journal of the Acoustical Society of America*, 26 :849–857 (1954).
- [Gao15] Gao, L., Wyatt Shields IV, C., Johnson, L., Graves, S., Yellen, B. et López, G. Two-dimensional spatial manipulation of microparticles in continuous flows in acoustofluidic systems. *Biomicrofluidics*, 9 :014105 (2015).
- [Garcia-Perez12] Garcia-Perez, J., Ortuno, C., Puig, A., Carcel, J. et Perez-Munuera, I. Enhancement of Water Transport and Microstructural : Changes Induced by High-Intensity Ultrasound Application on Orange Peel Drying. *Food Bioprocess Technology*, 5 :2256–2265 (2012).
- [Garcimartín15] Garcimartín, A., Pastor, J., Ferrer, L., Ramos, J., Martín-Gómez, C. et Zuriguel, I. Flow and clogging of a sheep herd passing through a bottleneck. *Physical Review E*, 91 :022808 (2015).
- [Gardel03] Gardel, M., Valentine, M., Crocker, J., Bausch, A. et Weitz, D. Microrheology of Entangled F-Actin Solutions. *Physical Review Letters*, 91 :158302 (2003).
- [GDRMiDi04] GDRMiDi. On dense granular flows. *European Physical Journal E*, 14 :341–365 (2004).
- [Géraud13b] Géraud, B., Bocquet, L. et Barentin, C. Confined flows of a polymer microgel. *European Physical Journal E*, 36 :30 (2013).
- [Géraud13a] Géraud, B. Mouillage et dynamique confinée de fluides complexes. Ph.D. thesis, Université de Lyon (2013).
- [Géraud14] Géraud, B., Jørgensen, L., Petit, L., Delanoë-Ayari, H., Jop, P. et Barentin, C. Capillary rise of yield-stress fluids. *Europhysics Letters*, 107 :58002 (2014).
- [Gesellchen14] Gesellchen, F., Bernassau, A., Déjardin, T., Cumming, D. et Riehle, M. Cell patterning with a heptagon acoustic tweezer–application in neurite guidance. *Lab on a Chip*, 14 :2266–2275 (2014).
- [Gessner12] Gessner, R., Aylward, S. et Dayton, P. Mapping Microvasculature with Acoustic Angiography Yields Quantifiable Differences between Healthy and Tumor-bearing Tissue Volumes in a Rodent Model. *Radiology*, 264 :733–740 (2012).

- [Giaccio15] Giacco, F., Saggese, L., de Arcangelis, L., Lippiello, E. et Pica Ciamarra, M. Dynamic Weakening by Acoustic Fluidization during Stick-Slip Motion. *Physical Review Letters*, 115 :128001 (2015).
- [Gibaud08] Gibaud, T., Barentin, C. et Manneville, S. Influence of Boundary Conditions on Yielding in a Soft Glassy Material. *Physical Review Letters*, 101 :258302 (2008).
- [Gibaud10] Gibaud, T., Frelat, D. et Manneville, S. Heterogeneous yielding dynamics in a colloidal gel. *Soft Matter*, 6 :3482–3488 (2010).
- [Gibaud15] Gibaud, T., Perge, C., Lindström, S., Taberlet, N. et Manneville, S. Multiple yielding processes in a colloidal gel under large amplitude oscillatory stress. *Soft Matter*, 12 :1701–1712 (2015).
- [Gittes97] Gittes, F., Schnurr, B., Olmsted, P., MacKintosh, F. et Schmidt, C. Microscopic Viscoelasticity : Shear Moduli of Soft Materials Determined from Thermal Fluctuations. *Physical Review Letters*, 79 :3286–3289 (1997).
- [Gobeaux10] Gobeaux, F., Belamie, E., Mosser, G., Davidson, P. et Asnacios, S. Power law rheology and strain-induced yielding in acidic solutions of type I-collagen. *Soft Matter*, 6 :3769–3777 (2010).
- [Goddard07] Goddard, G., Sanders, C., Martin, J., Kaduchak, G. et Graves, S. Analytical Performance of an Ultrasonic Particle Focusing Flow Cytometer. *Analytical Chemistry*, 79 :8740–8746 (2007).
- [Goldman49] Goldman, D. et Ringo, G. Determination of Pressure Nodes in Liquids. *Journal of the Acoustical Society of America*, 21 :270 (1949).
- [Gomberg05] Gomberg, J. et Johnson, P. Dynamic triggering of earthquakes. *Nature*, 437 :830 (2005).
- [Gomez-Solano14] Gomez-Solano, J. et Bechinger, C. Probing linear and nonlinear microrheology of viscoelastic fluids. *Europhysics Letters*, 108 :54008 (2014).
- [Gomez-Solano15] Gomez-Solano, J. et Bechinger, C. Transient dynamics of a colloidal particle driven through a viscoelastic fluid. *New Journal of Physics*, 17 :103032 (2015).
- [Gomez12] Gomez, L., Turner, A., van Hecke, M. et Vitelli, V. Shocks near Jamming. *Physical Review Letters*, 108 :058001 (2012).
- [Gondrexon10] Gondrexon, N., Rousselet, Y., Legay, M., Boldo, P., Le Person, S. et Bontemps, A. Intensification of heat transfer process : Improvement of shell-and-tube heat exchanger performances by means of ultrasound. *Chemical Engineering and Processing*, 49 :936–942 (2010).
- [Gondrexon15] Gondrexon, N., Cheze, L., Jin, Y., Legay, M., Tissot, Q., Hengl, N., Baup, S., Boldo, P., Pignon, F. et Talansier, E. Intensification of heat and mass transfer by ultrasound : Application to heat exchangers and membrane separation processes. *Ultrasonics Sonochemistry*, 25 :40–50 (2015).
- [Gonzalez-Avila12] Gonzalez-Avila, S., Prabowo, F., Kumar, A. et Ohl, C. Improved ultrasonic cleaning of membranes with tandem frequency excitation. *Journal of Membrane Science*, 2012 :776–783 (2012).

- [Goodrich14] Goodrich, C., Dagois-Bohy, S., Tighe, B., van Hecke, M., Liu, A. et Nagel, S. Jamming in finite systems : Stability, anisotropy, fluctuations, and scaling. *Physical Review E*, 90 :022138 (2014).
- [Gor'kov62] Gor'kov, L. On the forces acting on a small particle in an acoustic field in an ideal fluid. *Soviet Physik Doklady*, 6 :773–775 (1962).
- [Götze92] Götze, W. et Sjorgen, L. Relaxation processes in supercooled liquids. *Reports on Progress in Physics*, 55 :241–376 (1992).
- [Goyon08] Goyon, J., Colin, A., Ovarlez, G., Ajdari, A. et Bocquet, L. Spatial cooperativity in soft glassy flows. *Nature*, 454 (2008).
- [Greenspan67] Greenspan, M. et Tschiegg, C. Radiation-Induced Acoustic Cavitation : Apparatus and Some Results. *Journal of Research of the National Bureau of Standards C*, 71C :299–312 (1967).
- [Grenard11] Grenard, V., Taberlet, N. et Manneville, S. Shear-induced structuration of confined carbon black gels : steady-state features of vorticity-aligned flocs. *Soft Matter*, 7 :3920–3928 (2011).
- [Grenard12] Grenard, V. Structuration et fluidification de gels de noir de carbone. Ph.D. thesis, Université de Lyon (2012).
- [Grenard14] Grenard, V., Divoux, T., Taberlet, N. et Manneville, S. Timescales in creep and yielding of attractive gels. *Soft Matter*, 10 :1555–1571 (2014).
- [Gueslin09] Gueslin, B., Talini, L. et Peysson, Y. Sphere settling in an aging yield stress fluid : link between the induced flows and the rheological behavior. *Rheologica Acta*, 48 :961–970 (2009).
- [Guillard13] Guillard, F., Forterre, Y. et Pouliquen, O. Depth-Independent Drag Force Induced by Stirring in Granular Media. *Physical Review Letters*, 110 :138303 (2013).
- [Guillard14] Guillard, F., Forterre, Y. et Pouliquen, O. Lift forces in granular media. *Physics of FLuids*, 26 :043301 (2014).
- [Guillard15] Guillard, F., Forterre, Y. et Pouliquen, O. Origin of a depth-independent drag force induced by stirring in granular media. *Physical Review E*, 91 :022201 (2015).
- [Guo15a] Guo, F., Li, P., French, J., Mao, Z., Zhao, H., Li, S., Nama, N., Fick, J., Benkovic, S. et Huang, T. Controlling cell–cell interactions using surface acoustic waves. *Proceedings of the National Academy of Sciences*, 112 :43–48 (2015).
- [Guo15b] Guo, F., Zhou, W., Li, P., Mao, Z., Yennawar, N., French, J. et Huang, T. Precise Manipulation and Patterning of Protein Crystals for Macromolecular Crystallography Using Surface Acoustic Waves. *Small*, 11 :2733–2737 (2015).
- [Guo16] Guo, F., Mao, Z., Chen, Y., Xie, Z., Lata, J., Li, P., Ren, L., Liu, J., Yang, J., Dao, M., Suresh, S. et Huang, T. Three-dimensional manipulation of single cells using surface acoustic waves. *Proceedings of the National Academy of Sciences*, 113 :1522–1527 (2016).
- [Gupta94] Gupta, S., Feke, S. et Manas-Zloczower, I. Fractionation of mixed particulate solids according to compressibility using standing wave fields. *Chemical Engineering Science*, 350(20) :3275–3284 (1994).

- [Gutowski12] Gutowski, I., Lee, D., de Bruyn, J. et Frisken, B. Scaling and mesostructure of Carbopol dispersions. *Rheologica Acta*, 51 :441–450 (2012).
- [Gutsche08] Gutsche, C., Kremer, F., Kruger, M., Rausher, M., Weeber, R. et Harting, J. Colloids dragged through a polymer solution : Experiment, theory, and simulation. *The Journal of Chemical Physics*, 129 :084902 (2008).
- [Guyon94] Guyon, E. et Troadec, J. *Du sac de billes au tas de sable*. Odile Jacob (1994).
- [Habdas04] Habdas, P., Schaar, D., Levitt, A. et Weeks, E. Forced motion of a probe particle near the colloidal glass transition. *Europhysics Letters*, 67 :477–483 (2004).
- [Halász12] Halász, Z., Danku, Z. et Kun, F. Competition of strength and stress disorder in creep rupture. *Physical Review E*, 85 :016116 (2012).
- [Hammarström12] Hammarström, B., Laurell, T. et Nilsson, J. Seed particle-enabled acoustic trapping of bacteria and nanoparticles in continuous flow systems. *Lab on a Chip*, 12 :4296–4304 (2012).
- [Hammarström14] Hammarström, B., Nilson, B., Laurell, T., Nilsson, J. et Ekström, S. Acoustic Trapping for Bacteria Identification in Positive Blood Cultures with MALDI-TOF MS. *Analytical Chemistry*, 86 :10560–10567 (2014).
- [Hanotin12] Hanotin, C., Kiesgen de Richter, S., Marchal, P., Michot, L. et Baravian, C. Vibration-induced Liquefaction of Granular Suspensions. *Physical Review Letters*, 108 :198301 (2012).
- [Hanotin13] Hanotin, C., Marchal, P., Michot, L., Baravian, C. et Kiesgen de Richter, S. Dynamics of vibrated granular suspensions probed by mechanical spectroscopy and diffusing wave spectroscopy measurements. *Soft Matter*, 9 :9352–9360 (2013).
- [Happel83] Happel, J. et Brenner, H. *Low Reynolds number hydrodynamics*. Martinus Nihoff Publishers (1983).
- [Hariharaputhiran98] Hariharaputhiran, M., Subramanian, R., Campbell, G. et Chhabra, R. The settling of spheres in a viscoplastic fluid. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 79 :87–97 (1998).
- [Hasegawa69] Hasegawa, T. et Yosioka, K. Acoustic-Radiation Force on a Solid Elastic Sphere. *Journal of the Acoustical Society of America*, 46 :1139–1143 (1969).
- [Hawkes98] Hawkes, J., Barrow, D. et Coakley, W. Microparticle manipulation in millimetre scale ultrasonic standing wave chambers. *Ultrasonics*, 36 :925–931 (1998).
- [Haxton11] Haxton, T., Schmiedeberg, M. et Liu, A. Universal jamming phase diagram in the hard-sphere limit. *Physical Review E*, 83 :031503 (2011).
- [Hébraud00] Hébraud, P., Lequeux, F. et Palierne, J. Role of Permeation in the Linear Viscoelastic Response of Concentrated Emulsions. *Langmuir*, 16 :8296–8299 (2000).
- [Hecht15] Hecht, F., Rheinlaender, J., Schierbaum, N., Goldmann, W., Fabry, B. et Schaäffer, T. Imaging viscoelastic properties of live cells by AFM : power-law rheology on the nanoscale. *Soft Matter*, 11 :4584–4591 (2015).
- [Heckel15] Heckel, M., Sack, A., Kollmer, J. et Pöschel, T. Fluidization of a horizontally driven granular monolayer. *Physical Review E*, 91 :062213 (2015).

