



HAL
open science

Étude des propriétés cohésives des poudres de glace : applications aux surfaces des lunes glacées de Jupiter et Saturne

Benoît Jabaud

► **To cite this version:**

Benoît Jabaud. Étude des propriétés cohésives des poudres de glace : applications aux surfaces des lunes glacées de Jupiter et Saturne. Planétologie et astrophysique de la terre [astro-ph.EP]. Nantes Université, 2023. Français. NNT : . tel-04710481

HAL Id: tel-04710481

<https://hal.science/tel-04710481v1>

Submitted on 26 Sep 2024

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.

THESE DE DOCTORAT

NANTES UNIVERSITE

ECOLE DOCTORALE N° 596

Matière, Molécules, Matériaux et Géosciences

Spécialité : Sciences de la Terre et des Planètes

Par

Benoît JABAUD

Étude des propriétés cohésives des poudres de glace : applications aux surfaces des lunes glacées de Jupiter et de Saturne

Thèse présentée et soutenue à Nantes, le 8 décembre 2023

Unités de recherche : **Matériaux et Structures – Granulats et Procédés d'Elaboration des Matériaux**
Laboratoire de Planétologie et Géosciences

Rapporteurs avant soutenance :

Alice Le Gall	Maître de conférences des universités	Université Versailles Saint-Quentin-en-Yvelines
Alexandre Valance	Directeur de recherche	Université de Rennes

Composition du Jury :

Président :	Maurine Montagnat	Directrice de recherche	Université Grenoble Alpes
Examineurs :	Stéphanie Deboeuf	Chargée de recherche	Sorbonne Université
	Maurine Montagnat	Directrice de recherche	Université Grenoble Alpes
	Antoine Pommerol	Senior Lecturer	Université de Berne
	Patrick Richard	Directeur de recherche	Université Gustave Eiffel
Dir. de thèse :	Riccardo Artoni	Directeur de recherche	Université Gustave Eiffel
Co-dir. de thèse :	Gabriel Tobie	Directeur de recherche	Nantes Université

Invité(s)

Erwan Le Menn	Ingénieur de recherche	Nantes Université
---------------	------------------------	-------------------

Remerciements

Il pourrait sembler aisé, après trois ans de travail (relativement) sérieux et assidu, de rédiger ce que je considère comme une consécration, le manuscrit de thèse qui, je l'espère, constitue un point tout sauf final à la belle aventure que j'ai entamée. Il n'en est rien. Si c'est bien mon nom qui apparaît en première page de ce manuscrit, ce chemin que j'ai parcouru a été ponctué de rencontres, qui ont toutes apporté leur lot de joie, d'amitié, de soutien, de motivation, d'aide, et il convient de rendre à ces personnes la reconnaissance qu'elles méritent, au travers de ces quelques lignes qui ne sauront jamais fidèlement retranscrire mon sentiment réel.

Il me faut, dans un premier temps, remercier les rapporteurs Alice Le Gall et Alexandre Valance, ainsi que les examinateurs Stéphanie Deboeuf, Maurine Montagnat, Antoine Pomerol et Patrick Richard, pour avoir accepté de lire et juger cette thèse somme toute conséquente. Compte tenu de la densité de ces lignes que j'ai moi-même relues un nombre (bien trop) important de fois, je ne peux que vous remercier de vous prêter à l'exercice.

Mes remerciements les plus sincères vont bien évidemment à mes encadrants, Riccardo et Gabriel. Vous avez su me porter, me guider vers les chemins inconnus et parfois chaotiques qui constituent la thèse, et qui mènent à ce monde étrange et souvent intimidant qu'est celui de la recherche. Les conseils que vous m'avez prodigués m'ont permis sans l'ombre d'un doute de naviguer sans heurts sur les flots parfois agités de ce travail. Riccardo, ton enthousiasme expérimental et ta patience sans faille quand il s'agissait de m'expliquer les subtilités des modèles numériques (et ce plusieurs fois, car j'avais tendance à oublier relativement rapidement...) ont été grandement appréciés. De même, je te remercie pour ta disponibilité, l'écoute dont tu as fait preuve dans mes moments de doutes, et la façon dont tu es parvenu à me rassurer plus d'une fois. Gabriel, je dois avouer que j'ai rarement rencontré quelqu'un qui avait autant d'idées, à tel point qu'il a malheureusement fallu faire des choix, au risque de devoir repartir sur une seconde thèse pour étudier tout ce que tu avais en tête. J'espère que cette soif de connaissances est contagieuse, car tu as su me montrer qu'il existait tout un monde de sujets que je n'avais pour le moment fait qu'effleurer. Et oui, peut-être finirons-nous par mettre ces fichus tholins dans le tambour ! Quoi qu'il en soit, ces trois années sous votre encadrement ont été un réel plaisir, un cadre de travail privilégié, et une expérience des plus agréables, que je recommanderais à d'autres les yeux fermés !

Il me faut également remercier Erwan, fidèle et efficace ingénieur du LPG qui, non content de batailler sur tous les fronts expérimentaux possibles, a également apporté son expertise et son regard critique sur nos expériences et nos résultats. Merci infiniment de ton temps, ta patience, ton professionnalisme et ton humanisme, car sans tes compétences cette

thèse n'aurait jamais vu le jour.

Les membres des différents laboratoires que j'ai pu côtoyer au cours de cette thèse, qu'il s'agisse du LPG ou du GPEM, ont également participé à la réussite et au déroulement sans heurt de ces trois belles années. Bien évidemment, les événements festifs de type barbecues, raclettes, goûters, petits-déjeuners, pique-niques ou pots (et oui, tout ça, à croire que le travail n'est pas constitué que de peines) ont fortement contribué à une ambiance générale des plus agréables, et un cadre de travail accueillant. Je souhaite également relever que même lorsque l'ambiance n'était pas forcément à la fête, les nombreuses interactions que j'ai pu avoir avec chacun des chercheurs et chercheuses que j'ai croisés se sont toujours avérées d'une gentillesse bienvenue. Pour tout ceci, je vous remercie tous énormément.

Il va sans dire que je ne peux rédiger ce préambule de reconnaissance sans évoquer mes collègues doctorants du LPG. Que dis-je, collègues, je veux surtout dire quelques mots à ceux qui sont désormais des amis chers, et qui m'ont aidé plus qu'ils n'en ont conscience à traverser ces trois intenses années. La liste est longue, mais je vais tâcher de dire quelques mots sur chacun d'entre eux... Ainsi, il me faut remercier Guillaume, pour tes rires spontanés et tes connaissances étendues sur un nombre incroyablement vastes de sujets, qui ne cessent de me surprendre. Justine V., je ne suis pas près d'oublier ta présence bienveillante, drôle et rassurante, ainsi que ta patience lorsque les choses n'étaient pas toujours faciles. Ta vie bien trop remplie est une source d'histoires assez inépuisable, et tu as définitivement laissé une marque indélébile dans ma mémoire. Sami et Simon, la paire inséparable, jusque dans les bureaux ! Toujours dans les bons comme les mauvais coups, la critique facile mais bon enfant (celle-là est pour toi Sami), et un esprit tourné vers les autres même dans les moments les plus intenses, votre présence a été d'un réconfort et d'une chaleur certaine. Yann, avec qui je partage un directeur, dans la même galère de déchiffrement de pattes de mouches pour les retours de documents, et dont j'admire toujours la classe avec laquelle tu t'habilles tous les jours. Justine G., qui venait toujours dans notre bureau avec un nouveau bon plan dont personne n'avait entendu parler, mais qui s'avérait toujours juste. Maëva, dont la discrétion et le calme n'ont d'égal que le nombre de concerts qu'elle peut aller voir dans une seule année (beaucoup de concerts). Marion, avec qui j'ai toujours apprécié discuter sur des sujets pertinents, et qui a toujours fait preuve de beaucoup de soutien, malgré son absence à la plupart des pauses (que je trouve bien dommage, au passage !). Meven, dont la générosité n'a d'égal que la gentillesse, malgré des goûts pelucheux légèrement douteux (Bill ne peut rivaliser avec Charlotte) et des traversées de couloir accompagnées de bruits... originaux ? Axel, avec ta fascination pour les muscles qui t'a même valu des cadeaux d'anniversaire étranges... Ton aptitude au travail manuel a également été d'une grande inspiration. Pauline, reconnaissable entre mille lorsqu'elle traverse le couloir, petite en taille mais forte de volonté, dont le travail expérimental et l'énergie ont été une source d'inspiration constante. Valentine (oui je sais tu n'es pas une doctorante), toujours d'une gentillesse et d'une douceur extrême, et dont les petits en-cas ont été fortement appréciés, durant la rédaction de ce manuscrit. Je vous remercie tous, infiniment, pour avoir égayé ces trois années de votre énergie, de votre rire, bonne humeur et gentillesse.

Les plus attentifs des lecteurs remarqueront quelques oublis dans la liste précédente, mais qu'ils se rassurent, je tiens simplement à faire des mentions spéciales. Ainsi, comment pourrais-je ne pas remercier tout particulièrement Anna et Alessandra, deux de mes plus fidèles amies, avec qui j'ai passé plus de bons moments que je ne saurais en compter. Je

n'oublierai jamais nos week-ends en Bretagne, au bord de l'eau, sur des falaises surplombant la mer, les joies du camping soupoudrées d'un manque certain d'organisation. Les moments que nous avons partagés sont pour toujours magiques, et je suis sincèrement reconnaissant de vous avoir trouvées sur mon chemin. Merci à Anna pour ta bonne humeur, ton écoute, tes attentions et ton soutien, dans des moments qui n'ont pas toujours été faciles. Merci à toi également, Alessandra, pour ton énergie, ta douceur et ta soif d'aventures, qui est étonnamment contagieuse.

Il ne s'agirait pas de remerciements complets sans la mention de mes partenaires de bureau, Céline et Arthur, avec qui j'ai passé trois merveilleuses années. Je ne compte plus les moments que nous avons partagés, la bonne entente que vous avez générée, le soutien dont vous avez fait preuve, malgré nos lancers maladroits de balles et d'objets divers qui ont heurté plus d'une fois des têtes malencontreusement placées. Par votre présence, votre caractère et votre amitié, vous avez façonné le bureau 110 pour en faire, sans aucun doute possible, le meilleur qui soit (n'en déplaise aux malheureux occupants du bureau 126). Je vous remercie sincèrement pour ces trois années. Et je n'oublie pas non plus nos différentes mascottes, Charlotte la marmotte qui a rendu jaloux bien des doctorants (qui ont d'ailleurs passé une fraction non négligeable de leur temps à tenter de la kidnapper, honte à eux), Bruno le cigogneau, et Barnabé le sanglier.

Je tiens également à remercier Océane, qui a suivi mon travail avec assiduité, et qui a une fois de plus fait démonstration de son amitié sans faille, tout au long de cette thèse qui a pourtant accaparé beaucoup de mon temps. T'avoir à mes côtés est toujours aussi agréable, et je suis tous les jours reconnaissant de pouvoir discuter de tous les aspects de ma vie, qu'il s'agisse du professionnel ou du personnel, en sachant qu'au bout de la discussion je trouverai toujours quelqu'un pour m'écouter. Je te remercie sincèrement.

Au même titre, je souhaite adresser ma profonde reconnaissance à Léa, initialement partenaire de grimpe, désormais amie très importante à mes yeux, et qui mérite toute la reconnaissance que je peux lui exprimer. Ta propension manifeste pour la bagarre n'a d'égale que ta gentillesse, ta générosité, ta patience et l'écoute que tu m'accordes au quotidien. Malgré des rivalités sportives bienvenues (j'attends toujours que tu grimpes plus de rouges !), et des désaccords concernant l'utilisation de certains balcons, je vois ta présence à mes côtés comme un véritable cadeau, et je ne peux que chaleureusement te remercier pour tout.

Enfin, il me faut remercier ma famille, sans laquelle les choses auraient été très certainement beaucoup plus difficiles. Maman, Papa, Laure, Vincent, vous avez toujours été là pour moi, pour me féliciter dans les bons moments, me soutenir et m'encourager dans les moins bons, avec toujours un intérêt constant. Tous les jours vous vous êtes intéressés à ce que je faisais, ce qui, j'en suis certain, est une chance qui n'est donnée qu'à peu d'élus. Il m'est difficile d'exprimer pleinement toute ma gratitude, mais votre soutien a été d'une grande aide, et je vous remercie tous du fond du cœur.

Table des matières

Introduction	1
1 État de l’art	7
1.1 Les matériaux granulaires	7
1.1.1 Définitions et classes	7
1.1.2 Les poudres comme matériau granulaire particulier	12
1.1.3 Méthodes de caractérisation classiques	16
1.1.4 Les matériaux granulaires dans le Système Solaire	33
1.2 Les lunes de glace	37
1.2.1 Brève histoire de l’exploration du Système Solaire externe	37
1.2.2 Propriétés de surface des principales lunes de glace	57
1.2.3 Les autres objets froids	95
1.3 Conclusion	103
2 Méthodes	105
2.1 Synthèse d’analogues de régolithes glacés	105
2.1.1 Solutions utilisées	105
2.1.2 Méthodes de synthèse	106
2.1.3 Protocoles de mélange	115
2.1.4 Poudres modèles de référence	117
2.1.5 Conclusion	119
2.2 Caractérisation optique et spectrale	119
2.2.1 Microscopie optique	120
2.2.2 Analyse des distributions granulométriques	123
2.2.3 Analyse spectrale	128
2.3 Tambour tournant	134
2.3.1 Principe de fonctionnement	134
2.3.2 Caractéristiques techniques et dimensionnement	139
2.3.3 Système de contrôle de la température	140
2.3.4 Systèmes externes	142
2.3.5 Protocoles expérimentaux	147
2.4 Rhéomètre à poudres	153
2.4.1 Principe de fonctionnement	154
2.4.2 Adaptation du système aux très basses températures	157
2.4.3 Protocole expérimental alternatif	160

2.4.4	Résultats préliminaires	162
2.5	Mesures de compacité	164
2.5.1	Principe de fonctionnement	165
2.5.2	Caractéristiques techniques et principes opérationnels	167
2.5.3	Protocoles expérimentaux	170
2.5.4	Résultats préliminaires	171
2.6	Conclusion	175
3	La poudre de glace	177
3.1	Analyse morphologique - Rappels	177
3.1.1	Poudres de glace au microscope optique	177
3.1.2	Poudres de référence au granulomètre	179
3.2	Étude dynamique en tambour tournant	180
3.2.1	Poudres de référence	181
3.2.2	Poudres de glace	188
3.3	Estimation de l'énergie de surface de la poudre de glace	196
3.3.1	Modèle d'écoulement dans le tambour tournant	197
3.3.2	Système d'équations et résolution	199
3.3.3	Mise à l'échelle des résultats expérimentaux	201
3.3.4	Origine de la cohésion de la glace	207
3.4	Comportement cohésif des poudres de glace à la surface des lunes glacées	209
3.4.1	Application à Europe	209
3.4.2	Application à Encelade	213
3.5	Conclusion	215
4	Simulations numériques	219
4.1	Méthodes numériques	219
4.1.1	Présentation du modèle	220
4.1.2	Modèle de forces	223
4.1.3	Géométrie et protocoles	230
4.1.4	Espace des paramètres	234
4.2	Étude paramétrique	236
4.2.1	Effet de la taille des grains	236
4.2.2	Effet de la rigidité des grains	239
4.2.3	Effet de la cohésion	241
4.2.4	Effet du coefficient de frottement	243
4.2.5	Effet du coefficient de frottement de roulement	244
4.2.6	Effet du coefficient de restitution	245
4.3	Étude des régimes d'écoulement	246
4.3.1	Description macroscopique	247
4.3.2	Cartographie des régimes dans nos simulations	249
4.3.3	Rôle de la rigidité	251
4.3.4	Nombres sans dimension et régimes d'écoulement	252
4.4	Calibration et comparaison expérimentale	256

4.4.1	Principe de l'opération	256
4.4.2	Calibration des coefficients de frottement	257
4.4.3	Mise à l'échelle de la cohésion	262
4.5	Conclusion	267
5	Mélanges complexes et perspectives	269
5.1	Motivations et principaux intérêts	270
5.1.1	Les régolithes complexes	270
5.1.2	Comment relier les poudres terrestres à l'exploration spatiale ?	272
5.2	Mélanges solides glacés, comme analogues du régolithe de Cérès	273
5.2.1	Objectifs	273
5.2.2	Préparation de poudres de glace et de verre	274
5.2.3	Résultats préliminaires	276
5.2.4	Interprétations et futures mesures	279
5.3	La glace salée	282
5.3.1	Motivations et objectifs	282
5.3.2	Préparation de poudres de glace salée	284
5.3.3	Résultats	286
5.3.4	Perspectives sur les études en spectroscopie infrarouge	293
5.4	Études complémentaires	295
5.4.1	Nouvelles études en tambour tournant	295
5.4.2	Complémentarité des méthodes de caractérisation	296
5.4.3	Lien direct entre les matériaux granulaires et les observations spatiales	297
5.4.4	Sismicité et déstabilisation des pentes	300
5.4.5	Le « <i>splash</i> » cohésif : pluie de grains sur Encelade	301
	Conclusion générale	303
Annexes		
A	Article - Cohesive properties of ice powders analogous to fresh eruptive deposits on Enceladus and Europa	A-1
B	Script Python utilisé pour l'acquisition de données en tambour tournant	B-1
	Table des figures	I
	Bibliographie	VI

Introduction

Notre quotidien est bercé par les matériaux granulaires, qui se trouvent littéralement dans pratiquement toutes les problématiques auxquelles nous faisons face chaque jour. Prendre sa voiture ou son vélo pour se déplacer revient à emprunter la route, recouverte d'asphalte, de grains liés entre eux en un subtil mélange de résistance à l'usure et d'adhérence des véhicules, pour assurer la durabilité des installations et la sécurité des usagers. En cuisine, la farine, le sucre, le sel, les pâtes, le riz, la semoule, tout autant de grains aux formes et aux tailles variées, que nous regardons s'écouler hors de nos paquets ou de nos pots, se mélanger pour former des pâtes ou des gâteaux, sans même réaliser qu'une physique complexe se cache derrière ces phénomènes. Enfants, nous n'avons pas eu besoin de maîtriser l'art de la capillarité pour réaliser des châteaux de sable, ou pour savoir qu'il n'était même pas la peine d'essayer avec des galets. Les cachets et médicaments produits par l'industrie pharmaceutique, les céréales des industries agro-alimentaires, les produits de construction du génie civil, le traitement des matériaux par l'industrie minière, la prévention des risques d'avalanches, d'éboulements ou de glissements de terrain, tous sont confrontés aux matériaux granulaires de la même manière que des enfants sur une plage, de gigantesques ensembles de grains indénombrables, qui s'écoulent, se compressent, se collent, se cognent, en des milliards d'interactions qui, individuellement peu importantes, peuvent mener à des comportements globaux parfois impressionnants, difficiles à maîtriser, voire dangereux, comme les avalanches ou les éboulements.

De par leur présence étendue dans quasiment tous les domaines qui nous entourent, les matériaux granulaires ont été beaucoup étudiés, qu'il s'agisse de problématiques industrielles de récolte, transport ou stockage de grains, de problématiques de risques (prévention des éboulements, des glissements de terrain, des avalanches, de la résistance des matériaux), ou de la géologie (érosion du paysage, transport de grains par le vent ou l'eau, dépôts sédimentaires ou volcaniques). Malgré leur intérêt notable, ces milieux restent difficiles à étudier de par la complexité que de tels systèmes exhibent. Aucune théorie universelle ne permet d'expliquer actuellement la diversité des comportements observés dans la nature, dès lors qu'ils impliquent un ensemble de grains individuels, et ce même si l'étude de ces milieux est une problématique majeure depuis des siècles. La difficulté principale réside dans le fait que les comportements observés à échelle humaine dépendent des interactions innombrables entre les grains, à l'échelle microscopique, et que ces dernières sont extrêmement difficiles à modéliser et mesurer. Un grain peut adopter une forme, une taille, une composition qui sont uniques, et qui rendent leur représentation d'autant plus complexe. Les forces microscopiques mises en jeu dans des systèmes granulaires, qui déterminent par la suite les comportements macroscopiques d'un tel système, font donc l'objet de recherches très actives

encore à l'heure actuelle, afin de toujours plus s'approcher d'une description réaliste de ces milieux si répandus, mais si complexes à la fois.

Si nous avons l'habitude de rencontrer de tels matériaux dans notre quotidien, ils sont également directement reliés à l'exploration spatiale. En effet, les matériaux granulaires sont présents dans notre Système Solaire à des échelles très variées, bien évidemment sur Terre, mais également à la surface d'autres planètes, et sont même utilisés pour expliquer les processus de formation des planètes et des divers objets qui peuplent notre entourage céleste, grâce aux théories d'accrétion des corps et des impacts. Ils sont également utilisés pour décrire les anneaux des planètes géantes par exemple, les plus connus étant bien évidemment ceux de Saturne, ou bien la formation de certains astéroïdes particuliers, qui ressemblent simplement à des amas de grains, de cailloux et de rochers de tailles variées. Le matériau granulaire le plus répandu, cependant, se trouve à la surface de la plupart des corps solides, et consiste en une couche, généralement globale, de grains plus ou moins fins, appelée un régolithe. Cette couche est généralement issue de l'érosion, par impacts de micro-météorites au fil des milliards d'années pour les surfaces les plus anciennes et dépourvues d'atmosphère, comme la Lune ou Mercure, ou par érosion éolienne dans le cas des corps avec une atmosphère comme pour Vénus ou Mars. Le régolithe est ainsi très important dans le cadre de l'exploration spatiale, car il constitue la surface des objets rocheux, et représente donc la plupart de ce que nous pouvons voir depuis l'orbite ou les survols par des sondes, mais également le premier et seul point de contact lors de l'atterrissage de sondes ou de missions habitées, comme pour la Lune avec les missions *Apollo*. Les propriétés de ces surfaces, tant physiques que mécaniques ou chimiques, sont donc très importantes pour comprendre les données acquises par les différentes missions, mais également pour anticiper les risques encourus par les plus ambitieuses d'entre elles, destinées à se poser à la surface des corps rocheux, d'autant plus dans le cadre de missions habitées.

Une catégorie très spéciale d'objets solides dans notre Système Solaire est constituée par les objets glacés, peu courants dans notre voisinage proche car trop proches du Soleil, mais bien plus répandus dans le Système Solaire externe, où la température est suffisamment basse pour que l'eau, présente en abondance dans notre système planétaire, condense sous forme de glace. Ainsi, il existe de nombreux objets, notamment autour des planètes géantes qui peuplent le Système Solaire externe, qui ont incorporé dans leur composition une importante quantité d'eau. Si ces lunes ont subi même un très léger phénomène de différenciation, de par son caractère relativement volatile et donc peu dense par rapport à la roche, cette eau se retrouve généralement en surface pour former une hydrosphère conséquente, de plusieurs dizaines voire centaines de kilomètres d'épaisseur. La présence de cette hydrosphère de surface s'est révélée d'un intérêt majeur ces dernières dizaines d'années, car il est plus que probable que sous la glace qui se forme fatalement en surface de par les températures extrêmement faibles qui règnent sur ces objets, se cache pour beaucoup de ces objets un océan d'eau liquide, potentiellement salée. Cela constituerait ainsi l'un des seuls analogues aux océans terrestres, ce qui représente un potentiel énorme pour la recherche d'une éventuelle forme de vie extraterrestre.

L'accès à ces éventuels océans reste cependant pratiquement impossible de par la présence d'une épaisse couche de glace massive en surface, ce qui rend leur exploration et leur étude relativement complexe. Plusieurs sondes ont visité ces objets d'intérêt, depuis les premières missions d'exploration du Système Solaire externe comme les missions *Pioneer* ou

Voyager jusqu'à des missions spécifiquement dédiées à Jupiter ou son entourage comme *Galileo* ou *Juno*, ou à Saturne et ses lunes, avec la mission *Cassini-Huygens*. Elles ont permis de révéler des cas particuliers de lunes de glace qui possèdent une activité géologique très intense, notamment à cause de la déformation de marée imposée par la planète géante autour de laquelle elles orbitent, qui permettent un important chauffage interne. Cette activité se manifeste par de très nombreuses fractures à la surface et des mouvements tectoniques importants. Dans certains cas exceptionnels, comme sur Encelade, une lune de Saturne, ces fractures peuvent traverser l'entièreté de la couche de glace de surface pour directement relier un corps liquide, probablement l'océan sous-glaciaire, à l'espace. Ce phénomène permet d'éjecter une importante quantité de matière, vraisemblablement issue de l'océan liquide, de la vapeur d'eau et des grains de glace dont la composition est représentative du réservoir qui leur a donné naissance. Ainsi, de tels grains représenteraient un échantillon direct de l'océan sous-glaciaire, ce qui facilite grandement son étude. Dans le cas d'Encelade, cette quantité de matière éjectée est si importante qu'elle forme un anneau autour de Saturne, l'anneau E, mais une grande partie de cette matière retombe à la surface de la lune elle-même pour former un manteau granulaire global glacé. De la même manière, les objets qui baignent dans l'anneau E autour de Saturne sont certainement en permanence bombardés par ce flux de matière éjecté d'Encelade, ce qui participe, en plus du processus de formation classique du régolithe, à former une couche granulaire à leur surface.

Autour de Jupiter, si aucune activité de ce type n'a été directement observée par une sonde spatiale, il existe de très fortes suspicions de l'existence d'un phénomène similaire pour Europe, l'une des lunes galiléennes. Cette lune possède un océan sous-glaciaire, et exhibe certainement l'une des surfaces les plus jeunes du Système Solaire, ce qui signifie qu'elle est très régulièrement renouvelée, ou qu'elle l'a été il y a peu, ce qui indiquerait qu'une activité similaire à Encelade aurait pu permettre de recouvrir la surface de grains de glace. Des évidences d'une activité éruptive le long d'imposantes fractures dans la couche de glace d'Europe semblent également indiquer que ces processus sont bel et bien à l'œuvre.

Si les sondes spatiales ont permis des découvertes majeures et ont apporté de très nombreuses données sur les lunes de glace, l'étude de la surface des corps glacés s'est quasiment exclusivement faite depuis l'orbite de par les difficultés que représente une mission d'atterrissage sur ces objets (à l'exception du module *Huygens*, qui s'est posé à la surface de Titan, une autre lune de glace de Saturne très particulière, la seule à posséder une épaisse atmosphère). Ainsi, là où sur Terre nous disposons de très nombreux moyens pour étudier physiquement et *in situ* les matériaux granulaires, ces méthodes sont difficilement applicables au domaine du spatial, à cause des analyses nécessairement à distance. Il peut être ainsi relativement complexe de relier ces deux types de données, afin de pouvoir par exemple déduire des propriétés physiques, mécaniques ou chimiques du régolithe observé grâce aux techniques d'analyse des missions spatiales. Pour répondre à cette problématique, il est possible de réaliser en laboratoire des analogues supposés de ces régolithes analysés, et de les étudier simultanément avec les deux types de méthodes, d'une part pour tenter de reproduire les données observationnelles issues des missions, et d'autre part pour associer à ces mesures des analyses plus classiques et éprouvées des matériaux granulaires comme elles sont usuellement utilisées dans la recherche dans ce domaine ou dans l'industrie.

Cette thèse s'inscrit dans cette problématique de caractérisation des surfaces glacées en laboratoire. Les données récoltées autour des lunes de glace fournissent des premières pro-

priétés physiques comme la température de ce régolithe, la taille approximative des grains qui le compose, leur composition approximative, informations précieuses que nous pouvons utiliser pour tenter de reproduire l'équivalent d'un régolithe glacé fraîchement déposé à la surface d'une lune de glace, en laboratoire. Cette poudre de glace peut ensuite être analysée, comme explicité précédemment, à la fois grâce à des méthodes de caractérisation mécaniques classiquement utilisées pour l'étude des poudres plus conventionnelles, mais aussi grâce à des techniques plus spécifiques à l'exploration de notre Système Solaire. Ce travail s'inscrit ainsi dans le cadre des futures missions spatiales, notamment la mission *JUICE* de l'Agence Spatiale Européenne, destinée à l'étude des lunes de Jupiter, ou les missions *Europa Clipper* et *Dragonfly* de la NASA, qui visent l'étude principalement d'Europe et de Titan, respectivement. Ainsi, ces missions récolteront des données complémentaires à leurs prédécesseurs, et nous espérons pouvoir, grâce à ce travail, déterminer les propriétés de glaces poudreuses dans des conditions analogues aux conditions de surface des lunes de glace. Nous espérons également pouvoir, par ce biais, identifier à partir de critères morphologiques et spectraux les zones les plus actives à la surface d'Europe avec *JUICE* et *Europa Clipper*, et d'Encelade dans le cadre de futures missions. Dans un premier temps, la déduction des propriétés intrinsèques et mécaniques de ces matériaux pourra éventuellement permettre d'expliquer la géologie et la morphologie des structures de surface observées, les éventuels écoulements granulaires visibles en surface, mais aussi certaines données de topographie. Ces dépôts frais sont également d'une importance capitale pour la recherche en exobiologie, car ils sont plus susceptibles de contenir des traces biologiques si ces dernières existent. Ainsi, grâce à la caractérisation de ces dépôts, il sera éventuellement possible de les cartographier à partir de leur analyse grâce aux missions spatiales, et ainsi de choisir des sites d'échantillonnage privilégiés pour des missions plus lointaines encore. L'existence de ces missions d'échantillonnage pose cependant de nombreuses questions, notamment car il faudra se poser sur ce régolithe pour pouvoir l'échantillonner. Or, sans connaître les propriétés mécaniques de ce dernier, notamment sa cohésion, son degré de compaction, sa résistance à la pénétration, il est difficile, voire dangereux pour la sûreté de la mission de venir poser une sonde à la surface. Il est possible que la surface soit relativement solide, car le régolithe serait très compact, mais cela nécessiterait des outils d'échantillonnage et de forage plus lourds. Un régolithe lâche, très poreux et peu résistant, comme la poudreuse sur Terre, représenterait un autre extrême très risqué pour une sonde spatiale, et nécessiterait des accommodations en termes de méthode d'atterrissage ou d'échantillonnage.

Les principaux objectifs de cette thèse sont donc, d'une part, de parvenir à synthétiser un analogue à ces dépôts frais typiques d'Europe ou d'Encelade, et d'autre part de pouvoir caractériser les propriétés mécaniques de ces échantillons de laboratoire dans des conditions de température proches de celles qui règnent à la surface de ces lunes. Pour cela, nous avons utilisé des méthodes de caractérisation classiques, issues de la littérature et habituellement utilisées sur des matériaux granulaires à vocation plus industrielle, que nous avons adaptées pour les utiliser dans les conditions extrêmes requises pour les lunes de glace. À partir de ces méthodes, dont la principale est le tambour tournant pour des caractérisations dynamiques d'une poudre en écoulement, nous nous sommes intéressés à l'étude d'un paramètre en particulier, qui est l'énergie de surface de nos échantillons de glace, qui représente la cohésion de nos matériaux. Ce paramètre est très important pour déterminer l'état de surface, car, combinée à la gravité ou la taille des grains, elle contrôle en grande partie la porosité du régolithe, sa capacité à s'écouler, sa capacité à se compacter, ainsi que son comportement

lorsque le matériau est manipulé, notamment dans le cas d'un échantillonnage. L'objectif est de quantifier cette cohésion, et d'analyser son éventuelle dépendance à la température, afin de s'adapter à la surface de divers corps glacés. La caractérisation de ces propriétés mécaniques passe également par le développement d'un modèle numérique de nos échantillons, qui peut être calibré pour reproduire les comportements observés lors des expériences, et servira ensuite de modèle cohésif pour simuler des situations complexes et difficilement reproductibles en laboratoire.

Ce manuscrit s'organise ainsi en cinq chapitres majeurs. Le Chapitre 1 constitue un état de l'art conséquent sur les matériaux granulaires, les différentes méthodes classiquement utilisées pour les caractériser sur Terre, mais il développera également un état des connaissances sur les mondes glacés, leur exploration et les techniques d'analyse habituellement employées par les missions, les propriétés des principales lunes de glace autour de Jupiter et Saturne, ainsi que quelques autres objets glacés d'intérêt. Le Chapitre 2 est dédié à la description des différentes méthodes expérimentales que nous avons mises en place ou développées, avec dans un premier temps un volet consacré aux diverses méthodes de synthèse de grains de glace pour former des analogues aux régolites glacés. Une seconde partie de ce chapitre est consacrée à la caractérisation des échantillons, d'abord optique afin de donner une idée de la taille et de la forme de nos grains synthétisés, et ensuite mécanique avec la description de nos différentes expériences, et notamment la plus importante, celle du tambour tournant. D'autres expériences seront décrites ici, comme l'adaptation d'un rhéomètre à poudre pour des mesures en cisaillement, ou le développement d'un système de compaction et de mesure de densité apparente du matériau, et une attention particulière sera donnée concernant les efforts d'adaptation de tous ces systèmes aux basses températures qui règnent sur les lunes de glace. Le Chapitre 3 s'intéresse quant à lui à la présentation des résultats obtenus sur nos échantillons, essentiellement la caractérisation de la poudre de glace en tambour tournant dans une gamme de températures relativement large. Ce chapitre fournit des estimations de l'énergie de surface de nos échantillons, et des implications éventuelles que cette grandeur peut avoir sur le régolithe à la surface d'Europe ou d'Encelade. Le Chapitre 4 décrit les développements numériques que nous avons réalisés pour reproduire notre matériau glacé sous forme de simulations. Il s'intéresse à la fois à l'aspect théorique du modèle de contact et de forces que nous avons utilisé, ainsi qu'à la campagne de simulations que nous avons effectuée, afin de dégager l'effet de différents paramètres intrinsèques sur le comportement d'un matériau granulaire cohésif numérique. Quelques éléments de calibration du modèle numérique à partir des résultats expérimentaux sont également fournis dans ce chapitre. Enfin, le Chapitre 5 fournit des développements sur des études plus exploratoires menées au cours de cette thèse, visant à complexifier la composition du régolithe reproduit en laboratoire, pour de nouvelles études mécaniques ou alors pour tenter de faire le premier lien avec les méthodes utilisées dans le cadre de l'exploration spatiale. Ce chapitre présentera également des pistes de réflexion pour de futures études, des idées ouvertes grâce à nos résultats qu'il serait envisageable de poursuivre par la suite.

Chapitre 1

Les régolithes glacés : bilan des connaissances

Ce chapitre est dédié à la description complète et précise de tous les éléments qui entrent en jeu au cours de ce travail. L'objectif est de donner au lecteur les clés nécessaires à la compréhension des différents aspects de cette thèse, qu'il s'agisse de la perspective des milieux granulaires dans leur ensemble ou plus particulièrement des poudres, ou bien de l'exploration du Système Solaire externe et de l'état des connaissances sur les lunes de glace autour des planètes géantes.

1.1 Les matériaux granulaires

1.1.1 Définitions et classes

Dans le domaine de la mécanique du solide, les matériaux granulaires forment une catégorie à part entière de par leur complexité, mais également de par leur répartition dans presque tous les domaines de notre quotidien. En effet, un matériau granulaire est défini par un système constitué de particules solides, macroscopiques et individuelles, des grains qui sont en contact les uns avec les autres et qui possèdent leurs propres degrés de liberté, ce qui les autorise à se déplacer les uns par rapport aux autres. Les particules d'un tel matériau peuvent adopter des formes et des tailles extrêmement variées, dès lors que plusieurs entités sont présentes dans un tel milieu, ce dernier est considéré comme granulaire. Les matériaux granulaires sont généralement divisés en catégories selon leur taille, et cette dénomination générale fait souvent référence à des systèmes dont les particules ont une taille supérieure à 100 μm [[Brown et Richards, 1970](#); [Nedderman, 1992](#); [Andreotti et al., 2011](#)].

Pour des grains de taille plus réduite, la dénomination change pour parler de poudres pour des particules entre 1 et 100 μm , comme illustré par la Figure 1.1. En effet, des grains de cette taille sont potentiellement plus fortement sujets aux perturbations et forces qui n'affectent habituellement pas les grains plus imposants, comme les interactions de van der Waals ou l'influence de l'humidité ou des liquides de manière générale, qui peuvent drastiquement

1.1. LES MATÉRIAUX GRANULAIRES

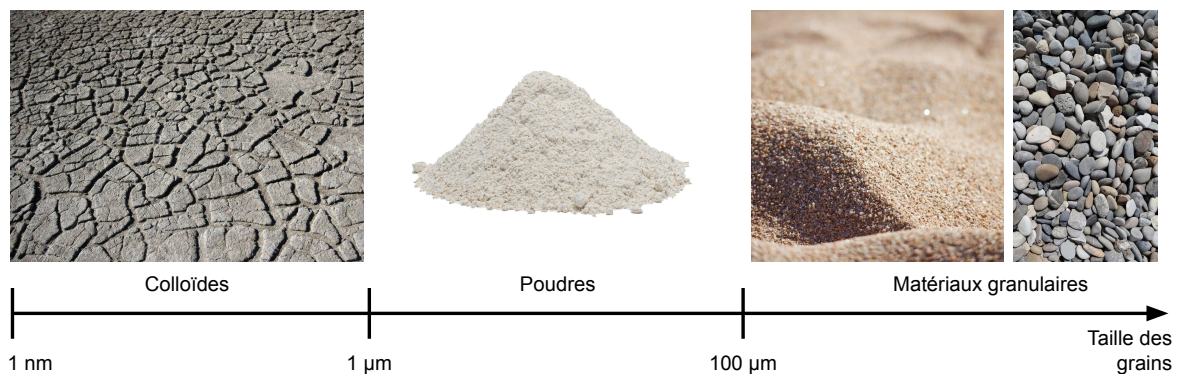


FIGURE 1.1 – Classification des milieux granulaires selon la taille des particules. Des plus petits aux plus gros grains : colloïdes (l'exemple présenté ici est de la boue), poudres (avec de la farine pour exemple) et matériaux granulaires (sable et galets ici).

changer le comportement de ces matériaux. Plus de détails seront fournis en Section 1.1.2 concernant les poudres. Il existe enfin une dernière catégorie pour des grains plus fins encore, dont les tailles sont comprises entre 1 nm et 1 µm, et qui sont appelés des colloïdes [Gold, 2019]. Ces matériaux sont très particuliers car les grains peuvent ici être soumis à l'agitation thermique de manière non négligeable [Russel et al., 1989], ce qui en fait des milieux uniques, qui ne seront pas traités dans le cadre de cette étude.

Cette définition d'un système de grains macroscopiques permet de mieux comprendre l'importance de tels matériaux dans la vie quotidienne, puisque ces derniers sont présents dans des domaines très variés, comme l'industrie chimique (combustibles, catalyseurs), pharmaceutique (production de comprimés à partir de poudres, manipulation des médicaments eux-mêmes), alimentaire (céréales), le génie civil (béton, remblais) ou encore les transports (bitume, asphalte), mais également bien évidemment dans la nature, avec par exemple les dunes, la neige et les avalanches, le sable et les tempêtes associées ou les glissements de terrain. Les enjeux à la fois industriels et environnementaux que représentent de tels matériaux sont donc énormes, d'où la nécessité d'étudier leur comportement afin de pouvoir optimiser leur conditionnement, transport et mise en mouvement, mais également pour comprendre, anticiper et réduire les risques liés à leurs déplacements naturels et écoulements non contrôlés, qui peuvent fragiliser les infrastructures et menacer les populations.

