

Figure 6 : Évolution du profil de pression dans le tube au cours du temps ; chaque courbe correspond au profil de pression à un instant donné. La courbe en trait plein correspond au moment où la colonne de billes est arrêtée. La côte $z = 0$ correspond au haut du tube.

vitesse au moment de l'écoulement est beaucoup plus forte en haut du tube qu'en bas. Les vitesses de chute des grains varient ainsi de 10 à 40 cm/s.

À la propagation de ces ondes de compacité dans le milieu granulaire sont associées de fortes variations de pression. Au fur et à mesure que le front de démarrage de l'écoulement se

déplace vers le haut du tube à la vitesse v_g (figure 5), les variations de pression résultantes se propagent également vers le haut : une dépression, apparue initialement en bas de la colonne lors de la mise en mouvement des grains, se propage vers le haut en s'amplifiant fortement (figure 6). Des variations de pression importantes sont ainsi générées dans la conduite. Après l'arrêt des grains, la pression se rééquilibre ensuite lentement par diffusion de l'air à travers l'empilement immobile, jusqu'à ce qu'on revienne au profil de pression initial (trait plein sur la figure 6).

On a vu que des variations de pression déjà importantes (de l'ordre de 4000 Pa) sont observées sur la faible longueur (1,30 m) du dispositif modèle décrit ci-dessus. On peut donc s'attendre à des valeurs beaucoup plus importantes sur des dispositifs industriels dont la hauteur peut atteindre plusieurs dizaines de mètres et dont le diamètre est plus élevé. Des contraintes dangereuses pourraient en résulter et mener à des ruptures catastrophiques.

Références

[1] Y. Bertho, F. Giorgiutti-Dauphiné, T. Raafat, E.J. Hinch, H.J. Herrmann, J.P. Hulin, "Powder flow down a vertical pipe: the effect of air flow", *J. Fluid Mech.* **459** (2002), 317-345
 [2] Y. Bertho, F. Giorgiutti-Dauphiné and J.-P. Hulin, "Intermittent dry granular flow in a vertical pipe", *Phys. Fluids* **15** (2003), 3358-3369

Propriétés électriques de la matière granulaire : bruit et intermittence

Éric Falcon, Bernard Castaing et Mathieu Creysseis
 Laboratoire de Physique – UMR 5672, École Normale Supérieure de Lyon

Dans un précédent article du *Bulletin*, nous avons montré que les propriétés *locales* au niveau du contact entre deux grains métalliques étaient responsables du phénomène de transition de conduction électrique (appelé « effet Branly continu ») au sein d'un matériau granulaire [1]. Ici, nous nous intéressons à l'influence des effets *collectifs* de la matière granulaire sur ses propriétés électriques. Appliquons, par exemple, une tension électrique constante aux bornes d'une poudre métallique. Sous certaines conditions, l'évolution temporelle du courant qui la traverse est alors très bruitée. Nous montrons alors que ce bruit électrique (fluctuations temporelles de courant) possède d'intéressantes propriétés *d'invariance d'échelle* (sur 4 décades en temps) et *d'intermittence*, avec des similarités et des différences avec la turbulence hydrodynamique [2]. Sous d'autres conditions, une autre propriété peut aussi être observée : la relaxation au cours du temps de la résistance électrique du milieu granulaire [3, 4]. Nous montrons ici que ces étonnants phénomènes de *vieillesissement* et *d'auto-similarité* sont reliés aux effets collectifs de la matière granulaire.