- [Heckman94] Heckman, J., Ryaby, J., McCabe, J., Frey, J. et Kilcoyne, R. Acceleration of Tibial Fracture-Healing by Non-Invasive, Low-Intensity Pulsed Ultrasound. *Journal of Bone and Joint Surgery*, 76 :26–34 (1994).
- [Helal16] Helal, A., Divoux, T. et McKinley, G. Simultaneous rheo-electric measurements of strongly conductive complex fluids. *ArXiv*, page 1604.00336 (2016).
- [Henann13] Henann, D. et Kamrin, K. A predictive, size-dependent continuum model for dense granular flows. *Proceedings of the National Academy of Sciences*, 110 :6730–6735 (2013).
- [Henann14] Henann, D. et Kamrin, K. Continuum Modeling of Secondary Rheology in Dense Granular Materials. *Physical Review Letters*, 113 :178001 (2014).
- [Hengl14] Hengl, N., Jin, Y., Pignon, F., Baup, S., Mollard, R., Gondrexon, N., Magnin, A., Michot, L. et Paineau, E. A new way to apply ultrasound in cross-flow ultrafiltration : Application to colloidal suspensions. *Ultrasonics Sonochemistry*, 21 :1018–1025 (2014).
- [Hénon99] Hénon, S., Lenormand, G., Richert, A. et Gallet, F. A New Determination of the Shear Modulus of the Human Erythrocyte Membrane Using Optical Tweezers. *Biophysical Journal*, 76 :1145–1151 (1999).
- [Herbert06] Herbert, E., Balibar, S. et Caupin, F. Cavitation pressure in water. *Physical Review E*, 74 :041603 (2006).
- [Herrey55] Herrey, E. Experimental Studies on Acoustic Radiation Pressure. *Journal of the Acoustical Society of America*, 27 :891–896 (1955).
- [Herschel26] Herschel, W. et Bulkley, R. Konzistenzmessungen von Gummi-Benzollösungen. *Kolloid Zeitschrift*, 39 :291–300 (1926).
- [Hertz39] Hertz, G. et Mende, H. Der Schallstrahlungsdruck in Flüssigkeiten. *Zeitung für Physik*, 114 :354–367 (1939).
- [Heussinger09] Heussinger, C. et Barrat, J.-L. Jamming Transition as Probed by Quasistatic Shear Flow. *Physical Review Letters*, 102 :218303 (2009).
- [Höhler05] Höhler, R. et Cohen-Addad, S. Rheology of liquid foam. *Journal of Physics : Condensed Matter*, 17 :1041–1069 (2005).
- [Hong15] Hong, X., Kohne, M. et Weeks, E. Jamming is difficult in frictionless 2D hoppers. *ArXiv*, page 1512.02500v1 (2015).
- [Howell99] Howell, D., Behringer, R. et Veje, C. Stress Fluctuations in a 2D Granular Couette Experiment : A Continuous Transition. *Physical Review Letters*, 82(26) :5241 (1999).
- [Hu05] Hu, Y. et Lips, A. Kinetics and mechanism of shear banding in an entangled micellar solution. *Journal of Rheology*, 49 :1001 (2005).
- [Hu15] Hu, M.-B., Liu, Q.-Y., Jiang, R., Hou, M. et Wu, Q.-S. Phase transition and flow-rate behavior of merging granular flows. *Physical Review E*, 91 :022206 (2015).
- [Huang05] Huang, N., Ovarlez, G., Bertrand, F., Rodts, S., Coussot, P. et Bonn, D. Flow of Wet Granular Materials. *Physical Review Letters*, 94 :028301 (2005).

- [Huebsch14] Huebsch, N., Kearney, C., Zhao, X., Kim, J., Cezar, C., Suo, Z. et Mooney, D. Ultrasound-triggered disruption and self-healing of reversibly cross-linked hydrogels for drug delivery and enhanced chemotherapy. *Proceedings of the National Academy of Sciences*, 111 :9762–9767 (2014).
- [Huillard11] Huillard, G., Noblin, X. et Rajchenbach, J. Propagation of acoustic waves in a one-dimensional array of noncohesive cylinders. *Physical Review E*, 84 :016602 (2011).
- [Hung15] Hung, K., Jeng, U. et Hsu, S. Fractal Structure of Hydrogels Modulates Stem Cell Behavior. *ACS Macro Letters*, 4 :1056–1061 (2015).
- [Hyun11] Hyun, K., Wilhelm, M., Klein, C., Cho, K., Nam, J., Ahn, K., Lee, S., Ewoldt, R. et McKinley, G. A review of nonlinear oscillatory shear tests : Analysis and application of large amplitude oscillatory shear (LAOS). *Progress in Polymer Science*, 36 :1697–1753 (2011).
- [Iikawa15] Iikawa, N., Bandi, M. et Katsuragi, H. Structural Evolution of a Granular Pack under Manual Tapping. *Journal of the Physical Society of Japan*, 84 :094401 (2015).
- [Iikawa16] Iikawa, N., Bandi, M. et Katsugari, H. Sensitivity of Granular Force Chain Orientation to Disorder-Induced Metastable Relaxation. *Physical Review Letters*, 116 :128001 (2016).
- [Ikeda12] Ikeda, A., Berthier, L. et Sollich, P. Unified study of glass and jamming rheology in soft particle systems. *Physical Review Letters*, 109 :018301 (2012).
- [Int16] International Carbon Black Association. *Carbon Black User's Guide* (2016).
- [Islam15] Islam, M., Zhang, M., Fand, Z. et Sun, J. Direct contact ultrasound assisted freezing of mushroom (*Agaricus bisporus*) : Growth and size distribution of ice crystals. *International Journal of Refrigeration*, 57 :46–53 (2015).
- [Issenmann06] Issenmann, B., Wunenburger, R., Manneville, S. et Delville, J. Bistability of a Compliant Cavity Induced by Acoustic Radiation Pressure. *Physical Review Letters*, 97 :074502 (2006).
- [Issenmann07] Issenmann, B. Déformations d'interfaces fluides par la pression de radiation acoustique. Ph.D. thesis, Univeristé Bordeaux 1 (2007).
- [Issenmann08] Issenmann, B., Nicolas, A., Wunenburger, R., Manneville, S. et Delville, J. Deformation of acoustically transparent fluid interfaces by the acoustic radiation pressure. *European Physics Letters*, 83 :34002 (2008).
- [Jackson84] Jackson, K., Walters, K. et Williams, R. A rheometrical study of Boger fluids. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 14 :173–188 (1984).
- [Jacquin11] Jacquin, H., Berthier, L. et Zamponi, F. Microscopic Mean-Field Theory of the Jamming Transition. *Physical Review Letters*, 106 :135702 (2011).
- [Jaeger92] Jaeger, H. et Nagel, S. Physics of the Granular State. *Science*, 255(5051) :1523–1531 (1992).
- [Jaeger96] Jaeger, H., Nagel, S. et Behringer, R. Granular solids, liquids and gasses. *Reviews of modern physics*, 68(4) :1259–1273 (1996).

- [Jaeger15] Jaeger, H. Celebrating Soft Matter's 10th Anniversary : Toward jamming by design. *Soft Matter* (2015).
- [Jäger01] Jäger, K. et McQueen, D. Fractal agglomerates and electrical conductivity in carbon black polymer composites. *Polymer*, 42 :9575–9581 (2001).
- [Jagla11] Jagla, E. Creep rupture of materials : Insights from a fiber bundle model with relaxation. *Physical Review E*, 83 :046119 (2011).
- [Jaishankar12] Jaishankar, A. et McKinley, G. Power-law rheology in the bulk and at the interface : quasi-properties and fractional constitutive equations. *Proceedings of the Royal Society A*, 469 :20120284 (2012).
- [Jaishankar14] Jaishankar, A. et McKinley, G. A fractional K-BKZ constitutive formulation for describing the nonlinear rheology of multiscale complex fluids. *Journal of Rheology*, 58 :1751–1788 (2014).
- [Jambrak10] Jambrak, A., Herceg, Z., Subaric, D., Babic, J., Brncic, M., Brncic, S., Bosiljkov, T., Cvek, D., Tripalo, B. et Gelo, J. Ultrasound effect on physical properties of corn starch. *Carbohydrates Polymers*, 79 :91–100 (2010).
- [Janda09] Janda, A., Maza, D., Garcimartín, A., Kolb, E., Lanuza, J. et Clément, E. Unjamming a granular hopper by vibration. *Europhysics Letters*, 87 :24002 (2009).
- [Janda12] Janda, A., Zuriguel, I. et Maza, D. Flow Rate of Particles through Apertures Obtained from Self-Similar Density and Velocity Profiles. *Physical Review Letters*, 108 :248001 (2012).
- [Jia99] Jia, X., Caroli, C. et Velicky, B. Ultrasound Propagation in Externally Stressed Granular Media. *Physical Review Letters*, 82 :1863–1866 (1999).
- [Jia04] Jia, X. Codalike Multiple Scattering of Elastic Waves in Dense Granular Media. *Physical Review Letters*, 93 :154303 (2004).
- [Jia11] Jia, X., Brunet, T. et Laurent, J. Elastic weakening of a dense granular pack by acoustic fluidization : Slipping, compaction, and aging. *Physical Review E*, 84 :020301 (2011).
- [Jin14a] Jin, Y., Hengl, N., Baup, S., Pignon, F., Gondrexon, N., Magnin, A., Sztucki, M., Narayanan, T., Michot, L. et Cabane, B. Effects of ultrasound on colloidal organization at nanometerlength scale during cross-flow ultrafiltration probed by in-situ SAXS. *Journal of Membrane Science*, 453 :624–635 (2014).
- [Jin14b] Jin, Y., Hengl, N., Baup, S., Pignon, F., Gondrexon, N., Sztucki, M., Gésan-Guiziu, G., Magnin, A., Aryan, M., Karrouch, M. et Blésès, D. Effects of ultrasound on cross-flow ultrafiltration of skim milk : Characterization from macro-scale to nano-scale. *Journal of Membrane Science*, 470 :205–218 (2014).
- [Jin15] Jin, Y., Hengl, N., Baup, S., Pignon, F., Gondrexon, N., Sztucki, M., Romdhane, A., Guillet, A. et Aourousseau, M. Ultrasonic assisted cross-flow ultrafiltration of starch and cellulosenanocrystals suspensions : Characterization at multi-scales. *Carbohydrate Polymers*, 124 :66–76 (2015).
- [Johnson05] Johnson, P. et Jia, X. Nonlinear dynamics, granular media and dynamic earthquake triggering. *Nature*, 437 :871–874 (2005).

- [Jop05] Jop, P., Forterre, Y. et Pouliquen, O. Crucial role of sidewalls in granular surface flows : consequences for the rheology. *Journal of Fluid Mechanics*, 541 :167–192 (2005).
- [Jop06] Jop, P., Forterre, Y. et Pouliquen, O. A constitutive law for dense granular flows. *Nature*, 441 :727–730 (2006).
- [Jop08] Jop, P. Hydrodynamic modeling of granular flows in a modified Couette cell. *Physical Review E*, 77 :032301 (2008).
- [Jop15] Jop, P. Rheological properties of dense granular flows. *Comptes Rendus Physique*, 16 :62–72 (2015).
- [Jørgensen15] Jørgensen, L., Le Merrer, M., Delanoë-Ayari, H. et Barentin, C. Yield stress and elasticity influence on surface tension measurements. *Soft Matter*, 11 :5111–5121 (2015).
- [Joshi15] Joshi, Y. A model for aging under deformation field, residual stresses and strains in soft glassy materials. *Soft Matter*, 11 :3198–3214 (2015).
- [Josserand00] Josserand, C., Tkachenko, A., Mueth, D. et Jaeger, H. Memory Effects in Granular Materials. *Physical Review Letters*, 85 :3632–3635 (2000).
- [Jossic01] Jossic, L. et Magnin, A. Drag and Stability of Objects in a Yield Stress Fluid. *American Institute of Chemistry Engineers Journal*, 47(12) :2666–2672 (2001).
- [Kallioinen11] Kallioinen, M. et Mänttari, M. Influence of Ultrasonic Treatment on Various Membrane Materials : A Review. *Separation Science and Technology*, 46 :1388–1395 (2011).
- [Kamakura95] Kamakura, T., Matsuda, K., Kumamoto, Y. et Breazeale, M. Acoustic streaming induced in focused Gaussian beams. *Journal of the Acoustical Society of America*, 97(5) :2740–2746 (1995).
- [Kamrin12] Kamrin, K. et Koval, G. Nonlocal Constitutive Relation for Steady Granular Flow. *Physical Review Letters*, 108 :178301 (2012).
- [Kaneda05] Kaneda, I. et Sogabe, A. Rheological properties of water swellable microgel polymerized in a confined space. *Colloids and Surfaces A*, 270-271 :163–170 (2005).
- [Karlsen15] Karlsen, J. et Bruus, H. Forces acting on a small particle in an acoustical field in a thermoviscous fluid. *Physical Review E*, 92 :043010 (2015).
- [Katgert10] Katgert, G. et van Hecke, M. Jamming and geometry of two-dimensional foams. *Europhysics Letters*, 92 :34002 (2010).
- [Kennedy05] Kennedy, J. High-intensity focused ultrasound in the treatment of solid tumours. *Nature Reviews*, 5 :321–327 (2005).
- [Ketz88] Ketz, R., Prud'homme, R. et Graessley, W. Rheology of concentrated microgel solutions. *Rheologica Acta*, 27 :531–539 (1988).
- [Keys07] Keys, A., Abate, A., Glotzer, S. et Durian, D. Measurement of growing dynamical length scales and prediction of the jamming transition in a granular material. *Nature Physics*, 3 :260–264 (2007).
- [Khair06] Khair, A. et Brady, J. Single particle motion in colloidal dispersions : a simple model for active and nonlinear microrheology. *Journal of Fluid Mechanics*, 557 :73–117 (2006).