L'étude de tels milieux n'est cependant pas aisée, de par la complexité qu'ils représentent. En effet, même à l'heure actuelle il n'existe aucune théorie satisfaisante pour décrire la totalité des comportements granulaires observés autour de nous. La description d'un tel milieu est très complexe, et il existe plusieurs problèmes majeurs décrits par Andreotti et al. [2011] qui freinent leur compréhension. Parmi eux, nous pouvons en citer quelques uns des plus importants :

- **Nombre de particules** : dans un milieu granulaire naturel, le nombre de particules est toujours extrêmement élevé. Par exemple, 1 cm³, soit un volume proche d'une cuillère à café, peut contenir environ 1 000 000 de grains d'un diamètre de 100 µm. Même si les capacités de calcul augmentent d'année en année, ces quantités gigantesques de particules sont proches des limites de calculs possibles à l'heure actuelle, il est donc encore impossible de modéliser et suivre le comportement de systèmes naturels complets et

complexes. Ainsi, sachant que nous voulons tout de même étudier le comportement de tels systèmes, nous devons nécessairement réaliser des moyennes et approximations pour passer d'un modèle discret, où chaque particule existe individuellement, à un milieu plus continu.

- **Fluctuations thermiques** : le point précédent pourrait être invalidé par le fait qu'il est facile de modéliser les liquides et les gaz, qui possèdent des nombres de particules immensément plus élevés que les matériaux granulaires, mais la différence est subtile ici. Dans le cas des liquides et des gaz, les particules, qui sont des molécules, sont suffisamment petites pour être soumises à l'agitation thermique, qui leur donne ainsi un mouvement brownien. Cette agitation permet de faire des statistiques et des moyennes, qui permettent de très bien décrire un tel milieu à l'échelle macroscopique sans devoir passer par l'échelle microscopique. Les milieux granulaires ne sont pas soumis à cette agitation de par leur taille trop importante, qui rend l'énergie thermique négligeable par rapport aux autres énergies comme l'énergie potentielle de pesanteur. Les milieux granulaires sont donc dits « athermiques », dans le sens où les seules sources de mouvement sont géométriques ou mécaniques. La taille de grain maximale pour laquelle les fluctuations thermiques ont une influence notable se situe aux alentours de $1\ \mu\text{m}$, ce qui correspond au domaine des colloïdes.
- **Interactions complexes** : pour une représentation la plus réaliste possible, les milieux granulaires sont généralement décrits à l'échelle du grain, où entrent en jeu des phénomènes qui ne sont pas linéaires, notamment la friction entre les grains, ou l'inélasticité des particules lors de chocs. Ces phénomènes, de par leur non-linéarité, sont difficiles à représenter de manière réaliste.
- **Milieu dissipatif** : les matériaux granulaires sont très fortement dissipatifs. [Andreotti et al. \[2011\]](#) donnent le très bon exemple d'un objet lâché dans du sable, même dans le cas d'un objet rebondissant censé maximiser la restitution d'énergie, ce dernier ne rebondira pas, car l'énergie cinétique est dissipée au moment du choc dans les grains de sable, par friction et collisions multiples. Cette dissipation d'énergie à l'échelle du grain rend difficile la modélisation à l'échelle macroscopique.
- **États multiples** : un milieu granulaire peut exister sous plusieurs états, selon la façon dont il est sollicité [[Jaeger et al., 1996](#)]. Cette particularité est illustrée par la [Figure 1.2](#) qui montre qu'un matériau granulaire peut se comporter à la fois comme un solide, un liquide ou un gaz, voire les trois états simultanément selon l'énergie qui lui est apportée. Un tas de grains au repos se comportera ainsi comme un solide, alors qu'un matériau s'écoulant par exemple à travers un orifice aura un comportement approchant celui d'un liquide. Pour une agitation plus énergétique encore, les grains n'interagissent plus que par collisions binaires, comme dans un milieu dilué gazeux. De plus, comme illustré par la [Figure 1.2](#), lors de la mise en mouvement des grains d'un tel milieu, l'écoulement s'effectue sur des parties limitées du matériau qui représentent souvent de faibles épaisseurs, ce qui pose un problème fondamental pour la description d'un tel système par une méthode moyennée ou continue.

Les points énumérés précédemment donnent un aperçu de la complexité que représentent les milieux granulaires de manière générale, notamment de par la difficulté à les représenter de manière correcte. En effet, les morphologies idéales de grains pour les calculateurs et les simulations numériques sont parfaitement sphériques, afin de n'être décrites que par un seul

1.1. LES MATÉRIAUX GRANULAIRES

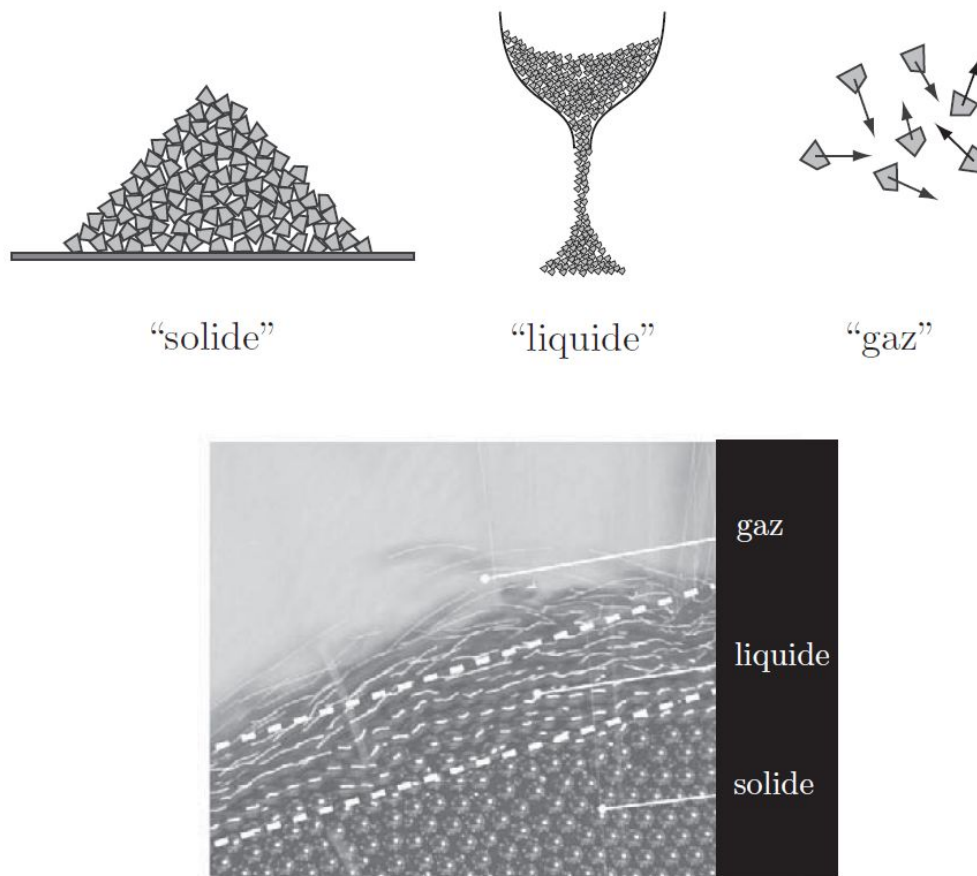


FIGURE 1.2 – Illustration des différentes façons qu’a un milieu granulaire de se comporter, solide, liquide ou gazeux, selon la façon dont il est sollicité. La photographie du bas représente une situation où ces trois états sont présents dans le même écoulement (d’après [Andreotti et al. \[2011\]](#)).

paramètre, le diamètre du grain. Cette modélisation n’est cependant pas du tout représentative de la nature, qui exhibe des morphologies infiniment variées, dont aucune n’est parfaitement sphérique. La même chose est visible avec la taille des grains, si idéalement tous nos grains ont globalement la même taille (à une dizaine de pourcents près), ce qui représenterait un milieu dit monodisperse, dans la nature les milieux granulaires sont très généralement dits polydisperses, avec des particules de tailles ou de formes différentes. Représenter de tels milieux complexes est très difficile, et représente un obstacle supplémentaire à surmonter.

Les propriétés morphologiques des grains sont très importantes pour la compréhension de leurs comportements, notamment dans les problématiques d’empilement et de compaction d’un matériau granulaire. En effet, plus les grains sont empilés de manière compacte, et plus le nombre de contacts entre eux sera élevé. Cela a des implications importantes sur les forces agissant au contact entre les grains, qui sont celles qui déterminent le comportement d’un système granulaire. Avant d’aller plus loin, il faut définir cette compacité, appelée fraction volumique ϕ , définie par le rapport entre le volume des grains et le volume total de

l'empilement qu'ils forment,

$$\phi = \frac{V_{grains}}{V_{empilement}}. \quad (1.1)$$

D'après cette définition, ϕ est forcément inférieure ou égale à 1. Par opposition, la porosité est définie par le rapport entre le volume de vide sur le volume total de l'empilement, soit $\epsilon = 1 - \phi$.

Pour un assemblage de particules sphériques de même taille, ces problématiques d'empilement sont bien connues et ont été largement étudiées de par leurs similitudes avec les systèmes cristallins, dont les mailles représentent souvent des assemblages précis et fixés. Ainsi, la valeur théorique de l'assemblage le plus dense possible pour ce cas de figure est $\phi = 0,74$, ce qui est équivalent, dans les structures cristallines, à une maille cubique à faces centrées. Cet assemblage est cependant difficile à obtenir à partir de milieux granulaires, même pour des particules monodisperses, en effet en pratique l'agitation d'un tel système pour le compacter nous donne accès à une valeur maximale de $\phi = 0,64$, soit bien moins compact que le maximum théorique (on parle de *Random Close Packing* ou RCP, [Scott \[1960\]](#); [Scott et Kilgour \[1969\]](#)). Par opposition, nous pouvons également définir l'état aléatoire le plus lâche ou *Random Loose Packing* (RLP, [Scott \[1960\]](#); [Onoda et Liniger \[1990\]](#)), qui correspond à la valeur minimum pour laquelle un empilement est stable. Ces informations nous indiquent donc que le paramètre ϕ dépend de l'histoire du matériau considéré.

Ces problématiques d'empilement, si elles sont importantes pour des systèmes monodisperses, le sont d'autant plus pour des systèmes avec des particules de tailles différentes. En effet, si un matériau granulaire présente par exemple deux tailles typiques de grains qui sont très différentes, les assemblages permis par ce dernier sont beaucoup plus denses que pour un système à une seule taille, car les petits grains peuvent désormais se loger dans les espaces laissés entre les plus gros. En faisant varier C la concentration massique de grosses particules dans un tel mélange, $C = m_g / (m_g + m_p)$ avec m_g la masse des grosses particules et m_p la masse des petits grains, il est possible d'atteindre des valeurs très élevées de fractions volumiques, comme le montre la Figure 1.3 tirée de [Andreotti et al. \[2011\]](#). Il existe même des cas extrêmes théoriques appelés empilements d'Apollonius, qui combinent les espaces vides avec des particules de plus en plus petites en une structure fractale.

Ces divers états de compaction montrent à quel point les matériaux granulaires peuvent être conditionnés dans des états différents, ce qui peut changer drastiquement leurs propriétés et comportements. Ces comportements macroscopiques sont déterminés par des interactions à l'échelle du grain, ce qui signifie que les systèmes plus compacts vont subir plus d'interactions, ce qui modifie la façon dont ils vont se comporter macroscopiquement. Dans notre cas, nous restons sur l'étude d'assemblages dans des états relativement denses, des systèmes granulaires statiques, quasi-statiques ou dynamiques en écoulement, ces aspects sont donc importants à prendre en considération.

Les forces qui interviennent au contact entre deux grains sont, comme nous l'avons déjà évoqué, fondamentales pour comprendre et représenter le comportement macroscopique d'un assemblage granulaire. Nous prenons la liberté de ne pas les décrire en détail ici, car elles le seront dans la Section 4.1.2 qui explicite le modèle complet de forces que nous avons considéré au cours de cette étude. Cette section ne liste pas de manière exhaustive les différents modèles qui s'affrontent généralement dans la modélisation des milieux granulaires,

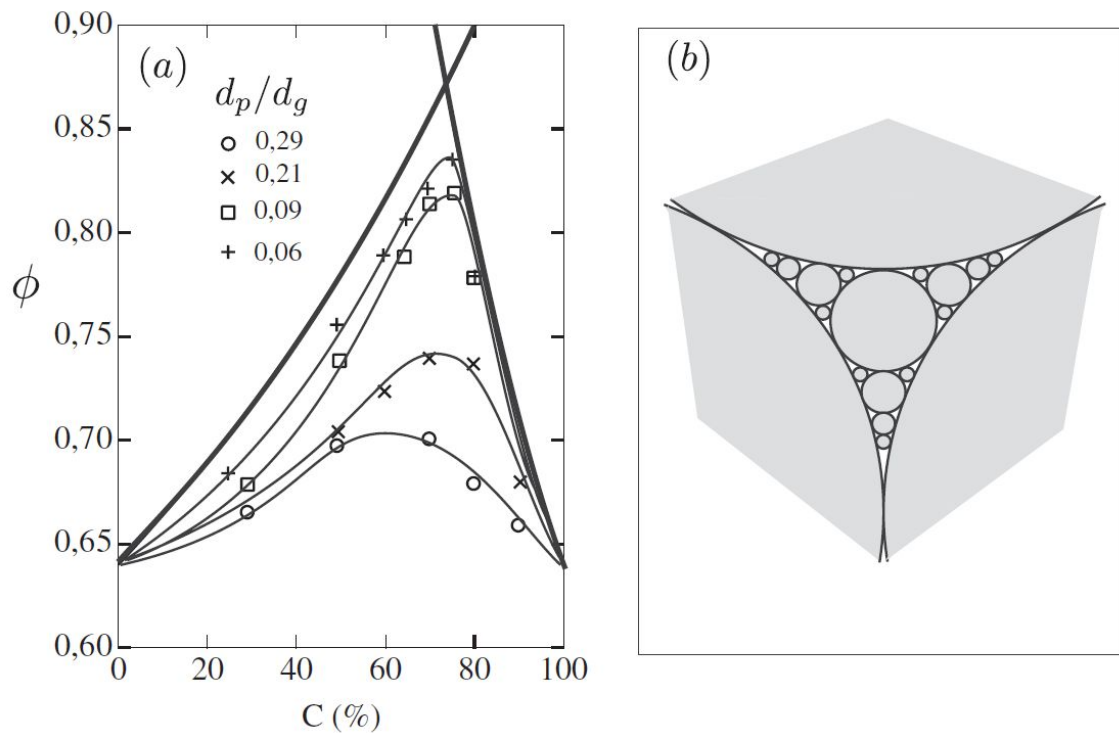


FIGURE 1.3 – (a) Illustration des compacités maximales atteignables en fonction de la concentration massique dans des assemblages polydispersés pour différents rapports de diamètre des petits grains d_p et des gros grains d_g (les données étant fournies par le travail de [Cumberland et Crawford \[1987\]](#)). (b) Illustration d'un cas extrême de polydispersité appelé empilement d'Apollonius, où les espaces vides sont comblés par des particules de plus en plus petites. Ces deux figures ont été directement tirées de [Andreotti et al. \[2011\]](#).

mais elle donne un aperçu global des types de forces qu'il est possible de prendre en considération et des grands principes associés. Cette section se limite toutefois aux forces pertinentes dans le cadre de notre étude.

1.1.2 Les poudres comme matériau granulaire particulier

Comme mentionné précédemment, les poudres constituent une classe à part entière dans le domaine des matériaux granulaires, et sont définies par la taille de leurs grains essentiellement, située entre 1 et 100 μm . Si cette distinction peut sembler arbitraire au premier abord, ce critère de taille est critique en réalité, car il permet de distinguer des systèmes qui sont sensibles à des forces microscopiques différentes. En effet, des forces qui peuvent être négligeables pour des particules imposantes peuvent acquérir une importance majeure si les grains considérés sont suffisamment petits. C'est le cas notamment des forces de cohésion, qui peuvent être de différentes natures, mais qui ont toutes un effet bien plus important sur de petites particules, typiquement de la taille de grains représentative des poudres. Ainsi, de par leur nature même les poudres représentent une gamme de comportements qui peut largement différer de ceux observés pour des matériaux granulaires plus classiques. Il est à noter cepen-

dant que cette définition est valable pour le cas terrestre, correspondant donc à une certaine gravité qui est relativement importante. L'importance des forces de cohésion, par exemple, dépend également de la gravité, et est généralement déterminée par le nombre de Bond, qui est un nombre sans dimension correspondant au rapport entre la force de cohésion et la force de gravité, et qui sera introduit par la suite avec l'Équation 1.2.

Ainsi, pour de gros grains, ce sont les forces élastiques et le frottement qui dominent le comportement, mais d'autres forces agissent également, qui sont habituellement négligeables mais qui revêtent une importance marquée pour des grains plus petits. C'est le cas notamment de l'interaction électrostatique, de l'adhésion de grains par les forces atomiques, de la cohésion capillaire ou de la formation de ponts solides.

La force électrostatique est une interaction qui se base sur l'acquisition de charges électriques par des grains lors de frottements entre eux ou contre des parois. Elle intervient généralement lors de processus très dynamiques d'écoulement ou de mise en suspension de grains, ce qui multiplie les collisions et les frottements, et sont plus efficaces dans un air sec sur des matériaux peu conducteurs. Ces forces sont suffisantes pour faire léviter les particules les plus petites ou les plus légères, ce qui peut poser des problèmes lors de leur transport ou leur écoulement. Il existe également des risques d'explosion ou de décharge subite par formation d'arcs électriques qu'il est nécessaire de considérer dans les domaines industriels, où de gros volumes sont généralement manipulés. Dans notre cas, considérant les petits volumes manipulés et les faibles énergies de déplacement que nous souhaitons mettre en jeu, ces effets ne jouent certainement pas un rôle majeur dans le comportement du matériau que nous considérerons.

En temps normal, deux objets en contact appliquent l'un sur l'autre une force d'attraction issue de l'interaction entre les atomes qui constituent leur surface [Israelachvili, 1992; Andreotti et al., 2011]. Ces forces sont les interactions de van der Waals, dipolaires, les liaisons covalentes ou encore hydrogènes. Si les particules en contact sont suffisamment grosses, ces forces sont négligeables devant les autres forces de contact et notamment le poids des grains eux-mêmes, mais elles commencent à avoir une importance non négligeable lorsque la taille des particules est réduite, donc pour le cas des poudres que nous considérons ici. Ces forces d'attraction donnent lieu à un phénomène d'adhésion entre les grains, qui nécessitent donc une force supplémentaire pour être séparés lorsqu'ils sont en contact. On parle alors de force d'adhésion ou de cohésion, dont la portée est très réduite, elles n'agissent donc que lorsqu'il y a contact entre les grains. Israelachvili [1992] fournit une représentation graphique des plus explicites concernant le fonctionnement de cette force, visible en Figure 1.4a. Ce graphe montre que lorsque les particules sont en contact ou éloignées d'une distance suffisamment courte, la force adhésive F_{adh} domine, mais lorsqu'une force extérieure F_{ext} vient appuyer sur deux grains en contact, ces derniers se déforment, et la force élastique répulsive F_{el} l'emporte au niveau de la zone de déformation. En revanche, en périphérie de cette zone de contact déformée, la distance est de nouveau suffisante pour autoriser la force adhésive à jouer un rôle non négligeable, et il se forme donc un joint adhésif autour de la zone de contact entre deux grains. Cette situation est illustrée par la Figure 1.4b, qui montre la situation d'un contact entre deux particules forcé par un élément extérieur, et la Figure 1.4c qui montre la représentation plus précise de ce joint adhésif formé autour de la zone répulsive lors d'un contact.

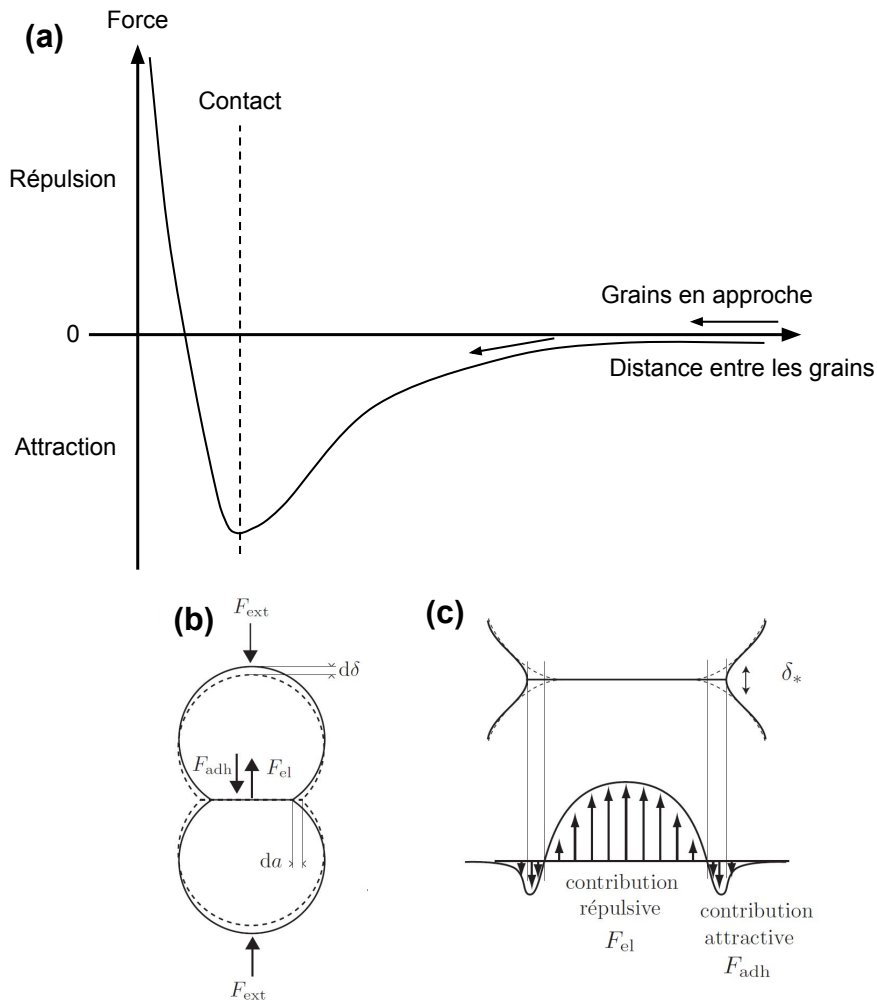


FIGURE 1.4 – (a) Illustration de l'évolution de la force au contact entre deux particules en fonction de la distance entre ces dernières (tirée de [Israelachvili \[1992\]](#)). (b) Illustration d'un contact entre deux particules sphériques lorsqu'une force d'adhésion F_{adh} entre en jeu pour contrebalancer l'effet de la force répulsive F_{el} . Les particules sont rapprochées d'une distance $d\delta$ et la zone de contact s'agrandit de da . (c) Illustration de la localisation du joint adhésif autour de la zone de contact, qui elle est dominée par les forces répulsives. La force d'adhésion crée une déformation du contact sur une hauteur δ^* . Les illustrations (b) et (c) ont été tirées de [Andreotti et al. \[2011\]](#).

L'expression rigoureuse des forces d'attraction liées aux interactions moléculaires requière une complexité telle que des méthodes alternatives simplifiées ont été imaginées. Ainsi, plutôt que de décrire chacune des forces intermoléculaires, l'adhésion est modélisée par une seule grandeur approximative qui permet de toutes les prendre en compte sous une même valeur, appelée énergie de surface [[Kendall, 1971](#); [Johnson et al., 1971](#)]. Physiquement, l'énergie de surface représente l'énergie nécessaire pour créer une unité de surface. Cette grandeur peut être reliée au joint adhésif précédemment évoqué lors du contact entre deux grains, car ce joint représente une zone en tension. Selon la nature du processus intermoléculaire dominant, l'énergie de surface est plus ou moins élevée, et donc les matériaux

adhèrent plus ou moins bien les uns aux autres.

Plusieurs modèles s'affrontent pour l'expression de la force d'adhésion, selon la nature des particules considérées [Bradley, 1932; Tabor, 1977; Greenwood, 1997; Johnson et Greenwood, 1997; Derjaguin et al., 1975; Maugis, 1992], qui représentent généralement une simplification de la situation décrite en Figure 1.4c. Ainsi, la cohésion d'un matériau granulaire peut être comprise entre deux limites selon la rigidité des grains considérés. Dans le cas de particules molles, c'est le modèle de cohésion décrit par Johnson et al. [1971] qui prévaut, alors que dans le cas de particules rigides, c'est la théorie de Derjaguin et al. [1975] qui prime. Nous verrons de manière plus détaillée ces modèles et ce qui les distingue dans la Section 4.1.2.

Une autre force de cohésion extrêmement importante dans le cas des poudres est la force de cohésion capillaire, induite par la présence, même faible, de liquide entre les grains. Il est très simple de vérifier intuitivement ce phénomène par l'exemple des châteaux de sable : construire un château avec du sable sec relève de l'impossible, et ne permet de former que des tas, là où l'ajout d'eau à notre matériau granulaire permet de rendre le système extrêmement cohésif, et permet ainsi d'ériger des structures très aériennes (Figure 1.5). Ces constructions d'enfants sont rendues possibles par l'eau entre les grains, qui forme des ponts liquides à même de supporter le poids d'un ensemble de grains, et ce même avec une très faible quantité de liquide [Hornbaker et al., 1997; Bocquet et al., 2002]. Ainsi, même un taux d'humidité suffisamment élevé suffit à influencer l'angle de stabilité d'un sable en écoulement [Frayssé et al., 1999], ce qui peut poser d'importants problèmes lors du traitement des poudres dans des milieux humides.



FIGURE 1.5 – Exemples de sculptures à base de sable réalisées par l'artiste Wilfred Stijger, qui montrent toute la complexité qu'il est possible d'atteindre dans des structures construites à base d'un matériau rendu cohésif par l'ajout d'un liquide, comme le sable.

Tout comme les forces adhésives liées aux interactions moléculaires, les poudres sont très sensibles à la cohésion capillaire de par leurs très petits grains. En effet, il est bien plus facile de réaliser un château de sable qu'un château de galets, et ce même en présence d'une grande quantité de liquide, car les ponts liquides sont plus efficaces pour soutenir des grains plus légers. Ainsi, pour toutes les raisons évoquées précédemment, les poudres forment bel et bien une classe à part des matériaux granulaires de par la complexité qu'elles représentent,

1.1. LES MATÉRIAUX GRANULAIRES

considérant les phénomènes supplémentaires à prendre en compte pour les transporter, les stocker et les manipuler, mais aussi pour comprendre avec précision leur comportement lors de leur étude détaillée. Dans le cas de l'étude présentée dans ce manuscrit, la cohésion due aux interactions moléculaires, et donc le paramètre d'énergie de surface, est celle qui est la plus pertinente et qui, dans le cas de la glace (notre matériau d'étude, comme cela sera explicité par la suite), semble exhiber des propriétés uniques lorsqu'elle est soumise à des changements de température.

Comme évoqué précédemment cependant, l'importance de cette cohésion dépend de la situation que nous considérons, notamment la taille des grains en présence, la densité de ces derniers, mais aussi la gravité à laquelle nous nous plaçons, ce qui aura son importance pour la suite lorsque nous considérerons des lunes ou des corps plus petits que la Terre. Il existe un nombre sans dimension qui permet de décrire l'importance de cette cohésion par rapport à ces autres paramètres, qui est le nombre de Bond Bo , défini comme le rapport entre la force de cohésion et le poids de la particule considérée :

$$Bo = \frac{\|\vec{F}_{cohésion}\|}{\|\vec{F}_{gravité}\|} \propto \frac{\gamma}{\rho_p g d_p^2}, \quad (1.2)$$

avec γ l'énergie de surface du matériau considéré, ρ_p la densité de la particule, d_p son diamètre, g l'accélération de la pesanteur. Ce nombre sans dimension permet ainsi de quantifier l'importance de la cohésion par rapport à la gravité. Ainsi, un nombre de Bond critique $Bo_c = 1$ correspond à une situation où l'énergie de surface du matériau permet de soutenir le poids d'un grain. Un exercice intéressant pourrait être de calculer la taille maximale du grain qui peut être ainsi supporté, pour une énergie de surface donnée et une gravité variable. Nous pouvons par exemple prendre le cas de la Terre, avec $g_{terre} = 9,81 \text{ m.s}^{-2}$, et le cas d'Encelade (petite lune de Saturne qui sera décrite dans la suite de cet exposé), dont l'accélération de la pesanteur vaut $g_{enc} = 0,11 \text{ m.s}^{-2}$. Dans tous les cas, le diamètre critique d_{crit} vaut :

$$d_{crit} \propto \sqrt{\frac{\gamma}{\rho g}}. \quad (1.3)$$

Ainsi, si nous calculons le rapport des diamètres critiques obtenus pour la Terre et Encelade, nous obtenons le rapport suivant :

$$\frac{d_{crit,enc}}{d_{crit,terre}} = \sqrt{\frac{g_{terre}}{g_{enc}}} \approx 9,4. \quad (1.4)$$

Ce résultat illustre clairement la différence qui peut exister entre deux corps planétaires radicalement différents. En effet, cette valeur signifie qu'une même valeur d'énergie de surface est capable de soutenir le poids d'un grain 9,4 fois plus gros sur Encelade que sur Terre. Cela montre parfaitement la variabilité que peut revêtir cette intensité de la cohésion, selon le contexte dans lequel les matériaux granulaires sont placés.

1.1.3 Méthodes de caractérisation classiques

De par la complexité que représentent les matériaux granulaires, ils ont été intensément étudiés, qu'il s'agisse du domaine de la recherche scientifique, ou pour une approche plus

industrielle pour des caractérisations précises, reproductibles, à des fins de contrôle d'un matériau par exemple. Cette sous-section a pour objectif de présenter les grandes méthodes utilisées pour décrire les propriétés intrinsèques des matériaux granulaires, et plus particulièrement des poudres. Leur mise en œuvre pour la caractérisation des poudres de glace, matériau très particulier, sera explicitée dans le Chapitre 3.

1.1.3.1 Caractérisation des poudres

Face à la longue liste de méthodes existantes pour caractériser les propriétés des poudres, nous avons dû faire des choix au sein de ce manuscrit, afin de décrire uniquement les méthodes pertinentes et/ou les plus utilisées habituellement dans ce domaine. Pour une liste plus exhaustive, il est possible de se référer au travail de [Barletta et al. \[2019\]](#) qui ont répertorié un très grand nombre de ces méthodes de caractérisation. Celles qui sont présentées dans ce manuscrit ont été tirées de leur travail.

[Barletta et al. \[2019\]](#) distinguent trois grands types de méthodes de caractérisation, définies comme suit :

- **Méthodes statiques** : basées sur la mesure d'un matériau granulaire au repos, après une phase de préparation impliquant un écoulement dudit matériau.
- **Méthodes dynamiques** : basées sur la mesure en temps réel des propriétés d'une poudre en conditions dynamiques, à savoir lors d'un écoulement imposé au matériau.
- **Méthodes sous consolidation imposée** : ces méthodes sont plus complexes à mettre en œuvre car elles nécessitent deux étapes pour être réalisées. Une première étape consiste à consolider l'échantillon en lui appliquant une contrainte définie, et une deuxième étape consiste à mesurer un point de rupture, qui correspond à la résistance du matériau à l'écoulement. Ces méthodes sont souvent appelées « quasi-statiques » car elles mettent en jeu des vitesses de déformation très faibles.

Pour le reste de cette liste nous utiliserons cette classification afin d'augmenter progressivement la complexité des méthodes utilisées.

Méthodes statiques

Pour ces méthodes, la mesure la plus simple à réaliser est la mesure de l'angle de repos, qui correspond à l'angle de la surface libre d'un tas de poudre au repos par rapport à l'horizontale. Cette grandeur est directement reliée à la coulabilité, ou la capacité d'une poudre à s'écouler, c'est-à-dire que plus cet angle est faible, plus la poudre peut s'écouler librement. Généralement, les angles mesurés sont situés entre $15 - 20^\circ$ et $60 - 70^\circ$. La mesure de cet angle, si elle paraît simple en apparence, peut s'avérer relativement complexe car ce dernier va dépendre de la manière dont l'échantillon est préparé. En l'absence de normes, différentes valeurs d'angles de repos peuvent donc être rencontrées pour un même matériau. Il existe également d'autres méthodes de mesure d'angle de repos dans des dispositifs en rotation, mais sachant qu'il s'agit de mesures sur des écoulements imposés et continus, elles seront traitées dans la partie concernant les mesures dynamiques. Dans le cas simple de tas au repos, nous parlerons d'angle de repos statique.

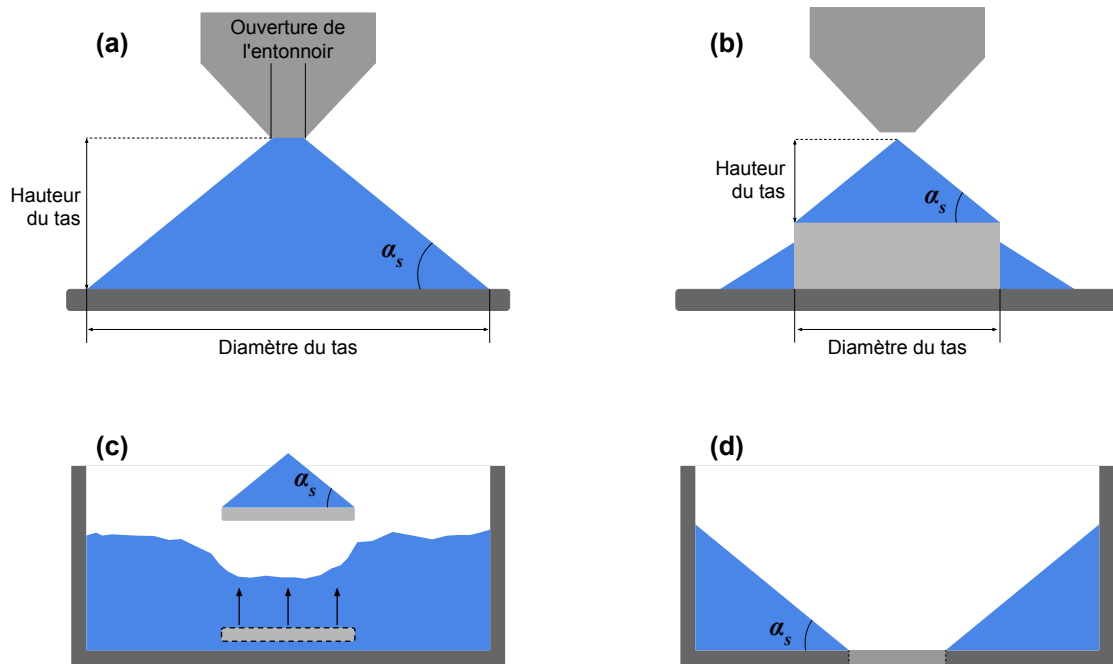


FIGURE 1.6 – Illustration des différentes manières de préparer un matériau granulaire afin de mesurer son angle de repos statique. (a) Écoulement à travers un entonnoir, avec la hauteur du tas fixe, déterminée par la hauteur de l'entonnoir. (b) Écoulement à travers un entonnoir, avec la largeur du tas fixe déterminée par la largeur du support. (c) Méthode dite de la « spatule ». (d) Méthode dite du drainage. D'après [Barletta et al. \[2019\]](#).

Comme indiqué précédemment, nombreuses sont les techniques destinées à la formation d'un tas de poudre, et donc de lecture d'angle de repos statique. Les plus courantes sont décrites par la Figure 1.6. Les deux techniques les plus simples consistent à verser le matériau à travers un entonnoir pour former un tas. Soit la hauteur de ce tas est fixée (Figure 1.6a), ce qui signifie que la détermination de l'angle de repos statique α_s s'appuie sur la mesure de la largeur du tas, soit la largeur de l'empilement est fixe (Figure 1.6b), ce qui signifie que l'angle est déterminé par la hauteur de ce dernier [[Geldart et al., 2006](#)]. De manière plus sophistiquée, il est également possible de créer un tas par la méthode dite de la « spatule », qui donne ainsi un « angle de spatule » (Figure 1.6c). Pour ce faire, il faut préparer un lit de poudre préalable, et récupérer à l'aide d'un support plat (d'où l'appellation de spatule) un paquet de matériau, qui forme ainsi un tas sur le support avec un angle égal à α_s . Enfin, une dernière méthode consiste à créer une pente au repos dans notre matériau en utilisant un contenant percé au fond, dans lequel la poudre a été préalablement versée. Lorsque le fond du contenant est ouvert, la poudre s'écoule par drainage, pour laisser sur les bords des résidus de poudre dont l'angle est théoriquement égal à l'angle de repos statique. À noter l'usage du mot « théoriquement », car cet angle peut être affecté par le degré de consolidation de la poudre, et peut donc afficher des valeurs légèrement plus élevées que l'angle de repos statique.

Tous les cas et schémas présentés précédemment sont valables pour des poudres avec une capacité à s'écouler relativement bonne, ce qui ne concerne que les matériaux très peu

voire pas du tout cohésifs. En effet, dans ces cas simples la poudre affiche un angle de repos statique unique et constant sur tout l'édifice pour les méthodes de versement classiques, qui représente l'angle de frottement interne du matériau [Nedderman, 1992]. Pour des poudres cohésives, en revanche, l'histoire est toute autre car un tas formé par ce type de matériau n'exhibera pas le même angle le long de son profil. L'angle est minimal à la base du tas, α_{s1} , et augmente progressivement jusqu'à son sommet pour atteindre α_{s2} , ce qui rend difficile la définition d'une pente et la détermination d'un angle de repos (Figure 1.7, de Ryck et al. [2005]). Une illustration avec des cas réels est disponible en Section 2.1.4, Figure 2.8.

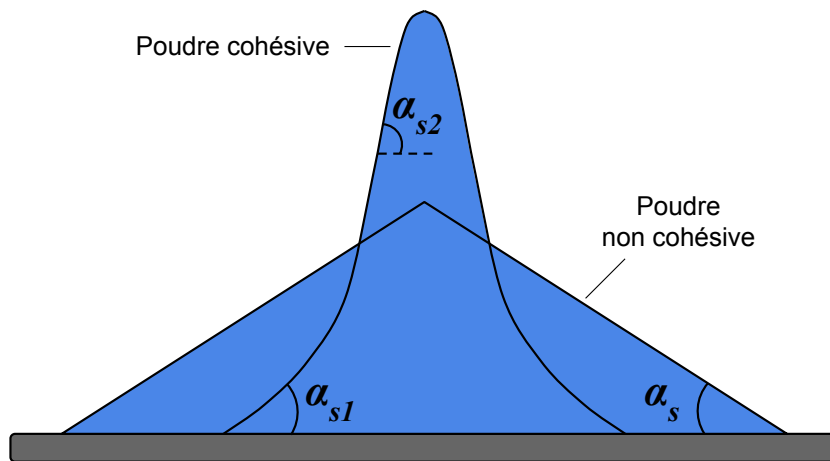


FIGURE 1.7 – Illustration de la différence de comportement au repos observé pour des poudres cohésives, qui ont du mal à s'écouler, et des poudres non cohésives qui s'écoulent librement. Figure tirée de Barletta et al. [2019].