Dispositif expérimental

Un gramme de poudre de cuivre (taille typique des grains ~ 100 µm) est placé dans un cylindre de Plexiglas de 10 mm de diamètre intérieur, fermé par deux électrodes en laiton, le tout confiné dans un bâti en laiton (cf. figures 1 et 2). La hauteur de la poudre est de 5 mm, correspondant environ à 500 000 particules. Une pression mécanique jusqu'à 200 kg/cm² est appliquée à la poudre, que nous laissons relaxer pendant 1 jour, avant d'entreprendre les mesures électriques. Une tension électrique continue, U , est appliquée à la poudre, et nous

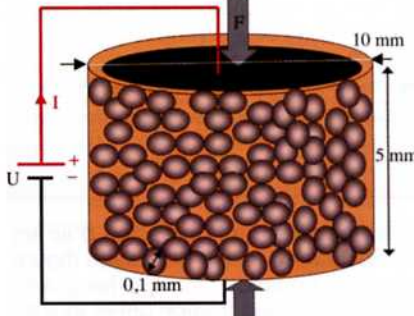


Figure 1 : Schéma de l'expérience avec de la poudre de cuivre. La force appliquée F , peut varier de 0 à 2000 N, soit une pression entre 0 et 200 kg/cm².

mesurons le courant, I , la traversant et ainsi sa résistance $R=U/I$. Deux fils peuvent être introduits à l'intérieur de la poudre pour vérifier que la résistance du massif n'est pas contrôlée par l'interface poudre – électrode. Avant chaque nouvelle expérience, l'échantillon est remplacé par de la poudre neuve. Cette procédure permet d'obtenir une meilleure repro-

ductibilité qu'en ramenant simplement la pression à zéro, puis en secouant la poudre.

Caractéristiques électriques

À force fixée et à faible tension appliquée, la résistance de la poudre est élevée, de valeur R_0 , de l'ordre du mégohm, du fait de la couche d'oxyde présente à la surface des particules. Lorsque U augmente, la caractéristique $R - U$ devient non-linéaire (cf. figure 3a). Au-delà d'une valeur critique, U_c , une transition apparaît de cet état quasi-isolant vers un état conducteur (quelques ohms). Si U est maintenant abaissée, la résistance de la poudre garde sa faible valeur. La caractéristique est donc irréversible. Cette transition de conduction irréversible semble similaire à l'effet Branly continu précédem-

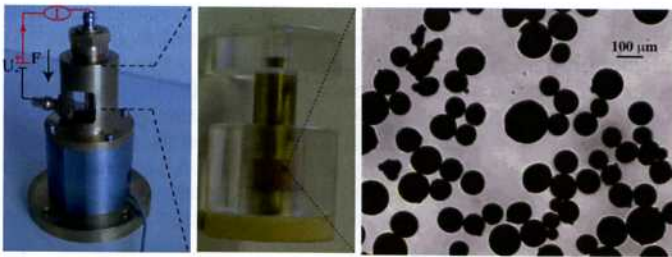


Figure 2 : Photographies de l'expérience. À gauche : le dispositif expérimental avec le serrage par filetage, la cellule contenant la poudre de cuivre (à peine visible) et le capteur de force (non visible, mais à l'intérieur de la partie bleue). Au centre : cellule (de la vue de gauche) contenant ≈ 1 g de poudre entre les électrodes de laiton, confinée dans un tube de Plexiglas. À droite : vue au microscope de la poudre ($\phi = 100 \mu\text{m}$).

ment étudié dans une chaîne de billes [1]. La différence majeure avec l'expérience 1D est qu'ici la tension critique U_c dépend de la force appliquée à la poudre (cf. figure 3a). Dans le régime isolant (à faible tension appliquée), la résistance R_0 dépend aussi de la pression. Cependant, comme le montre la figure 3b, le seuil de la transition correspond toujours à la même puissance dissipée $P_c \equiv U_c J_c \equiv U_c^2 / R_0 \approx 10^{-4} \text{W}$ quelle que soit la contrainte appliquée. Ceci suggère que la transition provient d'une instabilité thermique, de façon cohérente avec les expériences 1D, mais de façon plus complexe. Du fait du désordre des contacts, la différence de potentiel appliquée au massif doit être distribuée entre les contacts de façon très inhomogène. Du fait de la multiplicité des chemins possibles pour le courant, ce dernier est aussi distribué de façon inhomogène. Les chemins portant le courant à travers le massif d'une électrode à l'autre est alors constitué d'un nombre de contacts dépendant de la configuration initiale des contacts, c'est-à-dire de R_0 .