- [Khan10] Khan, M. et Sood, A. Out-of-equilibrium microrheology using optical tweezers to probe directional viscoelastic properties under shear. *Europhysics Letters*, 92 :48001 (2010).
- [KiesgendeRichter10] Kiesgen de Richter, S., Zaitsev, V., Richard, P., Delannay, R., Le Caër, G. et Tournat, V. Experimental evidence of ageing and slow restoration of the weak-contact configuration in tilted 3D granular packings. *Journal of Statistical Mechanics : Theory and Experiment*, 11 :P11023 (2010).
- [King34] King, L. On the Acoustic Radiation Pressure on Spheres. *Proceedings of the Royal Society of London A*, 147 :212–240 (1934).
- [Kino00] Kino, G. *Acoustic waves : devices, imaging and signal processing* (2000).
- [Kinsler00] Kinsler, L., Frey, A., Coppers, A. et Sanders, J. *Fundamentals of Acoustics*. Wiley (2000).
- [Knight95] Knight, J., Fandrich, C., Lau, C., Jaeger, H. et Nagel, S. Density relaxation in a vibrated granular material. *Physical Review E*, 51 :3957–3963 (1995).
- [Knowlton14] Knowlton, E., Pine, D. et Cipelletti, L. A microscopic view of the yielding transition in concentrated emulsions. *Soft Matter*, 10 :6931–6941 (2014).
- [Kobayashi99] Kobayashi, T., Chai, X. et Fujii, N. Ultrasound enhanced cross-flow membrane filtration. *Separation and Purification Technology*, 17 :31–40 (1999).
- [Kolb04] Kolb, E., Cviklinski, J., Lanuza, J., Claudin, P. et Clément, E. Reorganization of a dense granular assembly : The unjamming response function. *Physical Review E*, 69 :031306 (2004).
- [Kolb06] Kolb, E., Goldenberg, C., Inagaki, S. et Clément, E. Reorganization of a two-dimensional disordered granular medium due to a small local cyclic perturbation. *Journal of Statistical Mechanics : Theory and Experiment*, 07 :P07017 (2006).
- [Kollmannsberger11] Kollmannsberger, P. et Fabry, B. Linear and Nonlinear Rheology of Living Cells. *Annual Review of Material Research*, 41 :75–97 (2011).
- [Koval09] Koval, G., Roux, J., Corfdir, A. et Chevoir, F. Annular shear of cohesionless granular materials : From the inertial to quasistatic regime. *Physical Review E*, 79 :021306 (2009).
- [Kovalcinova16] Kovalcinova, L., Goulet, A. et Kondic, L. Scaling properties of force networks for compressed particulate systems. *Physical Review E*, 93 :042903 (2016).
- [Kramers40] Kramers, H. Brownian motion in a field of force and the diffusion model of chemical reactions. *Physica A*, 7 :284–304 (1940).
- [Kun03b] Kun, F., Moreno, Y., Hidalgo, R. et Herrmann, H. Creep rupture has two universality classes. *Europhysics Letters*, 63 :347–353 (2003).
- [Kun03a] Kun, F., Cruz Hidalgo, R., Herrmann, H. et Pál, K. Scaling laws of creep rupture of fiber bundles. *Physical Review E*, 67 :061802 (2003).
- [Kun07] Kun, F., Costa, M., Costa Filho, R., Andrade Jr, J., Soares, J., Zapperi, S. et Herrmann, H. Fatigue failure of disordered materials. *Journal of Statistical Mechanics : Theory and Experiments*, 2 :P02003 (2007).
- [Kun08] Kun, F., Carmona, H., Andrade Jr, J. et Herrmann, H. Universality behind Basquin’s Law of Fatigue. *Physical Review Letters*, 100 :094301 (2008).

- [Kurokawa15] Kurokawa, A., Vidal, V., Kurita, K., Divoux, T. et Manneville, S. Avalanche-like fluidization of a non-Brownian particle gel. *Soft Matter*, 11 :9026–9037 (2015).
- [Kyllönen05] Kyllönen, H., Pirkonen, P. et Nyström, M. Membrane filtration enhanced by ultrasound : a review. *Desalination*, 181 :319–335 (2005).
- [Kyllönen06] Kyllönen, H., Pirkonen, P., Nyström, M., Nuortila-Jokinen, J. et Grönroos, A. Experimental aspects of ultrasonically enhanced cross-flow membrane filtration of industrial wastewater. *Ultrasonics Sonochemistry*, 13 :295–302 (2006).
- [Lacaze09] Lacaze, L. et Kerswell, R. Axisymmetric Granular Collapse : A Transient 3D Flow Test of Viscoplasticity. *Physical Review Letters*, 102 :108305 (2009).
- [Lamminen04] Lamminen, M., Walker, H. et Weavers, L. Mechanisms and factors influencing the ultrasonic cleaning of particle-fouled ceramic membranes. *Journal of Membrane Science*, 237 :213–223 (2004).
- [Lamminen06] Lamminen, M., Walker, H. et Weavers, L. Effect of Fouling Conditions and Cake Layer Structure on the Ultrasonic Cleaning of Ceramic Membranes. *Separation Science and Technology*, 41 :3569–3584 (2006).
- [Landau59] Landau, L. et Lifshitz, E. *Course of Theoretical Physics 6 - Fluid Mechanics*. Pergamon Press (1959).
- [Langer15] Langer, J. Shear-transformation-zone theory of yielding in athermal amorphous materials. *Physical Review E*, 92 :012318 (2015).
- [Langlois15] Langlois, V. et Jia, X. Sound pulse broadening in stressed granular media. *Physical Review E*, 91 :022205 (2015).
- [Larson90] Larson, R., Shaqfeh, S. et Muller, S. A purely elastic instability in Taylor-Couette flow. *Journal of Fluid Mechanics*, 218 :573–600 (1990).
- [Lastakowski15] Lastakowski, H., Géminard, J. et Vidal, V. Granular friction : Triggering large events with small vibrations. *Scientific Reports*, 5 :13455 (2015).
- [Laurell14] Laurell, T., Lenshof, A., Bruus, H., Dual, J., Franke, T., Hill, M., Huang, T., Nilsson, J., Sadhal, S., Wiklund, M. et Radel, S. *Microscale Acoustofluidics*. Royal Society of Chemistry (2014).
- [Laurson52] Laurson, L., Rosti, J., Koivisto, J., Miksic, A. et Alava, M. Spatial fluctuations in transient creep deformation. *Journal of Statistical Mechanics : Theory and Experiments*, 2011 :P07002 (1952).
- [Laurson10] Laurson, L., Miguel, M. et Alava, M. Dynamical Correlations near Dislocation Jamming. *Physical Review Letters*, 105 :015501 (2010).
- [Le Bouil14b] Le Bouil, A., Amon, A., Sangleboeuf, J., Orain, H., Bésuelle, G., Pans Viggiani, Chasle, P. et Crassous, J. A biaxial apparatus for the study of heterogeneous and intermittent strains in granular materials. *Granular Matter*, 16 :1–8 (2014).
- [Le Bouil14a] Le Bouil, A., Amon, A., McNamara, S. et Crassous, J. Emergence of Cooperativity in Plasticity of Soft Glassy Materials. *Physical Review Letters*, 112 :246001 (2014).

- [Le Grand08] Le Grand, A. et Petekidis, G. Effects of particle softness on the rheology and yielding of colloidal glasses. *Rheologica Acta*, 47 :579–590 (2008).
- [Lecomte14] Lecomte, C. et Naert, A. Experimental study of energy transport between two granular gas thermostats. *Journal of Statistical Mechanics : Theory and Experiments*, 11 :P11004 (2014).
- [Lee93] Lee, C. et Wang, T. Acoustic radiation pressure. *Journal of the Acoustical Society of America*, 94 :1099–1109 (1993).
- [Lee11] Lee, D., Gutowski, I., Bailey, A., Rubatat, L., de Bruyn, J. et Frisken, B. Investigating the microstructure of a yield-stress fluid by light scattering. *Physical Review E*, 83 :031401 (2011).
- [Lee15] Lee, V., Waitukaitis, S., Miskin, M. et Jaeger, H. Direct observation of particle interactions and clustering in charged granular streams. *Nature Physics*, 11 :733–738 (2015).
- [Lefebvre16] Lefebvre, G., Merceron, A. et Jop, P. Interfacial Instability during Granular Erosion. *Physical Review Letters*, 116 :068002 (2016).
- [Legay11] Legay, M., Gondrexon, N., Le Person, S., Boldo, P. et Bontemps, A. Enhancement of Heat Transfer by Ultrasound : Review and Recent Advances. *International Journal of Chemical Engineering*, 2011 :670108 (2011).
- [Legay12b] Legay, M., Simony, B., Boldo, P., Gondrexon, N., Le Person, S. et Bontemps, A. Improvement of heat transfer by means of ultrasound : Application to a double-tube heat exchanger. *Ultrasonics Sonochemistry*, 2012 :1194–1200 (2012).
- [Legay12a] Legay, M., Le Person, S., Gondrexon, N., Boldo, P. et Bontemps, A. Performances of two heat exchangers assisted by ultrasound. *Applied Thermal Engineering*, 2012 :60–66 (2012).
- [Legay13] Legay, M., Allibert, Y., Gondrexon, N., Boldo, P. et Le Person, S. Experimental investigations of fouling reduction in an ultrasonically-assisted heat exchanger. *Experimental Thermal and Fluid Science*, 46 :111–119 (2013).
- [Léger03] Léger, L. Friction mechanisms and interfacial slip at fluid–solid interfaces. *Journal of Physics : Condensed Matter*, 15 :S19–S29 (2003).
- [Leinenga15] Leinenga, G. et Götz, J. Scanning ultrasound removes amyloid- β and restores memory in an Alzheimer’s disease mouse model. *Science Translational Medicine*, 7 :278 (2015).
- [Lenoble05] Lenoble, M., Snabre, P. et Pouligny, B. The flow of a very concentrated slurry in a parallel-plate device : Influence of gravity. *Physics of Fluids*, 17 :073303 (2005).
- [Leocmach14] Leocmach, M., Perge, C., Divoux, T. et Manneville, S. Creep and Fracture of a Protein Gel under Stress. *Physical Review Letters*, 113 :038303 (2014).
- [Léopoldès15] Léopoldès, J., Conrad, G. et Jia, X. Perturbation of the yield-stress rheology of polymer thin films by nonlinear shear ultrasound. *Physical Review E*, 91 :012405 (2015).
- [Lerner12a] Lerner, E., During, G. et Wyart, M. Toward a microscopic description of flow near the jamming threshold. *Europhysics Letters*, 99 :58003 (2012).

- [Lerner12b] Lerner, E., During, G. et Wyart, M. A unified framework for non-Brownian suspension flows and soft amorphous solids. *Proceedings of the National Academy of Sciences*, 109(13) :4798–4803 (2012).
- [Lerouge04] Lerouge, S., Decruppe, J. et Olmsted, P. Kinetics and mechanism of shear banding in an entangled micellar solution. *Langmuir*, 20 :11355–11365 (2004).
- [Levine00] Levine, A. et Lubensky, T. One- and Two-Particle Microrheology. *Physical Review Letters*, 85 :1774–1777 (2000).
- [Levine01] Levine, A. et Lubensky, T. Response function of a sphere in a viscoelastic two-fluid medium. *Physical Review E*, 85 :041510 (2001).
- [Lherminier14] Lherminier, S., Planet, R., Simon, G., Vanel, L. et Ramos, O. Revealing the Structure of a Granular Medium through Ballistic Sound Propagation. *Physical Review Letters*, 113 :098001 (2014).
- [Li02] Li, J., Sanderson, R. et Jacobs, E. Ultrasonic cleaning of nylon microfiltration membranes fouled by Kraft paper mill effluent. *Journal of Membrane Science*, 205 :247–257 (2002).
- [Li11] Li, X., Yu, J. et Agwu Nnanna, A. Fouling mitigation for hollow-fiber UF membrane by sonication. *Desalination*, 281 :23–29 (2011).
- [Li15a] Li, P., Mao, Z., Peng, Z., Zhou, L., Chen, Y., Huang, P., Truica, C., Drabick, J., El-Deiry, W., Dao, M., Suresh, S. et Huang, T. Acoustic separation of circulating tumor cells. *Proceedings of the National Academy of Sciences*, 112 :4970–4975 (2015).
- [Li15b] Li, W., Rieser, J., Liu, A., Durian, D. et Li, J. Deformation-driven diffusion and plastic flow in amorphous granular pillars. *Physical Review E*, 91 :062212 (2015).
- [Liberatore06] Liberatore, M., Nettekheim, F., Wagner, N. et Porcar, L. Spatially resolved small-angle neutron scattering in the 1-2 plane : A study of shear-induced phase-separating wormlike micelles. *Physical Review E*, 73 :020504(R) (2006).
- [Lidon16a] Lidon, P., Taberlet, N. et Manneville, S. Grains unchained : local fluidization of a granular packing by focused ultrasound. *Soft Matter*, 12 :2315–2324 (2016).
- [Lidon16b] Lidon, P., Villa, L. et Manneville, S. Power-law creep and residual stresses in a carboxyl microgel. *Rheologica Acta*, page submitted (2016).
- [Liebermann49] Liebermann, L. The Second Viscosity of Liquids. *Physical Review*, 75 :1415–1425 (1949).
- [Lighthill78] Lighthill, J. Acoustic Streaming. *Journal of Sound and Vibration*, 61 :391–418 (1978).
- [Lin12] Lin, S., Mao, X. et Huang, T. Surface acoustic wave (SAW) acoustophoresis : now and beyond. *Lab on a Chip*, 12 :2766–2770 (2012).
- [Lin16] Lin, J. et Wyart, M. Mean-Field Description of Plastic Flow in Amorphous Solids. *Physical Review X*, 6 :011005 (2016).
- [Lindström12] Lindström, S., Kodger, T., Sprakel, J. et Weitz, D. Structures, stresses, and fluctuations in the delayed failure of colloidal gels. *Soft Matter*, 7 :3657–3664 (2012).