Malgré sa facilité de mise en place, la mesure d'un angle de repos statique n'est qu'assez peu standardisée dans le domaine industriel ou de la recherche. Plusieurs dispositifs commerciaux existent pour une telle mesure, de par leur simplicité et le faible coût nécessaire (GranuHeap de la société Granutools, *Powder Characteristics Tester PT-X* de Hosokawa Micron, PTF 1 de la société Sotax Corporation, etc.). En revanche, il est important de noter ici que la mesure de l'angle de repos statique ne donne qu'une information indirecte sur la capacité d'écoulement des poudres, car il ne décrit le matériau que dans un état non compacté, ce qui limite fortement son utilisation. Ainsi, cet indice n'est souvent utilisé que pour trier les poudres en termes d'écoulement, selon des comparaisons relatives, ou pour le contrôle qualité.

Une autre méthode de caractérisation statique très largement utilisée est la mesure des densités, et plus particulièrement la mesure de rapports de densités. Nous définissons ici la densité « en vrac » d'un matériau, ρ_b , par la masse d'un échantillon divisée par le volume qu'il occupe, y compris la porosité intra- ou inter-grains, par opposition à la densité réelle du matériau ρ_s , qui ne considère que le volume occupé par les grains solides. Ainsi, en première approximation dans l'air, nous avons :

$$\rho_b = \rho_s (1 - \epsilon), \quad (1.5)$$

avec ϵ la porosité, ou le rapport du volume des pores V_p sur le volume total V_{tot} . Ainsi, d'après l'équation précédente, la densité en vrac du matériau dépend essentiellement de l'état de

1.1. LES MATÉRIAUX GRANULAIRES

compaction de ce dernier, qui définit la porosité. Cette densité en vrac permet de caractériser le matériau en termes de capacité des grains à se réorganiser et se compacter, ce qui est essentiel pour la caractérisation de la capacité d'écoulement d'un système granulaire.

Ainsi, idéalement pour caractériser la coulabilité d'un matériau, sa densité est caractérisée à deux états de compaction au cours d'un même processus de compaction. Habituellement, un état lâche avant toute compaction, correspondant à une densité dite « versée » ρ_p , est utilisé comme point de repère, et comparé à un état compacté suivant une procédure précise, généralement en tapant à de nombreuses reprises le système granulaire pour permettre aux grains de se réorganiser, correspondant à une densité dite « tassée » ρ_t . La comparaison entre ces deux états est donnée par l'indice de Hausner Hr ,

$$Hr = \frac{\rho_t}{\rho_p}. \quad (1.6)$$

D'autres indices, équivalents en termes d'informations sur la capacité d'écoulement du matériau considéré, existent également, comme la compressibilité du matériau Co ou l'indice de Carr CI [Carr, 1965], qui sont plutôt utilisés dans des domaines précis comme l'industrie pharmaceutique :

$$Co = \frac{(\rho_t - \rho_p)}{\rho_t} = 1 - Hr^{-1}, \quad (1.7)$$

$$CI = \frac{(\rho_t - \rho_p)}{\rho_p} \times 100 = (Hr - 1) \times 100. \quad (1.8)$$

Il existe enfin un dernier indice très proche de l'indice de Hausner, mais qui utilise une densité dite « aérée » ρ_a à la place d'une densité tassée pour caractériser le matériau. Cette densité aérée s'obtient par un processus de pluviation, qui consiste simplement à faire pleuvoir les grains en une cascade plus dispersée que pour une simple densité versée. Cet indice est connu sous la dénomination de rapport de compaction (*Packing Ratio*, PR , Santomaso et al. [2003]),

$$PR = \frac{\rho_a}{\rho_p}. \quad (1.9)$$

Ce rapport, s'il ressemble à l'indice de Hausner en apparence, est cependant plus sensible que ce dernier aux variations de coulabilité d'une poudre [Santomaso et al., 2003], ce qui en fait un paramètre intéressant à mesurer.

Les différentes manières d'obtenir les densités nécessaires pour le calcul de ces rapports peuvent paraître simples en apparence, mais elles mobilisent en réalité la poudre de manière dynamique, même si la mesure s'effectue de façon statique. Ainsi, de petites variations de protocoles, surtout pour les mesures de densité avant compaction, peuvent mener à des différences majeures pour l'état initial du matériau granulaire considéré, et un soin tout particulier doit être apporté à leur réalisation. Malgré cela, les protocoles standards pour la préparation des matériaux en vue d'une telle mesure restent rares, mais ils reposent tous sur des principes similaires, à peu de choses près. Le protocole le plus simple et le plus largement utilisé est celui de la mesure de la densité versée. En effet, ce dernier consiste à simplement verser l'échantillon dans un contenant cylindrique de volume connu à l'aide d'un entonnoir, mais même pour cette procédure simple, la hauteur de chute doit être contrôlée car elle détermine

en partie le degré de compaction de la poudre. Pour ce protocole, le contenant est rempli en excès, et le surplus de poudre doit être retiré en raclant la surface pour être certain d'avoir un niveau plat, et un contenant entièrement rempli. La masse de poudre mesurée dans le contenant peut ensuite être divisée par le volume de ce dernier pour obtenir la densité versée. Ce protocole est illustré schématiquement par la Figure 1.8a.

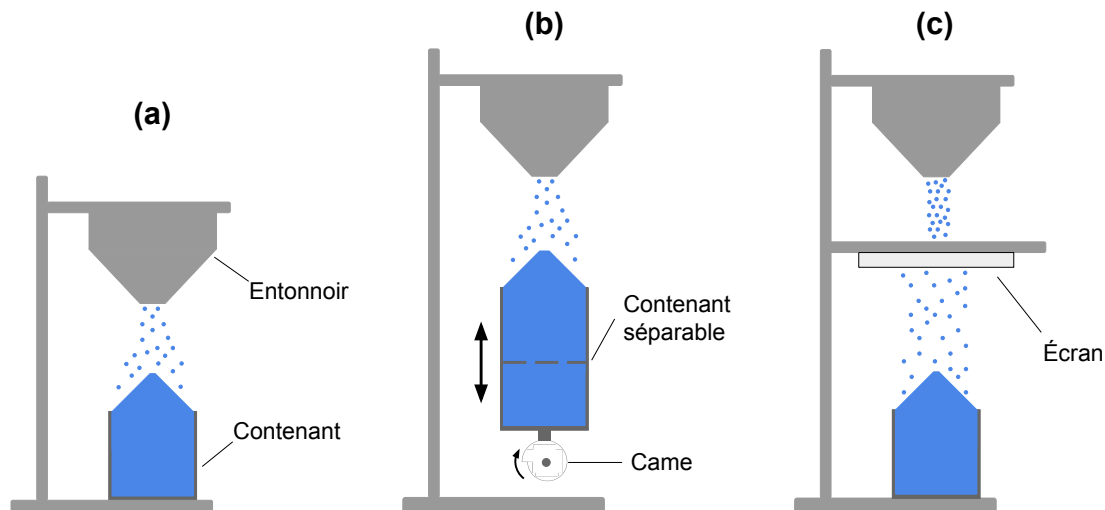


FIGURE 1.8 – Illustrations des différentes méthodes de préparation pour la mesure de la densité (a) versée, (b) tassée et (c) aérée. Inspirées de Barletta et al. [2019].

La densité tassée est plus complexe à obtenir car elle nécessite un contrôle précis de la procédure de compaction. Plusieurs protocoles existent, qui sont basés sur la même procédure de compaction mais sur des mesures finales différentes. Ainsi, il est possible de réaliser des mesures à masse fixe en déterminant le volume de la poudre après compaction, ou alors plutôt à volume fixe en mesurant la masse d'échantillon dans un contenant de volume fini, après avoir effectué la série de coups. Cette méthode, de par sa plus grande précision, est souvent privilégiée, mais elle requiert une complexité supplémentaire. En effet il faut, dans ce cas de figure, disposer d'un contenant en deux parties séparées, une section basse et une section haute, qui s'empilent et qu'il est possible de séparer [Santomaso et al., 2003]. Ce contenant est rempli largement, de manière à ce qu'après la procédure de compaction le niveau de la poudre soit toujours au-dessus du bord du contenant bas. Ainsi, pour la mesure finale il est possible de retirer la partie haute du contenant, et de mettre à niveau la poudre dans la partie basse pour réaliser une mesure similaire à la densité versée, avec cette fois-ci un échantillon pleinement compacté. L'alternative de la masse fixée est possible si nous pouvons mesurer le volume de la poudre avec un niveau de précision suffisant. Généralement cette mesure est effectuée dans un contenant gradué, ce qui est propice aux imprécisions de lecture, mais l'utilisation d'un capteur de distance comme un laser peut augmenter largement cette précision en mesurant la hauteur exacte de la surface de la poudre, et donc le volume qu'elle occupe (voir Section 2.5.2).

Pour un contrôle précis du processus de compaction, il existe des dispositifs automatiques d'application de coups, qui utilisent des principes simples de cames (Figure 1.8b) tournant à une vitesse constante, ce qui permet de faire tomber le contenant à une fréquence précise,

1.1. LES MATÉRIAUX GRANULAIRES

une hauteur de chute définie et constante, et donc d'appliquer des chocs réguliers à la fois dans le temps mais aussi en intensité. La procédure de compaction est considérée comme complète lorsque le volume du matériau ne change plus et atteint donc un minimum, ou que le nombre de chocs initialement défini est atteint.

Enfin, l'état dit « aéré » d'une poudre peut être obtenu de différentes manières, soit par fluidisation par un flux de gaz ascendant à travers le matériau, progressivement diminué jusqu'à l'arrêt pour permettre aux grains de se réorganiser, soit par un phénomène de pluviation (la méthode la plus utilisée), qui consiste à faire tomber les grains en une pluie fine en les séparant à l'aide d'un écran (Figure 1.8c, Geldart et al. [1984]; Santomaso et al. [2003]), ce qui leur permet de s'organiser de manière plus efficace qu'en leur appliquant des coups comme pour la densité tassée. Ainsi, pour des poudres cohésives, la densité aérée est généralement plus faible que la densité tassée de par le fait que la cohésion empêche les grains de se réorganiser facilement au vu des faibles énergies cinétiques mises en jeu, mais c'est l'inverse qui se produit pour des poudres non cohésives, qui présentent $\rho_a > \rho_t$.

Méthodes dynamiques

Ces méthodes sont plus difficiles à mettre en place que les méthodes de caractérisation statiques définies précédemment car elles requièrent nécessairement un écoulement dynamique des échantillons à analyser. Il existe cependant plusieurs niveaux de complexité au sein même de cette catégorie.

La caractérisation dynamique la plus intuitive est certainement la mesure de la capacité d'un matériau granulaire à s'écouler à travers un orifice de taille calibrée et connue. Plusieurs variables peuvent être extraites de ce type de mesure, comme la taille minimale de l'orifice à travers lequel un tel matériau peut s'écouler [Lavoie et al., 2002], mais également le temps mis par une masse déterminée du système granulaire considéré à s'écouler à travers une ouverture de taille fixe, qui donne ce qui est appelé le temps de décharge. Dans ce cas simple, seule la gravité agit sur la poudre et permet sa mise en écoulement.

Plusieurs géométries sont classiquement utilisées dans la mesure de telles variables, soit un cylindre rempli de poudre, à fond plat interchangeable qui permet la mise en place de plusieurs ouvertures de diamètre défini, typiquement compris entre 4 et 40 mm (on parle alors d'écoulement « poudre sur poudre » car la surface sur laquelle s'écoulent les grains à travers l'orifice est constituée de la poudre elle-même au fond du contenant, voir Figure 1.9a), soit des entonnoirs présentant différents diamètres d'ouverture, afin de plutôt simuler des processus de transports industriels (on parle alors d'écoulement « poudre sur paroi », car la surface sur laquelle s'écoule le matériau est alors constituée par les parois de l'entonnoir, voir Figure 1.9b).

Ces méthodes sont faciles à mettre en place mais nécessitent tout de même certaines conditions pour assurer une mesure précise. Il est par exemple nécessaire d'avoir une hauteur de poudre suffisante dans les contenants pour permettre un débit constant, généralement il faut une hauteur et une largeur de contenant au moins deux fois supérieures au diamètre de l'ouverture par laquelle s'écoule la poudre. De la même manière, si l'ouverture est trop petite face à la taille des particules, des blocages mécaniques peuvent avoir lieu avec la formation

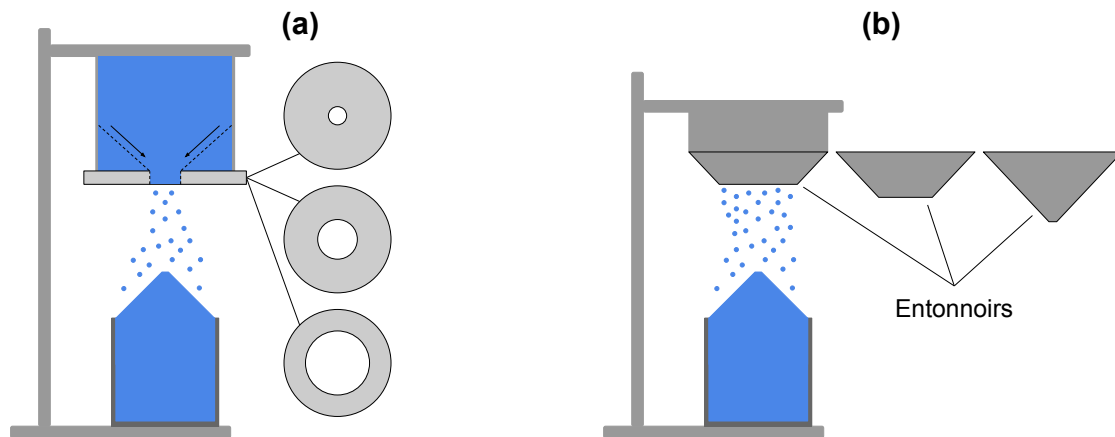


FIGURE 1.9 – Illustrations des deux méthodes classiquement utilisées pour la mesure de la capacité d’écoulement d’un matériau granulaire, avec (a) un cylindre à fond plat muni d’ouvertures interchangeables et (b) des entonnoirs de différents diamètres d’ouverture. D’après Barletta et al. [2019].

d’arches de grains. Ainsi, un diamètre d’orifice six fois plus grand que la largeur d’un grain est recommandé [Nedderman, 1992].

Il est à noter que ces méthodes fonctionnent par gravité seule uniquement dans le cas de matériaux avec une bonne capacité d’écoulement, ce qui exclue d’office toutes les poudres les plus cohésives. Pour ces poudres particulières, l’écoulement peut être amélioré à l’aide de vibrations horizontales, afin de caractériser l’écoulement dans des capillaires, tubes ou entonnoirs. Ces protocoles utilisent les vibrations générées dans le contenant pour faciliter l’écoulement des poudres par gravité, même cohésives, et le flux massique de matériau est mesuré en temps réel par une balance de précision située à la sortie du contenant (Figure 1.10a). Les vibrations imposées au contenant permettent de s’affranchir efficacement des forces adhésives et de frottement entre les particules et les parois, et d’améliorer l’écoulement des grains [Jiang et al., 2009]. Il est cependant toujours possible pour les particules les plus cohésives de créer des bouchons, surtout dans le protocole utilisant un capillaire qui, par définition, possède un diamètre très réduit, ce qui perturbe fortement la mesure de l’écoulement.

Pour résoudre ce problème, il est possible de cisailier le matériau en sortie du contenant en positionnant une surface plane et fixe très proche de cette sortie. Les vibrations générées dans le tube vont permettre de créer des déplacements horizontaux très rapides, répercutés sur la poudre à la sortie qui se retrouve cisailée entre un tube vibrant et une surface immobile [Zainuddin et al., 2012]. Ces forces de cisaillement sont suffisantes pour surpasser les forces de cohésion et de frottement, et permettent ainsi à la poudre de s’écouler plus librement (Figure 1.10b). Conjointement à cette méthode de vibration et de cisaillement, une dernière méthode vibrationnelle existe, et consiste à acheminer la poudre à l’aide d’un guide vibrant pratiquement horizontal depuis un entonnoir fixe, jusqu’à une balance afin de mesurer le débit massique de poudre (Figure 1.10c, Bhattachar et al. [2004]). Ce système peut être utilisé comme dispositif de mesure à part entière, mais également comme système d’acheminement de poudres à débit contrôlé, par exemple dans le cas de granulomètres optiques

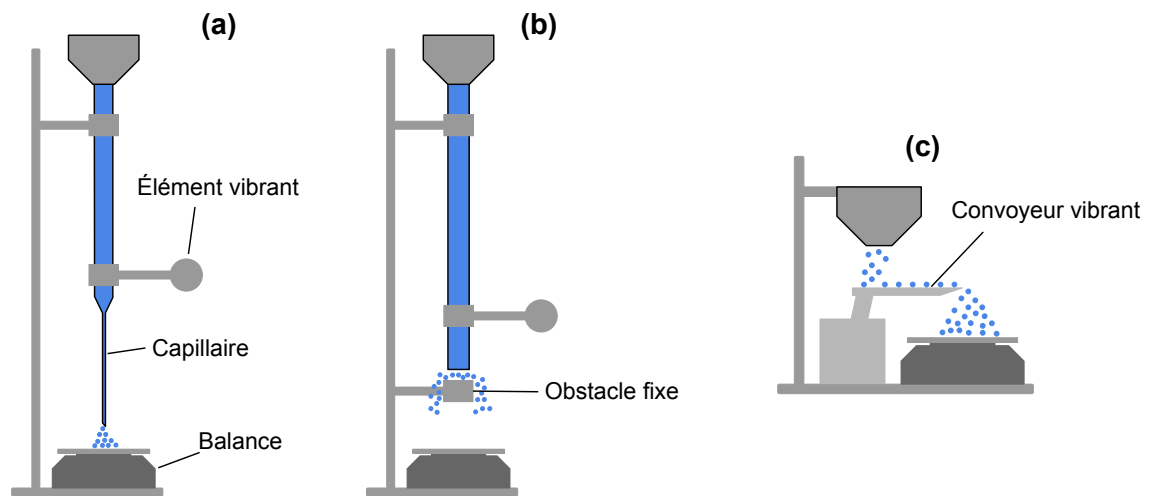


FIGURE 1.10 – Illustrations des méthodes de mesure de la capacité d’écoulement d’une poudre assistées par des vibrations, avec (a) l’utilisation d’un capillaire vibrant, (b) l’ajout d’un élément de cisaillement pour contrer les fortes cohésions et (c) un système d’acheminement vibrant horizontal. Ces illustrations ont été reprises de [Barletta et al. \[2019\]](#).

qui nécessitent d’avoir un débit de grains relativement réduits pour des analyses précises.

Un autre dispositif très courant dans le domaine de la caractérisation dynamique des poudres est le tambour tournant. Ce système fait partie intégrante de notre étude puisqu’il s’agit du principal montage expérimental que nous avons utilisé pour caractériser le degré de cohésion des échantillons intéressants dans notre cas. Aussi, une description très détaillée de ce dispositif, en particulier concernant les régimes d’écoulement au sein d’un tambour tournant, sera fournie en Section 2.3. Afin d’éviter les répétitions, seuls les grands principes de fonctionnement et de mesure seront précisés dans cette présente description, pour une première familiarisation avec cette méthode.

Cette méthode est basée sur le principe de mise en rotation d’un matériau granulaire dans un cylindre creux placé à l’horizontale, ainsi appelé tambour tournant. Selon la nature du matériau, la vitesse de rotation du tambour ou encore le degré de remplissage de ce dernier, différents comportements d’écoulement peuvent apparaître ([Mellmann \[2001\]](#), voir Section 2.3.1) qui donnent des indications sur les propriétés intrinsèques du matériau qui peuvent parfois être reliées à d’autres méthodes de caractérisation. Les tambours utilisés dans ce type de mesures sont transparents, ce qui permet une étude précise du profil de la poudre à l’intérieur de ce dernier, et notamment de l’étude des angles de la surface d’écoulement, de la même manière que la mesure des angles de repos pour les méthodes statiques.

Dans le cas de vitesses de rotation faibles, qui correspondent à un régime dit de *slumping* caractérisé par des avalanches successives entre des périodes de rotation plus calmes, constituées simplement d’un mouvement solide du matériau emporté par les parois du tambour, deux angles caractéristiques sont ainsi observés (Figure 1.11a). Un angle appelé α_{s1} , qui correspond à l’angle maximal que peut atteindre la surface de la poudre en rotation, juste avant le déclenchement d’une avalanche, et un angle α_{s2} qui correspond à la surface de la

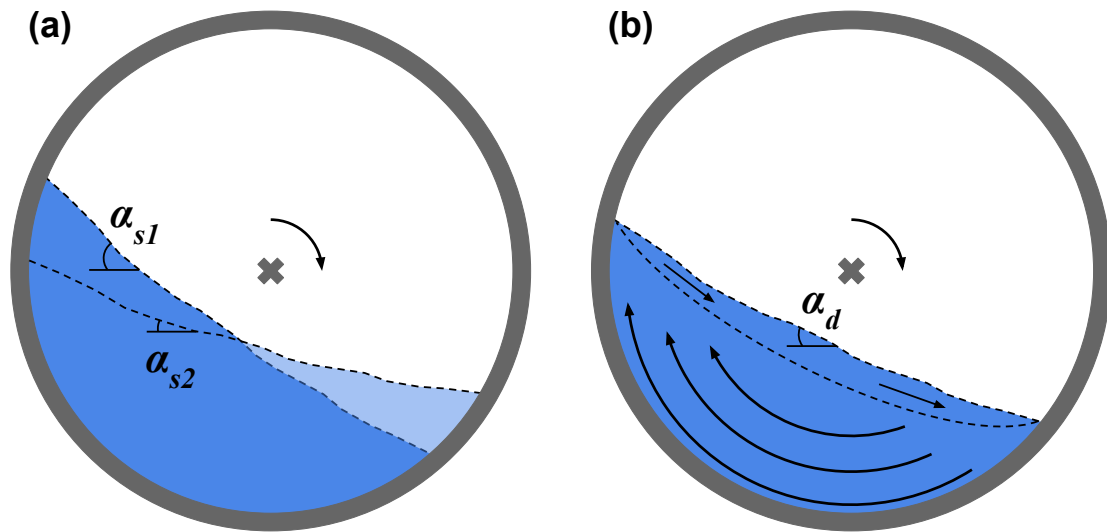


FIGURE 1.11 – Définition des angles de repos observables dans un tambour tournant dans le cas d'un régime à faible vitesse (a), et dans le cas d'une vitesse plus élevée (b). Cette figure a été inspirée de [Barletta et al. \[2019\]](#).

poudre juste après une avalanche. Dans ce cas particulier, il est possible de relier l'angle de repos statique mesuré sur un tas, α_s , à l'angle maximal α_{s1} , puisque ces deux pentes sont équivalentes et mesurent la même propriété de la poudre [[Krantz et al., 2009](#)].

Dans le cas d'écoulements plus énergétiques, à plus haute vitesse de rotation qui correspondent au régime *rolling* (voir Section 2.3.1 pour les détails des régimes d'écoulement), l'écoulement devient continu et stable en surface, tout en gardant un mouvement solide en profondeur. La surface d'écoulement est relativement plate, et définit donc un nouvel angle appelé l'angle de repos dynamique α_d (Figure 1.11b). Cet angle est dépendant de la vitesse de rotation du tambour, et augmente avec cette dernière, mais il est aussi affecté par la géométrie du cylindre utilisé. En effet, un cylindre relativement court par rapport à la taille des particules peut stabiliser les écoulements à cause du frottement avec les parois latérales, ce qui augmente artificiellement les angles dans le cas de géométries pratiquement 2D. Il existe également une corrélation entre les angles de repos statiques et α_d pour les vitesses de rotation les plus faibles (où le régime *rolling* commence tout juste à apparaître). Dans ce cas, α_d correspond à la moyenne entre α_{s1} et α_{s2} [[Mellmann, 2001](#); [Liu et al., 2005](#)].

Ces définitions d'angles fonctionnent très bien pour des poudres non cohésives, mais sont plus délicates à traiter pour des poudres cohésives qui ne présentent pas de régime d'écoulement continu mais plutôt un régime d'avalanches sur toute la gamme de vitesses de rotation, avec des surfaces d'écoulement généralement très irrégulières. Néanmoins, cette propriété même des poudres cohésives peut être utilisée avec ce dispositif pour tenter de déterminer le degré de cohésion d'une poudre en la plaçant dans un tambour tournant, en quantifiant son angle d'écoulement et les irrégularités de sa surface, comme cela sera explicité par la suite (Section 2.3).

D'autres informations plus poussées peuvent être tirées d'une mesure en tambour tour-

1.1. LES MATÉRIAUX GRANULAIRES

nant, mais nécessitent des moyens techniques plus lourds. En effet, il est possible d'étudier plus en détail les avalanches dans le cas du régime *slumping*, et d'effectuer une étude statistique sur la taille des avalanches mises en jeu ou encore le temps entre chaque avalanche [Lavoie et al., 2002; Hancock et al., 2004; Nalluri et Kuentz, 2010]. Dans le cas de ce dernier paramètre, pour des matériaux réels le temps entre chaque avalanche n'est pas régulier, malgré une vitesse de rotation constante, mais il l'est plus ou moins selon la cohésion du matériau. Plus la poudre est fluide, et plus les avalanches seront régulières, tout en présentant moins de déviation autour de ce temps d'avalanche moyen. Le même exercice statistique peut être réalisé en fonction de la vitesse de rotation du tambour tournant [Lavoie et al., 2002], en étudiant la distribution des temps d'avalanches pour calculer la moyenne, le maximum et l'écart-type de cette série de données. L'écart-type, pour une vitesse de rotation donnée, est plus élevé pour des poudres qui s'écoulent difficilement. Un indice de coulabilité peut ainsi être calculé en prenant la moyenne des écart-types pour toutes les vitesses de rotation. De la même manière, le temps entre deux avalanches successives permet d'étudier la résistance du matériau à la contrainte imposée par la rotation du tambour, ce qui donne directement des indications sur la cohésion. Ainsi, à chaque vitesse de rotation un temps moyen d'avalanche peut être calculé, et finalement un indice de cohésion est déterminé en réalisant une moyenne de ces temps pour toutes les vitesses de rotation réunies.

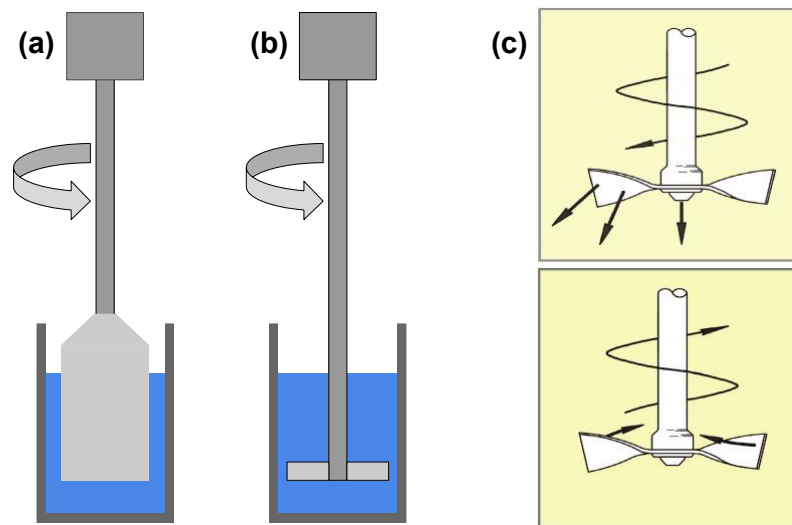


FIGURE 1.12 – Illustrations des différentes géométries possibles pour l'outil de mesure de couple au sein d'une poudre pour un rhéomètre. (a) Dispositif de Couette (cylindre). (b) Dispositif à pales multiples. (c) Dispositif spécifique au Freeman FT4, qui permet des mesures à la fois en descendant dans la poudre (haut) mais aussi en montant (bas). (a) et (b) ont été tirés de Barletta et al. [2019], (c) a été directement repris de Freeman [2007].

Enfin, les dernières méthodes de caractérisation dynamique consistent en des rhéomètres à poudres. Ces dispositifs fonctionnent en immergeant une pale dans un échantillon de poudre contenu dans un récipient cylindrique, et en la faisant tourner au sein de ce dernier à différentes hauteurs. L'objectif est de mesurer le couple nécessaire à appliquer à cet outil pour lui permettre de tourner dans la poudre à une vitesse constante. En complément il est également généralement possible de mesurer la force induite verticalement (selon l'axe de

rotation) par la poudre sur l'outil. Dans le cas des rhéomètres classiques, la seule contrainte normale agissant sur la poudre est due à la gravité, ce qui signifie que les mesures vont différer selon la profondeur à laquelle l'outil est immergé dans l'échantillon. Pour contrer cet effet, certains rhéomètres intègrent un système d'apport de gaz par le bas de l'échantillon pour réduire la contrainte normale due à la gravité [Johanson et Barletta, 2004]. Ces mesures à l'aide de rhéomètres à poudres sont particulièrement pertinentes pour tous les procédés industriels qui nécessitent l'utilisation d'une pale ou d'une turbine, comme les mélanges de poudres.

Ce dispositif de mesure étant relativement courant, de nombreuses géométries de pales existent, qui ont parfois des caractéristiques propres leur permettant des mesures différentes. Parmi elles, nous pouvons citer les dispositifs appelés rhéomètres de Couette [Tardos et al., 1998], qui consistent en un cylindre immergé dans la poudre (Figure 1.12a) tournant à vitesse de rotation constante, permettant ainsi d'appliquer une contrainte de cisaillement dans la direction de la rotation angulaire et de créer des plans de cisaillement parallèles à la direction de la gravité. Légèrement plus élaborée, les mélangeurs à lames multiples sont aussi extrêmement répandus, et se basent sur plusieurs pales fines pour créer un cisaillement au sein de l'échantillon (Figure 1.12b, Bruni et al. [2005]). Contrairement aux rhéomètres de type Couette, ici les plans de cisaillement générés ne sont pas forcément parallèles à la direction de la gravité. Enfin, de manière plus originale, il existe également le cas particulier du rhéomètre Freeman FT4, de la société Freeman Technology, qui a développé une pale torsadée (Figure 1.12c). Selon la rotation de cet outil dans la poudre, de par sa forme particulière, il est possible de mesurer une « énergie d'écoulement » en descendant dans l'échantillon, ou une énergie spécifique lors de la remontée [Freeman, 2007].

Méthodes sous consolidation imposée

Ces méthodes de caractérisation sont très répandues, mais également bien plus complexes à mettre en œuvre car elles requièrent des mesures généralement bien plus fines que les autres méthodes, mais aussi des étapes plus nombreuses. Elles fonctionnent toutes sur un principe similaire, une étape de préparation de l'échantillon à tester qui consiste à lui imposer une consolidation déterminée par un chargement avec une force normale choisie, et une étape de recherche de la rupture de l'échantillon alors que ce dernier a été préalablement consolidé, généralement par cisaillement mais il est aussi possible de réaliser des ruptures en tension.

Barletta et al. [2019] distinguent trois catégories d'expériences dans cette famille de méthodes, les testeurs en cisaillement directs, en cisaillement indirects, et les testeurs en tension. De par la grande variété de mesures qu'ils mettent à disposition, les testeurs en cisaillement directs sont les plus répandus et documentés, c'est pourquoi nous avons choisi de développer une campagne expérimentale autour de l'un de ces dispositifs. Ainsi, le principe de ces mesures sera détaillé par la suite dans ce manuscrit, en Section 2.4.1, afin d'éviter les répétitions. Seuls les principes généraux et les différentes géométries existantes seront mentionnés dans la présente section. Une description plus détaillée sera donnée pour les testeurs en cisaillement indirects et les testeurs en tension.

Comme mentionné précédemment, les testeurs en cisaillement directs reposent sur le principe d'une étape de consolidation préalable à la mesure des caractéristiques de l'échan-

1.1. LES MATÉRIAUX GRANULAIRES

tillon. Cette consolidation repose sur la recherche d'une déformation lente et constante du matériau, qui signifie une contrainte de cisaillement constante sur le plan de cisaillement, sous une contrainte normale (ou chargement) elle aussi constante et préalablement définie. Cette consolidation est généralement appelée étape de pré-cisaillement. Après cette étape, la mesure en cisaillement peut avoir lieu, et consiste à appliquer une contrainte normale plus faible que lors de la consolidation, et d'appliquer une contrainte de cisaillement jusqu'à la rupture de l'échantillon. En répétant l'expérience à différentes valeurs de contraintes normales, il est possible de déterminer l'enveloppe de rupture de l'échantillon considéré, qui peut fournir l'estimation de deux paramètres internes de la poudre, l'angle de frottement interne statique ϕ_i , et un paramètre c appelé cohésion du matériau ce qui, dans notre cas, est un paramètre très important à prendre en considération. Pour plus de détails concernant ces mesures, il est possible de se référer à la Section 2.4.1 et à Barletta et al. [2019].

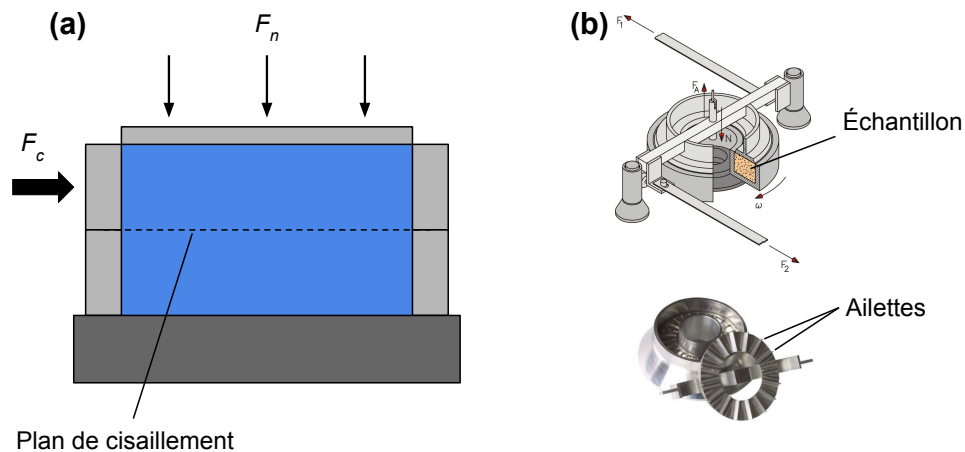


FIGURE 1.13 – Illustrations des différents dispositifs de cisaillement d'un échantillon de poudre. (a) Dispositif à déplacement linéaire horizontal de type Jenike [Barletta et al., 2019]. (b) Dispositif à déplacement circulaire à anneau de type Schulze, directement repris de Schulze [2021]. En haut, un schéma explicatif du dispositif est disponible, tandis qu'en bas une image du montage, et plus spécialement du couvercle, montre le système à ailettes destiné à délimiter le plan de cisaillement.

Plusieurs dispositifs existent pour réaliser ces mesures qui, s'ils reposent sur le même principe général décrit précédemment, utilisent des méthodes différentes, en particulier pour l'application de la contrainte de cisaillement. La contrainte normale, elle, est généralement appliquée de la même manière, à savoir par ajout d'une masse ou d'une force sur l'échantillon, dont la surface est connue, ce qui permet de déterminer la contrainte. L'application de la contrainte de cisaillement peut ensuite se faire de différentes façons, la première étant par un mouvement linéaire. Dans ce genre de configurations, l'échantillon de poudre est confiné dans un contenant cylindrique, et la contrainte normale est appliquée à l'aide d'un couvercle lesté de poids sélectionnés au préalable. Le contenant cylindrique est composé de deux parties mobiles, et l'application de la contrainte de cisaillement se fait en déplaçant linéairement et horizontalement l'une des parties (généralement la partie supérieure) par rapport à l'autre. Il se génère ainsi un plan de cisaillement entre les deux parties du contenant (Figure 1.13a). Ce type de testeur est le premier à avoir été développé, et est appelé testeur de type Jenike

[Jenike, 1964]. En géotechnique, il existe une cellule similaire appelée boîte de cisaillement direct ou boîte « de Casagrande ». Si son principe de fonctionnement est simple, il est soumis à des limitations non négligeables, comme le déplacement maximum autorisé par le contenant utilisé. En effet, un déplacement trop important de la partie supérieure du contenant créera un espace entre les deux parties, exposant ainsi la poudre qui pourra sortir du dispositif. Ainsi, seuls les déplacements n'excédant pas la largeur des parois du contenant sont autorisés ici.

Ces limitations de déplacement, qui limitent également la déformation en cisaillement possiblement atteignable lors des mesures, ont été éliminées par le développement d'un autre type d'appareil qui sont les testeurs en cisaillement rotationnels. Comme leur nom l'indique, plutôt qu'un déplacement linéaire, ces dispositifs utilisent un déplacement circulaire, ce qui retire la limite de déformation en cisaillement applicable sur l'échantillon. Ici encore, plusieurs géométries sont possibles, qui se basent toutes sur le même principe. La plus répandue correspond aux testeurs annulaires, qui consiste en un récipient en forme d'anneau qui contient l'échantillon. Le couvercle, de la même forme que le contenant, est encore une fois utilisé pour l'application de la contrainte normale, et est muni d'ailettes ou d'obstacles disposés de manière radiale qui s'enfoncent dans l'échantillon. Le cisaillement s'effectue ensuite grâce à la rotation d'un des deux éléments, le récipient ou le couvercle, tandis que l'autre reste fixe, et le plan de cisaillement est déterminé par la base des ailettes ou des obstacles du couvercle (Figure 1.13b). Le dispositif le plus connu dans cette catégorie est le testeur en cisaillement à anneau développé par Schulze [Schulze, 2021]. Une version commerciale plus petite est développée par la société Brookfield Engineering, le Brookfield PFT. Une variante de ce système consiste à plutôt utiliser un système circulaire à la place d'un anneau, comme dans le cas du Freeman FT4 qui dispose d'une cellule de cisaillement circulaire, elle aussi munie d'ailettes. La contrainte normale est ici appliquée grâce à un moteur qui appuie directement la cellule sur la surface de la poudre, tout en appliquant la contrainte de cisaillement avec cette même cellule (Section 2.4.1, Figure 2.25b).

Il est intéressant de noter ici que les testeurs en cisaillement directs peuvent également être adaptés pour la mesure du frottement entre l'échantillon poudreux et un matériau quelconque, ce qui est très utile pour les diverses applications industrielles et le choix du matériau des divers équipements nécessaires au traitement des systèmes granulaires poudreux. En effet, comme ces systèmes permettent de sélectionner avec précision le plan sur lequel s'applique le cisaillement, il est possible, avec quelques adaptations, de faire en sorte que ce plan se trouve à l'interface entre la poudre et un échantillon du matériau à tester, afin de pouvoir caractériser les frottements entre ces deux échantillons. La plupart des méthodes présentées précédemment sont compatibles avec ce genre de mesures.

Les systèmes de testeurs en cisaillement directs sont complexes, la procédure de mesure relativement longue et ces dispositifs ne permettent pas de contrôler les contraintes principales appliquées sur les échantillons. Pour ces raisons, il existe d'autres dispositifs qui sont dits indirects, de par le fait qu'ils peuvent appliquer une contrainte de confinement principale pendant la consolidation, mais il n'est pas possible de déterminer les valeurs de forces agissant sur le plan de cisaillement car ce dernier n'est pas forcément connu, ou que la mesure n'est pas faisable. À cause de ces limitations, ces dispositifs ne permettent pas de mesurer des données utiles pour le dimensionnement d'équipements de stockage et de transport industriels de poudre, et ils sont en majorité utilisés pour du contrôle qualité ou de la recherche.