Nous allons maintenant nous intéresser à l'évolution temporelle du courant à travers la poudre. Deux cas apparaissent suivant la valeur de la puissance dissipée $P = U^2 / R_0(F)$: si $P > P_c$, l'évolution du courant fluctue rapidement à la manière d'un bruit, tandis que pour $P < P_c$, son évolution est lente à la manière d'une relaxation lente.

Vieillessement : $P < P_c$

Comprimons la poudre jusqu'à une certaine force, en serrant la vis montrée sur la figure 2. La force appliquée est mesurée au moyen d'un capteur de force pour vérifier qu'elle a bien relaxé au bout d'un certain temps. Appliquons alors, à $t=t_0$, une tension $U = 0,1 \text{ V}$ aux bornes de la poudre, de telle sorte que la puissance $P < P_c$. La résistance de la poudre évolue alors lentement au cours du temps, de façon logarithmique, et est relativement peu bruitée, comme le montre la figure 4a. De façon surprenante, le sens de la relaxation ainsi que l'amplitude des fluctuations semblent dépendre continûment de la valeur initiale de la résistance, $R_0(F)$, à la manière d'un effet mémoire. Cette propriété est plus facilement visible sur la figure 4b en normalisant la résistance par sa valeur initiale. Comme le montre la figure 4a, le changement de comportement a lieu pour une certaine puissance, ici $U^2 / R_{t=t_0} = 3.10^{-7} \text{ W}$ qui dépend de la valeur de la tension appliquée [3].

Invariance d'échelle et intermittence : $P > P_c$

Un deuxième type d'expérience consiste à se placer maintenant à des puissances telles que $P > P_c$. Pour cela, la poudre est comprimée sous une certaine force puis, après avoir attendu 1 jour, une tension de l'ordre de quelques volts est appliquée à ses bornes. L'évolution temporelle du courant à travers la poudre est alors très bruitée

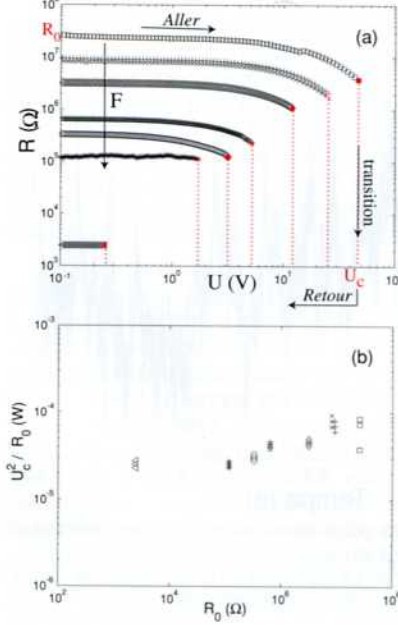


Figure 3 : (a) Caractéristiques résistance-tension ($R - U$) pour de la poudre de cuivre soumise à différentes forces F . À faible tension, la résistance est élevée et de valeur $R_0(F)$. Pour chaque F , une transition de l'état isolant à l'état conducteur apparaît pour une tension critique $U_c(F)$. Au-delà de U_c la résistance est faible, de l'ordre du $\Omega - \text{k}\Omega$. (b) La transition a lieu pour une puissance dissipée pratiquement constante $U_c^2 / R_0 \approx 10^{-4} \text{ W}$, sur 4 décades en R_0 . C'est-à-dire qu'elle est quasiment indépendante de la force appliquée.

avec des événements à la fois croissants et décroissants. L'observation d'événements décroissants au sein du bruit exclut alors un mécanisme précédemment proposé pour expliquer l'origine de ce bruit : une avalanche par claquage diélectrique de couche d'oxyde des grains [5]. Par ailleurs, l'évolution temporelle du courant n'est pas stationnaire car les événements croissants dominent son comportement global : en plus du bruit, le courant augmente lentement au cours du temps.