- [Liu92] Liu, C. et Nagel, S. Sound in Sand. *Physical Review Letters*, 68 :2301–2305 (1992).
- [Liu96] Liu, A., Ramaswamy, S., Mason, T., Gang, H. et Weitz, D. Anomalous Viscous Loss in Emulsions. *Physical Review Letters*, 76 :3017–3020 (1996).
- [Liu98] Liu, A. et Nagel, S. Jamming is not just cool any more. *Nature*, 396 :21–22 (1998).
- [Liu02] Liu, B., Muller, S. et Denn, M. Convergence of a regularization method for creeping flow of a Bingham material about a rigid sphere. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 102 :179–191 (2002).
- [Liu03] Liu, B., Muller, S. et Denn, M. Interactions of two rigid spheres translating collinearly in creeping flow in a Bingham material. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 113 :49–67 (2003).
- [Liu10] Liu, A. et Nagel, S. The Jamming Transition and the Marginally Jammed Solid. *Annual Review of Condensed Matter Physics*, 1 :347–369 (2010).
- [Liu16] Liu, C., Ferrero, E., Puosi, F., Barrat, J. et Martens, K. Driving Rate Dependence of Avalanche Statistics and Shapes at the Yielding Transition. *Physical Review Letters*, 116 :065501 (2016).
- [Lois06] Lois, G., Lemaître, A. et Carlson, J. Emergence of multi-contact interactions in contact dynamics simulations of granular shear flows. *Europhysics Letters*, 76 :318–324 (2006).
- [Lozano12] Lozano, C., Lumay, G., Zuriguel, I., Hidalgo, R. et Garcimartín, A. Breaking Arches with Vibrations : The Role of Defects. *Physical Review Letters*, 109 :068001 (2012).
- [Lozano15] Lozano, C., Zuriguel, I. et Garcimartín, A. Stability of clogging arches in a silo submitted to vertical vibrations. *Physical Review E*, 91 :062203 (2015).
- [Lu02] Lu, Q. et Solomon, M. Probe size effects on the microrheology of associating polymer solutions. *Physical Review E*, 66 :061504 (2002).
- [Lu05] Lu, Q. et Solomon, M. Microrheology of cross-linked polyacrylamide networks. *Physical Review E*, 71 :021504 (2005).
- [Ma00] Ma, H., Jimenez, J. et Rajagopalan, R. Brownian Fluctuation Spectroscopy Using Atomic Force Microscopes. *Langmuir*, 16 :2254–2261 (2000).
- [Ma15] Ma, Z., Guo, J., Liu, Y. et Ai, Y. The patterning mechanism of carbon nanotubes using surface acoustic waves : the acoustic radiation effect or the dielectrophoretic effect. *Nanoscale*, 7 :14047–14054 (2015).
- [MacKintosh99] MacKintosh, F. et Schmidt, C. Microrheology. *Current Opinion in Colloid and Interface Science*, 4 :300–307 (1999).
- [Majmudar07] Majmudar, T., Sperl, M., Luding, S. et Behringer, R. Jamming Transition in Granular Systems. *Physical Review Letters*, 98 :058001 (2007).
- [Mallogi15] Mallogi, F., Andreotti, B. et Clément, E. Nonlocal effects in sand flows on an inclined plane. *Physical Review E*, 91 :052202 (2015).
- [Mampallil15] Mampallil, D., Reboud, J., Wilson, R., Wylie, D., Klug, D. et Cooper, J. Acoustic suppression of the coffee-ring effect. *Soft Matter*, 11 :7207 (2015).

- [Manneville04] Manneville, S., Bécu, L. et Colin, A. High-frequency ultrasonic speckle velocimetry in sheared complex fluids. *European Physics Journal : Applied Physics*, 28 :361–373 (2004).
- [Manneville07] Manneville, S., Colin, A., Waton, G. et Schosseler, F. Wall slip, shear banding, and instability in the flow of a triblock copolymer micellar solution. *Physical Review E*, 75 :061502 (2007).
- [Manneville08] Manneville, S. Recent experimental probes of shear banding. *Rheologica Acta*, 47 :301–318 (2008).
- [Mansard11] Mansard, V., Colin, A., Chauduri, P. et Bocquet, L. A kinetic elastoplastic model exhibiting viscosity bifurcation in soft glassy materials. *Soft Matter*, 7 :5524–5527 (2011).
- [Marchal13] Marchal, P., Hanotin, C., Michot, L. et Kiesgen de Richter, S. Two-state model to describe the rheological behavior of vibrated granular matter. *Physical Review E*, 88 :012207 (2013).
- [Marmottant03] Marmottant, P. et Hilgenfeldt, S. Controlled vesicle deformation and lysis by single oscillating bubbles. *Nature*, 423 :153–156 (2003).
- [Martens11] Martens, K., Bocquet, L. et Barrat, J. Connecting Diffusion and Dynamical Heterogeneities in Actively Deformed Amorphous Systems. *Physical Review Letters*, 106 :156001 (2011).
- [Martoia14] Martoia, F., Perge, C., Dumont, P., Orgéas, L., Fardin, M., Manneville, S. et Belgacem, M. Heterogeneous flow kinematics of cellulose nanofibril suspensions under shear. *Soft Matter*, 11 :4742–4755 (2014).
- [Maskooki08] Maskooki, A., Kobayashi, T., Mortazavi, S. et Maskooki, A. Effect of low frequencies and mixed wave of ultrasound and EDTA on flux recovery and cleaning of microfiltration membranes. *Separation and Purification Technology*, 59 :67–73 (2008).
- [Mason95] Mason, T. et Weitz, D. Optical Measurements of Frequency-Dependent Linear Viscoelastic Moduli of Complex Fluids. *Physical Review Letters*, 74 :1250–1253 (1995).
- [Mason96b] Mason, T., Gang, H. et Weitz, D. Rheology of complex fluids measured by dynamic light scattering. *Journal of Molecular Structure*, 383 :81–90 (1996).
- [Mason96a] Mason, T., Bibette, J. et Weitz, D. Yielding and Flow of Monodisperse Emulsions. *Journal of colloid and interface science*, 179 :439–448 (1996).
- [Mason97b] Mason, T., Gang, H. et Weitz, D. Diffusing-wave-spectroscopy measurements of viscoelasticity of complex fluids. *Journal of the Optical Society of America A*, 14 :139–149 (1997).
- [Mason97c] Mason, T., Lacasse, M., Grest, G., Levine, D., Bibette, J. et Weitz, D. Osmotic pressure and viscoelastic shear moduli of concentrated emulsions. *Physical Review E*, 56 :3150–3166 (1997).
- [Mason97a] Mason, T., Ganesan, K., van Zanten, J., Wirtz, D. et Kuo, S. Particle Tracking Microrheology of Complex Fluids. *Physical Review Letters*, 79 :3282–3285 (1997).

- [Masselin01] Masselin, I., Chasseray, X., Durand-Bourlier, L., Lainné, J., Syzaret, P. et Lemordant, D. Effect of sonication on polymeric membranes. *Journal of Membrane Science*, 181 :213–220 (2001).
- [Matsuda96] Matsuda, K., Kamakura, T. et Kumamoto, Y. Buildup of acoustic streaming in focused beams. *Ultrasonics*, 34 :763–765 (1996).
- [Maxey83] Maxey, M. et Riley, J. Equation of motion for a small rigid sphere in a nonuniform flow. *Physics of Fluids*, 26 :883–889 (1983).
- [Medalia70b] Medalia, A. et Heckmann, F. Morphology of aggregates - II. Size and shape factors of carbon black aggregates from electron microscopy. *Journal of Colloid and Interface Science*, 32 :115–131 (1970).
- [Medalia70a] Medalia, A. VI. Effective Volume of Aggregates of Carbon Black from Electron Microscopy; Application to Vehicle Absorption and to Die Swell of Filled Rubber. *Journal of Colloid and Interface Science*, 32 :115–131 (1970).
- [Meeker04a] Meeker, S., Bonnecaze, R. et Cloitre, M. Slip and flow in pastes of soft particles : Direct observation and rheology. *Journal of Rheology*, 48 :1295–1320 (2004).
- [Meeker04b] Meeker, S., Bonnecaze, R. et Cloitre, M. Slip and Flow in Soft Particle Pastes. *Physical Review Letters*, 92(19) :198302 (2004).
- [Menon97] Menon, N. et Durian, D. Diffusing-Wave Spectroscopy of Dynamics in a Three-Dimensional Granular Flow. *Science*, 275 :1920–1922 (1997).
- [Merkak06] Merkak, O., Jossic, L. et Magnin, A. Spheres and interactions between spheres moving at very low velocities in a yield stress fluid. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 133 :99–108 (2006).
- [Mewis79] Mewis, J. Thixotropy - A general review. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 6 :1–20 (1979).
- [Miguel02] Miguel, M., Vespignani, A., Zaiser, M. et Zapperi, S. Dislocation Jamming and Andrade Creep. *Physical Review Letters*, 89 :165501 (2002).
- [Miguel05] Miguel, M., Moretti, P., Zaiser, M. et Zapperi, S. Statistical dynamics of dislocations in simple models of plastic deformation : Phase transitions and related phenomena. *Materials Science and Engineering A*, 400-401 :191–198 (2005).
- [Miguel08] Miguel, M., Laurson, L. et Alava, M. Material yielding and irreversible deformation mediated by dislocation motion. *European Physical Journal B*, 64 :443–450 (2008).
- [Miller07] Miller, E. et Rothstein, J. Transient evolution of shear-banding wormlike micellar solutions. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 143 :22–37 (2007).
- [Mirzaie12] Mirzaie, A. et Mohammadi, T. Effect of ultrasonic waves on flux enhancement in microfiltration of milk. *Journal of Food Engineering*, 108 :77–86 (2012).
- [Mitome90] Mitome, H. Study of the Generation Mechanism of an Acoustic Jet Through Visualization Experiments. *Japanese Journal of Applied Physics*, 30 :60–62 (1990).
- [Mitragotri95] Mitragotri, S., Blankschtein, D. et Langer, R. Ultrasound-Mediated Transdermal Protein Delivery. *Science*, 269 :850–853 (1995).

- [Mitragotri05] Mitragotri, S. Healing sound : the use of ultrasound in drug delivery and other therapeutic applications. *Nature Review : Drug discovery*, 4 :255–260 (2005).
- [Mohan13] Mohan, L., Bonnecaze, R. et Cloitre, M. Microscopic Origin of Internal Stresses in Jammed Soft Particle Suspensions. *Physical Review Letters*, 111 :268301 (2013).
- [Mohan15] Mohan, L., Cloitre, M. et Bonnecaze, R. Build-up and two-step relaxation of internal stress in jammed suspensions. *Journal of Rheology*, 59 :63–84 (2015).
- [Møller06] Møller, P., Mewis, J. et Bonn, D. Yield stress and thixotropy : on the difficulty of measuring yield stresses in practice. *Soft Matter*, 2 :274–283 (2006).
- [Møller08] Møller, P., Rodts, S., Michels, M. et Bonn, D. Shear banding and yield stress in soft glassy materials. *Physical Review E*, 77 :041507 (2008).
- [Møller09b] Møller, P., Fall, A., Chikkadi, V. et Derks, D., D. Bonn. An attempt to categorize yield stress fluid behaviour. *Philosophical transactions of the royal society A*, 367 :5139–5155 (2009).
- [Møller09a] Møller, P., Fall, A. et Bonn, D. Origin of apparent viscosity in yield stress fluids below yielding. *Europhysics Letters*, 87 :38004 (2009).
- [Monnot07] Monnot, A., Boldo, P., Gondrexon, N. et Bontemps, A. Enhancement of Cooling Rate by Means of High Frequency Ultrasound. *Heat Transfer Engineering*, 28 :3–8 (2007).
- [Moorcroft11] Moorcroft, R., Cates, M. et Fielding, S. Age-Dependent Transient Shear Banding in Soft Glasses. *Physical Review Letters*, 106 :055502 (2011).
- [Mott53] Mott, N. A Theory of Work-Hardening of Metals II : Flow Without Slip-Lines, Recovery and Creep. *Philosophical Magazine Series*, 44 :742–765 (1953).
- [Moudjed15] Moudjed, B., Botton, V., Henry, D., Millet, S., Garandet, J. et Ben Hadid, H. Near-field acoustic streaming jet. *Physical Review E*, 91 :033011 (2015).
- [Mougin12] Mougin, N., Magnin, A. et Piau, J. The significant influence of internal stresses on the dynamics of bubbles in a yield stress fluid. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 171 :42–55 (2012).
- [Mounier12] Mounier, A. et Naert, A. The Hatano-Sasa equality : Transitions between steady states in a granular gas. *Europhysics Letters*, 100 :30002 (2012).
- [Mueth00] Mueth, D., Debregeas, G., Karczmar, G., Eng, P., Nagel, S. et Jaeger, H. Signatures of granular microstructure in dense shear flows. *Nature*, 406 :385–389 (2000).
- [Mueth01] Mueth, D. Measurements of particle dynamics in slow, dense granular Couette flow. *Physical Review E*, 67 :011304 (2001).
- [Mullineux08] Mullineux, G. Non-linear least squares fitting of coefficients in the Herschel–Bulkley model. *Applied Mathematical Modelling*, 32 :2538–2551 (2008).
- [Muthukumar89] Muthukumar, M. Screening Effect on Viscoelasticity near the Gel Point. *Macromolecules*, 22 :4656–4658 (1989).
- [Muthukumaran05] Muthukumaran, S., Kentish, S., Ashokkumar, M. et Stevens, G. Mechanisms for the ultrasonic enhancement of dairy whey ultrafiltration. *Journal of Membrane Science*, 258 :106–114 (2005).