1.1. LES MATÉRIAUX GRANULAIRES

Les testeurs les plus répandus de cette catégorie sont les testeurs « axiaux », qui permettent de contrôler indépendamment la contrainte suivant les trois axes principaux (un axe vertical et deux axes horizontaux). Il existe ainsi trois niveaux de complexité différents, qui reposent tous sur le même principe. L'objectif ici est de consolider un échantillon sous une certaine contrainte normale, de relâcher ensuite cette contrainte avant d'appliquer progressivement une nouvelle contrainte normale jusqu'à la rupture de l'échantillon, avec ou sans contrainte de confinement. Cette rupture s'effectue selon des plans de cisaillement qui ne sont pas préalablement déterminés, mais qui sont géométriquement liés à l'angle de frottement interne ϕ_i du matériau (Figure 1.14a et b). Le système le plus simple est le système de compression uniaxiale, qui permet d'effectuer des mesures en cisaillement sans pression de confinement. La consolidation de l'échantillon s'effectue avec la présence de parois de confinement autour de l'échantillon, qui est compressé par le haut pour lui appliquer une contrainte normale (Figure 1.14a). Lors de la mesure, ces parois sont retirées pour éliminer tout confinement, et seule la contrainte normale est augmentée jusqu'à la rupture de l'échantillon (Figure 1.14b). Cette procédure est certes simple, mais elle fait face à un problème majeur, qui concerne essentiellement les poudres les plus fluides et donc les moins cohésives. En effet, pour ce type de poudre, la contrainte appliquée peut ne jamais suffire pour atteindre un état où l'échantillon peut supporter son propre poids et rester en place avant et durant la mesure (majoritairement à cause de la gravité terrestre).

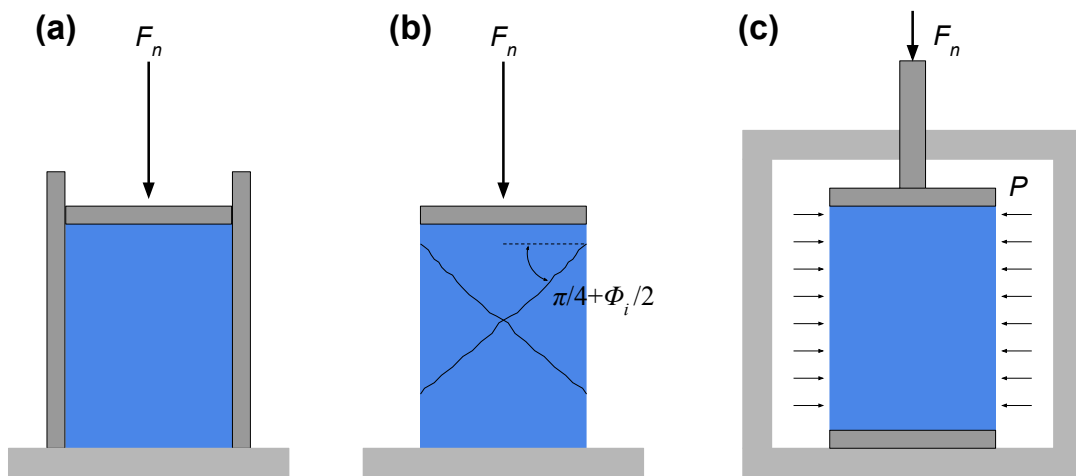


FIGURE 1.14 – Illustrations du fonctionnement des différents testeurs en cisaillement indirects. (a) Illustration de la procédure de préparation en compression uniaxiale. (b) Rupture d'un échantillon en compression uniaxiale et mise en évidence des plans de cisaillement. (c) Illustration d'une procédure de compression biaxiale ou triaxiale avec une pression de confinement. Ces illustrations ont été reprises de [Barletta et al. \[2019\]](#).

Pour résoudre ce problème évoqué précédemment, d'autres testeurs ont fait leur apparition, capables de contrôler la contrainte de confinement des échantillons lors de la recherche de la rupture, de manière indépendante de la contrainte normale principale appliquée. Ces testeurs sont appelés biaxiaux lorsque seuls deux axes de contraintes principales sont contrôlés (l'axe vertical et un axe horizontal), et triaxiaux lorsque tous les axes sont contrôlés. Dans le cas de testeurs triaxiaux, l'état de contrainte est contrôlé à la fois par un système de

piston pour la direction verticale (de la même manière que le système uniaxial), et par un système de pressurisation hydraulique ou pneumatique (selon la gamme de contraintes souhaitée) qui permet d'appliquer sur l'échantillon (cylindrique pour assurer une pression égale sur toute sa surface) une contrainte de confinement déterminée par la pression du fluide (Figure 1.14c, Schwedes [2003]; Barletta et al. [2019]). Si ces appareils permettent de travailler avec une plus grande gamme d'échantillons et avec une plus grande précision sur les différents paramètres de contrainte, leur utilisation reste très complexe et longue, ce qui les exclut généralement de toute utilisation dans le domaine industriel pour les confiner au domaine de la recherche.

Enfin, il est à noter que ces méthodes indirectes présentées précédemment permettent uniquement de caractériser les propriétés des poudres sous des contraintes normales positives ou nulles, donc en compression ou sur des échantillons non confinés. Dans ce genre de procédures compressives, les données sont généralement extrapolées pour la gamme extensive des contraintes, ce qui amène à de très fortes approximations et imprécisions. Pour lever ces imprécisions, il existe des instruments de mesure directe de la résistance en traction des matériaux, donc pour des contraintes normales négatives. Ils reposent sur des principes similaires aux instruments précédents, avec une phase de consolidation préalable sous contrainte normale fixée, et une phase de rupture de l'échantillon, cette fois-ci en traction et non plus en compression. Là encore, il existe plusieurs manières de réaliser ce test en traction. La contrainte normale est toujours appliquée selon la direction verticale, mais la traction peut être réalisée à l'horizontale (Figure 1.15a, Ashton et al. [1964]) ou bien à la verticale (Figure 1.15b, Shinohara et Tanaka [1975]) selon le dispositif utilisé.

1.1.3.2 Analyses par modèles numériques

Les méthodes de caractérisation décrites précédemment s'intéressent à la mesure de comportement macroscopiques pour déduire des propriétés microscopiques de contacts entre les grains d'un matériau granulaire. Cette approche, si elle est la plus répandue et certainement la plus simple à mettre en place, n'est pas forcément pertinente pour la mesure directe des propriétés microscopiques des particules, de par la difficulté que cette opération représente. Pour combler ce manque et développer des analyses plus fines des systèmes granulaires, d'autres méthodes de caractérisation ont vu le jour, portées par la montée en puissance des outils de calculs informatiques, à savoir des simulations numériques de nos matériaux granulaires pour directement sonder les propriétés microscopiques du milieu. Ces simulations permettent de placer les systèmes granulaires étudiés dans des conditions variées, ce qui permet d'étudier finement leur comportement dans des situations représentatives des conditions expérimentales, ou bien plus exotiques.

Il existe plusieurs approches pour modéliser un milieu granulaire de manière numérique, la première étant la méthode dite des éléments finis (*Finite Element Method*, FEM). Elle consiste à représenter le système granulaire étudié par un *continuum*, un milieu continu, et est généralement utile pour représenter de larges ensembles granulaires avec des ressources numériques raisonnables, plutôt dans le domaine de l'ingénierie. Cette approche peut être très utile mais nécessite des lois constitutives adaptées (rhéologie). Or, aujourd'hui, en particulier pour les matériaux granulaires en écoulement (et d'autant plus pour les poudres), nous

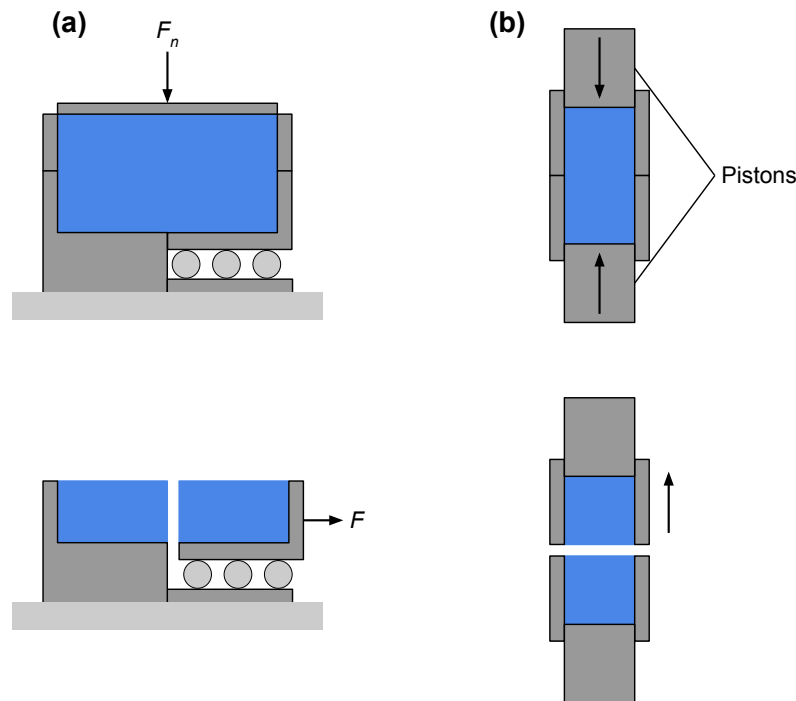


FIGURE 1.15 – Illustrations reprises de Barletta et al. [2019] des différents types de dispositifs utilisés pour les mesures de résistance en traction d'un échantillon poudreux. (a) Application d'une traction horizontale. (b) Application d'une traction verticale. Les schémas du haut montrent dans chaque cas la phase de consolidation de l'échantillon, les schémas du bas la phase de traction et de rupture de la poudre.

manquons de lois constitutives fiables. Ainsi cette méthode ne sera pas détaillée ici car elle est peu pertinente pour notre étude.

Face à ces méthodes continues, d'autres outils existent qui consistent à représenter le système granulaire par un ensemble de grains individuels, rigides ou déformables, avec leurs propres degrés de libertés, qui interagissent entre eux par le biais de lois de contacts [Radjai et Dubois, 2011; Cambou et al., 2013]. L'idée de base de cette méthode est de résoudre les équations du mouvement pour tous les grains constitutifs du milieu granulaire simulé, en prenant en considération les forces au contact, ainsi que les forces extérieures (voir Section 4.1.1 et Section 4.1.2 pour une présentation plus détaillée de ces forces et de l'appréhension des équations du mouvement). Ainsi, représenter un milieu granulaire avec un maximum de réalisme nécessite de simuler un nombre très important de grains ce qui, même avec les capacités de calcul actuelles, reste un défi qu'il est impossible de surmonter (voir pour cela les considérations sur le nombre de grains évoquées au début de ce chapitre), en tout cas pour représenter des systèmes aux échelles réelles.

Plusieurs approches sont possibles pour la modélisation discrète de milieux granulaires (*Discrete Element Methods*, appelées DEM dans la suite du document), décrites de manière succincte ici. Cambou et al. [2013] proposent une classification de ces méthodes que nous repreneons ici :

- **Smooth DEM** : ces méthodes sont basées sur des forces définies par des fonctions

régulières (continues et suffisamment dérivables pour être considérées comme telles), c'est-à-dire des fonctions explicites des positions et des vitesses. Les premiers travaux sur ce type de modèles débutent avec ceux de [Cundall et Strack \[1979\]](#) et [Walton \[1984\]](#). Ce sont des méthodes numériques inspirées de la simulation des systèmes moléculaires, adaptées pour la représentation des matériaux granulaires. Aujourd'hui, cette méthode permet de simuler des grains de formes (disques, polygones pour des particules en 2D, sphères et polyèdres pour des particules en 3D) et de tailles différentes, potentiellement déformables. Les interactions entre les grains sont définies par des ressorts et des amortisseurs, linéaires ou non.

- **Non-smooth DEM** : ces méthodes sont basées sur des interactions entre grains décrites par des équations non dérivables, qui peuvent impliquer des sauts de vitesse et des seuils. Il existe plusieurs exemples de ces méthodes :
 1. *Event driven* ED-DEM : ces méthodes sont généralement utilisées dans le cas de systèmes granulaires très peu denses de type gaz granulaires [[Radjai et Dubois, 2011](#)], dont l'état n'évolue que lors de la collision entre deux particules. Les interactions peuvent ainsi être limitées à ces collisions individuelles et clairement définies. La friction n'est pas toujours prise en compte dans ce cas de figure, et le cas des collisions simultanées est évité.
 2. *Non-smooth contact dynamics* NSCD : ces méthodes, introduites par [Jean \[1999\]](#); [Moreau \[1999\]](#), sont valables pour des systèmes granulaires denses, dont les interactions entre grains sont décrites par des fonctions non continues. Contrairement aux méthodes ED-DEM ou de la dynamique moléculaire MD, les équations dynamiques ne sont pas forcément explicites.

En plus de ces méthodes décrites par [Cambou et al. \[2013\]](#), d'autres méthodes dites « quasi-statiques » sont également mentionnées par [Radjai et Dubois \[2011\]](#), qui consistent à décrire le système granulaire par des états consécutifs d'équilibres mécaniques, sans forcément décrire les processus ayant mené à ces états.

Les méthodes de simulations numériques permettent donc une grande variété d'approches adaptées à différents types de problématiques. Elles sont désormais presque indissociables des analyses expérimentales réalisées classiquement, et permettent l'accès aux valeurs intrinsèques des matériaux simulés, qui sont explicitement fournies, ce qui correspond ainsi à une précieuse ressource complémentaire aux données expérimentales. Nous nous sommes nous-mêmes penchés sur la question des simulations numériques dans le cadre de notre étude afin de compléter nos données expérimentales. Les modèles numériques mis en œuvre en ce sens ainsi que quelques exemples de simulations seront présentés dans les Sections [4.1.1](#) et [4.1.2](#).

1.1.4 Les matériaux granulaires dans le Système Solaire

Si les matériaux granulaires sont présents partout dans notre quotidien, ils le sont aussi dans des environnements plus exotiques et plus lointains, dans des applications bien plus variées qui ne se limitent pas à la Terre. Énormément de phénomènes physiques peuvent être décrits par une approche sous forme de systèmes granulaires dans des conditions très

1.1. LES MATÉRIAUX GRANULAIRES

particulières, notamment dans le cadre de l'étude de la formation planétaire ou de notre propre Système Solaire.

En effet, la formation même des objets solides de l'Univers, et donc de notre Système Solaire, repose possiblement sur des interactions de minuscules grains de poussière, collés entre eux par leur adhésion au sein d'un disque proto-planétaire, compactés par les impacts et leur propre gravité lorsque leurs assemblages sont suffisamment massifs [Kataoka et al., 2013]. La compréhension de ces interactions, des forces impliquées au contact de ces grains, de l'évolution de leur organisation, leur forme ou leur porosité au fil de la croissance de ces agrégats peut permettre d'expliquer la formation des corps à l'origine des planètes de notre Système Solaire, appelés planétésimaux. Une compréhension poussée de ces corps est requise pour mieux interpréter la structure des petits objets planétaires comme certains astéroïdes ou comètes, qui sont les restes des planétésimaux stériles n'ayant pas conduit à la formation d'une planète. Il existe en effet toute une catégorie de petits objets dans le Système Solaire qui semblent être constitués d'un empilement irrégulier de grains de dimensions très variées, et qui sont par conséquent appelés des objets de type « tas de gravats », ou *rubble pile* en anglais [Walsh, 2018]. Ces objets montrent les signes d'une forte porosité interne, non homogène, et adoptent parfois des formes irrégulières, parfois des géométries particulières en « toupie » qui peuvent être expliquées par la migration des grains à leur surface (Figure 1.16). La compréhension de la structure de ces objets, leur formation, leur évolution, permet de mieux comprendre la formation et la structure d'un système planétaire comme celui dans lequel nous évoluons.

À une échelle plus large, les surfaces des planètes et des objets plus imposants du Système Solaire sont également recouvertes, pour la plupart, de matériaux granulaires particuliers. La Terre est un cas exceptionnel parmi les corps planétaires, de par la présence d'eau, d'une atmosphère épaisse et de la vie, qui permettent une érosion intense et une remobilisation constante de la surface. Pour des corps beaucoup plus calmes, dépourvus d'atmosphère ou possédant une atmosphère très ténue, l'histoire est toute autre car les surfaces sont généralement bien plus anciennes, pas ou peu altérées par l'érosion. Ainsi, les très nombreux impacts de météorites qu'ont subi ces corps au cours de leur histoire dans le Système Solaire ont pour la plupart été conservés, tout comme leur résultat. Ces processus d'impacts par des météorites ou micro-météorites ont pour conséquence de briser la roche constituant les corps planétaires, de les broyer au fil des millions d'années en une très fine poussière, qui finit par recouvrir la quasi-totalité de la surface de ces corps. Cette couche de poussière est appelée un régolithe.

Les régolithes se forment généralement à la surface des corps dépourvus d'atmosphère car ces derniers ne sont ainsi pas protégés d'un éventuel bombardement météoritique. Vénus, par exemple, possède une atmosphère très épaisse qui protège sa surface, et les sondes russes *Venera 9* et *Venera 10* ne semblent pas avoir détecté une telle formation poudreuse lors de leur atterrissage. En comparaison, la Lune qui ne possède pas d'atmosphère et qui présente une très importante densité de cratères, est recouverte dans sa totalité d'une couche de poussière très fine, qui peut varier entre 4–5 m d'épaisseur dans les régions les plus jeunes, à 10–15 m dans les régions les plus anciennes [McKay et al., 1991]. Cette poudre de surface a été un sujet d'étude très actif, essentiellement lors du programme spatial *Apollo* de la NASA car ce matériau constitue le premier point de contact des astronautes avec la surface lunaire (Figure 1.17a). Des distributions granulométriques ont pu être estimées grâce aux retours

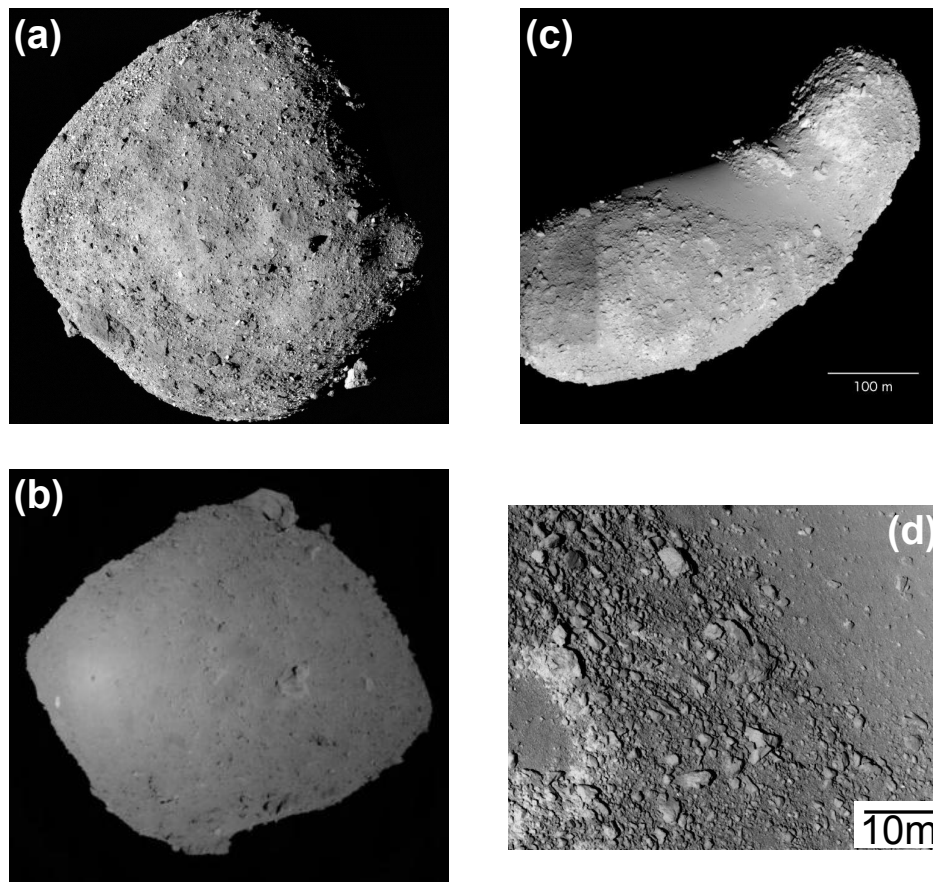


FIGURE 1.16 – Images d'exemples d'astéroïdes de type *rubble pile* capturées par des missions spatiales dédiées à leur échantillonnage physique. (a) Astéroïde Bennu (environ 500 m de diamètre) capturé par la sonde *OSIRIS-REx* de la NASA, qui montre bien la structure d'agrégats, et la forme en « toupie » caractéristique (crédit image : NASA/Goddard/University of Arizona). (b) Astéroïde Ryugu (un peu moins de 1 km de diamètre) capturé par la sonde *Hayabusa 2* de la JAXA, qui montre les mêmes particularités que Bennu (crédit image : JAXA). (c) Astéroïde Itokawa (environ 600 m de long) capturé par la sonde *Hayabusa* de la JAXA, qui montre une forme très irrégulière, ainsi qu'une différence marquée entre des terrains constitués de gros blocs de roche et des terrains beaucoup plus lisses constitués de petits grains (crédit image : JAXA). (d) Détail de la surface de l'astéroïde Itokawa montrant en particulier les différences granulométriques existant sur de tels objets (crédit image : JAXA).

d'échantillons de ces missions, qui ont montré des grains de l'ordre de plusieurs dizaines de micromètres [McKay et al., 1991], ce qui les place dans la catégorie des poudres, leur conférant ainsi des propriétés particulières. La poudre lunaire est par exemple très collante car, la surface n'étant pas protégée du rayonnement électromagnétique, les grains se chargent à cause du bombardement énergétique du Soleil, et ces charges leur permettent d'adhérer facilement au matériel et combinaisons, ce qui peut potentiellement poser des problèmes de sécurité ou de santé.

Sur Mercure, il existe également un régolithe, même si aucun atterrisseur n'a encore vu

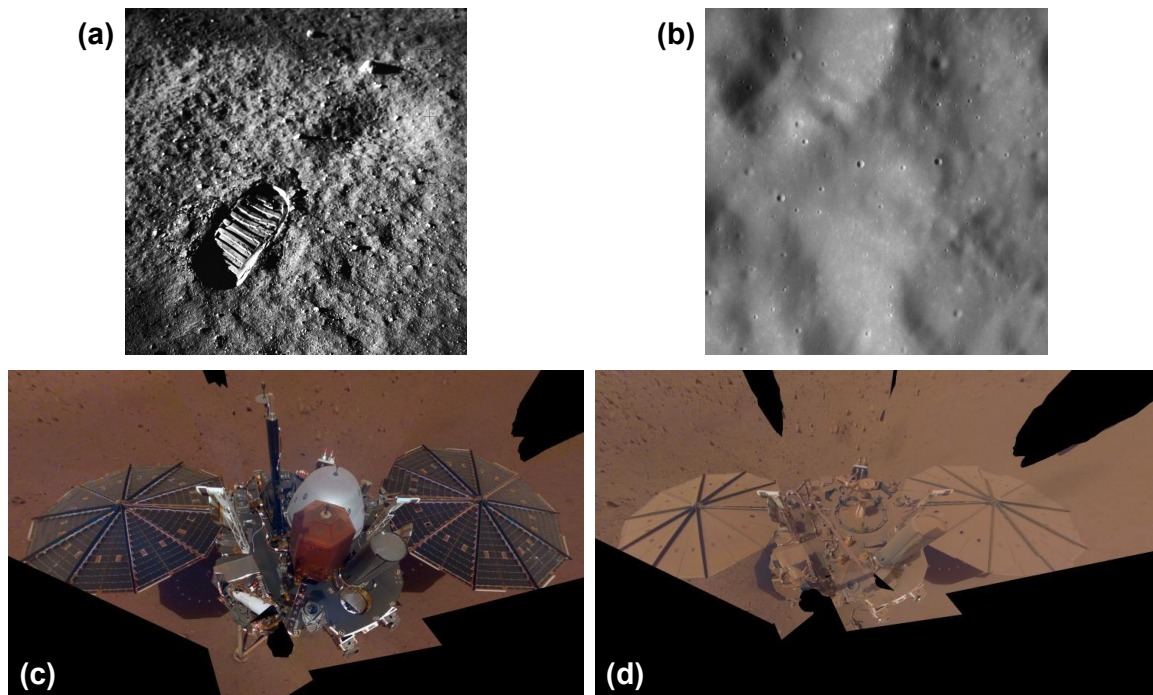


FIGURE 1.17 – Exemples de différents régolites planétaires. (a) Empreinte de pas d'un astronaute sur la Lune, dont la botte s'est enfoncée dans le régolithe (crédit image : NASA). (b) Image de la surface de Mercure, qui montre des structures de cratères à la fois nettes et effacées, signe qu'une altération par bombardement de micro-météorites a lieu (crédit image : NASA). (c) et (d) Images prises par l'atterrisseur *InSight* de lui-même, montrant la différence entre sa situation peu après son déploiement sur la planète rouge (c) et peu de temps avant son extinction due à un manque d'énergie (d). La poussière martienne, à l'origine de l'arrêt de la sonde, est clairement visible entre ces deux images. Crédit image : NASA/JPL-Caltech.

le jour pour un échantillonnage et une caractérisation précise. Les images orbitales montrent cependant que certains cratères sur Mercure présentent des bords partiellement effacés par cette couverture poudreuse, et des structures similaires ont été observées sur la Lune (Figure 1.17b, Zharkova et al. [2020]). La surface de Mars, elle, est légèrement différente, car malgré son caractère ténu il existe quand même une atmosphère qui rajoute une érosion éolienne aux processus de fragmentation par les météorites. Ainsi, la planète rouge est recouverte d'une couche de sable et de poussière qui peut former des structures particulière comme des formations de dunes, des avalanches, des écoulements granulaires importants. Ces poussières sont transportées dans l'atmosphère, parfois en des tempêtes globales, ce qui peut poser d'importants problèmes pour les engins envoyés à la surface et qui utilisent des panneaux solaires pour charger leurs batteries, ces derniers finissant généralement recouverts de poussière ce qui peut mener à la fin prématurée des missions, comme pour *InSight* de la NASA (Figure 1.17c et d). Cette mission a également été l'occasion de démontrer l'intérêt d'une caractérisation précise des propriétés de cette couche granulaire à la surface des planètes, avec l'expérience HP³. Cette expérience avait pour objectif de mesurer le flux de chaleur et les propriétés thermiques de Mars à l'aide d'une sonde supposée s'enfoncer de

5 m dans le régolithe martien. Cependant, il s'est rapidement avéré que le sol de Mars ne se comportait pas du tout de la manière qui avait été anticipée pour le type de forage choisi (enfouissement de la sonde par coups successifs). Certainement à cause d'un frottement trop faible, la sonde n'a pas réussi à s'enfoncer malgré tous les efforts pour consolider le régolithe martien autour d'elle, et l'expérience a été abandonnée, considérée comme un échec.

Si les corps évoqués jusqu'à maintenant présentent des surfaces rocheuses, et donc des régolithes dont la composition reflète celle de cette roche-mère qu'ils recouvrent, il existe beaucoup d'autres objets dont la composition de surface est bien plus « exotique », notamment dans le Système Solaire externe, au-delà de la ceinture principale d'astéroïdes. Autour des planètes géantes gazeuses qu'abrite notre Soleil, des centaines de corps solides orbitent, qui sont tout autant de surfaces sur lesquelles des régolithes peuvent se développer, sans compter les planètes naines comme par exemple Cérès et Pluton. Ces lunes des planètes géantes sont si particulières par leur composition et dynamique qu'elles font l'objet d'intenses recherches, notamment pour leur incroyable potentiel exobiologique. Ce sont ces objets particuliers qui nous intéressent dans le cadre de l'étude présentée dans ce manuscrit, c'est pourquoi une description détaillée leur est exclusivement dédiée dans la suite de cet état de l'art.

1.2 Les lunes de glace

1.2.1 Brève histoire de l'exploration du Système Solaire externe

L'étude du Système Solaire a toujours été une quête fascinante qui a agité les esprits pendant des siècles, les théories se faisant et se défaisant au fil des découvertes, observations et hypothèses. Pendant très longtemps, l'exploration de notre voisinage proche n'a pu se faire qu'en gardant les pieds sur Terre, en levant simplement la tête, puis en commençant à utiliser des outils de plus en plus pointus et développés qui ont mené à de véritables révolutions, portées par des scientifiques talentueux. Ce n'est que depuis peu que nous pouvons véritablement approcher ce qui n'avait pu être qu'observé pendant des siècles, avec l'avènement de la conquête spatiale qui a ouvert la porte à des exploits, des découvertes, des images qui n'auraient jamais pu ne serait-ce qu'être imaginées auparavant.

De par leur gigantisme difficilement accessible, si proches et pourtant si lointaines à la fois, les planètes géantes du Système Solaire externe (Figure 1.18) constituent une catégorie à part. Elles représentent presque des systèmes planétaires à leur manière, abritant d'innombrables mondes aux caractéristiques uniques qui, depuis leurs premières observations proches, ne cessent de fasciner de par leur diversité et les processus qu'ils hébergent, dans leurs profondeurs et à leur surface. Certaines de ces lunes, objets si éloignés du Soleil qu'ils en sont complètement glacés, constituent même des pistes privilégiées pour la recherche d'une éventuelle vie extraterrestre, présentant des similitudes étonnantes avec la Terre par certains aspects. Ces mondes lointains ne sont cependant plus inaccessibles à notre soif de connaissances, et font désormais l'objet de campagnes d'exploration actives et fascinantes, afin de toujours plus lever le voile qui plane sur leur formation, leur fonctionnement, leur dynamique. C'est dans ce cadre privilégié que nous inscrivons nos propres travaux, afin

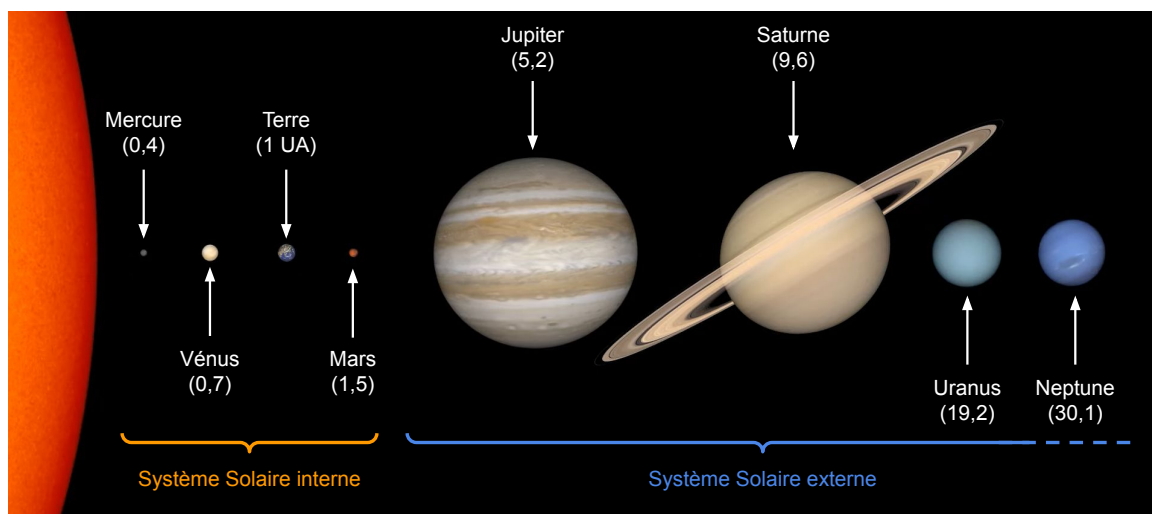


FIGURE 1.18 – Représentation du Système Solaire à l'échelle en termes de tailles d'objets, mais pas en termes de distances entre ces derniers. Les limites entre Système Solaire interne et externe (au-delà de l'orbite de Mars) sont indiquées, tout comme la distance au Soleil des différentes planètes (en unités astronomiques, UA). Image extraite d'une vidéo NASA/JPL.

d'apporter notre pierre à l'édifice de la compréhension de ces mondes glacés.

La découverte des premières lunes de Jupiter

Le mois de Janvier 1610 fut le temps d'une révolution dans le domaine des sciences planétaires. Au début du mois, le 7 Janvier, le fameux astronome Galilée observe la planète géante Jupiter avec une lunette astronomique, et découvre trois points brillants et alignés qui l'accompagnent. Au cours des nuits suivantes, un quatrième point apparaît, et tous semblent bouger avec des mouvements propres aux alentours de Jupiter, apparaissant et disparaissant à plusieurs reprises, comme le montrent les observations de l'astronome consignées dans ses écrits (Figure 1.19). Ce qu'il avait initialement pris pour des étoiles peu brillantes se sont en réalité révélées être la première observation des principales lunes de Jupiter, les premières découvertes en dehors de notre propre Lune. Ces objets, les plus massifs autour de la planète géante, ont été plus tard baptisés les satellites galiléens en honneur à leur découvreur officiel. Les noms propres de ces objets, Io, Europe, Ganymède et Callisto dans l'ordre de distance à Jupiter, ont été attribués par Simon Marius, astronome allemand qui a observé ces lunes de manière indépendante quelques jours seulement après Galilée.

Cette découverte est une révolution à l'époque de Galilée, puisqu'elle remet en question la théorie géocentrique qui promeut le caractère central de la Terre dans l'Univers, et en embrassant le modèle héliocentrique qui place le Soleil au centre de notre système planétaire. Cette remise en cause s'accompagnera par la suite de violentes critiques, notamment religieuses, qui finiront par faire condamner l'astronome par l'Église. Malgré tout, les observations de Galilée ont bel et bien pu faire progresser notre connaissance de notre propre entourage planétaire, et ont permis de poser les bases de ce qui deviendra l'astronomie et la mécanique céleste moderne, notamment à l'aide de progrès instrumentaux comme le perfec-

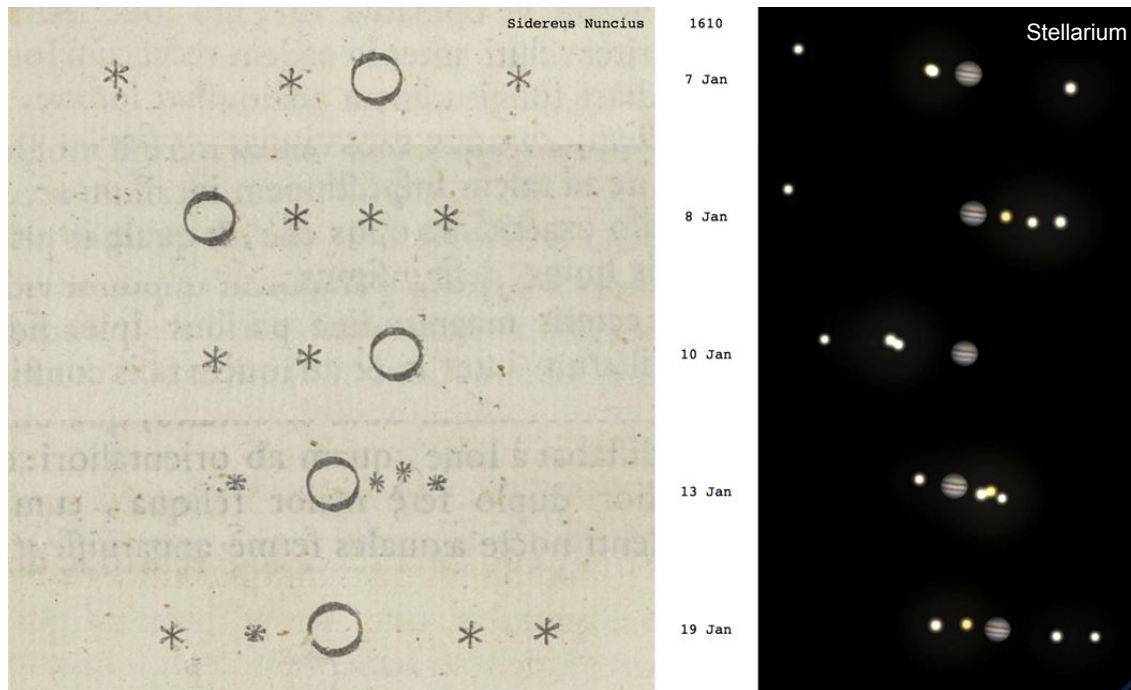


FIGURE 1.19 – Observations faites par Galilée de ce qu’il a d’abord pris pour des étoiles autour de Jupiter, qui se sont révélées être les principales lunes de la planète géante changeant de position au fil des jours (gauche, extrait de l’ouvrage *Sidereus nuncius* écrit par Galilée en 1610). À droite, une reconstitution de la position de ces lunes aux dates correspondant aux observations faites par l’astronome, réalisée grâce au logiciel Stellarium. Crédit : Benoît Seignovert.

tionnement des lunettes astronomiques.

Les premières observations des lunes de Saturne

Le cas de l’étude de Saturne est plus chaotique concernant la chronologie des découvertes, de par les difficultés d’observation liées à la distance de cette planète, pratiquement deux fois plus éloignée du Soleil que Jupiter. Ainsi, il faut attendre 1655 et le perfectionnement des outils optiques comme le télescope par Christian Huygens, astronome néerlandais, pour voir la découverte d’une première lune, Titan, la plus grosse du système saturnien, alors qu’il étudiait la structure autour de Saturne précédemment repérée par Galilée, et qui s’est avérée être les fameux anneaux de la planète géante (Figure 1.20). Quelques années plus tard, en 1671 et 1672, l’astronome italien Jean-Dominique Cassini découvre deux lunes supplémentaires, respectivement Japet et Rhéa, puis deux nouvelles lunes en 1684, Thétys et Dioné. Il faut attendre un siècle supplémentaire pour voir de nouveaux objets ajoutés à cette collection, avec la découverte en 1789 par William Herschel, astronome germano-britannique, de Mimas et Encelade, l’importance de cette dernière lune prenant une ampleur monumentale bien des siècles plus tard.