Afin d'étudier les caractéristiques de ce bruit de courant, le signal doit être « stationnarisé ». Cela est possible en baissant la tension appliquée : l'évolution lente ralentit si l'on baisse la tension et la tendance s'inverse, même au-dessous d'une certaine tension (avec toujours $P > P_c$). Pour cette tension particulière, qui équilibre les événements croissants et décroissants, le bruit est quasi-stationnaire avec des fluctuations stochastiques comme le montre la figure 5. Il reste stable pendant des heures et de valeur moyenne de l'ordre de quelques mA (la résistance étant de l'ordre du $\text{k}\Omega$). Les outils usuels de traitement de signal (e.g., analyse spectrale), et ceux plus sophistiqués développés pour l'étude de la turbulence hydrodynamique, peuvent alors être appliqués à un tel bruit quasi-stationnaire dans ce système granulaire.

Les fluctuations de courant sont enregistrées à basse et à haute fréquence d'échantillonnage (respectivement à $f_b = 50 \text{ Hz}$ et $f_h = 10 \text{ kHz}$) pendant des temps longs (respectivement sur 65 minutes et 20 s.). Nous répétons ces acquisitions 20 fois chacune afin d'extraire par la suite des quantités moyen-

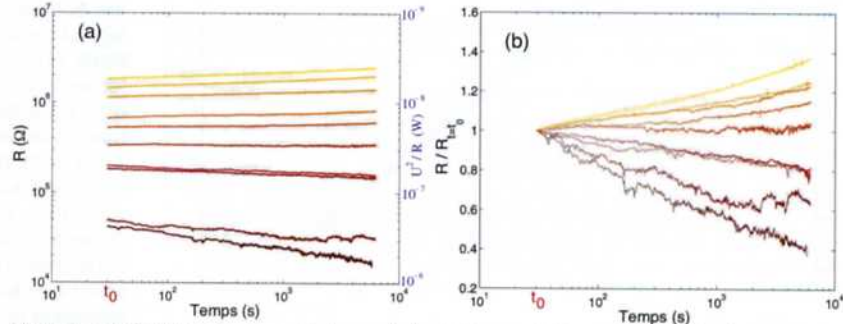


Figure 4 : (a) Évolution au cours du temps de la résistance de la poudre soumise à une tension U , pendant 1h40, pour 10 forces de compression différentes (du jaune au bordeaux). L'axe de droite représente la puissance dissipée U^2 / R . (b) Normalisation par la résistance initiale ($t=t_0$), t_0 correspondant au moment où la tension est appliquée. Le sens de la relaxation ainsi que l'amplitude des fluctuations dépendent de la valeur initiale de la résistance à la manière d'un effet mémoire. La tension appliquée est de $0,1 \text{ V}$. La puissance électrique reste dans tous les cas très inférieure à 10^{-4} W .

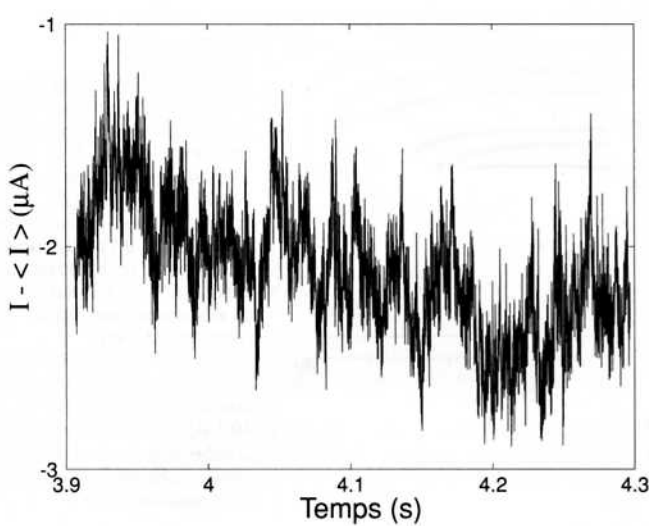


Figure 5 : Fluctuations typiques quasi-stationnaires du courant électrique $I(t)$ au cours du temps. Ce bruit électrique comporte à la fois des événements croissants et décroissants. La résistance de la poudre est de l'ordre du $k\Omega$ et la tension appliquée, U , est de quelques volts.