- [Muthukumaran07] Muthukumaran, S., Kentish, S., Stevens, G., Ashokkumar, M. et Mawson, R. The application of ultrasound to dairy ultrafiltration : The influence of operating conditions. *Journal of Food Engineering*, 81 :364–373 (2007).
- [Nabarro01] Nabarro, F. The time constant of logarithmic creep and relaxation. *Materials Science and Engineering*, A309-310 :227–228 (2001).
- [Nabarro04] Nabarro, F. Do we have an acceptable model of power-law creep? *Materials Science and Engineering A*, 387-389 :659–664 (2004).
- [Naert12] Naert, A. Experimental study of work exchange with a granular gas : The viewpoint of the Fluctuation Theorem. *Europhysics Letters*, 97 :20010 (2012).
- [Nechad05a] Nechad, H., Helmstetter, A., El Guerjouma, R. et Sornette, D. Andrade and critical time-to-failure laws in fiber-matrix composites : Experiments and model. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 53 :1099–1127 (2005).
- [Nechad05b] Nechad, H., Helmstetter, A., El Guerjouma, R. et Sornette, D. Creep Ruptures in Heterogeneous Materials. *Physical Review Letters*, 94 :045501 (2005).
- [Negi09] Negi, A. et Osuji, C. Dynamics of internal stresses and scaling of strain recovery in an aging colloidal gel. *Physical Review E*, 80 :010404 (2009).
- [Negi10] Negi, A. et Osuji, C. Physical aging and relaxation of residual stresses in a colloidal glass following flow cessation. *Journal of Rheology*, 54 :943–958 (2010).
- [Neuman04] Neuman, K. et Block, S. Optical trapping. *Review of Scientific Instruments*, 75 :2787–2809 (2004).
- [Ng12] Ng, K., Wu, C., Yang, H., Panchangam, S., Lin, Y., Hong, P., Wu, C. et Lin, C. Effect of Ultrasound on Membrane Filtration and Cleaning Operations. *Separation Science and Technology*, 48 :215–222 (2012).
- [Nguyen11] Nguyen, V., Darnige, T., Bruand, A. et Clement, E. Creep and Fluidity of a Real Granular Packing near Jamming. *Physical Review Letters*, 107 :138303 (2011).
- [Nichol10] Nichol, K., Zanin, A., Bastien, R., Wandersman, E. et van Hecke, M. Flow-Induced Agitations Create a Granular Fluid. *Physical Review Letters*, 104 :078302 (2010).
- [Nichol12] Nichol, K. et van Hecke, M. Flow-induced agitations create a granular fluid : Effective viscosity and fluctuations. *Physical Review E*, 85 :061309 (2012).
- [Nicolas94] Nicolas, M., Chomaz, J. et Guazzelli, E. Absolute and convective instabilities of fluidized beds. *Physics of Fluids*, 6 :3936–3944 (1994).
- [Nicolas96] Nicolas, M., Chomaz, J., Vallet, D. et Guazzelli, E. Experimental investigations on the nature of the first wavy instability in liquid-fluidized beds. *Physics of Fluids*, 8 :1987–1989 (1996).
- [Nordstrom10] Nordstrom, K., Verneuil, E., Arratia, Basu, A., Zhang, Z., Yodh, A., Gollub, J. et Durian, D. Microfluidic Rheology of Soft Colloids above and below Jamming. *Physical Review Letters*, 105 :175701 (2010).
- [Nyborg98] Nyborg, W. Acoustic streaming. In M. Hamilton and D. Blackstock, editors, *Nonlinear Acoustics*, chapter 7, pages 214–216. Acoustical Society of America (1998).

- [O'Brien Jr.07] O'Brien Jr., W. Ultrasound–biophysics mechanisms. *Progress in Biophysics and Molecular Biology*, 93 :212–255 (2007).
- [O'Hern03] O'Hern, C., Silbert, L., Liu, A. et Nagel, S. Jamming at zero temperature and zero applied stress : The epitome of disorder. *Physical Review E*, 68 :011306 (2003).
- [Okahata83] Okahata, Y. et Noguchi, H. Ultrasound-responsive permeability control of bilayer-coated capsule membranes. *Chemistry Letters*, 1983 :1517–1520 (1983).
- [Olafsen98] Olafsen, J. et Urbach, J. Clustering, Order, and Collapse in a Driven Granular Monolayer. *Physical Review Letters*, 81 :4369–4372 (1998).
- [Olson Reichhardt15] Olson Reichhardt, C., Lopatina, L., Jia, X. et Johson, P. Softening of stressed granular packings with resonant sound waves. *Physical Review E*, 92 :022203 (2015).
- [Olsson07] Olsson, P. et Teitel, S. Critical Scaling of Shear Viscosity at the Jamming Transition. *Physical Review Letters*, 99 :178001 (2007).
- [Olsson10] Olsson, P. Diffusion and velocity autocorrelation at the jamming transition. *Physical Review E*, 81 :040301(R) (2010).
- [Olsson11] Olsson, P. et Teitel, S. Critical scaling of shearing rheology at the jamming transition of soft-core frictionless disks. *Physical Review E*, 83 :030302(R) (2011).
- [Oppong06] Oppong, F., Rubatat, L., Frisken, B., Bailey, A. et de Bruyn, J. Micro-rheology and structure of a yield-stress polymer gel. *Physical Review E*, 73 :041405 (2006).
- [Osuji08] Osuji, C., Kim, C. et Weitz, D. Shear thickening and scaling of the elastic modulus in a fractal colloidal system with attractive interactions. *Physical Review E*, 77 :060402(R) (2008).
- [Oswald05] Oswald, P. *Rhéophysique, ou comment coule la matière*. Belin (2005).
- [Ovarlez03] Ovarlez, G., Fond, C. et Clément, E. Overshoot effect in the Janssen granular column : A crucial test for granular mechanics. *Physical Review E*, 67 :060302 (2003).
- [Ovarlez13a] Ovarlez, G., Cohen-Addad, S., Krishan, K., Goyon, J. et Coussot, P. On the existence of a simple yield stress fluid behavior. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 193 :68–79 (2013).
- [Ovarlez13b] Ovarlez, G., Tocquer, L., Bertrand, F. et Coussot, P. Rheopexy and tunable yield stress of carbon black suspensions. *Soft Matter*, 9 :5540–5549 (2013).
- [Owens16] Owens, C., Wyatt Shields IV, C., Cruz, D., Charbonneau, P. et López, G. Highly parallel acoustic assembly of microparticles into well-ordered colloidal crystallites. *Soft Matter*, 12 :717–728 (2016).
- [Ozuna13] Ozuna, C., Puig, A., Garcia-Perez, J., Mulet, A. et Carcel, J. Influence of high intensity ultrasound application on mass transport, microstructure and textural properties of pork meat (*Longissimus dorsi*) brined at different NaCl concentrations. *Journal of Food Engineering*, 119 :84–93 (2013).
- [Padilla14] Padilla, F., Puts, R., Vico, L. et Raum, K. Stimulation of bone repair with ultrasound : A review of the possible mechanic effects. *Ultrasonics*, 54 :1125–1145 (2014).

- [Palmer98] Palmer, A., Xu, J. et Wirtz, D. High-frequency viscoelasticity of crosslinked actin filament networks measured by diffusing wave spectroscopy. *Rheologica Acta*, 27 :97–106 (1998).
- [Pantea03] Pantea, D., Darmstadt, H., Kaliaguine, S. et Roy, C. Electrical conductivity of conductive carbon blacks : influence of surface chemistry and topology. *Applied Surface Science*, 217 :181–193 (2003).
- [Papanastasiou87] Papanastasiou, T. Flows of Materials with Yield. *Journal of Rheology*, 31(5) :385–404 (1987).
- [Paredes13] Paredes, J., Michels, M. et Bonn, D. Rheology across the Zero-Temperature Jamming Transition. *Physical Review Letters*, 111 :015701 (2013).
- [Parez16] Parez, S., Aharonov, E. et Toussaint, R. Unsteady granular flows down an inclined plane. *Physical Review E*, 93 :042902 (2016).
- [Pastor15] Pastor, J., Garcimartín, A., Gago, P., Peralta, J., Martín-Gómez, C., Ferrer, L., Maza, D., Parisi, D., Pagnaloni, L. et Zuriguel, I. Experimental proof of faster-is-slower in systems of frictional particles flowing through constrictions. *Physical Review E*, 92 :062817 (2015).
- [Patist08] Patist, A. et Bates, D. Ultrasonic innovations in the food industry : From the laboratory to commercial production. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, 9 :147–154 (2008).
- [Patrício15] Patrício, P., Leal, C., Duarte, J. et Januário, C. Rheology of the cytoskeleton as a fractal network. *Physical Review E*, 92 :040702 (2015).
- [Peng95] Peng, Y. et Fan, L. Hysteresis in liquid-solid tapered fluidized beds. *Chemical Engineering Science*, 50 :2669–2671 (1995).
- [Peng96] Peng, Y. et Fan, L. Hydrodynamic characteristics of fluidization in liquid-solid tapered beds. *Chemical Engineering Science*, 52 :2277–2290 (1996).
- [Percier13a] Percier, B. Dynamique d’un empilement granulaire : instabilité de tôle ondulée et fluage d’une colonne de grains. Ph.D. thesis, Université de Lyon (2013).
- [Percier13b] Percier, B., Divoux, T. et Taberlet, N. Insights on the local dynamics induced by thermal cycling in granular matter. *Europhysics Letters*, 104(2) :24001 (2013).
- [Perge12] Perge, C., Aguirre, M., Gago, P., Pagnaloni, L., Le Tourneau, D. et Géminard, J. Evolution of pressure profiles during the discharge of a silo. *Physical Review E*, 85 :021303 (2012).
- [Perge14a] Perge, C. Imagerie ultrasonore dans les matériaux mous. Ph.D. thesis, Université de Lyon (2014).
- [Perge14b] Perge, C., Fardin, M. et Manneville, S. Inertio-elastic instability of non shear-banding wormlike micelles. *Soft Matter*, 10 :1450–1454 (2014).
- [Perge14c] Perge, C., Taberlet, N., Gibaud, T. et Manneville, S. Time dependence in large amplitude oscillatory shear : A rheo-ultrasonic study of fatigue dynamics in a colloidal gel. *Journal of Rheology*, 58 :1331–1357 (2014).
- [Petekidis04] Petekidis, G., Vlassopoulos, D. et Pusey, P. Yielding and flow of sheared colloidal glasses. *Journal of Physics : Condensed Matter*, 16 :1–9 (2004).