Les premières lunes découvertes par des observations au sol constituent les lunes princi-

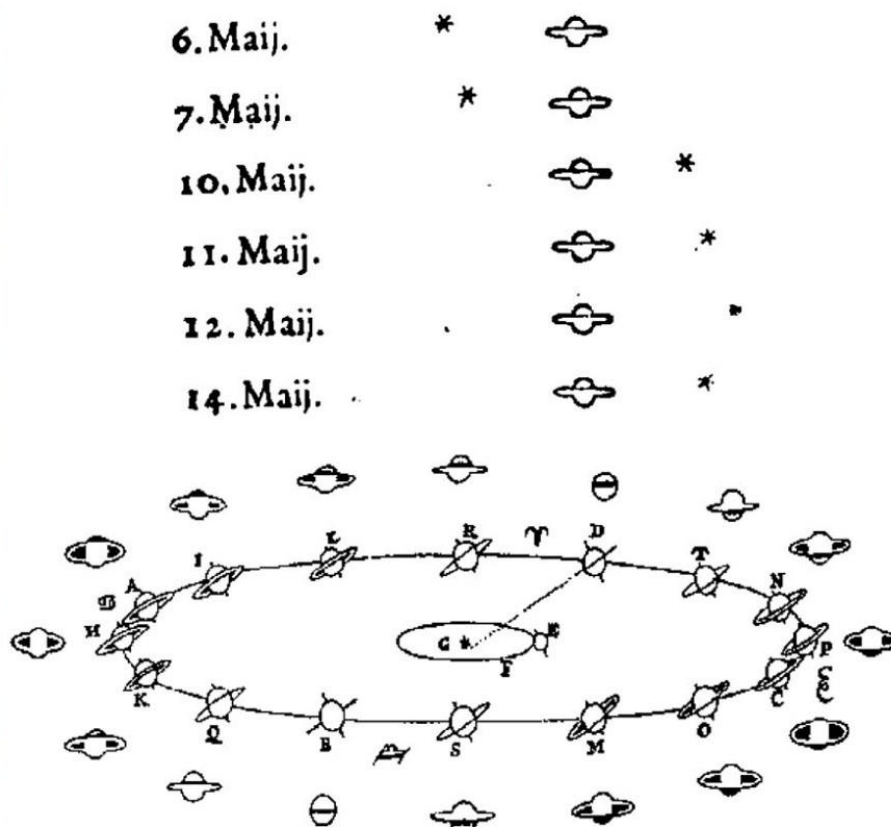


FIGURE 1.20 – Observations de Titan faites par Huygens et reportées dans son ouvrage *Cosmotheoros* (haut), ainsi qu’une explication de la géométrie des anneaux de Saturne et ses variations d’observations (bas). Figure extraite de [van den Berg \[2019\]](#).

pales, les plus massives et donc les plus facilement observables, mais la sophistication des outils d’observation permet de toujours plus réduire cette limite de taille. Ainsi, jusqu’au début des années 1980 et les premières sondes envoyées vers les planètes géantes, seules 15 lunes étaient connues, chiffre qui sera progressivement amené à 146 lunes au total en 2023, ce qui fait de l’entourage de Saturne le plus peuplé du Système Solaire.

Premiers indices de mondes glacés

La première identification directe de glace d’eau sur ces lunes, et plus particulièrement de ce qui a initialement été interprété comme du givre d’eau, est attribuée à la spectroscopie infrarouge (voir Section 2.2.3 pour une description plus précise de ce principe de mesure) effectuée depuis la Terre vers les objets du Système Solaire externe, notamment les satellites de Saturne ou de Jupiter. [McCord et al. \[1971\]](#) effectuent des mesures en spectroscopie infrarouge sur les principales lunes de Saturne, et détectent des signatures compatibles avec le spectre de la glace d’eau. [Pilcher et al. \[1972\]](#) a mesuré les spectres en réflectivité infrarouge des satellites galiléens, et a pu déduire la présence de givre de glace d’eau à la surface de ces lunes. Quelques années plus tard, de nouvelles analyses réalisées par [Pollack et al. \[1978\]](#) ont de nouveau observé ces structures caractéristiques de la glace d’eau à la surface des satellites

galiléens, signe que ce composant constitue une fraction non négligeable de la composition de ces objets.

Relativement tôt dans l'histoire de l'exploration du Système Solaire il a été suggéré l'idée d'une ségrégation des éléments par rapport à la distance au Soleil. En effet, cette distance contrôle la température qui règne autour de notre étoile, ce qui a une importance capitale lors de la condensation des gaz de la nébuleuse primitive à l'origine de notre système planétaire. Ainsi, si la température est comprise entre 1800 et 170 K, seuls les métaux, oxydes, sulfures et quelques silicates peuvent condenser, pour former les planètes rocheuses et astéroïdes, alors que les éléments restants, plus volatiles, restent sous forme gazeuse [Lewis, 1972; Cameron, 1973]. Sous cette limite de 170 K, les éléments les plus volatiles commencent à condenser, notamment l'eau sous forme de glace ou de clathrates (cages de molécules d'eau emprisonnant des molécules de gaz), mais aussi le méthane, l'ammoniac. Ainsi, avant même le lancement des premiers objets vers l'exploration du Système Solaire externe, il était déjà attendu que l'éloignement au Soleil devrait s'accompagner d'un enrichissement en volatiles condensés et particulièrement en glace d'eau [Cameron, 1973], ce qui est d'une importance capitale quant à la possibilité d'une vie extraterrestre dans le Système Solaire.

Les premières données acquises depuis la Terre concernent les orbites et la mécanique céleste des principaux satellites de Jupiter et Saturne, les plus massifs car les plus faciles à observer. Ces données suggèrent que ces corps sont très réguliers dans leur disposition, leurs orbites et leurs périodes, ce qui suggère qu'ils ont été formés autour des planètes, et non pas capturés. De plus, l'analyse précise des orbites a permis l'estimation de la masse et de la taille de ces corps les plus imposants, avec une précision relativement faible mais cependant suffisante pour tirer des informations intéressantes. Il a ainsi pu être déterminé que la densité des satellites galiléens était bien plus faible que celle d'une météorite classique ($3,7 \text{ g.cm}^{-3}$ d'après Cameron [1973]), avec des densités de 2,8; 2,6; 1,6; 1,5 g.cm^{-3} pour Io, Europe, Ganymède et Callisto, respectivement. La densité de Titan, elle, a été estimée à 2,0 g.cm^{-3} [Lewis, 1972]. Ces faibles densités ont été expliquées par une importante proportion de matériau glacé dans la composition de ces satellites, en accord avec les théories de ségrégation chimique dans la nébuleuse primitive, ce qui constitue le premier élément en faveur de la présence importante de glace d'eau dans le Système Solaire externe.

Ces considérations ont amené à de nombreuses questions concernant la structure de ces objets, insoupçonnés jusqu'alors. Les tentatives de modèles thermiques d'intérieurs ont supposé assez tôt que la température de ces corps pouvait être suffisante pour permettre la différenciation, et donc la séparation de la phase rocheuse et glacée [Lewis, 1971]. Combiné aux basses températures qui règnent à cette distance du Soleil, les modèles prédisaient déjà une couche de glace imposante en surface, qui soulève des questionnements très pertinents sur les processus géologiques de surface, comme par exemple l'existence de cratères d'impact et leur devenir face au fluage de la glace ou l'apparition d'éventuelles fractures à la surface. De son côté, l'atmosphère de Titan avait déjà été détectée, et sa composition chimique riche en méthane en partie caractérisée [Kuiper, 1944], ce qui a laissé supposer qu'une chimie organique intense pouvait avoir lieu [Cameron, 1973].

Ces découvertes fascinantes et les nombreuses interrogations qui en découlent ont ainsi ouvert la voie à une période d'exploration spatiale riche et intense qui se poursuit encore à l'heure actuelle, de par l'incroyable potentiel exobiologique que représentent désormais ces

objets uniques dans le Système Solaire.

Une odysée stellaire vers les planètes géantes

De par l'intérêt scientifique que représente le Système Solaire externe, et dans l'enthousiasme de la conquête spatiale du XX^e siècle, il est décidé de faire tomber la limite des observations et analyses à distance depuis la Terre. Ainsi, dans ce contexte, plusieurs missions sont envoyées à la rencontre des planètes géantes dès les années 1970. L'objectif initial est de préparer un plan plus ambitieux d'exploration du Système Solaire externe profitant d'un alignement exceptionnel des planètes géantes qui aura lieu autour des années 1980, à l'aide de deux sondes jumelles préliminaires destinées à lever les incertitudes concernant la faisabilité de telles missions, les risques encourus, mais aussi à aider au dimensionnement et à la conception des futurs engins d'exploration.

Ces objectifs préliminaires ont été accomplis par les sondes *Pioneer* 10 et 11, respectivement lancées en 1972 et 1973, qui ont été les premiers objets artificiels à aller à la rencontre des planètes géantes, notamment Jupiter qui constituait le premier objectif. *Pioneer* 10 a survolé la planète géante en 1973 sans entrer en orbite, et a permis d'acquérir les premières images de la surface des lunes galiléennes, sans permettre une analyse très fine de par la faible résolution des images enregistrées. *Pioneer* 11 a également survolé Jupiter en fournissant plus de détails sur la planète elle-même, mais assez peu sur ses lunes. En revanche, contrairement à sa jumelle, *Pioneer* 11 a survolé Saturne, et a fourni les premiers aperçus de certaines de ses lunes, notamment Titan, sans pour autant permettre une représentation détaillée.

La véritable révolution arrive quelques années plus tard avec l'avènement du programme spatial *Voyager*, et les sondes jumelles *Voyager* 1 et 2, toutes les deux lancées en 1977. Ces sondes sont exceptionnelles de par les objectifs qu'elles doivent remplir lors de leur mission, qui comprend notamment la première étude détaillée du Système Solaire externe, avec la visite de l'intégralité des géantes gazeuses lors de survols successifs. *Voyager* 1 permet de survoler Jupiter (Figure 1.21a) et Saturne (Figure 1.21g), pour fournir des images à couper le souffle des planètes mais aussi de leurs lunes (Figure 1.21b), les plus détaillées à l'époque. Ces images permettent de révéler des mondes aussi variés qu'inattendus, comme par exemple la détection des premières éruptions volcaniques extraterrestres sur Io (Figure 1.21c), lune de Jupiter [Morabito et al., 1979; Strom et al., 1979]. Ces éruptions sont possiblement très importantes pour le système jovien, car de nombreuses particules émises par ces volcans se retrouvent piégées dans la magnétosphère de Jupiter et peuvent venir impacter la surface des autres lunes, changeant ainsi leur composition [Gradie et al., 1980; Postberg et al., 2006].

Voyager 1 a également révélé les premières images détaillées de la surface des autres lunes galiléennes, comme l'aspect très lisse et jeune d'Europe, qui montre des structures linéaires immenses de plusieurs centaines voire milliers de kilomètres de long (Figure 1.21d, Smith et al. [1979b]), qui suggèrent que, comme pour Io, Europe possède potentiellement une intense activité interne. Les mesures gravimétriques ont également permis d'affiner la valeur de la densité d'Europe, faible en comparaison à un corps rocheux, environ $3,0 \text{ g.cm}^{-3}$ (par comparaison la Lune et Io, des objets rocheux de taille comparable à Europe, ont des densités respectives de $3,346$ et $3,528 \text{ g.cm}^{-3}$). Cette valeur est en accord avec les détections

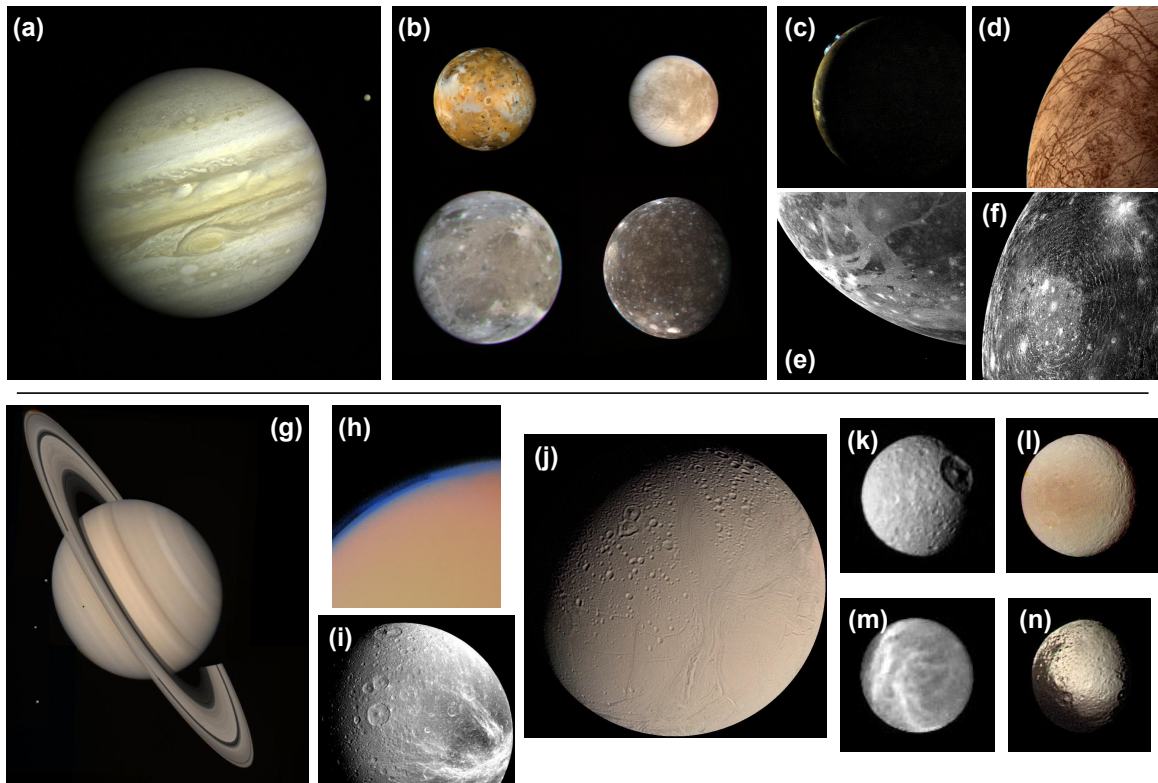


FIGURE 1.21 – Images des systèmes jovien et saturnien obtenues grâce aux deux sondes du programme *Voyager* (crédit images : NASA/JPL). (a) Vue globale de Jupiter avec Io en orbite. (b) Portrait de famille des quatre lunes galiléennes. Dans le sens de lecture : Io, Europe, Ganymède et Callisto. (c) Détail de Io montrant plusieurs éruptions actives. (d) Détail d'Europe montrant les fractures à sa surface. (e) Détail de Ganymède montrant sa géologie complexe. (f) Détail de Callisto montrant l'immense structure d'impact à sa surface. (g) Vue globale de Saturne avec quelques satellites en orbite. (h) Détail de l'atmosphère de Titan. (i) Surface de Dioné montrant ses fractures. (j) Encelade et ses différents terrains. (k) Détail de Mimas et son imposant cratère d'impact. (l) Vue de Tethys. (m) Détail de Rhéa. (n) Vue de Japet montrant cette dichotomie chromatique marquée entre un hémisphère sombre, et un hémisphère clair.

précédentes réalisées depuis la Terre qui montrent la présence d'eau sous forme de glace [Pilcher et al., 1972], et cette densité permet d'estimer une proportion de glace de l'ordre de 20 % au sein du satellite [Smith et al., 1979b], ce qui pourrait créer une épaisse couche de glace en surface qui explique de ce fait l'aspect très blanc et brillant de cette lune. *Voyager 2*, qui a visité le système jovien quelques mois après sa sœur, a pu observer Europe de bien plus près, avec des résolutions d'images beaucoup plus élevées, confirmant la présence des structures de surface pour en donner une description plus précise. D'après Smith et al. [1979a] plusieurs types de terrains ont ainsi pu être identifiés, avec des différences d'albédo relativement faibles, de l'ordre de 10 – 20 % qui font apparaître certaines zones légèrement plus sombres, tout comme les structures linéaires. Ces dernières apparaissent d'ailleurs comme ayant très peu de relief, et le peu de cratères observés (trois à l'époque de *Voyager*) sous-entendent que la surface est très lisse et jeune.

1.2. LES LUNES DE GLACE

Le programme *Voyager* a également permis l'exploration des autres satellites de Jupiter, comme Ganymède, la lune la plus imposante du Système Solaire, qui présente une surface de glace à la géologie complexe, constellée de cratères, avec des régions claires et jeunes, organisées en bandes et linéations, par rapport à des régions plus sombres et plus anciennes, plus cratérisées (Figure 1.21e, [Smith et al. \[1979b,a\]](#)). Les structures les plus jeunes semblent être des cratères d'impact très clairs, présentant des éjectats tout aussi clairs autour d'eux, signe que ces impacts ont très certainement exposé de la glace fraîche à la surface. Des hypothèses ont pu être faites, concernant une activité géologique intense de cette lune, qui aurait créé des failles normales, de l'extension et un élargissement de la couche de glace, ou encore des failles transformantes, toutes correspondant à ces bandes claires. Callisto, elle, est différente de Ganymède de par son absence marquée de structure géologique particulière, son aspect bien plus sombre, et la densité de cratères d'impact qu'elle présente, sa surface en étant complètement saturée, signe qu'elle est très ancienne et que Callisto est peu voire pas active géologiquement parlant. La seule structure marquante observée lors du passage des deux sondes est un immense cratère d'impact avec de très nombreux anneaux concentriques, reconnaissables à leur aspect légèrement plus clair que le reste de la surface (Figure 1.21f). Ce type de structure peut être généralement retrouvé sur d'autres corps comme Mercure ou la Lune, et est habituellement accompagné par un large bassin central, et des anneaux de montagnes concentriques excavées lors de l'impact [[McCauley, 1977](#)]. Or sur Callisto, cette structure à anneaux ne présente aucun relief particulier, ni bassin ni réelles chaînes de montagnes, signe que si ces éléments ont existé un jour, certainement au moment de la formation de cet impact, ils ont été effacés. Les hypothèses se portent sur la nature de la surface de Callisto, composée de glace comme pour Europe ou Ganymède, qui a pu relaxer les éléments de relief, et créer ces surfaces lisses observées sur ces corps glacés.

Ces deux sondes ont également permis une étude intense du système de Saturne, majoritairement pour l'étude de la planète et de son atmosphère, mais quelques éléments ont pu être apportés concernant ses lunes, et notamment Titan, la plus grosse d'entre elles. Par rapport à l'étude de ces lunes, *Voyager 1* était principalement dédiée à l'imagerie et l'étude de Titan, cible privilégiée après les données acquises par *Pioneer*, et la sonde a permis de donner de nouveaux détails sur cette lune, surtout au niveau de son atmosphère d'azote et de méthane (Figure 1.21h, [Samuelson et al. \[1981\]](#)), sans pouvoir la percer pour observer la surface à cause de la brume photochimique produite par réactions de ces espèces dans l'atmosphère [[Smith et al., 1981, 1982](#)]. L'observation des autres satellites, brièvement par *Voyager 1* et en détail par sa jumelle, a permis de révéler une diversité au moins aussi intrigante que pour les satellites principaux de Jupiter. Face à l'abondance de ces objets autour de Saturne, seuls les plus larges seront mentionnés ici, à savoir (dans l'ordre de la distance à Saturne) Mimas, Encelade, Téthys, Dioné, Rhéa et Japet. Tous ces objets sont considérés comme des satellites de glace, de par la composition de leur surface, majoritairement constituée de glace d'eau.

Mimas, la plus petite des lunes susmentionnées, est célèbre pour l'immense cratère d'impact qui recouvre une partie importante de sa surface, et qui a été rendu possible certainement par la très faible gravité de ce corps (Figure 1.21k). Sa surface est saturée de cratères, ce qui suggère qu'elle est très ancienne, et les seules structures marquantes sont la présence de rainures à certains endroits spécifiques, qui peuvent avoir été causées par cet impact géant [[Smith et al., 1982](#)]. Le cas d'Encelade est très différent de par l'absence notable de cratères visible sur les données de *Voyager 1*, pourtant acquises à la même résolution que pour

Mimas, combinée à un très fort albédo (le plus fort du système solaire), qui en ferait un corps à la surface très jeune. De plus, l'orbite de ce satellite est située dans la partie la plus dense de l'anneau E autour de Saturne, et il a été émis l'hypothèse qu'Encelade, de par une intense activité éruptive, est peut-être à l'origine de la formation de cet anneau, encore à l'heure actuelle [Pang et al., 1984]. *Voyager 2* a révélé une diversité de terrains, ainsi que les cratères qui n'avaient pas été vus par sa jumelle (Figure 1.21j). Cette petite lune présente ainsi des terrains avec des différences marquées en termes de densités de cratères d'impact, signe qu'elle possède des zones bien plus anciennes que d'autres. Des fractures et structures linéaires, des rides, ont également été identifiées, sur les zones les plus récentes, signe que la surface a très certainement été remobilisée relativement récemment, peut-être par l'activité géologique suspectée initialement [Smith et al., 1982]. Squyres et al. [1983] proposent que l'albédo très élevé d'Encelade soit le fruit d'éruptions de grains de glace fraîche, et que ce processus pourrait être actif à l'heure actuelle.

Téthys est particulière de par sa densité, proche de $1,2 \text{ g.cm}^{-3}$ soit quasiment celle de la glace pure, suggérant que ce corps est majoritairement constitué de glace [Smith et al., 1981]. Sa surface est globalement recouverte de cratères d'impact [Smith et al., 1981, 1982], et seule une large structure semblable à une vallée se détache du reste, possiblement créée par les contraintes due à l'expansion de ce corps lors de la solidification de l'eau initialement liquide (Figure 1.21i). Dioné, à peine plus grande que la lune précédente, est aussi plus dense, $1,4 \text{ g.cm}^{-3}$, signe que sa composition est certainement moins riche en glace. Elle possède également énormément de cratères, ainsi qu'une zone beaucoup plus sombre parcourue par des structures linéaires claires (Figure 1.21i). Ces linéations sont réparties autour de ce qui semble être des fractures, signe qu'il s'agit peut-être ici d'une activité éruptive [Smith et al., 1981]. *Voyager 1* a également permis d'imager Rhéa, et a montré deux types de terrains, clairs et sombres (Figure 1.21m), qui ne montrent pas la même densité de cratères. Les terrains sombres montrent beaucoup moins de cratères, et une limite relativement abrupte avec les terrains clairs, signe qu'ils sont beaucoup plus jeunes, certainement grâce à un phénomène de re-surfage massif [Smith et al., 1981]. Enfin, le programme *Voyager* a également observé Japet, un satellite intrigant de par son aspect singulier, qui présente un fort contraste d'albédo avec un hémisphère avant très sombre (albédo géométrique de 0,1) et un hémisphère arrière bien plus brillant (albédo de 0,49), comme le montre la Figure 1.21n. L'origine de cette dichotomie est débattue au moment des images acquises par les sondes *Voyager*, qui ne permettent pas de trancher, même si elles s'accordent sur une source extérieure à la lune elle-même. Soit cette zone sombre est due à un bombardement préférentiel sur l'hémisphère avant qui détruit la glace et révèle un matériau sombre dessous [Cook et Franklin, 1970], soit il existe un dépôt de particules sombres sur l'hémisphère avant, émanant potentiellement d'une autre lune, Phœbé [Burns et al., 1996].

Il faut également noter que, contrairement à sa consœur *Voyager 1*, *Voyager 2* a également visité les systèmes d'Uranus et Neptune pour la toute première fois, livrant ainsi les premières et dernières images sur place de ces planètes et de leurs lunes, les seules dont nous disposons car aucune autre mission ne s'est approchée suffisamment pour pouvoir les capturer. Ainsi, si les objets observés ne seront pas détaillés ici car ils sortent du cadre de cette étude qui se limite au système jovien et saturnien, il est tout de même important de mentionner quelques unes d'entre elles, notamment Miranda, lune d'Uranus, ou Triton, une imposante lune de Neptune observée par la sonde *Voyager 2* [Smith et al., 1989]. Les quelques

1.2. LES LUNES DE GLACE

données récoltées sur Miranda lui attribuent un diamètre de 484 km, soit relativement petit par rapport à certaines autres lunes de glace, et une densité de $1,26 \text{ g.cm}^{-3}$ [Smith et al., 1986]. Les images de cette lune montrent une surface très perturbée, des terrains présentant de forts contrastes de cratérisation (et donc d'âge), et des structures géologiques qui parcourent pratiquement l'ensemble de sa surface en de longues cicatrices clairement visibles [Smith et al., 1986]. Des analyses récentes de ces images acquises par *Voyager 2* montrent que Miranda serait recouverte d'un épais régolithe de glace, potentiellement le plus épais du Système Solaire [Beddingfield et Cartwright, 2022]. Triton, lune de Neptune, est l'une des plus grosses lunes du Système Solaire avec 2700 km de diamètre, la septième en termes de taille, mais sa densité a été estimée d'après les données *Voyager* à $2,075 \text{ g.cm}^{-3}$, ce qui implique qu'elle soit très riche en volatiles. Malgré le peu de données disponibles sur cet objet, les images retournées par la sonde ont permis des découvertes majeures, comme une surface estimée à un âge très jeune (peu de cratères d'impact), l'observation d'une atmosphère ténue capable de former des nuages et de la brume, mais aussi de très nombreux indices d'une tectonique intense qui peut avoir créé des épanchements cryo-volcaniques, des éruptions ou des dépôts d'un matériau remplissant les creux topographiques. En effet, de très nombreux contrastes de reliefs importants existent sur Triton, des terrains très perturbés et irréguliers à des zones bien plus lisses et sans aucun relief, qui ressemblent à des remplissages de dépressions [Smith et al., 1989]. Certaines de ces structures lisses sont associées à des édifices circulaires, possiblement des zones d'éruption, qui pourraient expliquer ce remplissage par des cryo-laves. Malgré une faible densité de cratères sur ces terrains lisses, qui suggère qu'ils sont relativement jeunes, la preuve ultime d'une activité éruptive actuelle vient de l'observation de panaches et d'une activité de geysers à la surface de Triton, au niveau de son pôle Sud, la première activité de ce genre détectée sur une lune de glace. Ces éruptions se manifestent par l'éjection d'un matériau sombre en geysers, hauts d'environ 8 km, observés à plusieurs endroits, et qui peuvent être reliées aux traces sombres précédemment observées sur les terrains du pôle Sud [Smith et al., 1989].

Face à l'immense succès qu'ont représenté les missions *Voyager*, d'autres programmes d'exploration ont été mis en place, avec cette fois-ci des cibles bien plus spécifiques. C'est le cas de la mission *Galileo* (NASA, Russell [1992]), dédiée spécifiquement à l'étude du système jovien avec une mise en orbite autour de Jupiter entre 1995 et 2003, ainsi que de la mission *Cassini-Huygens* (NASA-ESA, Matson et al. [2002]), consacrée à l'étude du système de Saturne, avec également une mise en orbite autour de la géante gazeuse entre 2004 et 2017. Ces missions sont révolutionnaires de par leur étude extensive des lunes de glace autour des deux géantes du Système Solaire, et elles sont à l'origine de découvertes et confirmations majeures concernant certains de ces objets. Une description plus précise des principales lunes de glace de Jupiter et de leurs propriétés marquantes sera donnée par la suite, majoritairement basées sur les données de la mission *Galileo*, mais il est tout de même possible d'en lister les principales découvertes de manière succincte ici.

Les principaux résultats concernent Europe, qui a suscité un vif intérêt dès les premiers survols effectués. Au total, neuf survols de ce satellite ont été effectués, qui ont mené à des images très détaillées de sa géologie, ainsi que des informations précieuses sur son intérieur qui ont de possibles implications sur sa surface. Ainsi, les données gravimétriques et magnétiques collectées par *Galileo* ont permis d'émettre l'hypothèse que le satellite est entièrement différencié, avec un noyau métallique, un manteau rocheux, et une hydrosphère épaisse, qui

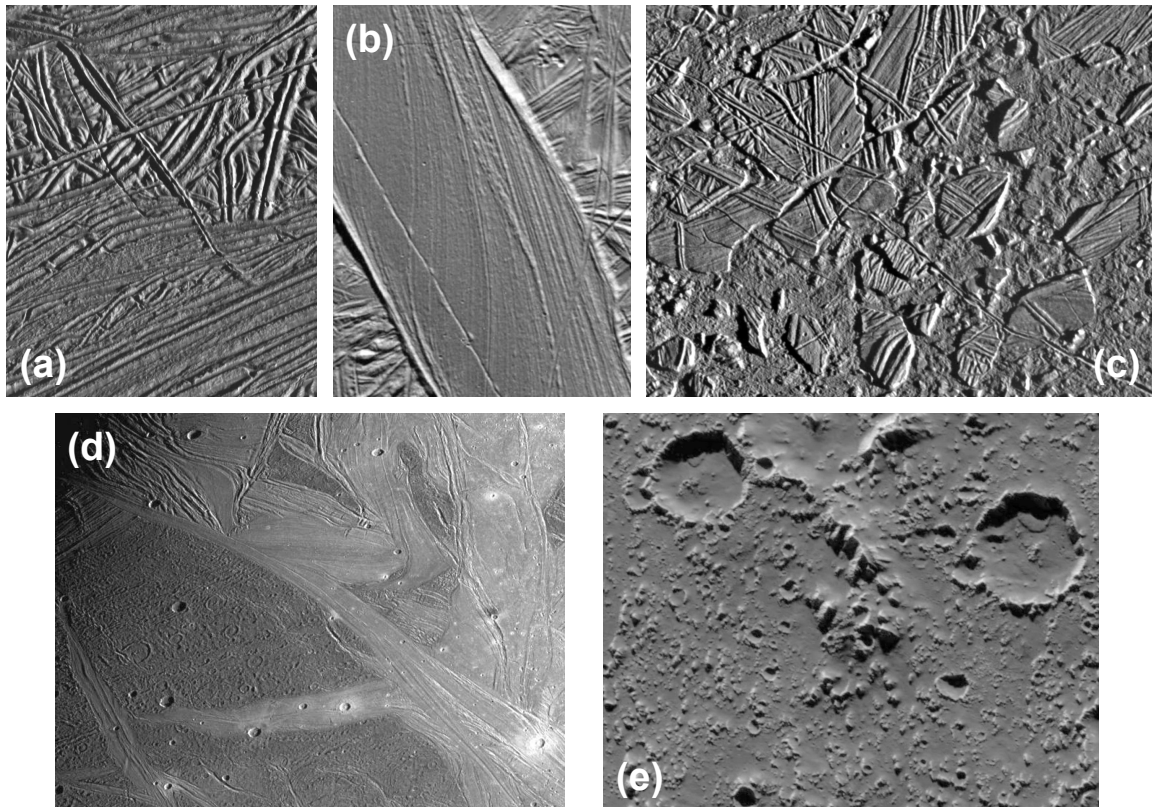


FIGURE 1.22 – Exemples d’images de la surface des principaux satellites de glace de Jupiter prises par la sonde *Galileo* (crédit image : NASA/JPL). (a) Photographie haute résolution de la surface d’Europe, montrant l’intrication de structures linéaires si denses qu’il est difficile de les séparer, qui se coupent et se recoupent, signe d’une activité géologique intense. (b) Autre vue de la surface d’Europe montrant une bande plus lisse, suspectée de correspondre à une zone d’extension. (c) Détail d’une formation de type chaos sur Europe. (d) Vue détaillée de la surface de Ganymède montrant la différence entre les terrains anciens (sombres et cratérisés) et les terrains plus jeunes (clairs et peu cratérisés) qui ressemblent aux bandes observées sur Europe. (e) Vue détaillée de la surface de Callisto qui montre l’abondance de cratères et quelques structures intéressantes comme des glissements de terrain sur les bords des principaux cratères.

cache possiblement un océan d’eau liquide directement en contact avec le manteau, sous une couche de glace massive [Schubert et al., 2009]. Ce contact direct entre l’océan liquide et le manteau rocheux fait d’Europe une analogie avec les fonds marins terrestres, où il a été suggéré que la vie a pu apparaître, ce qui fait de ce satellite une cible exceptionnelle pour l’exobiologie [Hand et al., 2020]. Les structures particulières comme les chaos, les dômes ou les lenticulae, dont une description précise sera fournie par la suite, peuvent également être les marqueurs d’un cryo-volcanisme actif ou récent [Pappalardo et al., 1998b], qui peut expliquer l’apparente jeunesse de la surface, recouverte en permanence par des éruptions de glace. Les nombreuses structures linéaires révélées par *Voyager* ont pu être ici imagées avec une précision inégalée, et montrent une géologie active possiblement similaire à une tectonique des plaques avec de la glace [Gaidos et Nimmo, 2000; Kattenhorn et Hurford, 2009].

1.2. LES LUNES DE GLACE

Des exemples d'images de la surface d'Europe sont visibles en Figure 1.22a, b et c.

De la même manière, la mission *Galileo* a pu montrer que malgré des tailles et des masses proches, Ganymède et Callisto possèdent potentiellement des intérieurs très différents. La preuve pour Ganymède tient dans la détection d'un champ magnétique propre, ce qui est un cas unique parmi les lunes du Système Solaire, et l'intérieur de cette lune est très certainement différencié, cachant de la même manière qu'Europe un océan liquide sous une épaisse couche de glace. Un exemple d'image acquise par *Galileo* est visible en Figure 1.22d. Callisto, elle, semble posséder une hydrosphère similaire, mais les mesures de gravimétrie obtenues grâce à la sonde indiquent que son noyau consisterait en un mélange de glace et de roche, certainement indifférencié. La surface de Callisto est illustrée par la Figure 1.22e. Ces océans internes, s'ils sont cachés sous une épaisse couche de glace, semblent interagir avec l'intense champ magnétique de Jupiter pour créer un champ magnétique induit, signe qu'une couche liquide conductrice est présente suffisamment proche de la surface, la meilleure hypothèse étant un océan d'eau liquide salée [Khurana et al., 1998; Zimmer et al., 2000; Kivelson et al., 2002]. Comme cela sera explicité par la suite, la présence de cet océan a possiblement des implications majeures pour l'état de surface de ces lunes.

La sonde *Cassini-Huygens* a été plus spectaculaire encore de par ses découvertes autour de Saturne, fournissant ainsi les premières images détaillées de la surface de Titan, parvenant à percer l'épaisse atmosphère grâce à l'imagerie radar. Plus ambitieuse encore, la sonde *Huygens* [Lebreton et Matson, 2002; Clausen et al., 2003], embarquée à bord de la mission, a été envoyée vers cette lune pour pénétrer physiquement l'atmosphère et atterrir à la surface le 14 Janvier 2005, révélant directement des paysages complexes forgés par la dynamique atmosphérique et les précipitations d'hydrocarbures liquides (Figure 1.23b). Cette sonde a ainsi pu fournir des images directes de la surface en lumière visible [Tomasko et al., 2005], et une analyse détaillée de la composition atmosphérique [Niemann et al., 2005, 2010], alors que *Cassini* a continué d'explorer la lune depuis l'orbite de Saturne, révélant ainsi la présence importante d'un matériau granulaire composé d'un mélange de particules organiques et de glace qui forme de larges étendues de dunes, sur une grande partie de la surface [Lorenz et al., 2006; Radebaugh et al., 2008]. L'imagerie radar a également pu révéler la présence de lacs à la surface de Titan [Stofan et al., 2007; Hayes, 2016], composés d'hydrocarbures liquides, les seules autres étendues liquides à la surface d'un corps autre que la Terre, appuyées par la présence de chenaux et de marques de rivières vues depuis l'orbite et lors de la descente de *Huygens* (Figure 1.23a). Ainsi, *Cassini* a montré une surface extrêmement active, et d'une diversité sans précédent, avec des processus de circulation, d'échanges et d'érosion qui peuvent être comparés à la Terre, malgré une chimie atmosphérique complexe.

La mission *Cassini* a également permis d'acquérir des images extrêmement détaillées des autres lunes de Saturne comme Japet ou Dioné, mais la deuxième cible la plus importante s'est révélée être Encelade (Figure 1.23c), grâce à la découverte majeure qui a suivi l'arrivée de la sonde, à savoir la présence d'immenses jets au niveau du pôle Sud de cette petite lune. En effet, dès 2005 la mission survole à plusieurs reprises cette lune de glace, et découvre ce qui avait été supposé, à savoir des éjections de vapeur d'eau et de grains de glace depuis les grandes fractures linéaires présentes au pôle Sud [Porco et al., 2006; Spahn et al., 2006; Waite et al., 2006], qui sont très certainement la source du matériau venant alimenter l'anneau E autour de Saturne (Figure 1.23d). Cette découverte a plusieurs implications majeures, la première étant la présence d'une source liquide actuellement sous la couche

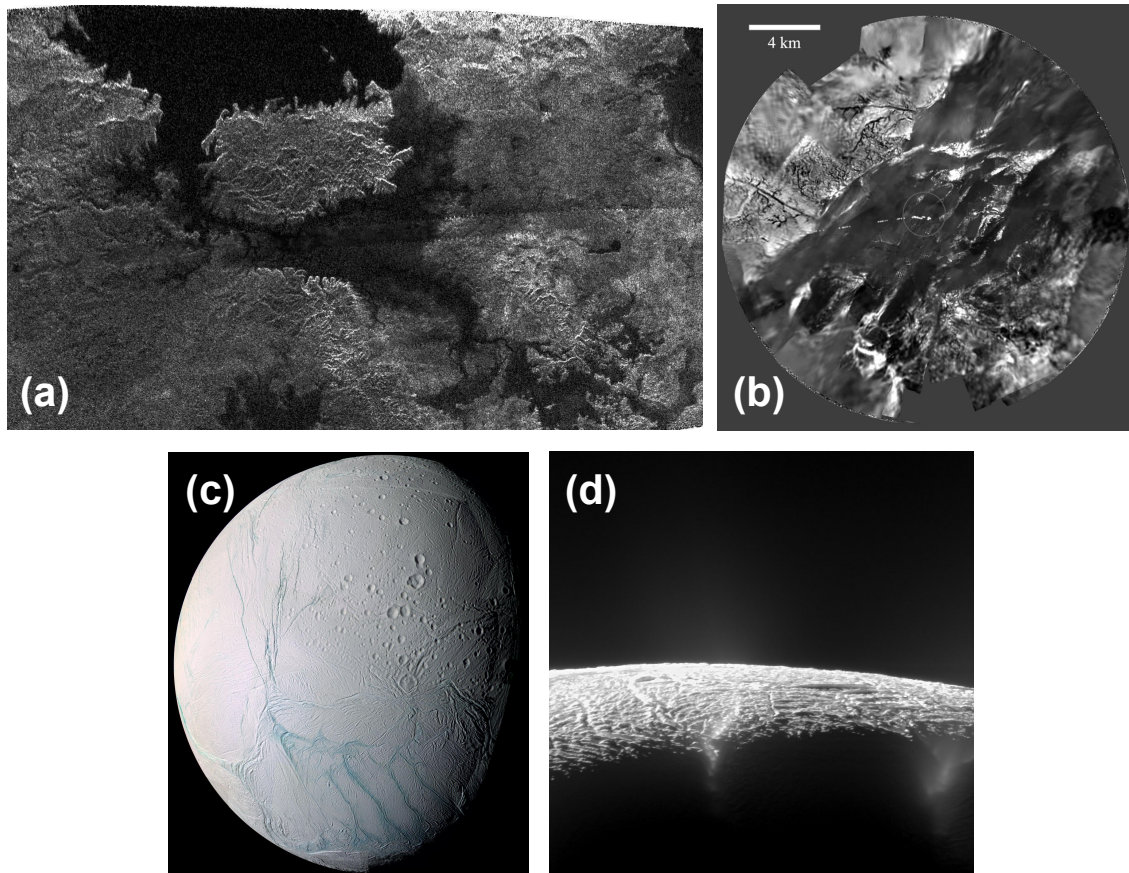


FIGURE 1.23 – Images d'exemples prises par la sonde *Cassini-Huygens* au cours de sa mission en orbite autour de Saturne. (a) Vue de la surface de Titan par imagerie radar, montrant une étendue d'hydrocarbures liquides, représentée par la zone sombre (crédit image : NASA/JPL-Caltech/ASI). (b) Image composite de la surface de Titan prise par la sonde *Huygens* lors de sa descente dans l'atmosphère, montrant une morphologie de surface complexe et des structures de chenaux (crédit image : ESA/NASA/JPL/University of Arizona). (c) Vue globale à haute résolution d'Encelade en fausses couleurs (crédit image : NASA/JPL/Space Science Institute). (d) Vue des geysers émanant du pôle Sud d'Encelade, envoyant dans l'espace des grains de glace et de la vapeur d'eau (crédit image : NASA/JPL-Caltech/Space Science Institute).

de glace d'Encelade, seul océan liquide officiellement confirmé et observé. Il a cependant fallu attendre 2015 pour confirmer cette découverte [Thomas et al., 2016]. Cette éjection de matière montre également que la surface et l'océan sont directement reliés, même si la profondeur de ce dernier reste difficile à estimer. Il est possible d'estimer, par des modèles, la dynamique et la géométrie des fractures à l'origine de ces éjections [Schmidt et al., 2008], mais aussi la structure interne de la lune nécessaire pour conserver une telle activité tout au long de la mission [Choblet et al., 2017]. La présence de ces geysers implique également que, si une partie de la matière éjectée vient nourrir l'anneau E, une autre partie retombe à la surface d'Encelade pour créer une couverture globale de grains de glace selon des schémas de retombées définis [Kempf et al., 2010; Southworth et al., 2019]. Ce phénomène peut

1.2. LES LUNES DE GLACE

expliquer la différence morphologique observée entre les différents terrains, dont certains apparaissent dépourvus de cratères car ces derniers ont certainement été recouverts par les retombées continues. Cela signifie qu'il existe à la surface d'Encelade, et potentiellement d'autres lunes glacées autour des planètes géantes comme Europe, comme cela sera explicité par la suite, une couche globale constituée d'un matériau granulaire qui consiste en des grains de glace microscopiques. Dans le cas d'Encelade, ces grains de glace ont même été échantillonnés, lorsque la sonde *Cassini* a traversé les panaches à plusieurs reprises lors de ses nombreux survols, ce qui a permis une analyse fine de leur composition ou de leur taille par exemple [Postberg et al., 2011, 2018a]. Ces différents éléments seront cependant abordés plus en détail par la suite, pour Titan et Encelade spécifiquement.