nées du fait de la quasi-stationnarité du signal. La densité spectrale des fluctuations de courant est montrée sur la figure 6 en échelles log-log. Bien qu'une petite courbure apparaisse à basse fréquence, un comportement en loi de puissance est observé sur quatre décades en fréquence ($1 \text{ Hz} < f < 10 \text{ kHz}$) ! Cette invariance d'échelle signifie qu'aucune fréquence caractéristique n'est pertinente dans ce problème. Cette loi d'échelle est stoppée à basse fréquence par le temps de diffusion typique d'une perturbation thermique à l'intérieur de notre échantillon de taille 5 mm, estimé de 1 à 10 s. L'accord avec cet ordre de grandeur confirme là encore l'hypothèse d'un phénomène activé thermiquement. De même, la coupure à haute fréquence du spectre de la figure 6 pourrait être fournie par le temps de diffusion de la chaleur dans un seul grain $\approx 0,1 \text{ ms}$, qui est aussi l'ordre de grandeur de la fréquence d'échantillonnage. Une acquisition à fréquence plus élevée est actuellement réalisée pour savoir si cette coupure haute fréquence est bien liée à la taille du grain.

Un signal du type de la figure 5 possède une distribution d'amplitudes du courant essentiellement gaussienne. Pour se rendre compte qu'il exhibe des variations sur une large gamme d'échelles de temps, il est plus pertinent d'étudier, en fonction d'un temps τ de séparation, le comportement de la

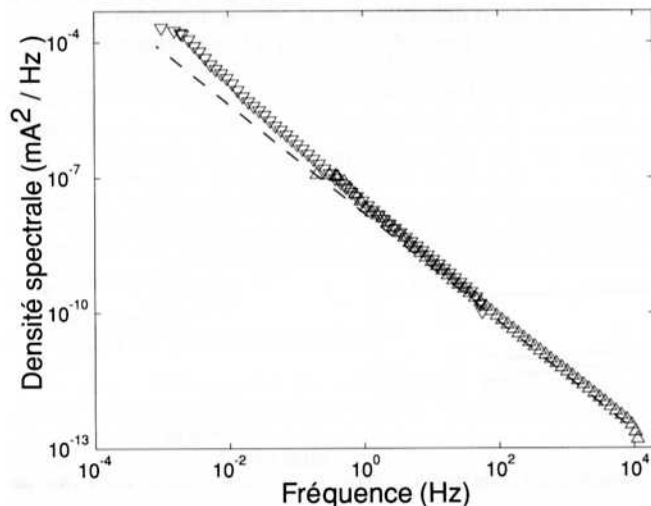


Figure 6 : Densité spectrale $S(f)$ des fluctuations de courant électrique $I(t)$ échantillonnées à basses (∇) et hautes (Δ) fréquences. L'invariance d'échelle du bruit électrique est observée sur 4 décades en temps. La droite en traits pointillés est de pente $-1,3$ correspondant à $S(f) \sim f^{-1,3}$.