- [Petersson04] Petersson, F., Nilsson, A., Holm, C., Jönsson, H. et Laurell, T. Separation of lipids from blood utilizing ultrasonic standing waves in microfluidic channels. *Analyst*, 129 :938–943 (2004).
- [Pétrier97] Pétrier, C. et Francony, A. Ultrasonic waste-water treatment : incidence of ultrasonic frequency on the rate of phenol and carbon tetrachloride degradation. *Ultrasonics Sonochemistry*, 4 :295–300 (1997).
- [Pham08] Pham, K., Petekidis, G., Vlassopoulos, D., Egelhaaf, S., Poon, W. et Pusey, P. Yielding behavior of repulsion- and attraction-dominated colloidal glasses. *Journal of Rheology*, 52 :649–676 (2008).
- [Philippe13] Philippe, P. et Badiane, M. Localized fluidization in a granular medium. *Physical Review E*, 87 :042206 (2013).
- [Piau07] Piau, J. Carbopol gels : Elastoviscoplastic and slippery glasses made of individual swollen sponges Meso- and macroscopic properties, constitutive equations and scaling laws. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 144 :1–29 (2007).
- [Pica Ciamarra10] Pica Ciamarra, M., Nicodemi, M. et Coniglio, A. Recent results on the jamming phase diagram. *Soft Matter*, 6 :2871–2874 (2010).
- [Pica Ciamarra11] Pica Ciamarra, M., Pastore, R., Nicodemi, M. et Coniglio, A. Jamming phase diagram for frictional particles. *Physical Review E*, 84 :041308 (2011).
- [Picard02] Picard, G., Ajdari, A., Bocquet, L. et Lequeux, F. Simple model for heterogeneous flows of yield stress fluids. *Physical Review E*, 66 :051501 (2002).
- [Pignon96] Pignon, F., Magnin, A. et Piau, J. Thixotropic colloidal suspensions and flow curves with minimum : Identification of flow regimes and rheometric consequences. *Journal of Rheology*, 40 :573–587 (1996).
- [Plazek60] Plazek, D. Dynamic mechanical creep properties of a 23% cellulose nitrate solution : Andrade creep in polymeric systems. *Journal of Colloid Science*, 15 :50–75 (1960).
- [Plazek74] Plazek, D., Tan, V. et O'Rourke, V. The creep behavior of ideally atactic and commercial polymethylmethacrylate. *Rheologica Acta*, 13 :367–376 (1974).
- [Pons15] Pons, A., Amon, A., Darnige, T., Crassous, J. et Clément, E. Mechanical fluctuations suppress the threshold of soft-glassy solids : The secular drift scenario. *Physical Review E*, 92 :020201 (2015).
- [Pons16] Pons, A., Darnige, T., Crassous, J., Clément, E. et Amon, A. Spatial repartition of local plastic processes in different creep regimes in a granular material. *Europhysics Letters*, 113 :28001 (2016).
- [Popescu02] Popescu, G., Dogariu, A. et Rajgopalan, R. Spatially resolved microrheology using localized coherence volumes. *Physical Review E*, 65 :041504 (2002).
- [Poryles16] Poryles, R., Vidal, V. et Varas, G. Bubbles trapped in a fluidized bed : Trajectories and contact area. *Physical Review E*, 93 :032904 (2016).
- [Pouliquen96] Pouliquen, O. et Gutfraind, G. Stress fluctuations and shear zones in quasistatic granular chute flows. *Physical Review E*, 53 :552–562 (1996).
- [Pouliquen99] Pouliquen, O. Scaling laws in granular flows down rough inclined planes. *Physics of Fluids*, 11 :542–548 (1999).

- [Pouliquen01] Pouliquen, O., Forterre, Y. et Le Dizes, S. Slow dense granular flows as a self-induced process. *Advances in Complex Systems*, 4 :441–450 (2001).
- [Pouliquen02a] Pouliquen, O. et Chevoir, F. Dense flows of dry granular material. *Comptes Rendus Physique*, 3 :163–175 (2002).
- [Pouliquen02b] Pouliquen, O. et Forterre, Y. Friction law for dense granular flows : application to the motion of a mass down a rough inclined plane. *Journal of Fluid Mechanics*, 453 :133–151 (2002).
- [Pouliquen04] Pouliquen, O. Velocity Correlations in Dense Granular Flows. *Physical Review Letters*, 93 :248001 (2004).
- [Pouliquen06] Pouliquen, O., Cassar, C., Jop, P., Forterre, Y. et Nicolas, M. Flow of dense granular material : towards simple constitutive laws. *Journal of Statistical Mechanics : Theory and Experiments*, 07 :P07020 (2006).
- [Pouliquen09] Pouliquen, O. et Forterre, Y. A non-local rheology for dense granular flows. *Philosophical Transactions of the Royal Society A*, 367 :5091–5107 (2009).
- [Prentice05] Prentice, P., Cuschieri, A., Dholakia, K., Prausnitz, M. et Campbell, P. Membrane disruption by optically controlled microbubble cavitation. *Nature Physics*, 1 :107–110 (2005).
- [Puosi15] Puosi, F., Olivier, J. et Martens, K. Probing relevant ingredients in mean-field approaches for the athermal rheology of yield stress materials. *Soft Matter*, 11 :7639–7647 (2015).
- [Purnomo07] Purnomo, E., van den Ende, D., Mellema, J. et Mugele, F. Rheological properties of aging thermosensitive suspensions. *Physical Review E*, 76 :021404 (2007).
- [Pusey86] Pusey, P. et van Megen, W. Phase behaviour of concentrated suspensions of nearly hard colloidal spheres. *Nature*, 320 :340–342 (1986).
- [Pusey87] Pusey, P. et van Megen, W. Observation of a Glass Transition in Suspensions of Spherical Colloidal Particles. *Physical Review Letters*, 59 :2083–2086 (1987).
- [Putz08] Putz, A., Burghlea, T., Frigaard, I. et Martinez, D. Settling of an isolated spherical particle in a yield stress shear thinning fluid. *Physics of fluids*, 20 :033102 (2008).
- [Putz09] Putz, A. et Burghlea, T. The solid–fluid transition in a yield stress shear thinning physical gel. *Rheologica Acta*, 48 :673–689 (2009).
- [Putz10] Putz, A. et Frigaard, I. Creeping flow around particles in a Bingham fluid. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 165 :263–280 (2010).
- [Rabaud11] Rabaud, D., Thibault, P., Raven, J., Hugon, O., Lacot, E. et Marmottant, P. Manipulation of confined bubbles in a thin microchannel : Drag and acoustic Bjerknes forces. *Physics of Fluids*, 23 :042003 (2011).
- [Radjai98] Radjai, F., Wolf, D., Jean, M. et Moreau, J. Bimodal Character of Stress Transmission in Granular Packings. *Physical Review Letters*, 80 :61–64 (1998).
- [Radjai02] Radjai, F. et Roux, S. Turbulentlike Fluctuations in Quasistatic Flow of Granular Media. *Physical Review Letters*, 89 :064302 (2002).

- [Raeymaekers11] Raeymaekers, B., Pantea, C. et Sinha, D. Manipulation of diamond nanoparticles using bulk acoustic waves. *Journal of Applied Physics*, 109 :014317 (2011).
- [Ragouilliaux07] Ragouilliaux, A., Ovarlez, G., Shahidzadeh-Bonn, N., Herzhaft, B., Palermo, T. et Coussot, P. Transition from a simple yield-stress fluid to a thixotropic material. *Physical Review E*, 76 :051408 (2007).
- [Rajchenbach90] Rajchenbach, J. Flow in powders : from discrete avalanches to continuous regime. *Physical Review Letters*, 65(18) :2221 (1990).
- [Ramos15] Ramos, G., Varas, G., Géminard, J. et Vidal, V. Gas-induced fluidization of mobile liquid-saturated grains. *Physical Review E*, 92 :062210 (2015).
- [Raynaud02] Raynaud, J., Moucheron, P., Baudez, J., Bertrand, F., Guilbaud, J. et Coussot, P. Direct determination by nuclear magnetic resonance of the thixotropic and yielding behavior of suspensions. *Journal of Rheology*, 46 :709 (2002).
- [Reddy11] Reddy, K., Forterre, Y. et Pouliquen, O. Evidence of Mechanically Activated Processes in Slow Granular Flows. *Physical Review Letters*, 106 :108301 (2011).
- [Rehage91] Rehage, H. et Hoffmann, H. Viscoelastic surfactant solutions : model systems for rheological research. *Molecular Physics*, 74 :933–973 (1991).
- [Reichhardt14] Reichhardt, C. et Olson Reichhardt, C. Aspects of jamming in two-dimensional athermal frictionless systems. *Soft Matter*, 10 :2932–2944 (2014).
- [Rich11] Rich, J., Lammerding, J., McKinley, G. et Doyle, P. Nonlinear microrheology of an aging, yield stress fluid using magnetic tweezers. *Soft Matter*, 7 :9933–9943 (2011).
- [Richard05] Richard, P., Nicodemi, M., Delannay, R., Ribière, P. et Bideau, D. Slow relaxation and compaction of granular systems. *Nature Materials*, 4 :121–128 (2005).
- [Roberts01] Roberts, G. et Barnes, H. New measurements of the flow-curve for Carbopol dispersions without slip artefacts. *Rheologica Acta*, 40 :499–503 (2001).
- [Rodriguez96] Rodriguez, P. Sixty years of dislocations. *Bulletin of Material Sciences*, 19 :857–872 (1996).
- [Rosti10] Rosti, J., Koivisto, J., Laurson, L. et Alava, M. Fluctuations and Scaling in Creep Deformation. *Physical Review Letters*, 105 :100601 (2010).
- [Royer11] Royer, J., Evans, D., Oyarte, L., Guo, Q., Kapit, E., M.E., M., Waitukaitis, S. et Jaeger, H. High-speed tracking of rupture and clustering in freely falling granular streams. *Nature*, 459 :1110–1113 (2011).
- [Rubio-Largo15] Rubio-Largo, S., Janda, A., Maza, D., Zuriguel, I. et Hidalgo, R. Dientangling the Free-Fall Arch Paradox in Silo Discharge. *Physical Review Letters*, 114 :238002 (2015).
- [Saingier15] Saingier, G., Deboeuf, S. et Lagrée, P. On the front shape of an inertial granular flow down a rough incline. *ArXiv*, page 1511.03051v1 (2015).
- [Salmon03] Salmon, J., Colin, A., Manneville, S. et Molino, F. Velocity Profiles in Shear-Banding Wormlike Micelles. *Physical Review Letters*, 90 :228303 (2003).
- [Samson87] Samson, R., Mulholland, G. et Gentry, J. Structural Analysis of Soot Agglomerates. *Langmuir*, 3 :272–281 (1987).

- [Sanders97] Sanders, P., Rittner, M., Kiedaisch, E., Weertman, J., Kung, H. et Lu, Y. Creep of nanocrystalline Cu, Pd and Al-Zr. *Nanostructured Materials*, 9 :433–440 (1997).
- [Santibanez16] Santibanez, F., Zuñiga, R. et Melo, F. Mechanical impulse propagation in a three-dimensional packing of spheres confined at constant pressure. *Physical Review E*, 93 :012908 (2016).
- [Sarkar13] Sarkar, S., Bi, D., Zhang, J., Behringer, R. et Chakraborty, B. Origin of Rigidity in Dry Granular Solids. *Physical Review Letters*, 111 :068301 (2013).
- [Sarkar16] Sarkar, S., Bi, D., Zhang, J., Ren, J., Behringer, R. et Chakraborty, B. Shear-induced rigidity of frictional particles : Analysis of emergent order in stress space. *Physical Review E*, 93 :042901 (2016).
- [Savage89] Savage, S. et Hutter, K. The motion of a finite mass of granular material down a rough incline. *Journal of Fluid Mechanics*, 199 :177–215 (1989).
- [Schafer96] Schafer, J., Dippel, S. et Wolf, D. Force schemes in simulations of granular materials. *Journal of Physics I*, 6 :5–20 (1996).
- [Schall10] Schall, P. et van Hecke, M. Shear Bands in Matter with Granularity. *Annual Review of Fluid Mechanics*, 42 :67–88 (2010).
- [Scheffold14] Scheffold, F., Wilking, J., Haberko, J., Cardinaux, F. et Mason, T. The jamming elasticity of emulsions stabilized by ionic surfactants. *Soft Matter*, 10 :5040–5044 (2014).
- [Schmid14] Schmid, L., Weitz, D. et Franke, T. Sorting drops and cells with acoustics : acoustic microfluidic fluorescence-activated cell sorter. *Lab on a Chip*, 14 :3710–3719 (2014).
- [Schmidt96] Schmidt, F., Ziemann, F. et Sackmann, E. Shear field mapping in actin networks by using magnetic tweezers. *European Biophysics Journal*, 24 :348–353 (1996).
- [Schnurr97] Schnurr, B., Gittes, F., MacKintosh, F. et Schmidt, C. Determining Microscopic Viscoelasticity in Flexible and Semiflexible Polymer Networks from Thermal Fluctuations. *Macromolecules*, 30 :7781–7792 (1997).
- [Seguin16] Seguin, A., Coulais, C., Martinez, F., Bertho, Y. et Gondret, P. Local rheological measurements in the granular flow around an intruder. *Physical Review E*, 93 :012904 (2016).
- [Sena11] Sena, K., Angle, S., Kanaji, A., Aher, C., Karwo, D., Summer, D. et Viridi, A. Low-intensity pulsed ultrasound (LIPUS) and cell-to-cell communication in bone marrow stromal cells. *Ultrasonics*, 51 :639–644 (2011).
- [Sentjabrskaja15] Sentjabrskaja, T., Chaudhuri, P., Hermes, M., Poon, W., Horbach, J., Egelhaaf, S. et Laurati, M. Creep and flow of glasses : strain response linked to the spatial distribution of dynamical heterogeneities. *Nature Scientific Reports*, 5 :11884 (2015).
- [Sepehrirahnama15] Sepehrirahnama, S., Chau, F. et Lim, K. Numerical calculation of acoustic radiation forces acting on a sphere in a viscous fluid. *Physical Review E*, 92 :063309 (2015).