La mission *Cassini-Huygens* a été la dernière mission en date en partie explicitement dédiée à l'étude des lunes d'une planète géante. Cette effervescence d'exploration, cependant, si elle a connu une période plus calme ces dernières années, est repartie à la hausse avec le développement de deux nouvelles missions dédiées à l'exploration poussée des lunes de Jupiter. C'est le cas notamment de la mission *Jupiter Icy Moons Explorer, JUICE*, de l'ESA [Grasset et al., 2013], dont l'objectif spécifique est constitué par les lunes de glaces galiléennes, en particulier Ganymède, autour de laquelle la sonde doit se placer en orbite dans la seconde partie de la mission (ce qui constituerait une première dans l'histoire de l'exploration des lunes glacées), et dans une moindre mesure Europe et Callisto. Cette sonde, lancée en Avril 2023, devrait arriver autour de Jupiter en Juillet 2031. Conjointement, la mission *Europa Clipper* de la NASA [Howell et Pappalardo, 2020] doit également être lancée prochainement (prévu pour Octobre 2024), et devrait arriver aux alentours de Jupiter dans le même temps que *JUICE* (vers 2030). Cette mission est dédiée principalement à la lune Europe, et aura pour objectif de tenter de caractériser sa surface glacée pour déterminer l'éventuelle présence de liquide en profondeur, de caractériser chimiquement la surface pour en déduire d'éventuels liens avec un océan, ou encore de déterminer l'origine des structures géologiques présentes en surface, en lien avec une possible activité géologique interne. Ces deux sondes, qui étudieront le système de Jupiter au même moment, devraient fournir des informations précieuses sur la surface de ces lunes, portées par les analyses des sondes qui les ont précédées, et qui pourraient mener à d'autres découvertes possiblement aussi riches que celles révélées par *Cassini* autour de Saturne.

Quelles méthodes pour comprendre les surfaces glacées ?

Comme l'ont montré les différentes missions spatiales ayant visité les lunes des géantes gazeuses, les surfaces solides du Système Solaire externe présentent une diversité de paysages peu commune, surtout de par le fait que l'immense majorité de ces surfaces sont glacées, ce qui donne lieu à des phénomènes qu'il est inhabituel de trouver sur les autres corps solides du Système Solaire interne. Ainsi, là où la plupart des surfaces des corps rocheux sont recouvertes par un régolithe de composition proche de celle de leur croûte, il en va de même pour les lunes de Jupiter et Saturne, qui possèdent ainsi très certainement un régolithe en très grande partie composé de grains de glace. Le cas le plus emblématique est Encelade avec ses éruptions de vapeur et de glace, les seules qui ont été intensivement étudiées dans le Système Solaire à l'heure actuelle (Triton, qui possède également une activité éruptive d'origine énigmatique, n'a été étudiée que par le survol de *Voyager 2*), qui possède très probablement

une épaisse couche de régolithe (possiblement plusieurs centaines de mètres, [Martin et al. \[2023\]](#)) composé d'une poudre de glace à grains fins de quelques microns à quelques dizaines de microns [[Jaumann et al., 2008](#); [Schmidt et al., 2008](#); [Kempf et al., 2010](#); [Postberg et al., 2011](#)]. De plus, les geysers d'Encelade alimentent l'anneau E diffus autour de Saturne [[Baum et al., 1981](#); [Kempf et al., 2008, 2018](#)], dans lequel se trouvent les orbites de certaines lunes comme Mimas, Téthys, Dioné et Rhéa, ce qui signifie qu'une fraction des grains de cet anneau peut se déposer à la surface de ces corps. Téthys a d'ailleurs également été proposée comme source possible d'une partie des particules de l'anneau E [[de Pater et al., 2004](#)]. Ces phénomènes d'éruption et de dépôts, associés aux nombreux impacts de météorites sur certains objets qui peuvent fractionner la surface, participent à la formation d'un régolithe de glace, que ce soit sur les lunes de Saturne ou de Jupiter. Dans le cas des satellites galiléens, si aucune éjection du même type que sur Encelade n'a été observée à l'heure actuelle, de fortes suspicions existent concernant Europe, qui semble recouverte par endroits de dépôts récents [[Fagents, 2003](#)] possiblement de nature granulaire. En corrélation avec sa surface très jeune, des observations faites depuis la Terre par le télescope spatial *Hubble* [[Roth et al., 2014](#); [Sparks et al., 2016, 2017](#)] et une re-visite des données de la mission *Galileo* [[Jia et al., 2018](#); [Arnold et al., 2019](#)], il existe une probabilité non négligeable qu'Europe abrite des phénomènes d'éruptions similaires à Encelade, ce qui viendrait également créer une couche granulaire glacée à la surface de ce satellite.

Ces processus ont des implications majeures concernant l'appréhension des surfaces glacées du Système Solaire. En effet, les régolithes étant des matériaux granulaires fins, il serait facile de faire le parallèle avec les poudres terrestres, et donc de vouloir appliquer les méthodes de caractérisation classiques décrites précédemment. Il est cependant difficile, voire impossible, d'utiliser les outils de caractérisation terrestres au cours de missions spatiales, de par plusieurs aspects, le premier étant la complexité de mise en place. En effet, les méthodes décrites en Section 1.1.3 impliquent toute l'échantillonnage et la manipulation physique du matériau, chose qui n'est possible que dans le cas des missions spatiales impliquant des atterrisseurs, ce qui n'a été possible que pour très peu d'objets du Système Solaire. De plus, face aux difficultés d'opérations sans un utilisateur physique (protocoles de préparation, de chargement, et de la mesure en elle-même) et le caractère mono-tâche de ces instruments de caractérisation, généralement dédiés à un seul type de mesure, aucun des outils décrits en Section 1.1.3 n'a été impliqué dans le cadre d'une mission spatiale.

Malgré l'absence des méthodes de caractérisation mécanique des matériaux granulaires dans les programmes d'exploration du Système Solaire, il est toujours possible d'obtenir, à distance ou par échantillonnage direct dans des cas relativement exceptionnels, certaines propriétés des grains composant la surface, comme la taille des particules ou leur composition chimique. Ces méthodes indirectes sont rendues possibles par des instruments spécifiques qui ont été embarqués sur les missions spatiales passées, ainsi que d'autres outils plus novateurs dans le contexte des satellites de glace, qui devraient être impliqués dans les missions futures.

La méthode la plus intuitive pour l'étude des surfaces planétaires est bien évidemment l'imagerie, même si elle peut différer légèrement des principes d'imageries utilisés sur Terre. En effet, la première façon d'observer les objets est d'utiliser la lumière visible, longueurs d'onde auxquelles nos yeux sont sensibles, et ce sont les premières données reçues depuis les sondes spatiales lorsqu'elles arrivent sur place. Ces données sont extrêmement importantes,

1.2. LES LUNES DE GLACE

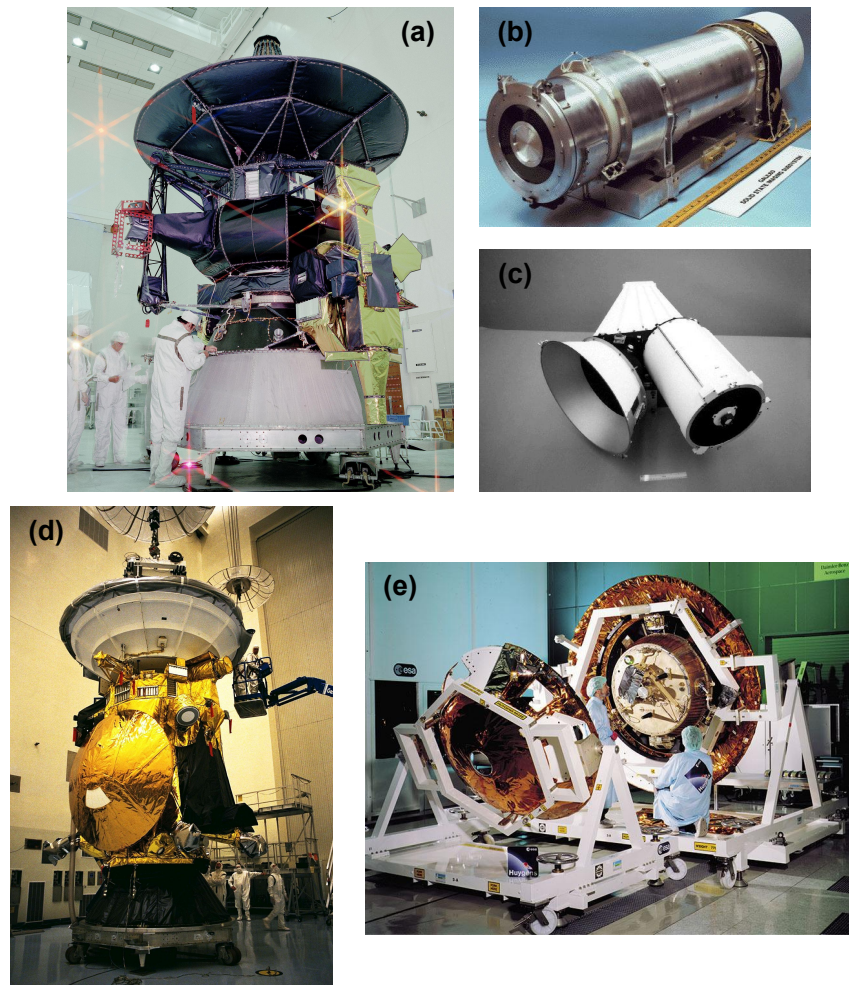


FIGURE 1.24 – Images d’illustration des deux principales sondes envoyées vers le Système Solaire externe. (a) Vue de la sonde *Galileo* en cours d’assemblage (crédit image : NASA). (b) Instrument d’imagerie visible SSI embarqué sur *Galileo* (crédit image : NASA). (c) Instrument de spectroscopie infrarouge NIMS embarqué sur *Galileo* (crédit image : NASA/JPL). (d) Vue de la sonde *Cassini-Huygens* en cours d’assemblage (crédit image : ESA/NASA). (e) Vue de la sonde atmosphérique *Huygens* en cours de montage (crédit image : ESA).

car elles permettent de révéler les textures de surface, les couleurs, reliefs, ombres, morphologies, l’éclat des différents objets, et leur aspect général. L’imagerie permet ainsi d’accéder directement à la surface dans la plupart des cas, lors de l’absence d’atmosphère, ce qui pose les bases de l’analyse géologique de la surface. Ainsi, si nous reprenons les sondes *Galileo* (Figure 1.24a) et *Cassini-Huygens* (Figure 1.24d), celles qui ont étudié avec le plus de détails les lunes de glace, toutes deux disposaient de systèmes d’imagerie poussés, respectivement le système *Solid State Imaging*, SSI (Figure 1.24b, Belton et al. [1992]), et le système *Imaging Science Subsystem*, ISS [Porco et al., 2004]. Si ces systèmes de prise d’images permettent d’atteindre des résolutions jamais obtenues avec les missions précédentes, elles ne peuvent imaginer que des phénomènes macroscopiques et globaux, ce qui suffit généralement pour quantifier les processus géologiques, mais qui peut être délicat concernant l’étude d’un

éventuel régolithe, de par la difficulté évoquée précédemment de relier l'aspect macroscopique du comportement d'une poudre à ses propriétés microscopiques.

Dans certains cas, l'accès à la surface par la seule imagerie est complexe de par la présence d'une épaisse atmosphère, comme c'est le cas pour Titan, ou même Vénus parmi les planètes rocheuses. Dans ce cas-là, depuis l'orbite seule l'atmosphère peut être photographiée avec l'imagerie visible, car cette dernière absorbe la totalité du rayonnement électromagnétique visible. Pour contourner cette difficulté, précédemment observée avec les sondes *Voyager*, la mission *Cassini-Huygens* dispose de plusieurs options. La première est la sonde d'entrée atmosphérique *Huygens* (Figure 1.24e), qui a été conçue pour pénétrer dans l'atmosphère de Titan. Cette sonde, arrivée à environ 50 – 45 km d'altitude, a pu obtenir les premières images visibles de la surface de Titan, recouverte d'une épaisse brume constituée de particules organiques [Harland, 2007; Coustenis et Hirtzig, 2009]. Si cette imagerie reste une méthode très macroscopique, elle permet tout de même de fournir plus de détails de la surface que n'a pu le faire *Cassini* au cours de sa mission, jusqu'à fournir des images à haute résolution de la surface lors de son arrivée sur cette dernière (voir Figure 1.47 pour des illustrations). Dans le cas particulier de l'atterrisseur *Huygens*, d'autres instruments avaient été prévus pour réaliser des mesures à la surface, grâce au module *Surface Science Package*, SSP [Zarnecki et al., 2003], mais la plupart des instruments ont été pensés pour mesurer les propriétés d'un éventuel liquide, sans prendre en considération le régolithe de Titan. Ainsi, sachant que la sonde a atterri sur un sol solide et non liquide, les informations obtenues concernent majoritairement les images de surface, ainsi que l'impact de la sonde. En effet, un pénétromètre et un accéléromètre étaient prévus pour enregistrer l'atterrissage de *Huygens* sur Titan, dans le cas d'une arrivée sur une surface solide ou liquide, et ils ont révélé un sol solide avec une résistance à la pénétration déduite à 250 kPa, ce qui correspond à la consistance d'une neige peu tassée, du goudron, du sable mouillé ou de l'argile sur Terre [Zarnecki et al., 2005].

L'envoi d'une sonde de surface pour percer l'atmosphère, si elle reste la méthode d'analyse la plus directe car physiquement au contact de la surface et du potentiel régolithe, reste une mesure très locale des propriétés de surface. Heureusement, il est toujours possible de réaliser des analyses de la surface à distance, dans des longueurs d'onde différentes de la lumière visible afin de se placer dans une gamme pour laquelle l'atmosphère est transparente. C'est ce qui a été réalisé avec la sonde *Cassini* lorsqu'elle a imagé Titan lors de ses survols, grâce au principe de l'imagerie radar [Elachi et al., 2004]. Cette méthode d'observation utilise une source de rayonnement radar active, pointée vers la surface à observer, et mesure les temps de retour de ces mêmes ondes radar réfléchies par la surface, étant capables de percer l'atmosphère. Cette technique ne produit ainsi pas de véritables images, mais plutôt des cartes des irrégularités de la surface, dont la taille minimale dépend des propriétés du rayonnement émis, ce qui ne permet pas d'obtenir des cartographies ayant une résolution extrêmement élevée. Il a cependant été possible d'observer les structures de surface de Titan grâce à cette méthode, et de détecter des dunes constituées d'un mélange de grains organiques et de grains de glace, qui se comportent donc comme des systèmes de matériaux granulaires à large échelle, influencés par la dynamique atmosphérique. L'imagerie radar a également permis l'observation détaillée de grandes étendues liquides (apparaissant sombres sur les images radar de par leur très faible rugosité, qui ne renvoient que très peu de rayonnement vers la sonde), qui prouvent qu'un cycle du même type que le cycle de l'eau sur Terre

existe sur Titan, ce qui joue très certainement sur la dynamique des matériaux granulaires de surface.

En dehors de l'imagerie visible, une grande partie des informations sur la composition et l'état de la surface des corps glacés vient de l'imagerie spectrale et plus particulièrement l'imagerie spectrale infrarouge. Cette méthode d'analyse, basée sur l'absorption (ou la réflexion) de certaines parties de la gamme du rayonnement infrarouge, appelées bandes d'absorption (ou pics de réflexion), par des espèces chimiques constitutives du milieu sondé, est très utilisée en analyse planétaire de par sa facilité de mise en place, et les informations riches qu'elle permet de fournir. L'analyse des bandes d'absorption ou des pics de réflexion dans la gamme de l'infrarouge permet d'identifier les différentes espèces chimiques présentes sur une surface, pour peu que leur influence sur le spectre infrarouge soit connue au préalable (par le biais d'analyses préliminaires en laboratoire). Une description détaillée de cette méthode est fournie en Section 2.2.3, pour des instruments terrestres, mais le principe de fonctionnement reste le même pour les instruments embarqués sur les missions spatiales. *Galileo* possédait un tel outil de mesure, *Near-Infrared Mapping Spectrometer* ou NIMS (Figure 1.24c, Carlson et al. [1992]), afin de caractériser la composition des surfaces des lunes galiléennes ainsi que certaines de leurs propriétés. La mission *Cassini*, elle, possédait également des spectro-imageurs, *Composite Infrared Spectrometer* ou CIRS [Jennings et al., 2017], et *Visible and Infrared Mapping Spectrometer*, VIMS [Brown et al., 2004], pour les mêmes applications mais pour les surfaces des lunes de glace de Saturne.

L'étude du rayonnement émis par une surface dans le domaine du rayonnement infrarouge ou radio (une observation donc passive et non active) peut également donner des informations sur ses propriétés thermiques, qui elles-mêmes peuvent aider à caractériser les propriétés physiques du régolithe observé. C'est l'exercice auquel se sont frottés Ferrari et Lucas [2016], qui ont tenté de modéliser l'effet des paramètres physiques comme la taille des grains, la porosité du régolithe, sa température et d'autres paramètres intrinsèques, sur l'émission thermique d'un corps glacé, en s'inspirant de travaux déjà existants sur des régolithes plutôt rocheux [Gundlach et Blum, 2013]. Ainsi, la mesure de l'inertie thermique des régolithes de glace, qui s'est révélée très faible (entre 1 et 100 J/m²/K/s^{1/2}), couplée à des modèles d'émission thermique, peut s'expliquer selon eux par une forte proportion de glace amorphe dans ce régolithe, et une compaction relativement classique [Ferrari et Lucas, 2016; Ferrari, 2018], contrairement aux hypothèses précédentes qui expliquaient ces faibles valeurs par des régolithes généralement très poreux. Le Gall et al. [2014] ont utilisé les mesures d'émission thermique dans le domaine des micro-ondes pour étudier les dunes à la surface de Titan, et ont pu obtenir des informations supplémentaires sur la composition de ces dernières (à partir de la constante diélectrique), leurs propriétés physiques (rugosité, hétérogénéités et porosité dans le proche sous-sol) ou géométriques (pente des dunes, orientation). Ce rayonnement émis peut également, dans le cas particulier de Titan, donner des informations concernant les lacs d'hydrocarbure à sa surface, notamment la composition de ces derniers ou leur profondeur [Le Gall et al., 2016].

En complément à toutes ces mesures et de manière plutôt indirecte, la mission *Cassini* a également pu caractériser la surface d'Encelade par le biais de l'échantillonnage des grains de glace issus des geysers d'Encelade, grâce à deux instruments, le *Cosmic Dust Analyzer* ou CDA [Srama et al., 2004] qui permet d'analyser la composition et la masse de grains avec des tailles comprises entre 0,2 et 2 µm, et le *Cassini Plasma Spectrometer* ou CAPS

[Young et al., 2004] qui permet d'analyser des grains bien plus petits, jusqu'à 0,003 μm . Les deux instruments précédents ne peuvent pas donner d'information sur la géométrie des grains, mais donnent des indications sur la composition, ainsi que la masse des particules échantillonnées, détruites lors du processus. Ils ont ainsi pu détecter quatre types de grains différents, avec des compositions uniques, en proportions différentes dans les panaches d'Encelade ou l'anneau E [Postberg et al., 2018a]. Si la masse et donc la taille des grains n'est pas représentative de la surface de la lune de glace, car seuls les grains les moins massifs peuvent s'échapper de l'influence gravitationnelle d'Encelade, leur distribution permet tout de même d'inférer de manière indirecte sur les tailles qu'il est possible de trouver à la surface. Ces résultats donnent dans tous les cas des informations très pertinentes sur la composition de surface, qui seront détaillées par la suite (Section 1.2.2).

Ces instruments précédemment envoyés ont pu ouvrir la voie pour les missions à venir, qui embarquent de ce fait des outils novateurs pour la caractérisation des lunes de glace, mais qui ont déjà été testés et éprouvés pour d'autres missions spatiales dédiées à d'autres objets. Il existe en effet, ailleurs dans le Système Solaire, d'autres larges étendues de glace qu'il a été possible de caractériser à distance grâce à des sondes, notamment sur Mars qui possède des calottes polaires imposantes de plusieurs kilomètres de glace. Ainsi, grâce à des sondeurs radar, il est possible de pénétrer cette glace pour en déterminer la structure interne, les éventuelles stratifications, inhomogénéités, et les paysages sous-glaciaires à une résolution acceptable. Ainsi, deux missions vers Mars ont déjà embarqué ce type d'instrumentation, la mission *Mars Express* de l'ESA avec l'instrument *Mars Advanced Radar for Subsurface and Ionosphere Sounding* MARSIS [Jordan et al., 2009], et la mission *Mars Reconnaissance Orbiter* de la NASA avec l'instrument *Mars SHallow RADar sounder* SHARAD [Seu et al., 2007]. L'instrument MARSIS aurait permis de détecter un lac d'eau liquide sous-glaciaire au niveau de la calotte polaire Sud de Mars [Orósei et al., 2018], ce qui ouvre la voie à une exobiologie martienne concrète. L'instrument SHARAD a permis de caractériser la structure fine de la calotte polaire Nord de Mars [Putzig et al., 2023], ainsi que la détection de glaciers enterrés qui n'avaient jusque-là pu qu'être supposés [Holt et al., 2008].

Ainsi, les missions *JUICE* (Figure 1.25a) et *Europa Clipper* (Figure 1.25b), si elles embarquent des instruments caractéristiques des missions précédentes pour les lunes de glace comme les instruments d'imagerie et les outils de spectrométrie infrarouge (notamment *Europa Clipper* qui prévoit l'embarquement d'un système d'analyse des particules éjectés par les geysers d'Europe, Sternovsky et al. [2014]; Kempf [2018]), seront également équipées de sondeurs radar destinés à percer les premiers kilomètres de la couche de glace. Ces instruments sont le *Radar for Icy Moons Exploration* RIME [Bruzzone et al., 2013] pour *JUICE*, et le *Radar for Europa Assessment and Sounding : Ocean to Near-surface* REASON [Blankenship et al., 2018] pour *Europa Clipper*. L'utilisation de ce type d'instrument autour des lunes de glace permettra d'étudier la structure de la couche superficielle de glace, d'éventuellement détecter des réservoirs liquides proches de la surface ou même de caractériser l'épaisseur de la glace et la profondeur de l'océan liquide, ce qui donnera des indications indirectes sur la dynamique de l'hydrosphère, et donc l'état de surface de ces lunes.

Il existe également d'autres missions, plus ambitieuses encore que les précédentes, qui prévoient de faire atterrir des objets autonomes à la surface des lunes de glace. C'est notamment le cas de la mission *Dragonfly* de la NASA [Barnes et al., 2021], qui prévoit de faire se poser et voler un drone dans l'atmosphère de Titan, afin de réaliser des mesures at-

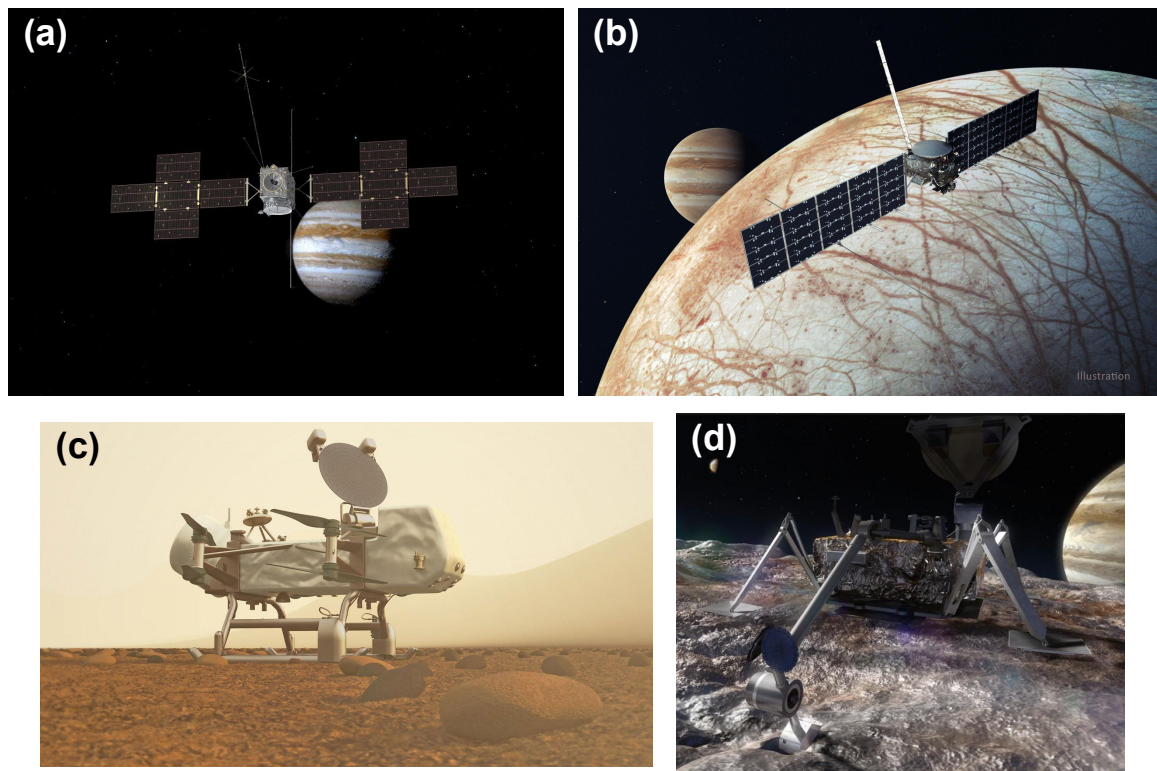


FIGURE 1.25 – Vues d’artiste des missions spatiales futures et potentielles envoyées vers les lunes de glace. (a) Mission *JUICE* arrivant au voisinage de Jupiter (crédit image : ESA). (b) Mission *Europa Clipper* survolant Europe (crédit image : NASA/JPL-Caltech). (c) Mission *Dragonfly* posée sur le sol de Titan (crédit image : NASA’s Goddard Space Flight Center/John Hopkins University Applied Physics Laboratory). (d) Mission potentielle *Europa Lander* à la surface d’Europe, en cours d’échantillonnage du régolithe (crédit image : NASA/JPL-Caltech).

mosphériques et de surface tout en gardant une mobilité nécessaire pour une caractérisation exhaustive. Cette sonde prévoit notamment toute une suite d’instruments dédiés à l’analyse de la composition de la surface à l’endroit où se pose le drone, qui nécessitent potentiellement des forages superficiels du régolithe, ainsi qu’un transport jusqu’aux outils d’analyse (grâce à l’instrument *Drill for Acquisition of Complex Organics* DrACO, [Zacny et al. \[2022\]](#)). Il y a ainsi deux problématiques majeures à prendre en considération ici, la première étant le comportement de la surface devant les impacts successifs, même à faible vitesse, de la sonde *Dragonfly*, qui peut rencontrer une riche diversité de terrains lors de son exploration. Le caractère inconnu des propriétés mécaniques d’un sol comme celui de Titan peut mener à des incertitudes lors de l’atterrissage du drone, pouvant potentiellement mettre ce dernier en péril, notamment lors de l’exploration des étendues de dunes. La seconde concerne tous les processus d’échantillonnage et de transport de ces échantillons qui, comme l’a démontré l’outil HP³ sur Mars, peuvent se comporter de manière excessivement exotique, et leurs propriétés doivent donc être anticipées. Ces problématiques sont présentes pour la mission *Dragonfly*, mais également pour la mission potentielle *Europa Lander* de la NASA [[Hand et al., 2022](#)], qui prévoit de faire atterrir une sonde à la surface d’Europe. Ne connaissant pas

finement les propriétés mécaniques du régolithe glacé à la surface de la lune, il est possible de rencontrer des difficultés concernant l'atterrissage, l'échantillonnage ou l'analyse de cette couche superficielle. En l'occurrence, la cohésion des poudres de glace à la surface d'Europe peut changer la consistance du sol, sa résistance à la pénétration (de la même manière que la poudreuse sur Terre est différente de la neige tassée), et l'adhésion des grains de glace peut rendre difficile un échantillonnage efficace.

Les méthodes présentées précédemment sont bien évidemment très différentes de celles qui sont habituellement employées pour caractériser les sols et les surfaces sur Terre (voir Section 1.1.3). Ainsi, il existe une difficulté non négligeable pour faire le lien entre ces deux domaines, et pouvoir associer les données issues des missions spatiales, qui représentent dans la plupart des cas des analyses à distance et à une échelle large, à de véritables propriétés microscopiques des poudres étudiées. Pour réaliser ce lien délicat, il est généralement possible de combiner les deux expertises, à savoir réaliser des expériences sur des analogues de surface dans des conditions s'approchant de celles des lunes de glace, afin de caractériser grâce à des moyens disponibles sur Terre leurs propriétés intrinsèques ou leur comportement mécanique, et de caractériser ensuite leur réponse à des analyses similaires à ce qu'il est possible d'obtenir grâce aux missions spatiales, à distance avec les méthodes décrites précédemment. C'est vers ce lien entre les deux domaines d'analyse que nous cherchons à progresser grâce à la présente étude.

1.2.2 Propriétés de surface des principales lunes de glace

Suite à la présentation plutôt historique de l'exploration du Système Solaire externe, quelques parties de ce document sont dédiées à la présentation des principaux objets en orbite autour de Jupiter et de Saturne, ou les objets qui présentent le plus d'intérêt pour notre étude de par leur taille, leurs caractéristiques, ou les phénomènes géologiques qu'ils abritent. Bien évidemment, de par notre milieu d'intérêt, à savoir les régolithes glacés du Système Solaire, seuls les aspects concernant la surface ou la proche surface seront abordés dans cette description. Il faut cependant noter que, malgré l'absence de description approfondie de ces objets qui n'ont été que peu étudiés, Uranus et Neptune présentent des lunes aux caractéristiques qui semblent étrangement similaires à celles de Jupiter et Saturne (voir les quelques mots développés à ce sujet en Section 1.2.1). De par la rareté des données acquises autour de ces planètes, cependant, ces objets ne seront pas traités dans cette étude.

1.2.2.1 Autour de Jupiter

Jupiter abrite de par sa taille quelques-uns des plus gros satellites du Système Solaire, à savoir les satellites galiléens, Io, Europe, Ganymède et Callisto, par ordre d'éloignement à la planète. De par leur taille, et leur étude approfondie déjà effectuée et qui se poursuivra avec les futures missions spatiales, ce sont les seules lunes qui seront abordées ici, à l'exception de Io qui n'est pas une lune glacée mais volcanique, à cause des forces de marée exercées par Jupiter. Une attention particulière sera portée à Europe, de par son vif intérêt exobiologique, mais également pour les processus géologiques de création de régolithe par des geysers qui, à défaut d'avoir été directement observé par des sondes, est fortement soupçonné, ce qui fait

de cette lune une cible privilégiée pour la suite de l'exploration du système jovien.

Europe

Comme rapidement abordé précédemment, Europe est une lune d'intérêt majeur dans le cadre de l'exploration spatiale, de par sa composition très riche en volatiles et notamment en eau (sous forme liquide ou solide). Les analyses fines du champ gravitationnel produit par la lune et les perturbations de trajectoire des sondes, notamment *Galileo*, permettent d'obtenir des informations sur son état interne. Ces données, mises en commun avec les modèles d'accrétion et de chauffage interne, suggèrent qu'Europe est différenciée, ce qui implique que les phases présentant des différences de densité sont clairement séparées [Anderson et al., 1998; Sohl et al., 2002; Schubert et al., 2009], en un noyau métallique au centre, entouré d'un noyau rocheux silicaté, et finalement surplombé par une hydrosphère massive qui peut aller jusqu'à une épaisseur de 160 km selon le modèle utilisé.

Europe présente des températures très basses, avec un maximum correspondant à 132 K le jour au niveau du point d'illumination maximale, vers l'équateur, et qui peuvent descendre jusqu'à 70 K la nuit ou même 50 K proche des pôles [Spencer et al., 1999; Moore et al., 2009; Ashkenazy, 2019]. Considérant la structure d'Europe, son hydrosphère située au niveau des couches les plus externes, sa température ainsi que l'absence d'atmosphère épaisse, donc une pression nulle en surface, cela implique que la lune possède une couche épaisse constituée de glace d'eau. De très nombreux indices suggèrent que cette hydrosphère n'est cependant pas entièrement solide, et qu'il existe un océan liquide sous cette couche glacée. En effet, de par sa proximité avec Jupiter et son excentricité relativement élevée (0,9 %), Europe subit des forces de marée conséquentes qui la déforment de manière cyclique et qui peuvent générer d'importantes quantités de chaleur par frottement interne [Sotin et al., 2009]. Cette chaleur, combinée à la désintégration d'éléments radioactifs présents dans le manteau rocheux, peut être suffisante pour maintenir un océan liquide confiné entre la couche de glace et le manteau rocheux. La présence de cet océan a également été avancée au regard des structures géologiques présentes en surface [Greeley et al., 2004], mais la preuve la plus indiscutable est sans aucun doute l'étude des fluctuations du champ magnétique dans lequel baigne la lune, effectuée par *Galileo*. En effet, la sonde a pu montrer en passant à proximité d'Europe que cette lune possédait un champ magnétique induit [Khurana et al., 1998; Kivelson et al., 1999, 2000; Zimmer et al., 2000], ce qui suggère qu'une couche conductrice se trouve en profondeur, jusqu'à 200 km, et qu'elle est épaisse de plusieurs kilomètres au moins [Zimmer et al., 2000]. Cette conductivité et ce champ magnétique induit sont comparables à ceux qu'il est possible d'obtenir avec l'eau de mer salée sur Terre, ce qui laisse penser que la composition de l'océan sur Europe peut être relativement similaire. Ce champ magnétique ne peut pas être généré par le noyau de la lune, car ce dernier se trouve être enfoui trop profondément. La présence de cet océan, si elle concerne plutôt la dynamique interne de la lune, peut également avoir des implications très importantes pour l'état de surface d'Europe (impliquant possiblement des processus de re-surfacement), et notamment pour la formation et la présence d'un régolithe glacé, comme nous le verrons par la suite.

Cet océan, dans le cas d'Europe, se trouverait donc directement en contact avec un noyau rocheux qui peut potentiellement posséder une intense activité géologique et volcanique de

par les déformations imposées par Jupiter. Cela peut mener à des processus hydro-thermaux au fond de cet océan, comme ceux qui sont observés sur Terre [Lowell et DuBose, 2005; Vance et al., 2007; Glass et al., 2022]. Ces phénomènes peuvent amener de l'énergie et des éléments issus du noyau, nécessaires à l'apparition et au développement de la vie [Shock, 2007; Martin et al., 2008; Hand et al., 2020], ce qui fait d'Europe une cible privilégiée pour l'exploration spatiale.

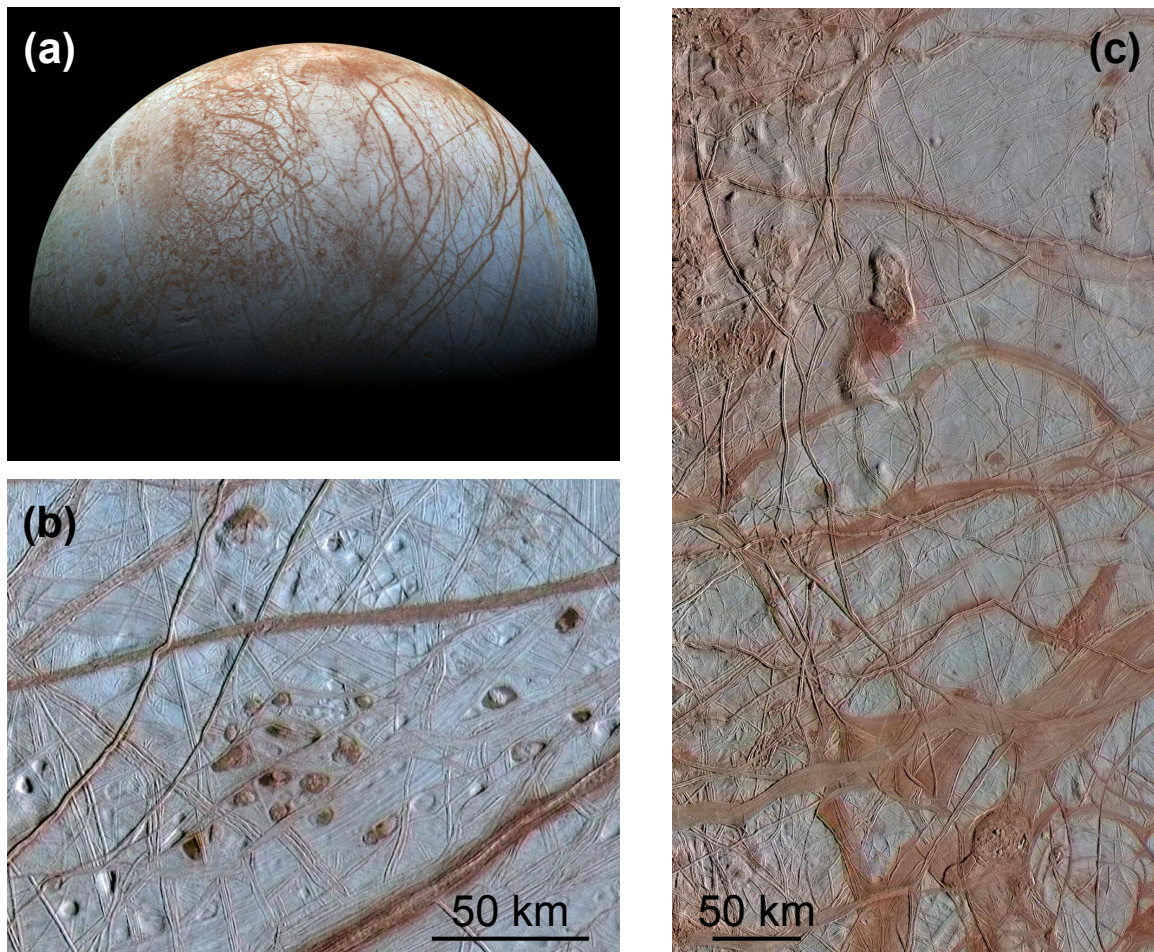


FIGURE 1.26 – Images de la surface d'Europe prises par la sonde *Galileo*. (a) Point de vue global de la lune de glace (crédit image : NASA/JPL-Caltech/SETI Institute). (b) Agrandissement d'une partie de la surface montrant les structures typiques de dépressions, dômes, fractures linéaires (crédit image : NASA/JPL/University of Arizona/University of Colorado). (c) Autre agrandissement de la surface d'Europe, montrant les structures de bandes, de chaos, et les mêmes structures linéaires que précédemment (crédit image : NASA/JPL-Caltech/SETI Institute).