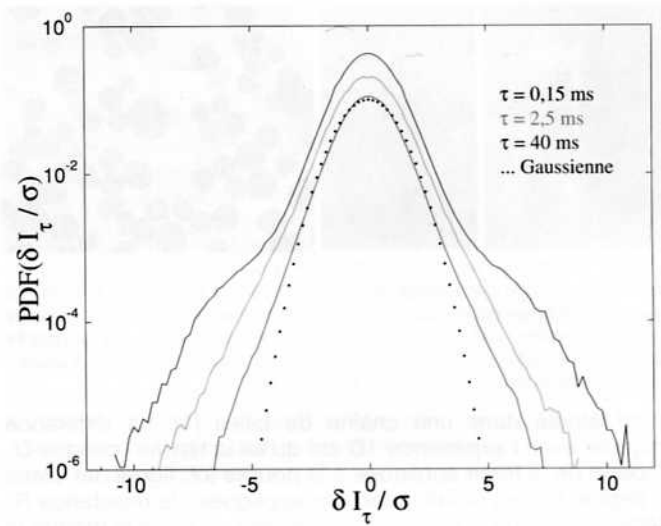


Figure 7 : Fonctions de densité de probabilité (PDF) des incréments de courants $\delta I_\tau = I(t+\tau) - I(t)$ (normalisés par les écart-types σ) pour différentes échelles de temps testées $\tau = 0,15 ; 2,5$ et 40 ms (de haut en bas). Étant gaussiennes à temps τ long, les PDF se déforment dans les petites échelles τ , montrant clairement la nature intermittente du signal électrique de la figure 3. Les PDF sont décalées verticalement d'un facteur 2 par souci de clarté.

variation temporelle du courant $\delta I_\tau(t) = I(t+\tau) - I(t)$, appelée aussi accroissement ou incréments de courant. L'invariance d'échelle du bruit électrique sur 4 décades en temps ($10^{-4} \text{ s} < t < 1 \text{ s}$) est alors confirmée [2] par la statistique des moments d'ordre n des incréments de courant, $\langle \delta I_\tau^n \rangle \approx \langle [I(t+\tau) - I(t)]^n \rangle$, dépendant de l'échelle temporelle τ testée, et où $\langle \cdot \rangle$ représente une moyenne sur le temps t .

Une autre manière d'étudier δI_τ est de s'intéresser au nombre de fois où l'on obtient l'amplitude δI_τ sur toute la durée du signal $I(t)$: cette loi de distribution (ou Probability Density Function - PDF) des incréments de courant ($n = 1$) est montrée sur la figure 7, pour trois échelles de temps τ testées. Notons d'abord que ces PDF sont symétriques. C'est surprenant. D'un point de vue formel, la seule symétrie capable de conduire à ce comportement est celle par renversement du temps, que l'on hésite à invoquer dans ce genre de système irréversible ! D'un point de vue pratique, cela indique que les événements diminuant la résistance sont symétriques de ceux qui l'augmentent. Le deuxième résultat important issu de la figure 7 est que la forme des PDF change avec l'échelle de temps τ testée. En effet, à temps long, la distribution des δI_τ tend vers une gaussienne, alors qu'aux petits τ la queue des distributions se déforme : les événements intenses (grandes valeurs de δI_τ) sont plus probables à petit temps qu'à temps long. Ce phénomène de déformation des distributions dans les échelles est baptisé « intermittence ». Elle se traduit sur le signal de la figure 5 par des bouffées d'activités et des variations brusques de l'intensité. Cette intermittence est généralement décrite à partir d'une « cascade multiplicative » le long des échelles de temps : les périodes de forte activité sont elles-mêmes composées de sous-périodes de plus ou moins forte activité. On comprend alors qu'il y a plus de différences entre les sous-périodes violentes des périodes elles-mêmes violentes, et les sous-périodes calmes des périodes calmes, qu'entre sous-périodes d'une même période. L'amplitude du bruit mesuré par son logarithme, d'une part, est donc longuement corrélée et, d'autre part, son écart quadratique est d'autant plus grand qu'on le mesure sur un intervalle court. En pratique, l'écart quadratique décroît logarithmiquement avec l'échelle de temps, la corrélation aussi, et les pentes sont égales. Cette relation entre corrélation et intermittence, qui se vérifie par exemple en turbulence hydrodynamique, se vérifie également ici [2]. En turbulence hydrodynamique, c'est l'énergie qui se distribue des grandes échelles vers les plus petites,