- [Sepehriahnama16] Sepehriahnama, S., Chau, F. et Lim, K. Effects of viscosity and acoustic streaming on the interparticle radiation force between rigid spheres in a standing wave. *Physical Review E*, 93 :063309 (2016).
- [Seth08] Seth, J., Cloitre, M. et Bonnecaze, R. Influence of short-range forces on wall-slip in microgel pastes. *Journal of Rheology*, 52 :1241–1268 (2008).
- [Settnes12] Settnes, M. et Bruus, H. Forces acting on a small particle in an acoustical field in a viscous fluid. *Physical Review E*, 85 :016327 (2012).
- [Shaebani07] Shaebani, M., Unger, T. et Kertész, J. Unjamming of granular packings due to local perturbations : Stability and decay of displacements. *Physical Review E*, 76 :030301 (2007).
- [Shaebani08] Shaebani, M., Unger, T. et Kertész, J. Unjamming due to local perturbations in granular packings with and without gravity. *Physical Review E*, 78 :011308 (2008).
- [Shanmugam12] Shanmugam, A., Chandrapala, J. et Ashokkumar, M. The effect of ultrasound on the physical and functional properties of skim milk. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, 16 :251–258 (2012).
- [Shelton15] Shelton, S., Lee, Y., Lee, M., Cherin, E., Foster, F., Aylward, S. et Dayton, P. Quantification of microvascular tortuosity during tumor evolution using acoustic angiography. *Ultrasound in Medicine and Biology*, 41 :1896–1904 (2015).
- [Shi09] Shi, J., Huang, H., Stratton, Z., Huang, Y. et Huang, T. Continuous particle separation in a microfluidic channel via standing surface acoustic waves (SSAW). *Lab on a Chip*, 9 :3354–3359 (2009).
- [Siebenbürger12] Siebenbürger, M., Ballauf, M. et Voigtmann, T. Creep in Colloidal Glasses. *Physical Review Letters*, 108 :255701 (2012).
- [Sikorski09] Sikorski, D., Tabuteau, H. et de Bruyn, J. Motion and shape of bubbles rising through a yield-stress fluid. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 159 :10–16 (2009).
- [Silbert05] Silbert, L., Liu, A. et Nagel, S. Vibrations and Diverging Length Scales Near the Unjamming Transition. *Physical Review Letters*, 95 :098301 (2005).
- [Silbert10] Silbert, L. Jamming of frictional spheres and random loose packing. *Soft Matter*, 6 :2918–2924 (2010).
- [Simon00] Simon, A., Gondrexon, N., Taha, S., Cabon, J. et Dorange, G. Low-Frequency Ultrasound to Improve Dead-End Ultrafiltration Performance. *Separation Science and Technology*, 35 :2619–2637 (2000).
- [Singh14] Singh, A., Magnanimo, V., Saitoh, K. et Luding, S. Effect of cohesion on shear banding in quasistatic granular materials. *Physical Review E*, 90 :022202 (2014).
- [Sleep99] Sleep, J., Wilson, D., Simmons, R. et Gratzer, W. Elasticity of the Red Cell Membrane and Its Relation to Hemolytic Disorders : An Optical Tweezers Study. *Biophysical Journal*, 77 :3085–3095 (1999).
- [Sollich97] Sollich, P., Lequeux, F., Hébraud, P. et Cates, M. Rheology of Soft Glassy Materials. *Physical Review Letters*, 78(10) :2020 (1997).

- [Sollich98] Sollich, P. Rheological constitutive equation for a model of soft glassy materials. *Physical Review E*, 58 :738–759 (1998).
- [Solomon01] Solomon, M. et Lu, Q. Rheology and dynamics of particles in viscoelastic media. *Current Opinion in Colloid and Interface Science*, 6 :430–437 (2001).
- [Solovchuk12] Solovchuk, M., Sheu, T., Thiriet, M. et Lin, W. Effect of acoustic streaming on tissue heating due to high-intensity focused ultrasound (2012).
- [Song08] Song, C., Wang, P. et Makse, H. A phase diagram for jammed matter. *Nature*, 453 :629–632 (2008).
- [Speed01] Speed, C. Therapeutic ultrasound in soft tissue lesions. *Rheumatology*, 40 :1331–1336 (2001).
- [Spengler03] Spengler, J., Coakley, W. et Christensen, K. Microstreaming Effects on Particle Concentration in an Ultrasonic Standing Wave. *AIChE Journal*, 49(11) :2773–2782 (2003).
- [Sprakel11] Sprakel, J., Lindström, S., Kodger, T. et Weitz, D. Stress Enhancement in the Delayed Yielding of Colloidal Gels. *Physical Review Letters*, 106 :248303 (2011).
- [Squires05] Squires, T. et Brady, J. A simple paradigm for active and nonlinear microrheology. *Physics of Fluids*, 17 :073101 (2005).
- [Squires08] Squires, T. Nonlinear Microrheology : Bulk Stresses versus Direct Interactions. *Langmuir*, 24 :1147–1159 (2008).
- [Squires10] Squires, T. et Mason, T. Fluid Mechanics of Microrheology. *Annual Review of Fluid Mechanics*, 42 :413–438 (2010).
- [Sriram09] Sriram, I., Furst, E., DePuit, R. et Squires, T. Small amplitude active oscillatory microrheology of a colloidal suspension. *Journal of Rheology*, 53 :357–381 (2009).
- [Sriram10] Sriram, I., Meyer, A. et Furst, E. Active microrheology of a colloidal suspension in the direct collision limit. *Physics of Fluids*, 22 :062003 (2010).
- [Staron08] Staron, L. Correlated motion in the bulk of dense granular flows. *Physical Review E*, 77 :051304 (2008).
- [Starritt00] Starritt, H., Hoad, C., Duck, F., Nassiri, D., Summers, I. et Vennart, W. Measurement of acoustic streaming using magnetic resonance. *Ultrasound in Medicine and Biology*, 26 :321–333 (2000).
- [Starrs03] Starrs, L. et Bartlett, P. One- and two-point micro-rheology of viscoelastic media. *Journal of Physics : Condensed Matter*, 15 :251–256 (2003).
- [Suslick90b] Suslick, K., Doktycz, S. et Flint, E. On the origin of sonoluminescence and sonochemistry. *Ultrasonics*, 28 :280–290 (1990).
- [Suslick90a] Suslick, K. Sonochemistry. *Science*, 247 :1439–1445 (1990).
- [Suslick99] Suslick, K. et Price, J. Applications of ultrasound to materials chemistry. *Annual Review of Material Science*, 29 :295–326 (1999).
- [Suzuki15] Suzuki, K. et Hayakawa, H. Divergence of Viscosity in Jammed Granular Materials : A Theoretical Approach. *Physical Review Letters*, 115 :098001 (2015).
- [Swan14] Swan, J., Zia, R. et Brady, J. Large amplitude oscillatory microrheology. *Journal of Rheology*, 58 :1–41 (2014).

- [Taberlet03] Taberlet, N., Richard, P., Valance, A., Losert, W., Pasini, J., Jenkins, J. et Delannay, R. Superstable Granular Heap in a Thin Channel. *Physical Review Letters*, 91 :264301 (2003).
- [Taberlet06] Taberlet, N., Richard, P. et Hinch, E. S shape of a granular pile in a rotating drum. *Physical Review E*, 73 :050301 (2006).
- [Taberlet07] Taberlet, N., Richard, P., Jenkins, J. et Delannay, R. Density inversion in rapid granular flows : the supported regime. *European Physical Journal E*, 22 :17–24 (2007).
- [Tabuteau07] Tabuteau, H., Coussot, P. et de Bruyn, J. Drag force on a sphere in steady motion through a yield-stress fluid. *Journal of Rheology*, 51 :125–137 (2007).
- [Tachibana97] Tachibana, K., Uchida, T., Hisano, S. et Morioka, E. Eliminating adult T-cell leukaemia cells with ultrasound. *The Lancet*, 349 :325 (1997).
- [Tachibana99] Tachibana, K., Uchida, T., Ogawa, K., Yamashita, N. et Tamura, K. Induction of cell-membrane porosity by ultrasound. *The Lancet*, 353 :1409 (1999).
- [Takada16] Takada, S. et Hayakawa, H. Drag Law of Two-Dimensional Granular Fluids. *Journal of Engineering Mechanics*, page C4016004 (2016).
- [Takehara14] Takehara, Y. et Okumura, K. High-Velocity Drag Friction in Granular Media near the Jamming Point. *Physical Review Letters*, 112 :148001 (2014).
- [Tassieri15] Tassieri, M. Linear microrheology with optical tweezers of living cells ‘is not an option’! *Soft Matter*, 11 :5792–5798 (2015).
- [Taylor74] Taylor, N. et Bagley, E. Dispersions or Solutions? A Mechanism for Certain Thickening Agents. *Journal of Applied Polymer Science*, 18 :2747–2761 (1974).
- [Taylor82] Taylor, N. et Gordon, H. Shear Modulus in Closely Packed Gel Suspensions. *Journal of Applied Polymer Science*, 27 :4377–4386 (1982).
- [terHaar78] ter Haar, G. et Wyard, S. Blood cell banding in ultrasonic standing wave fields : a physical analysis. *Ultrasound in Medicine and Biology*, 4 :111–123 (1978).
- [terHaar07] ter Haar, G. Therapeutic applications of ultrasound. *Progress in Biophysics and Molecular Biology*, 93 :111–129 (2007).
- [Thomas02] Thomas, J., Forterre, Y. et Fink, M. Boosting Sonoluminescence with a High-Intensity Ultrasonic Pulse Focused on the Bubble by an Adaptive Array. *Physical Review Letters*, 88 :074302 (2002).
- [Tighe07] Tighe, B. et Sperl, M. Pressure and motion of dry sand : translation of Hagen’s paper from 1852. *Granular Matter*, 9 :141–144 (2007).
- [Tokpavi08] Tokpavi, D., Magnin, A. et Jay, P. Very slow flow of Bingham viscoplastic fluid around a circular cylinder. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 154 :65–76 (2008).
- [Tokpavi09] Tokpavi, D., Jay, P., Magnin, A. et Jossic, L. Experimental study of the very slow flow of a yield stress fluid around a circular cylinder. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 164 :35–44 (2009).
- [Tolt93] Tolt, T. et Feke, D. Separation of dispersed phases from liquids in acoustically driven chambers. *Chemical Engineering Science*, 48(3) :527–540 (1993).

- [Toma01] Toma, M., Vinatoru, M., Paniwnyk, L. et Mason, T. Investigation of the effects of ultrasound on vegetal tissues during solvent extraction. *Ultrasonics Sonochemistry*, 8 :137–142 (2001).
- [Tordesillas15] Tordesillas, A., Tobin, S., Cil, M., Alshibli, K. et Behringer, R. Network flow model of force transmission in unbonded and bonded granular media. *Physical Review E*, 91 :062204 (2015).
- [Tournat04] Tournat, V., Zaitsev, V., Gusev, V., Nazarov, V., Béquin, P. et Castagnède, B. Probing Weak Forces in Granular Media through Nonlinear Dynamic Dilatancy : Clapping Contacts and Polarization Anisotropy. *Physical Review Letters*, 92 :085502 (2004).
- [Townsend04] Townsend, R., Hill, M., Harris, N. et White, N. Modelling of particle paths passing through an ultrasonic standing wave. *Ultrasonics*, 42 :319–324 (2004).
- [Tran12] Tran, S., Marmottant, P. et Thibault, P. Fast acoustic tweezers for the two-dimensional manipulation of individual particles in microfluidic channels. *Applied Physics Letters*, 101 :114103 (2012).
- [Trappe00] Trappe, V. et Weitz, D. Scaling of the Viscoelasticity of Weakly Attractive Particles. *Physical Review Letters*, 85 :449–452 (2000).
- [Trappe01] Trappe, V., Prasad, V., Cipelletti, L., Segre, P. et Weitz, D. Jamming phase diagram for attractive particles. *Nature*, 411 :772–775 (2001).
- [Trappe07] Trappe, V., Pitard, E., Ramos, L., Robert, A., Bissig, H. et Cipelletti, L. Investigation of q-dependent dynamical heterogeneity in a colloidal gel by x-ray photon correlation spectroscopy. *Physical Review E*, 76 :051404 (2007).
- [Tseng01] Tseng, Y. et Wirtz, D. Mechanics and Multiple-Particle Tracking Microheterogeneity of α -Actinin-Cross-Linked Actin Filament Networks. *Biophysical Journal*, 81 :1643–1656 (2001).
- [Tufail11] Tufail, Y., Yoshihiro, A., Pati, S., Li, M. et Tyler, W. Ultrasonic neuromodulation by brain stimulation with transcranial ultrasound. *Nature Protocols*, 6 :1453–1470 (2011).
- [Tyler08] Tyler, W., Tufail, Y., Finsterwald, M., Tauchmann, M., Olson, E. et Majestic, C. Remote Excitation of Neuronal Circuits Using Low-Intensity, Low-Frequency Ultrasound. *PLOS One*, 3 :e3511 (2008).
- [Uhlherr05] Uhlherr, P., Guo, J., Tiu, C., Zhang, X., Zhou, J. et Fand, T. The shear-induced solid-liquid transition in yield stress materials with chemically different structures. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 125 :101–119 (2005).
- [Umbanhowar96] Umbanhowar, P., Melo, F. et Swinney, H. Localized excitations in a vertically vibrated granular layer. *Nature*, 382 :793–796 (1996).
- [Umbanhowar05] Umbanhowar, P. et van Hecke, M. Force dynamics in weakly vibrated granular packings. *Physical Review E*, 72 :030301 (2005).
- [Valentine01] Valentine, M., Kaplan, P., Thota, D., Crocker, J., Gisler, T., Prud'homme, R., Beck, M. et Weitz, D. Investigating the microenvironments of inhomogeneous soft materials with multiple particle tracking. *Physical Review E*, 64 :061506 (2001).