Observée de manière globale, Europe affiche, sur les photos acquises par les sondes *Voyager* et *Galileo*, une surface relativement claire, parcourue de lignes plus sombres et de zones qui présentent des teintes différentes (Figure 1.26). Son albédo, à savoir la quantité de lumière qu'un objet renvoie par rapport au rayonnement incident, est de 0,64 ce qui en fait un objet relativement réfléchissant, cette propriété étant très certainement due à la glace qui

1.2. LES LUNES DE GLACE

compose sa surface. Europe est relativement lisse en termes de reliefs, sans aucune chaîne de montagne, seulement des structures linéaires pouvant s'élever à quelques centaines de mètres, des dépressions ou des plateaux (Figure 1.26b et c) [Lucchitta et Soderblom, 1982; Schenk et al., 2008; Alexander et al., 2009], et très peu de cratères d'impact [Bierhaus et al., 2009]. Or, habituellement en sciences planétaires, l'âge des surfaces est estimé par le comptage et la taille des cratères d'impact. Plus une surface est ancienne, plus elle devrait afficher des cratères nombreux et imposants, tout en gardant en tête que le flux de météorites et d'impacteurs change selon la région du Système Solaire dans laquelle se trouve l'objet étudié. Si une surface est jeune, cela signifie que des processus d'érosion ont permis de remobiliser la surface, de gommer les reliefs, et donc les cratères, ou que des éruptions de matériaux comme de la lave ont permis de les recouvrir. Ainsi, la Terre par exemple présente des surfaces extrêmement jeunes, qui se forment à l'heure actuelle grâce aux processus tectoniques, volcaniques et d'érosion, là où la Lune, dépourvue d'atmosphère et dont l'activité volcanique s'est arrêtée depuis un certain temps, présente des surfaces couvertes de cratères, et donc très anciennes. Le cas d'Europe est donc intrigant de par l'absence de cratères. Seuls 24 cratères d'un diamètre supérieur à 10 km ont pu être identifiés sur les images de *Galileo* par Schenk et al. [2004], et seulement 6 sont supérieurs à 30 km. Bon nombre de petits cratères sont des cratères secondaires [Bierhaus et al., 2005], et ne peuvent être pris en compte dans l'estimation de l'âge des surfaces observées. Ainsi, Zahnle et al. [2003] et Bierhaus et al. [2009] ont estimé un âge de la surface autour de 40 – 90 Millions d'années (Ma), ce qui en fait l'une des plus jeunes du système solaire, surtout si elle est comparée aux autres lunes galiléennes glacées, Ganymède et Callisto. Cette particularité implique nécessairement que la surface d'Europe est renouvelée régulièrement, ou l'a été dans sa globalité autour de cette date, ce qui soutient l'hypothèse d'une intense activité géologique récente.

Cette hypothèse d'activité géologique soulevée par les cratères est appuyée par les très nombreuses structures visibles à la surface de la lune, déjà imagées par le programme *Voyager* mais pleinement mises en lumière par la sonde *Galileo*, comme le montre la Figure 1.26. Ainsi, il est possible de classer ces structures en différentes catégories, selon leur échelle spatiale, mais aussi selon leur morphologie [Doggett et al., 2009] :

- **Regiones** : ces objets sont plutôt des descriptions à large échelle des différentes unités visibles depuis les images de survol, essentiellement basées sur des contrastes de réflectivité ou de couleur. Ces distinctions servent généralement à distinguer des zones géographiques relativement larges. Il est ainsi possible de séparer deux types de *regiones*, les terrains clairs associés à des plaines parcourues de rides (comme par exemple *Falga Regio*, Figure 1.27a), et les terrains plus sombres associés aux chaos (comme par exemple *Dyfed Regio*, Figure 1.27a).
- **Chaos** [Collins et Nimmo, 2009] : cette structure est définie comme un terrain fracturé et fragmenté, des blocs polygonaux pris dans une matrice désordonnée et sans structure apparente [Carr et al., 1998; Spaun et al., 1998]. Les blocs, eux, sont des morceaux de terrain présents au moment de la mise en place du chaos, qui présentent toujours les morphologies de rides à leur surface, signe qu'ils constituaient auparavant les plaines ridées et qu'ils ont été conservés. L'analogie imagée qu'il est possible de faire serait des blocs de glace flottant dans une matrice figée par le gel. Les chaos peuvent surplomber les terrains adjacents, ou se trouver dans des topographies plus basses. Ces structures correspondent généralement aux terrains sombres décrits pour

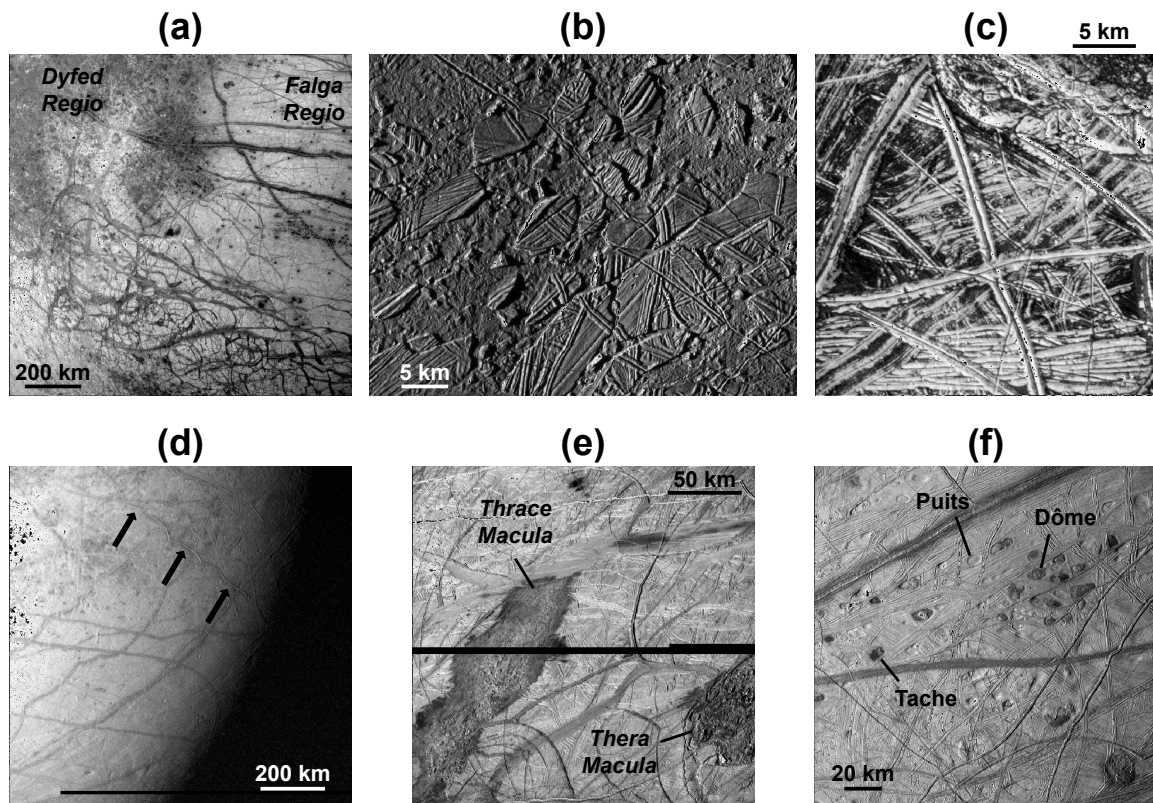


FIGURE 1.27 – Illustrations des grands types de structures géologiques observables à la surface d'Europe. Toutes les images ont été tirées des données de la mission *Galileo* (crédit : NASA). (a) Illustration des régions de grande échelle, sombres et claires. (b) Exemple du *Conamara Chaos* qui montre parfaitement les blocs ayant conservé la géologie précédente, au sein d'une matrice perturbée. (c) Exemple de terrain saturé de rides arborant différentes géométries, simples, doubles ou complexes. (d) Rides cycloïdes à grande échelle. (e) Exemples typiques de *maculae* que sont *Thera* et *Thrace Macula*. (f) Ensemble de structures de type *lenticulae*.

les *regiones*. L'exemple de chaos le plus connu est certainement le *Conamara Chaos*, visible en Figure 1.27b. Parmi les chaos, d'autres sous-structures peuvent être identifiées, comme les *Maculae* qui sont des zones sombres à la forme très irrégulière, qui semblent au premier abord constituées d'un matériau endogène qui remplit des zones de topographie plus basse [Prockter et Schenk, 2005]. Ces zones peuvent potentiellement correspondre à des effusions de cryo-laves, et les exemples les plus connus sont *Thera* et *Thrace Maculae* (Figure 1.27e). Il existe également les structures appelées *Lenticulae*, qui sont des structures circulaires ou elliptiques à la topographie positive (dômes) ou négative (puits), d'un relief de plusieurs dizaines voire centaines de mètres [Pappalardo et al., 1998b] (les *lenticulae* sans relief sont simplement appelées des taches). Souvent, les puits possèdent une couleur plus sombre que les terrains alentours, et présentent une texture déstabilisée qui perturbe la géologie pré-existante [Spaun et al., 1999]. Les dômes, eux, ne possèdent pas de différence d'albédo, et ne semblent pas perturber la géologie de surface, à l'exception de l'élévation de topogra-

phie. Des exemples de *lenticulae* sont fournis en Figure 1.27f.

- ***Linæ*** : structures linéaires et allongées (Figure 1.27c), qui peuvent être droites ou courbées, sombres ou claires, avec un relief positif (rides, *ridges* en anglais) ou négatif (auges, *troughs* en anglais). Les auges, ou fractures [Kattenhorn et Hurford, 2009], sont des dépressions linéaires avec un profil en V ou en U. Il existe deux échelles pour ces morphologies, des auges fines, de 200 à 300 m de large, et des auges à beaucoup plus large échelle, 25 – 40 km de large qui dessinent des cercles partiels, et qui peuvent être un indice d’une éventuelle rotation globale de la couche de glace, découplée du noyau rocheux par l’océan liquide entre les deux [Schenk et al., 2008]. Les rides, elles, sont les structures les plus nombreuses à la surface d’Europe [Kattenhorn et Hurford, 2009; Prockter et Patterson, 2009], et peuvent atteindre des largeurs allant de ~ 200 m à plus de 4 km, avec des longueurs souvent plus importantes que 1000 km, et des hauteurs potentielles allant jusqu’à 200 – 350 m. Les rides peuvent être droites, courbées ou cycloïdes. Les rides cycloïdes forment une catégorie à part et sont appelées les *Flexūs*. Elles sont formées par des segments en arc de cercle connectés entre eux, de taille similaire et régulière (Figure 1.27d). Leur forme particulière a été interprétée comme étant des fractures générées par les contraintes dans la couche de glace, qui se propagent selon la rotation du champ de contrainte lors de l’orbite d’Europe autour de Jupiter [Hoppa et al., 1999]. Les rides peuvent former des structures avec une seule ride, une double-ride (avec une auge centrale), ou des complexes de rides difficiles à démêler [Pappalardo et al., 1998a]. Les pentes extérieures de ces structures sont relativement raides, et certaines théories suggèrent qu’elles peuvent être le fruit d’éboulement de matériel granulaire, qui se retrouve donc avec une pente correspondant à son angle de repos [Sullivan et al., 1999]. Plus de détails concernant un éventuel matériau granulaire éruptif seront donnés par la suite.

Ces différentes structures géologiques, si elles ont dans un premier temps été constatées à la surface, ont également été analysées dans le détail, et des interprétations ont été réalisées quant à leur signification ou les processus à leur origine. Ainsi, plusieurs hypothèses ont été émises, notamment concernant une éventuelle tectonique des plaques complexe sur Europe [Kattenhorn et Hurford, 2009].

Les structures les plus abondantes à la surface d’Europe, les *linæ*, sont celles qui présentent les indices les plus évidents d’une dynamique de type « tectonique des plaques ». Assez rapidement après leurs premières observations, ces structures linéaires ont été rapprochées d’une tectonique extensive semblable à la Terre, avec une couche de glace soumise à d’importantes contraintes de tension [McEwen, 1986; Leith et McKinnon, 1996]. Les explications fournies pour expliquer cette extension se basent sur les contraintes imposées par la marée due à Jupiter, qui déforme la lune de manière cyclique et permet d’ouvrir ces nombreuses fractures. Il est à noter ici que les rides qui parcourent la surface sont nombreuses, se coupent et se recoupent, présentent un aspect ancien ou très récent, ce qui signifie que le processus à l’origine de leur formation est actif depuis longtemps, et relativement constant compte tenu de la morphologie identique de ces objets au fil du temps. De plus, compte tenu de l’âge de la surface estimé par Zahnle et al. [2003] et Bierhaus et al. [2009], ces fractures doivent se former relativement rapidement. Même si la plupart des modèles s’accordent sur le fait que ces fractures sont des structures en tension, le mécanisme qui contrôle leur morphologie exacte est encore débattu, et implique :

- Des éruptions cryo-volcaniques riches en gaz [Kadel et al., 1998].
- Une activité de type diapir, avec une remontée de matériel par différence de densité au niveau d'une fracture, qui soulève chaque côté de cette dernière pour former la ride [Head et al., 1999].
- Une intrusion d'un matériau qui gèle dans la fracture, écartant ses bords pour construire la ride par intrusions successives [Melosh et Turtle, 2004].
- L'exposition directe de l'océan lors de l'ouverture des fractures causées par les déformations de marée, qui crée instantanément une fine couche de glace à sa surface. Cette glace est ensuite ramenée à la surface lorsqu'elle se retrouve coincée par la fracture lorsque cette dernière se referme [Greenberg et al., 1998].
- Un cisaillement répété au niveau des fractures permet de générer de la chaleur par frottement, ce qui peut causer des différences de densité et donc une remontée de matériel, ce qui construit la ride [Gaidos et Nimmo, 2000; Nimmo, 2002].

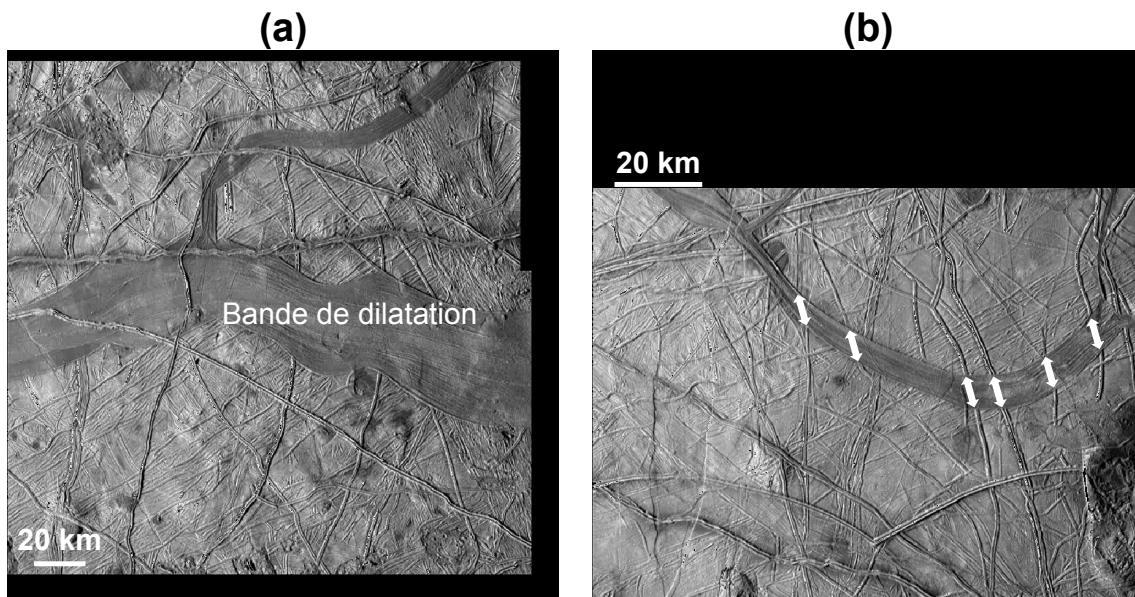


FIGURE 1.28 – Exemple de bandes de dilatation (a) avec une illustration de la reconstruction possible des terrains pré-existants (b).

L'extension de la couche de glace d'Europe est particulièrement visible au niveau des structures appelées bandes de dilatation [Tufts, 2000; Prockter et Patterson, 2009]. Ces structures linéaires sont généralement plus larges que les rides classiques, et correspondent à des zones d'extension intense, similaires par certains aspects aux rides médio-océaniques terrestres (Figure 1.28a). Elles peuvent apparaître lisses ou parcourues de lignes parallèles entre elles et aux bords des bandes. Des exercices de reconstruction ont été effectués lorsque la communauté s'est aperçue que les structures linéaires pré-existantes à ces bandes se retrouvaient de chaque côté de ces dernières, et qu'il était possible de les raccrocher en retirant cette géologie, ce qui signifie que cette structure correspond bien à une surface nouvelle, signe qu'il s'agit certainement d'un processus majeur de re-surfage (Figure 1.28b). À noter que les structures linéaires au sein de ces bandes sont possiblement associées à des failles présentant des mouvements normaux.

1.2. LES LUNES DE GLACE

La tectonique extensive observée sur Europe doit nécessairement s'accompagner d'une tectonique compressive, pour que la création de nouvelle surface ne s'accompagne pas d'un changement de la surface totale d'Europe. Il est possible d'avoir de l'extension pure si celle-ci s'accompagne d'une augmentation de volume du corps, ce qui a certainement eu lieu pour Europe lors de la solidification partielle de son hydrosphère, mais pas suffisamment pour accommoder l'ensemble de l'extension visible à la surface. Cependant, si les structures extensives sont bien visibles, les structures compressives sont beaucoup moins évidentes. Plusieurs zones sont néanmoins identifiées ou soupçonnées d'être des limites convergentes [Sarid et al., 2002; Mével et Mercier, 2005], et des modèles d'une éventuelle subduction active à la surface d'Europe ont même été proposés [Kattenhorn et Prockter, 2014], qui pourraient expliquer l'équilibre actuel de la couche de glace.

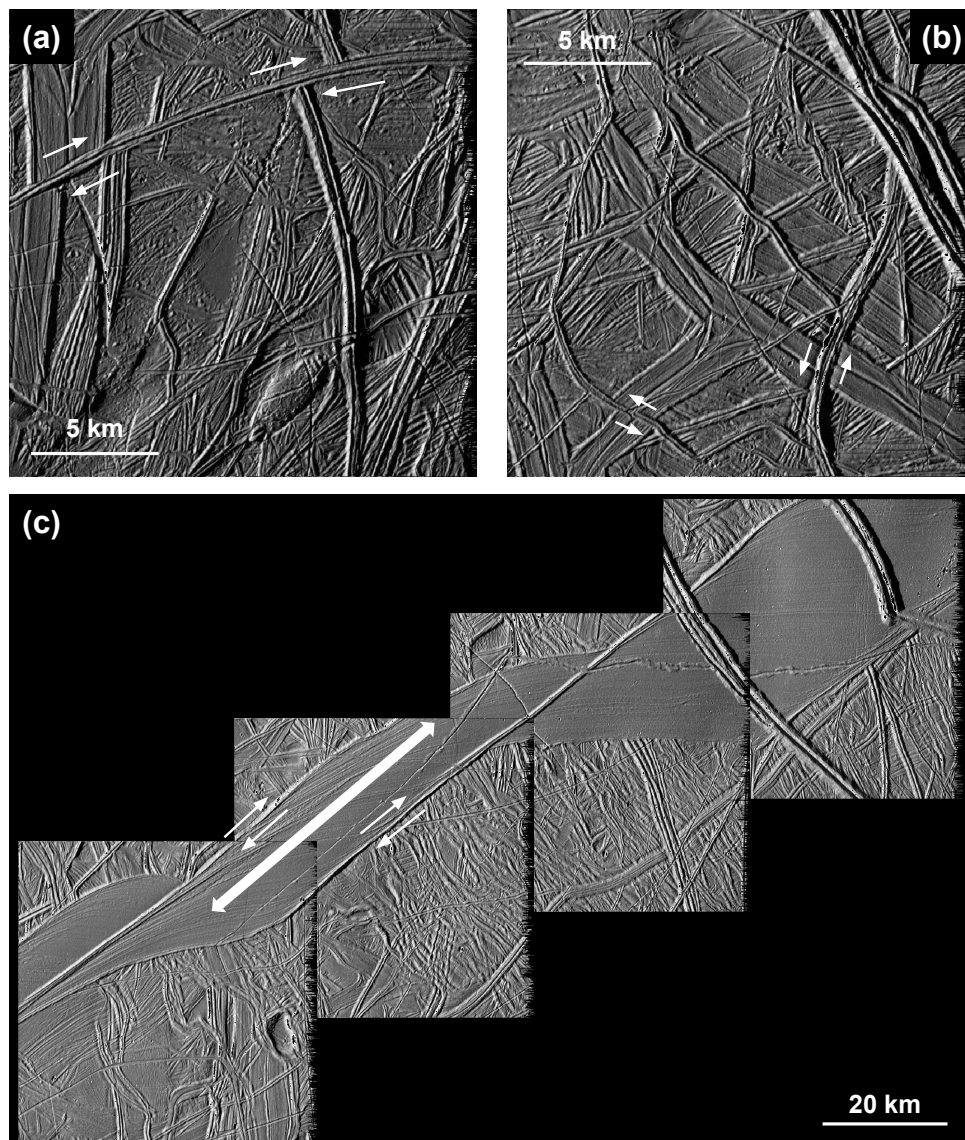


FIGURE 1.29 – Images d'illustration de la tectonique transverse sur Europe, associée à des rides (a et b), ou associée à la formation de bandes de dilatation avec la création de zones en *pull-aparts* (c).

Il est difficile de considérer une tectonique sur Europe sans envisager des mouvements purement transverses le long des très nombreuses failles qui parcourent sa surface, dus à du cisaillement latéral. Ce type de mouvement est très visuel et rapide à quantifier en termes de déplacements latéraux, car il se manifeste par des mouvements opposés de la surface de chaque côté d'une ride ou d'une structure linéaire, ce qui décale les structures situées de part et d'autre de cette ride active (Figure 1.29a). Ainsi, [Kattenhorn \[2004\]](#) distingue plusieurs types de morphologies pouvant mener à des mouvements transverses, soit des mouvements initiés par des rides (Figure 1.29a et b), soit des mouvements associés à des bandes (Figure 1.29c). Dans ce deuxième cas, il est clairement visible sur la figure que des déplacements transverses le long de rides majeures peuvent mener à la création de zones en extension (appelées *pull-aparts*), qui évoluent donc en bandes de dilatation.

Si la morphologie des chaos a été étudiée en détail [[Collins et Nimmo, 2009](#)], tant au niveau de la matrice que des blocs qui sont compris à l'intérieur, le mécanisme à leur origine reste incertain. De par leur aspect ressemblant à des icebergs flottant dans une mer qui aurait gelé, il a été proposé que ce mécanisme de formation soit exactement celui qui a lieu sur Europe [[Carr et al., 1998](#); [Greeley et al., 1998](#)]. Cette hypothèse implique nécessairement une source de chaleur sous la glace qui fait fondre cette dernière, pour créer un trou exposant directement l'océan sous-glaciaire. Des contraintes concernant la taille des blocs peuvent être données, si ces derniers flottent sur de l'eau liquide salée [[Williams et Greeley, 1998](#)]. Ce mécanisme permet d'expliquer l'aspect des chaos, mais aussi les blocs qui auraient subi une rotation au cours de leur mise en place, et qui sont courants dans ce genre de formation. Un second modèle se base sur le diapirisme pour expliquer les chaos, comme ce phénomène avait déjà été évoqué pour expliquer la formation de certaines structures comme les *lenticulae* [[Pappalardo et al., 1998b](#)]. Ce phénomène consisterait en une remontée de matériel soit plus chaud (sans être forcément liquide), soit de composition différente, qui aurait donc une densité plus faible expliquant sa remontée. Son passage vers la surface permettrait de briser la couche de glace, plus froide et donc plus fragile, et pourrait ainsi perturber la surface pour créer les chaos. Ce modèle fait cependant face à plusieurs problèmes, comme le fait que les chaos et notamment la matrice ne sont pas préférentiellement plus hauts que les terrains environnants, et que ce genre de phénomène amènerait à une taille préférentielle des chaos, car la taille des diapirs devrait être relativement uniforme. Les chaos pourraient également être formés par la présence d'impuretés, notamment de sels, qui baisseraient le point de fusion de la glace qui les contient [[Head et Pappalardo, 1999](#); [Collins et al., 2000](#)]. Ces contaminants sont préférentiellement intégrés à la glace de surface lors de sa solidification initiale rapide, et une extrusion de matériel chaud, solide ou liquide, peut causer la fonte partielle de la glace de surface, et donc la formation de chaos. Une autre méthode impliquerait la formation de fractures remplies par l'eau venue de l'océan à travers la glace, par pressurisation [[Collins et al., 2000](#); [Manga et Wang, 2007](#)], potentiellement aidées par des gaz [[Crawford et Stevenson, 1988](#)]. Enfin, une dernière hypothèse de formation concerne la possibilité d'une formation par impact de météorites, comme cela a été étudié par [Billings et Kattenhorn \[2003\]](#) ou [Cox et al. \[2005\]](#). Une difficulté majeure, cependant, concernant cette dernière hypothèse, est la présence d'autres cratères d'impact sur Europe, qui ne semblent pas associés à des morphologies de chaos. La Figure 1.30 résume les différentes hypothèses de formation, et a été directement tirée de [Collins et Nimmo \[2009\]](#).

La composition de surface d'Europe donne également de très nombreux indices sur les

1.2. LES LUNES DE GLACE

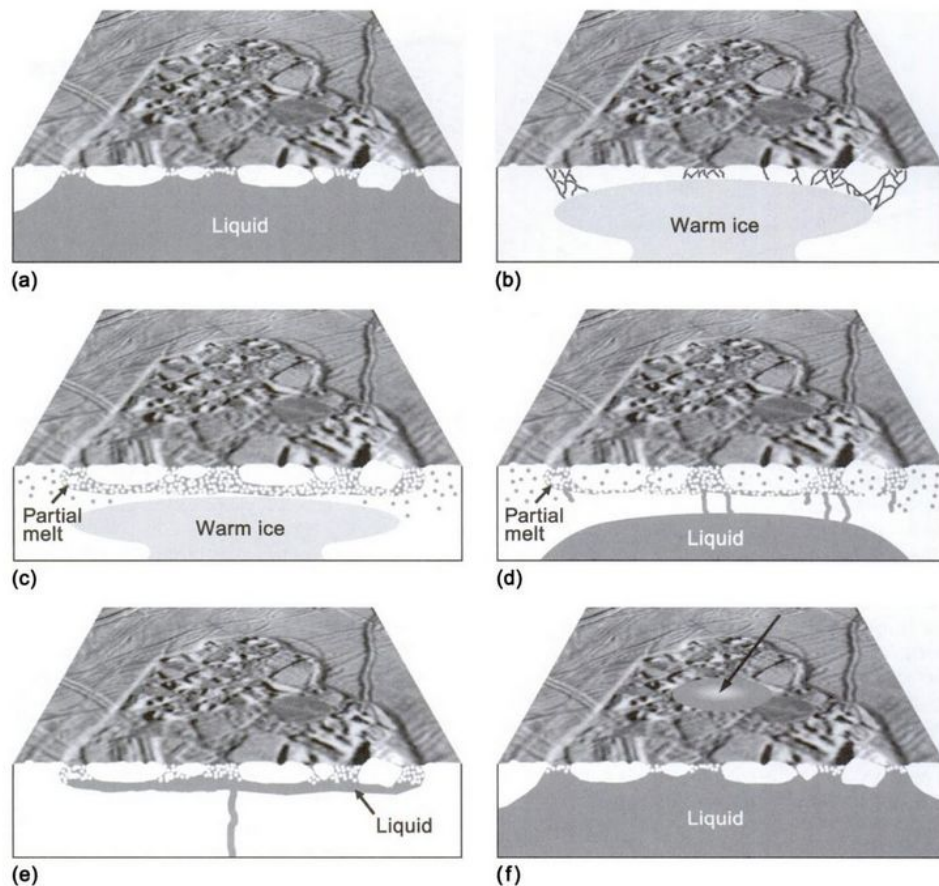


FIGURE 1.30 – Résumé graphique des hypothèses de formation des chaos sur Europe. (a) Hypothèse de la fonte de surface. (b) Hypothèse du diapirisme. (c) et (d) Hypothèse de la fonte partielle à cause de contaminants dans la glace, par intrusion de matériel solide (diapirisme) ou liquide, respectivement. (e) Hypothèse de l’injection de fluides pressurisés depuis l’océan. (f) Hypothèse de la formation par impact de météorite. Cette figure a directement été tirée du travail de [Collins et Nimmo \[2009\]](#).

processus géologiques auxquels la lune peut être soumise, mais aussi sur les propriétés chimiques des matériaux de surface, qui peuvent être intrinsèquement liées aux propriétés physiques et mécaniques. La surface d’Europe peut ainsi être composée de matériaux dits endogènes, qui proviennent directement de la lune elle-même, soit parce qu’il s’agit de sa composition initiale et naturelle (comme pour la glace d’eau qui compose sa surface), soit car des processus géologiques amènent en surface des matériaux initialement présents en profondeur. Ces phénomènes endogènes sont à opposer aux phénomènes exogènes, qui signifie que le matériau ne provient pas de la lune, mais de l’extérieur. Les sources de ce type de matériaux sont soit les comètes et astéroïdes qui viennent s’écraser à la surface et donc propager les matériaux les constituants [[Carlson et al., 2009](#)], soit une contamination par le matériel éjecté par les satellites irréguliers de Jupiter [[Pollack et al., 1978](#)], soit une contamination par le matériel issu des éruptions volcaniques de Io ou des impacts à la surface de cette dernière [[Alvarellos et al., 2008](#)].

La composition chimique d'Europe, comme cela a déjà été évoqué, est déterminée depuis l'espace grâce à l'observation du rayonnement visible, ultraviolet (UV) ou infrarouge. Grâce à ces méthodes les principaux constituants ont pu être déterminés et cartographiés. Le constituant majoritaire à la surface est bien évidemment la glace d'eau, mais la forme exacte que prend cette glace est loin d'être évidente au vu des nombreux processus de formation possibles, et des phénomènes de déstabilisation qui existent également comme l'irradiation par des particules très énergétiques [Kouchi et Kuroda, 1990; Leto et Baratta, 2003] venues de la magnétosphère de Jupiter. Seules les premières observations réalisées par *Galileo* ont permis de contraindre précisément la composition de la surface, en termes de glace d'eau. Hansen et McCord [2004] a ainsi pu déterminer que l'hémisphère avant d'Europe (celui qui fait face à sa direction de déplacement le long de son orbite) était essentiellement composé de glace d'eau pure, et quasiment exclusivement amorphe en surface. Cette information implique que cette glace est préférentiellement déstabilisée par le rayonnement énergétique, car si les processus thermiques internes d'Europe dominaient, la glace serait apparue cristalline. L'hémisphère arrière, lui, est majoritairement composé d'un matériau hydraté plutôt que de glace pure, mais la glace est bien présente, cristalline cette fois. Il faut cependant noter que Hansen et McCord [2004] ont estimé que la transition entre glace amorphe de surface est glace cristalline devait avoir lieu à environ 1 mm de profondeur, ce qui fait de cette couche amorphe une couverture très superficielle. Dans leur étude, ils ont également pu estimer la taille des grains à partir de spectres infrarouges théoriques comparés aux données de *Galileo*, et ont trouvé une taille comprise entre 30 – 40 μm pour l'hémisphère avant et, pour l'hémisphère arrière, à 20 μm à l'équateur, 50 μm à 45° de latitude, et jusqu'à 100 μm à 60° de latitude [Carlson et al., 2009]. La taille de ces grains est probablement contrôlée par les impacts de micro-météorites qui viennent briser la surface et d'autres processus d'érosion [Clark et al., 1983].

Comme mentionné précédemment, il existe une abondance non négligeable d'hydrates sur l'hémisphère arrière d'Europe, et plusieurs hypothèses concernant leur nature ont été émises relativement tôt. Il s'agirait soit de sels hydratés [McCord et al., 1998, 1999], soit d'acide sulfurique hydraté [Carlson et al., 1999], mais la nature même de l'analyse par spectroscopie infrarouge ne permet pas de trancher sur leur nature exacte. Des études plus poussées ont permis de cartographier ces hydrates, et de quantifier la taille des grains [McCord et al., 1999; Carlson et al., 2005], estimée entre 6 et 25 μm . L'hypothèse des hydrates de sels est soutenue par des détections suffisamment précises spatialement, qui les localisent proches de certaines structures géologiques comme les *linae* [McCord et al., 1998]. Cela pourrait signifier que ce matériau hydraté est directement issu de l'océan, qui érupte du matériel par ces structures. Des processus d'altération de la glace comme la sublimation pourraient ensuite créer une concentration plus importante de ces hydrates en les conservant. L'hypothèse de l'acide sulfurique hydraté, elle, est soutenue par le potentiel cycle radiolytique du soufre. Initialement, les sels qui ont été détectés grâce à *Galileo* ont été attribués à des sulfates, mais certaines études récentes remettent en cause ces interprétations, de par le manque de résolution de l'instrument NIMS qui a effectué ces mesures. Ainsi, des observations depuis la Terre grâce au *Very Large Telescope* VLT [Ligier et al., 2016], à l'observatoire Keck [Trumbo et al., 2019] et au télescope Subaru [Tan et al., 2022], ont montré que des sels étaient bien présents à la surface d'Europe, mais qu'il s'agissait plutôt d'espèces chlorées, et plus particulièrement de dérivés du chlorure de sodium, espèce de sel naturellement présente également sur Terre.

1.2. LES LUNES DE GLACE

Le dioxyde de soufre SO_2 est le second élément qui a été indubitablement détecté sur Europe, sous forme condensée à sa surface [Lane et al., 1981]. Les auteurs ont estimé que ce composé était d'origine externe, et provenait très probablement de Io. Une dichotomie à la surface de la lune a également été observée, avec un hémisphère arrière plus riche en SO_2 . D'autres composés soufrés, notamment du soufre natif, sont possiblement présents à la surface d'Europe, avec toujours pour origine une contamination due à Io.

De manière assez surprenante au premier abord, la spectroscopie d'Europe a également révélé de l'oxygène moléculaire O_2 [Spencer et Calvin, 2002]. Cette découverte est surprenante car cette espèce chimique, à la pression et température de surface de la lune, ne devrait pas condenser et devrait s'évaporer. Cette détection signifie nécessairement que l'oxygène moléculaire est enfermé dans la glace, donc sous forme de clathrates d' O_2 , et certaines études ont estimé une abondance de 1,2 – 4,6 % [Hand et al., 2006]. Enfin, nous pouvons noter la présence d'autres espèces chimiques détectées sur Europe, comme le dioxyde de carbone CO_2 [Hansen et McCord, 2008], des composés à base de sodium et de potassium [McGrath et al., 2009; Johnson et al., 2009], des composés carbonés, à base d'azote comme l'ammoniac, ou encore comprenant du fer.

Grâce à tous les éléments mentionnés précédemment, il est extrêmement probable qu'Europe possède, sous sa surface de glace, un océan d'eau liquide dont le potentiel exobiologique est énorme. De par les nombreuses structures géologiques observables en surface, les contraintes imposées par les marées de Jupiter, et l'éventuelle activité interne de la lune, la perspective d'une activité éruptive de surface, avec l'éjection d'un matériau issu de l'océan ou de poches de liquide en profondeur, est plus que probable. Cette hypothèse est appuyée par des observations de matériel sombre à proximité des grandes fractures de la surface, et qui semble associé à ces dernières, ou des creux topographiques qui semblent recouverts d'un matériel à l'aspect différent, bien plus lisse que le terrain environnant, qui recouvre les structures pré-existantes comme un fluide qui remplirait un bassin (voir Figure 1.31 pour des exemples de ces potentiels dépôts, d'après Fagents [2003]; Lesage et al. [2020, 2021]; Fagents et al. [2022]). En plusieurs endroits, ce dépôt de matériel semble être uniquement ponctuel, signe que la source doit être discrète et non pas continue sur toute la ride. La morphologie des chaos ou des *lenticulae* peut également être associée à des activités de volcanisme de glace [Schmidt et al., 2011]. D'autres études ont même suggéré que les rides correspondaient à une extrusion de matériel granulaire, qui se trouve donc être à son angle de repos [Moore et al., 1999; Sullivan et al., 1999]. L'analyse des pentes sur les bords des rides imagées avec la plus haute résolution a montré des angles autour de 28° , soit légèrement inférieurs à l'angle de repos supposé de la glace qui est d'après Bader et al. [2008], égal à 34° . Ces auteurs ont également démontré que les pentes sont souvent bien plus faibles que cette valeur, ce qui suggère que des processus d'érosion, par écoulements ou glissements de terrain provoqués par la gravité, ont lieu à la surface.