avant d'être finalement dissipée. Ici, la quantité qui cascade-rait reste à déterminer, mais une telle structure en cascade doit induire, outre l'intermittence (évolution des distributions le long des échelles) des corrélations à grande échelle (intensité du bruit longuement corrélée). Comme nous l'avons dit ci-dessus, nos signaux vérifient ce lien entre intermittence et corrélations, ce qui montre que, comme pour le cas de la turbulence hydrodynamique, les événements à grande échelle conditionnent ceux à plus petites échelles.

Interprétation : organisation en « cascade »

Nous allons maintenant proposer une interprétation de ces observations de bruit électrique dans les granulaires. Nous avons mis en évidence ci-dessus que la puissance dissipée dans la poudre était le paramètre moteur de la transition de conduction. Cela suggère deux mécanismes possibles pour expliquer le bruit de résistance observé : soit l'échauffement local entre grains change les propriétés électriques du contact (plusieurs centaines de degrés doivent alors être atteintes, comme dans l'expérience 1D de la référence [1]) ; soit la dilatation thermique des grains de la poudre crée ou détruit localement des contacts. La puissance totale dissipée est de l'ordre de 10^{-4} W. Lorsqu'on la divise par le nombre total des contacts, elle devient tellement faible qu'il semble peu crédible qu'elle engendre des températures de plusieurs centaines de degrés. De plus, l'organisation hiérarchique du bruit électrique à travers les échelles de temps (l'influence des grandes échelles du système sur les petites, observée ci-dessus) ne peut pas être prise en compte par un tel processus local. Par conséquent, la dilatation thermique semble être le mécanisme pilotant le bruit intermittent.

Ce processus collectif de dilatation thermique peut en effet engendrer une telle organisation en cascade. Puisque la distribution des contacts dans la poudre est très inhomogène, on s'attend aussi à une distribution inhomogène des courants. Ainsi, l'échauffement local par effet joule devrait modifier le réseau très inhomogène des forces au sein de la poudre, tout en le solidifiant globalement. De très faibles dilatations thermiques des grains peuvent alors engendrer des changements dramatiques des lignes de courants et donc de la distribution de ces échauffements locaux et ainsi de suite. Ces dilatations peuvent intervenir à n'importe quelle échelle spatiale (de la taille du grain à la taille totale de l'échantillon, en passant par la taille d'une ligne de force). Les événements à grande échelle devraient alors influencer ceux à petites échelles, comme le suggère notre étude. Ce sens de la cascade, observé à travers les échelles temporelles, devrait rester valable à travers les échelles spatiales. Une confirmation de ce mécanisme nécessite une étude plus longue et plus précise, qui est actuellement entreprise.

Conclusions et perspectives

Un échantillon de poudre de cuivre comprimée présente une résistance électrique élevée (1 M Ω) due à la couche d'oxyde présente sur les grains. Nous observons que ses caractéristiques courant - tension sont non-linéaires et une transition apparaît, d'un état isolant vers un état conducteur, à relativement faible tension appliquée. L'évolution temporelle du courant à travers la poudre est alors très bruitée, et le bruit possède d'intéressantes propriétés d'intermittence et d'invariance d'échelle, avec des similarités et des différences avec la turbulence des fluides. Nous montrons que la dissipation de la chaleur joue un rôle essentiel dans la physique du système. Une preuve est que le seuil d'instabilité correspond toujours à la même puissance dissipée quelle que soit la contrainte appliquée. De plus, nous observons des corrélations à temps longs qui suggèrent que la dilatation thermique crée et détruit localement des contacts, et est le mécanisme moteur de l'instabilité et du bruit observés dans ce système granulaire.