- [Vandamme09] Vandamme, M. et Ulm, F. Nanogranular origin of concrete creep. *Proceedings of the National Academy of Sciences*, 106(26) :10552–10557 (2009).
- [vandenWildenberg13a] van den Wildenberg, S., van Hecke, M. et Jia, X. Evolution of granular packings by nonlinear acoustic waves. *European Physics Letters*, 101 :14004 (2013).
- [vandenWildenberg13b] van den Wildenberg, S., van Loo, R. et van Hecke, M. Shock Waves in Weakly Compressed Granular Media. *Physical Review Letters*, 111 :218003 (2013).
- [vanderWaarden50] van der Waarden, M. Stabilization of carbon-black dispersions in hydrocarbons. *Journal of Colloid Science*, 5 :317–325 (1950).
- [vanHecke10] van Hecke, M. Jamming of soft particles : geometry, mechanics, scaling and isostaticity. *Journal of Physics : Condensed Matter*, 22 :033101 (2010).
- [vanZanten00] van Zanten, J. et Rufener, K. Brownian motion in a single relaxation time Maxwell fluid. *Physical Review E*, 62 :5389–5396 (2000).
- [Varas09] Varas, G., Vidal, V. et Géminard, J. Dynamics of crater formations in immersed granular materials. *Physical Review E*, 79 :021301 (2009).
- [Varas11a] Varas, G., Vidal, V. et Géminard, J. Morphology of air invasion in an immersed granular layer. *Physical Review E*, 83 :061302 (2011).
- [Varas11b] Varas, G., Vidal, V. et Géminard, J.-C. Venting dynamics of an immersed granular layer. *Physical Review E*, 83 :011302 (2011).
- [Viasnoff02] Viasnoff, V. et Lequeux, F. Rejuvenation and Overaging in a Colloidal Glass under Shear. *Physical Review Letters*, 89 :065701 (2002).
- [Villamiel00] Villamiel, M. et de Jong, P. Influence of High-Intensity Ultrasound and Heat Treatment in Continuous Flow on Fat, Proteins, and Native Enzymes of Milk. *Journal of Agricultural Food Chemistry*, 48 :472–478 (2000).
- [Voigtmann14] Voigtmann, T. Nonlinear glassy rheology. *Current Opinion in Colloid and Interface Science*, 19 :549–560 (2014).
- [Waigh05] Waigh, T. Microrheology of complex fluids. *Reports on Progress in Physics*, 68 :685–742 (2005).
- [Waitukaitis11] Waitukaitis, S., Grütjen, H., Royer, J. et Jaeger, H. Droplet and cluster formation in freely falling granular streams. *Physical Review E*, 83 :051302 (2011).
- [Waitukaitis14] Waitukaitis, S., Lee, V., Pierson, J., Forman, S. et Jaeger, H. Size-Dependent Same-Material Tribocharging in Insulating Grains. *Physical Review Letters*, 112 :218001 (2014).
- [Wang15a] Wang, S. et Nesterenko, V. Attenuation of short strongly nonlinear stress pulses in dissipative granular chains. *Physical Review E*, 91 :062211 (2015).
- [Wang15b] Wang, Z. et Zhang, J. Spatiotemporal chaotic unjamming and jamming in granular avalanches. *Nature Scientific Reports*, 5 :8128 (2015).
- [Wang16] Wang, J., Nguyen, A. et Farrokhpay, S. A critical review of the growth, drainage and collapse of foams. *Advances in Colloid and Interface Science*, 228 :55–70 (2016).

- [Weitz84a] Weitz, D., Huang, J., Lin, M. et Sun, J. Dynamics of Diffusion-Limited Kinetic Aggregation. *Physical Review Letters*, 53 :1657–1660 (1984).
- [Weitz84b] Weitz, D. et Oliveria, M. Fractal Structures Formed by Kinetic Aggregation of Aqueous Gold Colloids. *Physical Review Letters*, 52 :1433–1437 (1984).
- [Weitz85] Weitz, D., Huang, J., Lin, M. et Sun, J. Limits of the Fractal Dimension for Irreversible Kinetic Aggregation of Gold Colloids. *Physical Review Letters*, 54 :1416–1419 (1985).
- [Whittle98] Whittle, M. et Dickinson, E. Linear viscoelastic behavior of aggregated colloidal dispersions. *Journal of the Chemical Society, Faraday Transactions*, 94 :2453–2462 (1998).
- [Whitworth91] Whitworth, G., Grundy, M. et Coakley, W. Transport and harvesting of suspended particles using modulated ultrasound. *Ultrasonics*, 29 :439–444 (1991).
- [Wiklund06] Wiklund, M., Günther, C., Lemor, R., Jäger, M., Fuhr, G. et Hertz, H. Ultrasonic standing wave manipulation technology integrated into a dielectrophoretic chip. *Lab on a Chip*, 6 :1537–1544 (2006).
- [Wilhelm02b] Wilhelm, M. Fourier-Transform Rheology. *Macromolecular Material Engineering*, 287 :83–105 (2002).
- [Wilhelm02a] Wilhelm, C., Elias, F., Browaeys, J., Ponton, A. et Bacri, J. Local rheological probes for complex fluids : Application to Laponite suspensions. *Physical Review E*, 66 :021502 (2002).
- [Wilhelm08] Wilhelm, C. Out-of-Equilibrium Microrheology inside Living Cells. *Physical Review Letters*, 101 :028101 (2008).
- [Wilking08] Wilking, J. et Mason, T. Optically driven nonlinear microrheology of gelatin. *Physical Review E*, 77 :055101 (2008).
- [Willenbacher96] Willenbacher, N. Unusual Thixotropic Properties of Aqueous Dispersions of Laponite RD. *Journal of Colloid and Interface Science*, 182 :501–510 (1996).
- [Wilson09] Wilson, L., Harrison, A., Schofield, A., Arlt, J. et Poon, W. Passive and Active Microrheology of Hard-sphere Colloids. *Journal of Physical Chemistry B*, 113 :3806–3812 (2009).
- [Wolf96] Wolf, D. Modelling and Computer Simulation of Granular Media. In K. Hoffmann and M. Schreiber, editors, *Computational physics - Selected Methods, Simple Exercises, Serious Applications*, chapter 4, pages 64–95. Springer (1996).
- [Wolthers97] Wolthers, W., van den Ende, D., Breedveld, V., Duits, M., Potanin, A., Wientjes, R. et Mellema, J. Linear viscoelastic behavior of aggregated colloidal dispersions. *Physical Review E*, 56 :5726–5733 (1997).
- [Won05] Won, Y., Meeker, S., Trappe, V. et Weitz, D. Effect of Temperature on Carbon-Black Agglomeration in Hydrocarbon Liquid with Adsorbed Dispersant. *Langmuir*, 21 :924–932 (2005).
- [Wong04] Wong, I., Gardel, M., Reichman, D., Weeks, E., Valentine, M., Bausch, A. et Weitz, D. Anomalous Diffusion Probes Microstructure Dynamics of Entangled F-Actin Networks. *Physical Review Letters*, 92 :178101 (2004).

- [Wood27] Wood, E. et Loomis, A. The physical and biological effects of highfrequency sound-waves of great intensity. *Philosophical Magazine Series 7*, 4 :417–436 (1927).
- [Wortel14] Wortel, G., Dijksman, J. et van Hecke, M. Rheology of weakly vibrated granular media. *Physical Review E*, 89 :12202 (2014).
- [Wortel15b] Wortel, G. et van Hecke, M. Anisotropy of weakly vibrated granular flows. *Physical Review E*, 92 :040201 (2015).
- [Wortel15a] Wortel, G., Börzsönyi, T., Somfai, E., Wegner, S., Szabó, B., Stannarius, R. et van Hecke, M. Heaping, secondary flows and broken symmetry in flows of elongated granular particles. *Soft Matter*, 11 :2570–2576 (2015).
- [Wu90] Wu, J. et Du, G. Acoustic radiation force on a small compressible sphere in a focused beam. *Journal of the Acoustical Society of America*, 87(3) :997–1003 (1990).
- [Wyart05] Wyart, M., Silbert, L., Nagel, S. et Witten, T. Effects of compression on the vibrational modes of marginally jammed solids. *Physical Review E*, 72 :051306 (2005).
- [Wyart14] Wyart, M. et Cates, M. Discontinuous Shear Thickening without Inertia in Dense Non-Brownian Suspensions. *Physical Review Letters*, 112 :098302 (2014).
- [Wyatt Shields IV14] Wyatt Shields IV, C., Johnson, L., Gao, L. et López, G. Elastomeric Negative Acoustic Contrast Particles for Capture, Acoustophoretic Transport, and Confinement of Cells in Microfluidic Systems. *Langmuir*, 30 :3923–3927 (2014).
- [Wyatt51] Wyatt, O. Transient creep in pure metals. *Nature*, 167 :866 (1951).
- [Wyatt53] Wyatt, O. Transient creep in pure metals. *Proceedings of the Physical Society B*, 66 :459–480 (1953).
- [Xu98] Xu, J., Viasnoff, V. et Wirtz, D. Compliance of actin filament networks measured by particle-tracking microrheology and diffusing wave spectroscopy. *Rheologica Acta*, 37 :387–398 (1998).
- [Xu11] Xu, F., Finley, T., Turkyaydin, M., Sung, Y., Gurkan, U., Yavuz, A., Guldiken, R. et Demirci, U. The assembly of cell-encapsulating microscale hydrogels using acoustic waves. *Biomaterials*, 32 :7847–7855 (2011).
- [Yang15] Yang, Y., Pham, A., Cruz, D., Reyes, C., Wiley, B., Lopez, G. et Yellen, B. Assembly of Colloidal Molecules, Polymers, and Crystals in Acoustic and Magnetic Fields. *Advanced Materials*, 27 :4725–4731 (2015).
- [Yao08] Yao, N., Larsen, R. et Weitz, D. Probing nonlinear rheology with inertio-elastic oscillations. *Journal of Rheology*, 52 :1013–1025 (2008).
- [Yoshimura88] Yoshimura, A. et Prud’homme, R. Wall Slip Corrections for Couette and Parallel Disk Viscometers. *Journal of Rheology*, 32 :53–67 (1988).
- [Yosioka55] Yosioka, K. et Kawasima, Y. Acoustic radiation pressure on a compressible sphere. *Acustica*, 5 :168–173 (1955).
- [Yusof13] Yusof, N. et Ashokkumar, M. Ultrasound-induced formation of high and low viscoelastic nanostructures of micelles. *Soft Matter*, 9 :1997–2002 (2013).
- [Zaitsev05] Zaitsev, V., Nazarov, V., Tournat, V., Gusev, V. et Castagnède, B. Luxemburg-Gorky effect in a granular medium : Probing perturbations of the material state via cross-modulation of elastic waves. *Europhysics Letters*, 70 :607–613 (2005).

- [Zaitsev08] Zaitsev, V., Richard, P., Delannay, R., Tournat, V. et Gusev, V. Pre-avalanche structural rearrangements in the bulk of granular medium : Experimental evidence. *Europhysics Letters*, 83 :64003 (2008).
- [Zaitsev14] Zaitsev, V., Gusev, V., Tournat, V. et Richard, P. Slow Relaxation and Aging Phenomena at the Nanoscale in Granular Materials. *Physical Review Letters*, 112 :108302 (2014).
- [Zhang05] Zhang, H. et Makse, H. Jamming transition in emulsions and granular materials. *Physical Review E*, 72 :011301 (2005).
- [Zhang10] Zhang, J., Majmudar, T., Tordesillas, A. et Behringer, R. Statistical properties of a 2D granular material subjected to cyclic shear. *Granular Matter*, 12 :159–172 (2010).
- [Zia13] Zia, R. et Brady, J. Stress development, relaxation, and memory in colloidal dispersions : Transient nonlinear microrheology. *Journal of Rheology*, 57 :457–492 (2013).
- [Ziemann94] Ziemann, F., Rädler, J. et Sackmann, E. Local Measurements of Viscoelastic Moduli of Entangled Actin Networks Using an Oscillating Magnetic Bead Micro-Rheometer. *Biophysical Journal*, 66 :2210–2216 (1994).
- [Zoueshtiagh07] Zoueshtiagh, F. et Melren, A. Effect of a vertically flowing water jet underneath a granular bed. *Physical Review E*, 75 :056313 (2007).
- [Zuriguel05] Zuriguel, I., Garcimartín, A., Maza, D., Pugnali, L. et Pastor, J. Jamming during the discharge of granular matter from a silo. *Physical Review E*, 71 :051303 (2005).
- [Zuriguel14] Zuriguel, I., Parisi, D., Hidalgo, R., Lozano, C., Janda, A., Gago, P., Peralta, J., Ferrer, L., Pugnali, L., Clément, E., Maza, D., Pagonabarraga, I. et Garcimartín, A. Clogging transition of many-particle systems flowing through bottlenecks. *Scientific Reports*, 4 :7324 (2014).