Évidemment, il reste beaucoup à faire ! La dilatation thermique nous fournit un mécanisme à la fois pour la création et la destruction de contacts, qui explique le bruit symétrique. Est-il le seul mécanisme possible ? Une expérience bidimensionnelle, avec des billes ordonnées confinées entre deux plaques de téflon, devrait nous aider à trancher du fait de la multiplicité des chemins possibles pour le courant. L'étude du bruit devrait être décisive car les dilatations thermiques ne peuvent pas avoir les mêmes conséquences dans cette situation beaucoup plus contrainte que dans la poudre 3D.

On peut aussi se demander si le lien est vraiment étroit entre la sensibilité des poudres à une impulsion électromagnétique (très brève élévation de tension) et ces instabilités thermiques. Il semble curieux qu'une instabilité thermique puisse se développer aussi vite, mais elle pourrait ne mettre en jeu que les temps de diffusion thermique à l'échelle du contact entre billes, qui sont extrêmement courts (de l'ordre de la microseconde). Les temps d'équilibrage électrique après la constitution d'un pont sont, eux, voisins de la nanoseconde. Pour des fréquences plus élevées (ondes centimétriques) le comportement de la poudre devrait changer.

Enfin, il faut noter que nous disposons d'un système idéal pour dégager les caractéristiques générales d'une relaxation lente. Ce phénomène fournit directement une tension électrique facilement mesurable, sans l'intervention d'un capteur qui déformerait le signal. Les échelles de temps accessibles y sont extrêmement variées, depuis bien en dessous de la milliseconde, jusqu'au jour et au-delà : 7 à 8 décades facilement accessibles ! Le bruit associé à cette relaxation est d'une complexité riche, et permet de tester, dans une situation nouvelle, les idées développées dans d'autres domaines, comme la turbulence.

Remerciements

Nous remercions P. Metz pour l'électronique ; J.-C. Boudenot et A. Alcaras à Thalès, L.K.J. Vandamme et G. Kamarinos pour les nombreuses discussions ; ce dernier étant aussi remercié pour l'envoi de ses articles.

Références

- [1] É. Falcon, B. Castaing & M. Creyssels, *Eur. Phys. J. B* **38**, 475 (2004) ; É. Falcon & B. Castaing, *Am. J. Phys.* (à paraître entre mars et juin 2005) ; É. Falcon & B. Castaing, *Bull. SFP* **148** (2005).
- [2] É. Falcon, B. Castaing & C. Laroche, *Europhys. Lett.* **65**, 186 (2004).
- [3] M. Creyssels, B. Castaing & É. Falcon (en préparation).
- [4] S. Dorbolo, M. Ausloos, N. Vandewalle et M. Houssa, *J. Appl. Phys.*, **94**, 7835 (2003).
- [5] G. Kamarinos, P. Viktorovitch et M. Bulye-Bodin, *C. R. Acad. Sc. Paris* **280**, 479 (1975).

Annonces

- **30-31 mai 2005, Institut Henri Poincaré, Paris**
"Nonlinear physics: Condensed Matter, Dynamical Systems and Biophysics"
A 60th birthday Symposium in honor of Serge Aubry.
- **6-9 septembre 2005, Opole (Pologne)**
Le « 5^e Séminaire franco-polonais sur les plasmas » sera couplé cette année avec "The International Conference PLASMA-2005 on Research and Applications of Plasmas" et "The 3rd German-Polish Conference on Plasma Diagnostics for Fusion and Applications", de façon à accroître les échanges scientifiques entre la France, l'Allemagne et la Pologne dans le domaine des plasmas, allant de la physique fondamentale aux applications technologiques.
Information : <http://draco.uni.opole.pl/plasma2005/>.
- **11-16 septembre 2005, Toulouse**
16th European Conference on Diamond, Diamond-like Materials, Carbon Nanotubes and Nitrides
Information : <http://www.diamond-conference.elsevier.com>

Suite des annonces en page 27