Certaines données suggèrent également que de la vapeur d'eau s'échappe d'Europe en panaches qui n'ont pas directement été imagés par *Galileo*, mais qui ont potentiellement été détectés lors du passage de la sonde grâce aux données du champ magnétique et du plasma, revisités récemment [Jia et al., 2018]. Ces informations avaient déjà été inférées par des observations lointaines grâce au télescope spatial *Hubble*, qui avait détecté des anomalies au niveau du pôle Sud d'Europe [Roth et al., 2014; Sparks et al., 2016, 2017]. D'autres observations, réalisées par Sparks et al. [2019], ont permis de mieux contraindre la localisation de

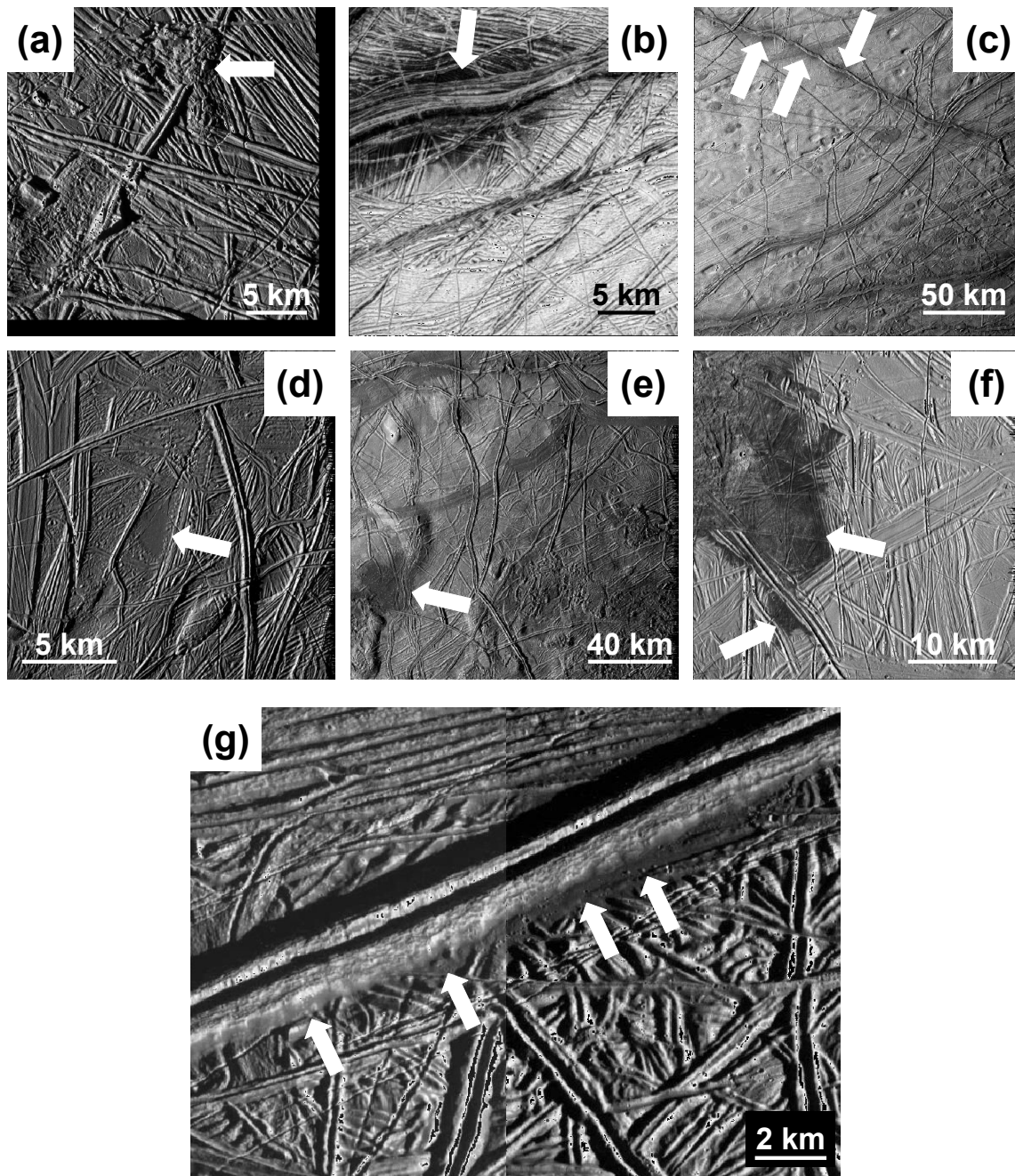


FIGURE 1.31 – Illustration de possibles dépôts à la surface d'Europe. (a) Dépôt massif et perturbé, semblable par certains aspects aux chaos, qui vient clairement recouvrir une ride. (b) Exemple de dépôt sombre et lisse associé à une large fracture. (c) Exemples de dépôts ponctuels le long d'une ride qui semblent indiquer des sources discrètes. (d), (e) et (f) Exemples de dépôts sombres dans des creux topographiques, qui recouvrent entièrement ou partiellement la géologie sous-jacente. (g) Exemples de possibles glissements de terrain de matériau granulaire glacé au pied d'une structure de ride.

cette activité, qui devrait être située au Nord du cratère Pwyll, l'un des plus imposants cratères sur Europe. Cette activité pourra être confirmée ou non par les futures sondes spatiales

qui iront visiter la lune, mais il est possible qu'elle n'intervienne que de manière sporadique et non pas continue. Si elle est réellement présente, cependant, cela a d'importantes implications pour la surface de la lune de glace, car ces panaches éjecteraient du matériel directement issu de l'océan sous-glaciaire, qui pourrait se condenser dans le cas de gaz, ou geler dans le cas de gouttelettes de liquide. Les grains ainsi formés pourraient retomber à la surface d'Europe, pour former une couche de régolithe glacé comme c'est le cas pour Encelade, qui sera abordée par la suite. Ces éjections pourraient également expliquer les dépôts observés proches des fractures (Figure 1.31), et leur composition serait représentative de l'océan liquide profond. Si tel est le cas, certaines structures d'écoulement et de remplissage des creux topographiques visibles au niveau de ces dépôts pourraient être expliquées par des écoulement de type granulaires et non pas liquides, d'où l'importance de caractériser le comportement mécanique et d'écoulement d'analogues à ces régolithes glacés, qui pourraient expliquer les morphologies observées en surface.

Ganymède

Ganymède est la troisième lune galiléenne, et la plus imposante de tout le Système Solaire, avec un diamètre d'environ 5262 km (Figure 1.32a). La masse de Ganymède a été estimée à $14,8 \times 10^{22}$ kg, ce qui revient à une masse volumique de $1,94 \text{ g.cm}^{-3}$, soit bien plus faible encore qu'Europe [Schubert et al., 2004]. Cette densité implique que Ganymède possède une très grande proportion de glace, environ 40 % pour 60 % de roche. Le moment d'inertie ($C/MR^2 = 0,311$), dérivé des mesures du champ de gravité, indique que ce satellite est complètement différencié, ce qui implique un noyau métallique au centre, un manteau rocheux, et une hydrosphère conséquente, compte tenu de la proportion de glace de Ganymède [Sohl et al., 2002]. De plus, Ganymède est la seule lune du Système Solaire à posséder son propre champ magnétique [Schubert et al., 1996], ce qui suggère que son noyau métallique est en partie liquide, et convectif. Des analyses fines des données du champ magnétique autour de Ganymède acquises par *Galileo* ont également montré que, en plus de cette composante propre du champ magnétique, il existait également un champ magnétique induit par celui de Jupiter, de la même manière que ce qui avait déjà été observé pour Europe [Kivelson et al., 2002]. Cet effet d'induction a été confirmé par des observations grâce au télescope spatial *Hubble* montrant une oscillation des aurores polaires, dont l'amplitude implique la présence d'une couche conductrice sous la surface [Saur et al., 2015]. Cela signifierait qu'une couche liquide conductrice se cacherait à une faible profondeur sous la couche de glace, compatible avec un océan liquide sous-glaciaire comme pour la petite lune.

La structure de l'hydrosphère est encore sujette à débats, cependant, car compte tenu de la proportion d'eau dans la composition de Ganymède, cette couche de volatiles en surface devrait avoir une épaisseur d'environ 800 km [Vance et al., 2018]. Une telle épaisseur implique nécessairement des conditions de pression exceptionnelles dans cette hydrosphère, qui présente donc des phases de glace de différentes pressions, alternant possiblement avec plusieurs océans liquides consécutifs (Figure 1.32b, reprise de Vance et al. [2018] et Journaux et al. [2020]). Cette propriété de Ganymède induit un découplage de l'océan liquide et du manteau rocheux, séparés par une couche de glace qui n'est pas présente sur Europe (l'hydrosphère n'étant pas suffisamment épaisse pour générer la pression nécessaire à la formation de cette glace à la base de l'océan), et qui peut limiter potentiellement les échanges

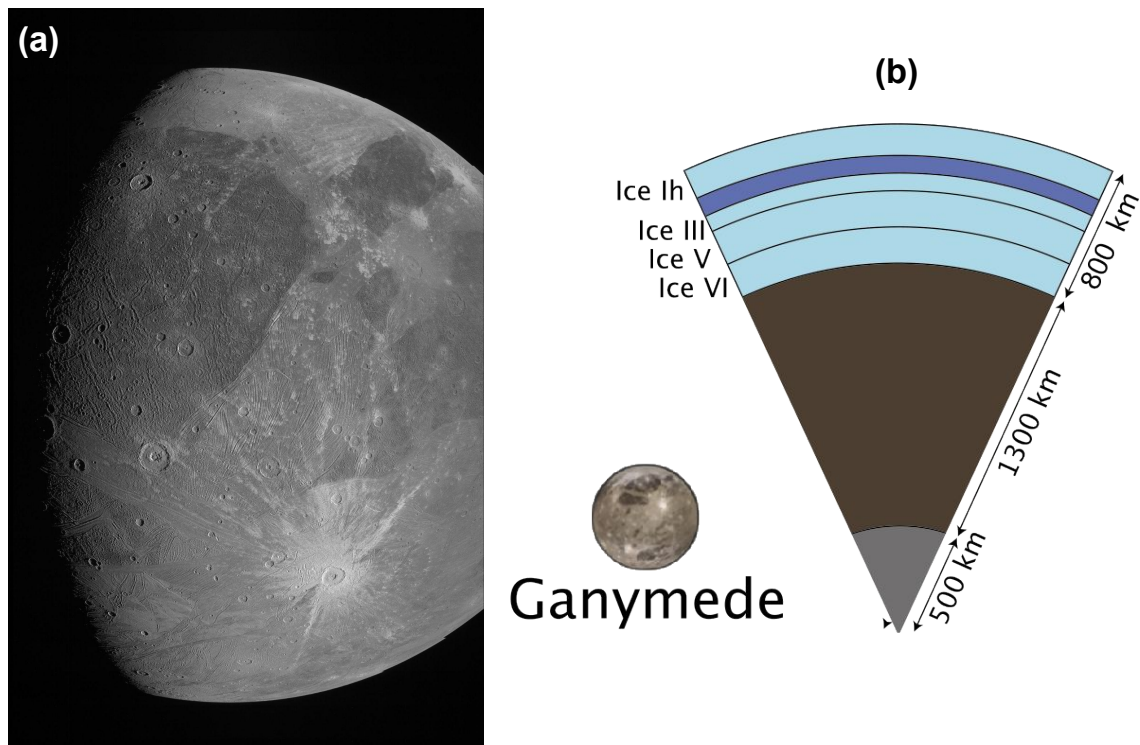


FIGURE 1.32 – Illustrations de Ganymède prise par la sonde *Juno* (crédit image : NASA/JPL-Caltech/SwRI/MSSS) (a) et de sa structure interne supposée (b) qui montre l'épaisse hydrosphère de la lune et le découplage de l'océan et du manteau rocheux (directement repris de [Vance et al. \[2018\]](#) et [Journaux et al. \[2020\]](#)).

d'éléments entre ces deux milieux, ce qui impacte possiblement le potentiel exobiologique de la lune. Néanmoins, l'indication d'un océan salé induite par la mesure du champ magnétique semble afficher un océan avec un certain degré de contamination, mais la concentration et la nature exacte des sels demeurent non contraintes. Les sels proviennent du lessivage de roches silicatées qui se produit soit dans le corps une fois formé, soit dans les planétésimaux à l'origine des objets plus imposants.

La température à la surface de Ganymède a été estimée entre 70 K aux pôles et 150 K à l'équateur le jour [[Squyres, 1980](#)], et qui peut descendre à 90 – 95 K la nuit [[Orton et al., 1996](#)], ce qui correspond à la gamme de température mesurée sur Europe. En revanche, Ganymède est beaucoup plus loin de Jupiter que sa petite sœur (environ 15 rayons de Jupiter contre 9,4 pour Europe), ce qui implique que les forces de marée sont foncièrement moins intenses sur la plus imposante des deux lunes. Ainsi, nous pouvons nous attendre à trouver une activité géologique moins intense sur Ganymède que sur Europe, mais des structures qui se ressemblent tout de même fortement. Il est possible néanmoins que Ganymède ait été soumise à des forces de marée comparables à Europe par le passé, lors de périodes avec une excentricité plus élevée [[Bland et al., 2009](#)].

De manière globale, Ganymède est plus sombre qu'Europe, affichant un albédo de 0,44 en moyenne, mais qui varie fortement en fonction de la région observée. Ainsi, le premier élément qui saute aux yeux lors de l'observation de Ganymède est la dichotomie qui appa-

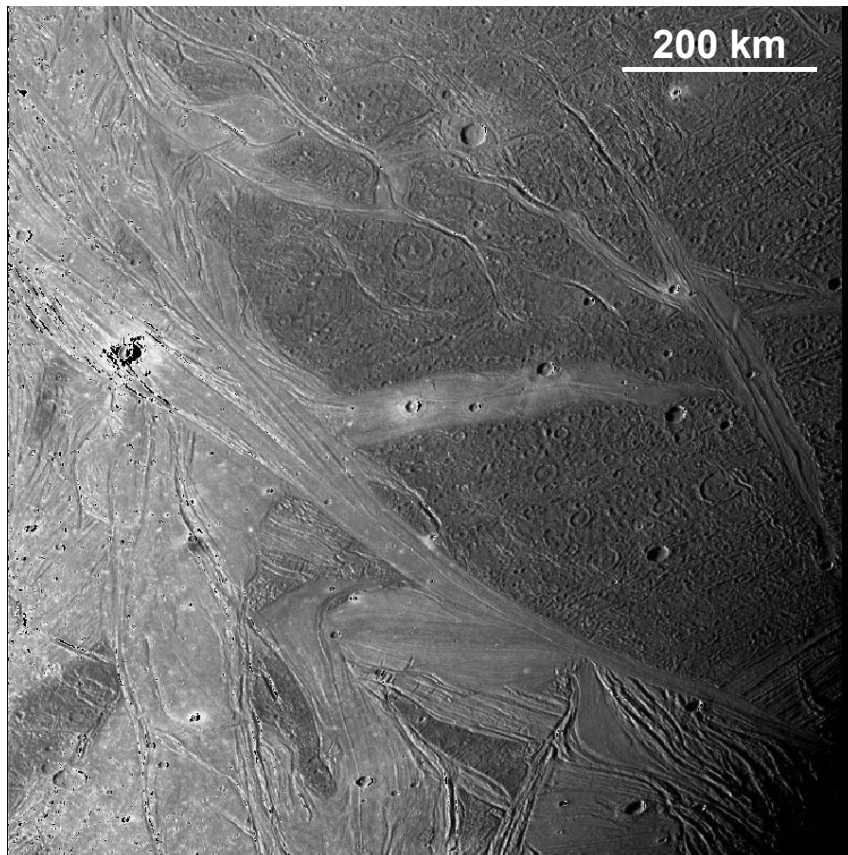


FIGURE 1.33 – Dichotomie entre les terrains clairs et sombres sur Ganymède, prise par *Galileo*.

raît entre deux types de terrains, et bien visible sur la Figure 1.32a. Il est en effet possible de distinguer des terrains sombres appelés *regiones*, qui représentent environ 1/3 de la surface, et qui apparaissent au premier abord très densément cratérisés, signe qu'ils sont très anciens (voir les explications précédentes sur la datation par comptage de cratères), et des terrains clairs pour 2/3 de la surface, qui présentent beaucoup moins de cratères et sont donc potentiellement bien plus jeunes (Figure 1.33, Pappalardo et al. [2004]). Les estimations réalisées par Neukum [1997]; Neukum et al. [1998]; Zahnle et al. [2003] ont établi un âge des terrains sombres supérieur à 4 milliards d'années (Ga), ce qui implique que ces terrains ont été témoins de la majorité de l'histoire de Ganymède. Les terrains clairs, eux, ont un âge estimé à environ 2 Ga, mais il existe de grandes incertitudes sur cette valeur, qui peut varier entre environ 400 Ma et plus de 4 Ga [Zahnle et al., 1998, 2003]. Dans tous les cas, les âges minimums estimés sont bien plus élevés que les âges des surfaces déduits sur Europe, ce qui signifie que Ganymède a subi beaucoup moins de renouvellement de sa surface qu'Europe, voire que de grandes portions de sa surface n'ont jamais été mobilisées. De plus, les densités de structures géologiques, présentes partout sur Europe, sont loin d'être aussi importantes sur Ganymède.

Les terrains sombres sont généralement parcourus par des sillons assez larges (environ 10 km), qui sont présents en groupes et ont été observés dès le passage des missions *Voyager* [Smith et al., 1979b,a]. Les données tirées de *Galileo* suggèrent que ce matériau sombre est

composé d'une couverture d'un dépôt sombre relativement fin, qui couvre un matériau glacé plus clair [Prockter et al., 1998, 2000]. Ces dépôts sombres semblent se trouver dans des creux topographiques, les fonds des cratères ou des sillons, ce qui indique possiblement des glissements de terrain et participe à des hétérogénéités d'albédo au sein de cette formation. Les sillons constituent les structures les plus anciennes de Ganymède, et sont généralement associés à de grandes structures multi-anneaux (Figure 1.34a, Smith et al. [1979b,a]). Ils correspondent potentiellement à une époque de l'histoire de Ganymède où cette dernière possédait un gradient thermique plus élevé, et donc une surface plus chaude. Ces formations présentent une topographie élevée, avec les bords des sillons pouvant s'élever à environ 1 km au-dessus du fond du sillon, et 900 m au-dessus des terrains environnants [Prockter et al., 1998]. De par leur structure particulière, il est estimé que ces formations sont dues à des impacts géants ayant eu lieu tôt dans l'histoire de Ganymède, lorsqu'elle possédait une glace de surface plus fine qu'actuellement. À plus petite échelle, les terrains sombres présentent des hétérogénéités déjà brièvement mentionnées, en termes d'albédo. Les structures les plus anciennes sont des unités d'albédo moyen, qui contrastent fortement avec les unités d'albédo plus sombre, qui remplissent les creux topographiques, et qui sont interprétées comme ayant été mobilisées par des processus d'éboulement le long des bords des sillons ou des cratères (Figure 1.34b). Ces éboulements et dépôts seraient formés par la topographie créée par les processus tectoniques, soit d'impact soit d'extension, qui créent des falaises abruptes à partir desquelles le matériau sombre, vraisemblablement de nature granulaire, peut s'écouler en laissant la glace fraîche et bien plus claire exposée. Enfin, un matériau plus clair est également présent, avec une texture généralement lisse, associé à des cratères d'impact. Ce dernier point permet de le relier à des éjectats formés par ces impacts. Plusieurs phénomènes tectoniques semblent présents dans cette unité sombre globale, le premier étant une activité tectonique modérée, générée soit par les impacts (formation des sillons), soit par des processus internes avec la formation de fractures proches des terrains clairs, qui sont sans doute des précurseurs d'une tectonique extensive [Pappalardo et al., 2004].

Les premières images de *Voyager* avaient permis d'imaginer que les terrains sombres étaient recouverts d'une couverture de matériel cryo-volcanique [Croft et Goudreau, 1987]. Cependant, même avec les données de *Galileo*, très peu d'évidences d'une telle activité ont pu être observées [Prockter et al., 2000], et la majorité de ce qui avait été pris pour des écoulements de matériel éruptif est en réalité très certainement des éjectats d'impacts fluidisés. Il existe cependant certaines structures qui semblent indiquer de véritables écoulements, possiblement des effusions de cryo-lave au sein de ce qui semble être l'équivalent d'une caldeira terrestre (Figure 1.34c, Schenk et al. [2001])

Des processus de sublimation de la glace sont également à l'œuvre sur ces terrains sombres, hypothèse appuyée par le fait que les zones les plus sombres sont généralement situées sur les pentes faisant face au Soleil [Prockter et al., 1998; Spencer et al., 1998]. L'illumination préférentielle des pentes face au Soleil permet de sublimer la glace de la surface pour ne laisser qu'un matériel réfractaire sombre sur les pentes, jusqu'à l'effondrement de ces dernières et le remplissage des creux topographiques. Ce phénomène peut amener à un dépôt de plusieurs mètres voire dizaines de mètres [Pappalardo et al., 2004]. La glace sublimée peut également aller se déposer sous forme de givre sur les pentes faisant face aux pôles. Un autre phénomène appelé *sputtering* peut dégrader la surface, qui consiste en l'injection de particules énergétiques par le biais de la magnétosphère de Jupiter, ce qui éjecte

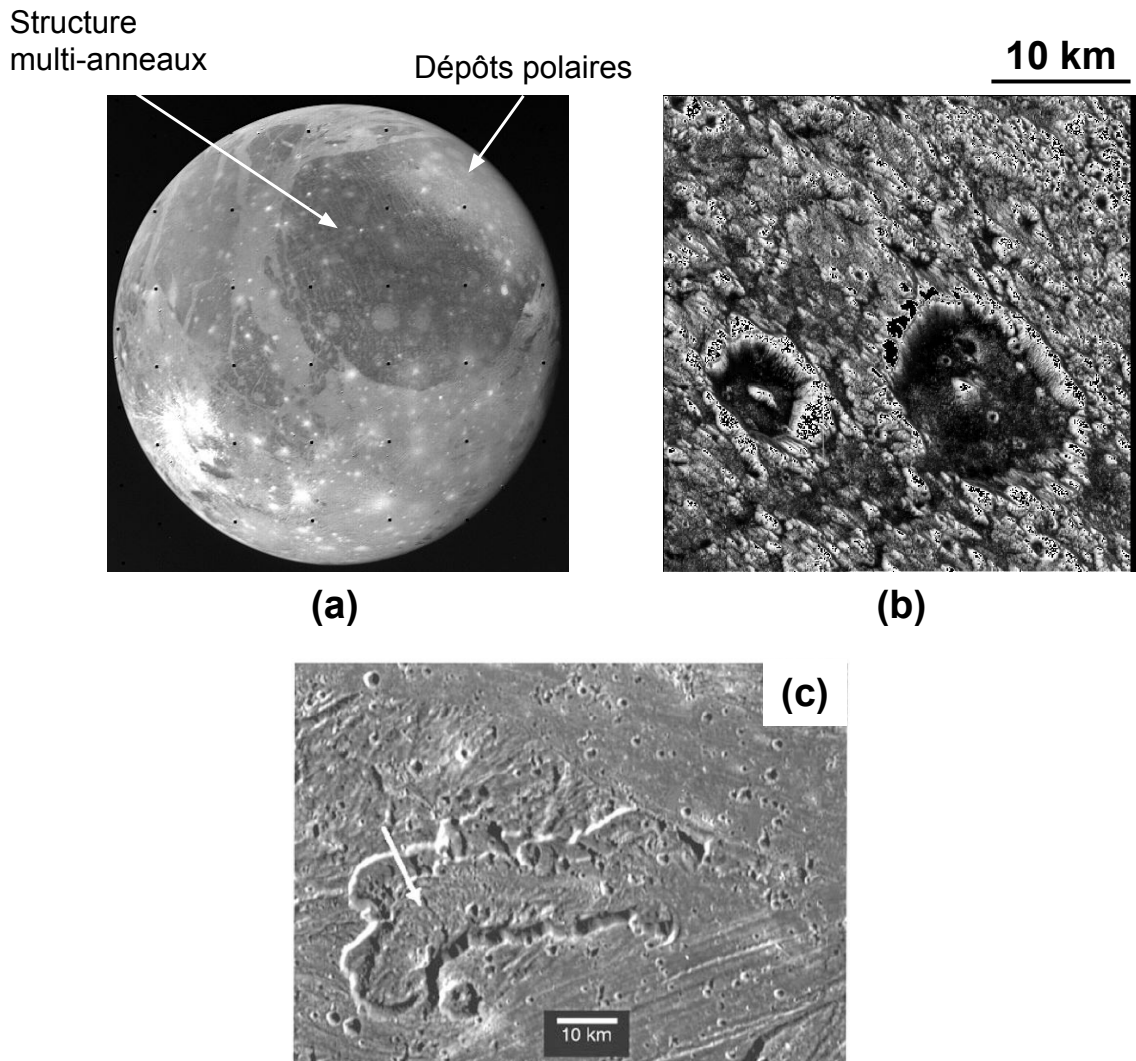


FIGURE 1.34 – Exemples de structures géologiques à la surface de Ganymède. (a) Vue globale de Ganymède prise par *Voyager 2* montrant à la fois les sillons en structure multi-anneaux, et les dépôts polaires clairs. (b) Vue de plusieurs cratères remplis de matériel sombre. (c) Exemple de structure d'écoulement (possiblement d'origine cryo-volcanique) à la surface de Ganymède (tiré de [Schenk et al. \[2001\]](#))

et redistribue les molécules à la surface de Ganymède, créant un phénomène d'érosion [[Cooper, 2001](#)], qui pourrait atteindre 80 cm/Ga à l'équateur. Cette valeur est faible comparée aux taux de sublimation, ce qui indique que ce dernier processus ne doit jouer qu'un rôle mineur dans les régions non polaires.

En effet, sachant que Ganymède possède son propre champ magnétique, ce dernier canalise le plasma issu de la magnétosphère de Jupiter et de Io pour le précipiter vers la surface, au niveau des pôles, dans des zones correspondant étrangement à un dépôt appelé la « capuche polaire » sur Ganymède (Figure 1.34a). Il est à noter que ces dépôts polaires effacent parfois la topographie de certains cratères, ce qui signifie qu'ils sont certainement épais de plusieurs mètres [[Pappalardo et al., 1997](#)] et constituent une part importante du régolithe

dans ces régions. Il s'agit d'une sorte de calotte, un dépôt clair et diffus qui s'étend à partir de 40° de latitude au niveau des pôles, et qui peut-être dû à plusieurs processus :

- Une retenue préférentielle de glace plus claire à cause d'une température plus froide aux pôles [Squyres, 1980].
- L'eau sublimée par le rayonnement solaire se condense préférentiellement dans les pièges froids, et donc aux pôles [Spencer, 1987; Moore et al., 1996].

Des données récentes obtenues grâce à la sonde spatiale *Juno* ont confirmé un enrichissement en glace d'eau pour des latitudes supérieures à 45°, compatible avec l'extension géographique de la « capuche » et également avec les modèles de *sputtering* qui prédisent un tel enrichissement au niveau des pôles [Mura et al., 2020].

Les terrains clairs, appelés *sulci* sont les structures géologiques de Ganymède qui présentent le plus d'activité. De la même manière que les bandes présentes à la surface d'Europe, il a d'abord été supposé que ces zones étaient des zones d'extension qui permettaient l'extrusion d'un nouveau matériau depuis les profondeurs [Squyres, 1982; Allison et Clifford, 1987]. À la manière d'un rift terrestre, ces structures s'ouvriraient d'après des failles pré-existantes sur les terrains sombres, pour extruder de la matière fraîche et claire [Pappalardo et al., 2004].

Ces terrains plus jeunes, comme pour Europe, sont caractérisés par des linéations parallèles, des rides et des auges qui alternent dans la largeur de la bande (Figure 1.35a). Les bandes peuvent se croiser et s'intercepter, ce qui constitue une chronologie précieuse des différents épisodes d'ouverture des rifts. Une analyse précise de la topographie révèle que ces rides présentent un profil triangulaire, tout comme les auges [Pappalardo et al., 2004], ce qui est compatible avec une morphologie de bloc basculé au niveau de zones d'extension (le même phénomène est visible sur Terre avec les rifts et graben). Ces bandes seraient donc bel et bien des bandes de dilatation pour la plupart, avec des faisceaux de failles normales toutes orientées dans la même direction qui font basculer les blocs lors de l'extension. Collins et al. [1998] ont calculé à partir des images une déformation extensive de l'ordre de 50 %. Certains cratères, étirés par cette extension qui les a déchirés, montrent des taux de déformation de l'ordre de 14 % (Figure 1.35b). En complément à cette tectonique extensive, qui peut complètement déstabiliser la surface et créer un re-surfage complet de la zone en extension, Ganymède montre aussi des indices de tectonique transformante comme dans le cas d'Europe, avec des structures décalées de chaque côté d'une ride sur laquelle le mouvement s'effectue (Figure 1.35c).

Comme mentionné précédemment, il est peu probable que Ganymède possède une activité volcanique à l'heure actuelle, notamment car les images de *Galileo*, pourtant à haute résolution, n'ont montré aucune structure indicative d'un tel phénomène. Il existe cependant quelques évidences qui semblent montrer un re-surfage partiel, comme les *patarae*, des dépressions nettes qui pourraient être des sortes de caldeira, à l'origine de processus de dégazage [Spaun et al., 2001] ou des terrains lisses au niveau des zones claires et jeunes dont la topographie est compatible avec une effusion de matériau cryo-volcanique [Schenk et al., 2001]. Showman et al. [2004] suggèrent que les terrains clairs impliquent potentiellement la mise en place de cryo-laves.

Les analyses de composition de la surface de Ganymède indiquent que le constituant majoritaire est la glace d'eau, particulièrement aux pôles. Ces derniers affichent de plus une

1.2. LES LUNES DE GLACE

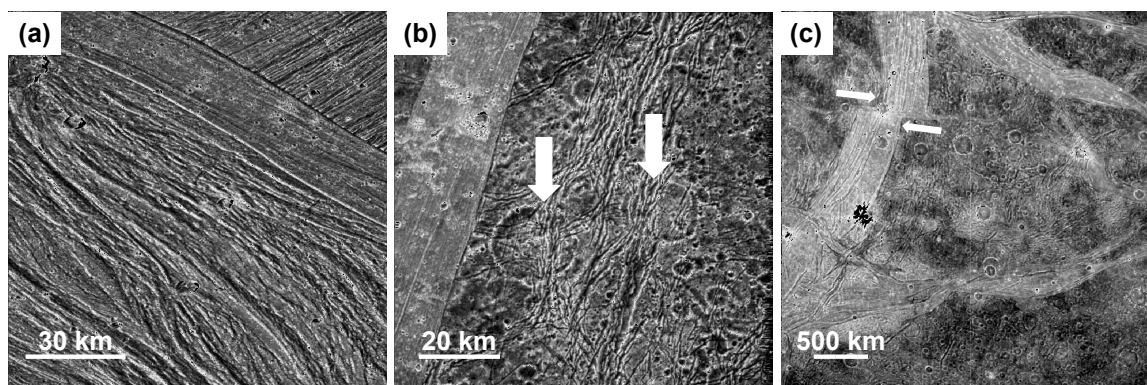


FIGURE 1.35 – Exemples de structures tectoniques sur Ganymède. (a) Terrain clair parcouru de faille, en extension. (b) Cratères déformés et étirés par la tectonique extensive. (c) Exemple de mouvement transverse le long d'une faille.

forte proportion de glace amorphe (potentiellement créée par le bombardement de plasma dû au champ magnétique), mais la glace cristalline est également présente [Hansen et McCord, 2004]. À partir de spectres synthétiques, il a pu être estimé la taille des grains de glace dans différentes régions, avec de gros grains dans l'hémisphère arrière au niveau de l'équateur ($> 300 \mu\text{m}$). L'hémisphère avant, lui, est dominé par des grains bien plus fins (entre 20 et $50 \mu\text{m}$). Cette taille de grains plus importante à l'équateur dans l'hémisphère arrière est en accord avec le phénomène de *sputtering* décrit précédemment. Il existe également un composé sombre, qui ne se mélange que peu à la glace, voire pas du tout. Ce matériau n'est cependant pas évident à analyser avec les données de spectroscopie infrarouge, ce qui fait qu'il n'a toujours pas été clairement identifié pour le moment, même si certains indices laissent supposer que ce composé est possiblement un matériau hydraté comme il en existe sur Europe, avec un degré d'hydratation moindre [McCord et al., 2001]. Certaines analyses réalisées depuis la Terre, notamment avec le télescope *Atacama Large Millimeter Array* ALMA, ont permis de déduire certaines propriétés thermiques et physiques du régolithe, comme la porosité (située entre 10 et 40 % avec possiblement de fortes variabilités avec la profondeur), l'inertie thermique (estimée à $400 - 800 \text{ J/m}^2/\text{K/s}^{1/2}$), mais aussi de réaliser des cartes de variations de température qui montrent des anomalies froides au niveau des terrains sombres et des cratères [de Kleer et al., 2021].

Les propriétés du régolithe de Ganymède ne sont pas bien connues, mais de par l'âge de la surface de ce satellite, ce dernier a subi durant des temps géologiques relativement longs une érosion par micro-bombardement ou par bombardement par des particules énergétiques venues de la magnétosphère de Jupiter. Comme mentionné dans les paragraphes précédents, il existe de nombreux indices pour la présence d'un régolithe (glissements de terrain, éboulements pour remplir les creux topographiques, tailles des grains de glace estimées, présence du dépôt global aux pôles), dont la composition est celle qui a été détectée à travers les instruments de *Galileo*, à savoir essentiellement de la glace et un composé encore inconnu, mais qui peut vraisemblablement fluer, s'écouler comme un matériau granulaire pour remplir les creux topographiques, et qui doit manifestement se réorganiser lors de la sublimation et de la déstabilisation des zones riches en glace par les différents processus évoqués précédemment. Pour ces raisons, et même si la surface de Ganymède n'est pas renouvelée par d'éventuels

panaches comme sur Europe, la compréhension des propriétés du régolithe reste importante pour la compréhension des morphologies de sa surface.

Callisto

Callisto est la quatrième lune galiléenne par ordre d'éloignement à Jupiter (Figure 1.36a), et la seconde plus massive derrière Ganymède, ce qui en fait la troisième lune la plus massive de tout le Système Solaire (derrière Ganymède et Titan). Son diamètre s'étend à 4820 km, et sa masse a été estimée à $1,08 \times 10^{23}$ kg, ce qui correspond à une densité extrêmement faible de $1,83 \text{ g.cm}^{-3}$, la plus faible de tous les satellites galiléens [Schubert et al., 2004]. Le moment d'inertie estimé à 0,355 d'après les données du champ de gravité acquises par *Galileo* montrent que Callisto, contrairement à ses sœurs, est majoritairement indifférenciée [Anderson, 2001; Canup et Ward, 2009]. Les modèles qui tentent de prédire l'intérieur de cette lune invoquent deux couches principales, une couche de glace très épaisse d'environ 300 km, qui recouvre un noyau où sont mélangées de manière indifférenciée la glace et la roche, avec une densité d'environ 2100 kg.m^{-3} [Anderson, 2001]. Globalement, même s'ils diffèrent dans leurs détails, tous les modèles s'accordent sur la présence d'une large proportion de matériel indifférencié à l'intérieur de Callisto [Schubert et al., 2004]. Il faut cependant noter que les données de gravité de *Galileo* sont assez peu contraintes à cause des caractéristiques orbitales des survols, et une plus grande précision pourrait amener à revoir ce modèle, les données étant compatibles avec un intérieur différencié si Callisto n'est pas à l'équilibre hydrostatique (ce qui n'a pu être déterminé). Cependant, de par sa taille, il est très probable que Callisto soit à l'équilibre hydrostatique [Schubert et al., 2004]. Cette non différenciation a des implications sur la formation de la lune, qui n'a de ce fait pas subi de fonte massive de la glace, et donc pas de chauffage conséquent.

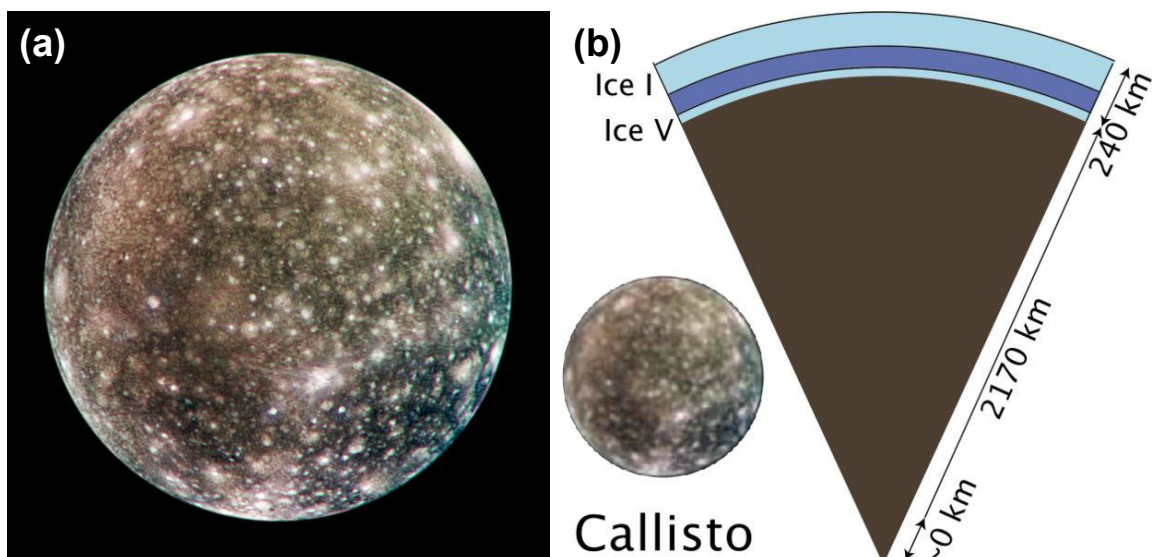


FIGURE 1.36 – Vue d'ensemble de Callisto (a) et de sa structure interne supposée (b), issue directement de Journaux et al. [2020].

La structure interne précise de Callisto a été étudiée à plusieurs reprises, et notamment la

1.2. LES LUNES DE GLACE

présence d'un océan sous la couche superficielle de glace a été évoquée, d'après les données du champ magnétique autour de la lune acquises par *Galileo* [Khurana et al., 1998; Zimmer et al., 2000] qui indiquent qu'une couche conductrice doit être présente à une faible profondeur, de la même manière que pour Europe et Ganymède. Néanmoins, cette interprétation est remise en cause par Hartkorn et Saur [2017] qui montrent que la perturbation magnétique observée pourrait être expliquée par des interactions avec l'ionosphère conductrice de Callisto. Les contraintes sur l'épaisseur de cet océan sont cependant beaucoup plus faibles, de par la quantité de données disponibles à l'heure actuelle, mais il est possible que l'hydrosphère atteigne plusieurs dizaines voire centaines de kilomètres d'épaisseur, avec un océan de plusieurs dizaines de kilomètres de profondeur [Kuskov et Kronrod, 2005a,b; Journaux et al., 2020].

La surface de Callisto apparaît beaucoup plus sombre que celle des autres satellites galiléens glacés, avec un albédo de 0,20, soit deux fois moins important que Ganymède, ce qui est surprenant au premier abord au vu de l'importante concentration de glace que doit contenir la lune pour expliquer sa faible densité. Cet albédo relativement faible est certainement dû à la contamination de la surface par de la roche [Ostro et al., 1992]. Callisto est de loin la lune galiléenne à la géologie la moins active du système de Jupiter, ce qui peut être expliqué par son éloignement à la planète qui réduit fortement les possibilités de chauffage interne par déformations de marée. La surface de Callisto est dominée par les cratères d'impact, qui constituent la structure géologique la plus abondante et qui recouvrent 70 % de la surface de la lune [Schenk, 1995]. Ces structures indiquent que la surface est proche de la saturation [Zahnle et al., 1998], ce qui signifie que tout nouveau cratère effacera un cratère précédent, indiquant un âge global très ancien (certainement plus ancien qu'Europe ou Ganymède, même pour les terrains les plus cratérisés de cette dernière), même si des contraintes précises sont difficiles à placer. Les estimations par différents modèles s'approchent d'un âge autour de 4 Ga en moyenne pour Callisto [Shoemaker et Wolfe, 1982; Neukum, 1997; Neukum et al., 1998].

Les structures les plus spectaculaires à la surface de Callisto sont sans aucun doute les gigantesques formations multi-anneaux, générées par des impacts de météorites. Sept de ces structures ont été observées par *Voyager* [Greeley et al., 2000], et cinq d'entre elles ont pu être étudiées en détail par *Galileo*, dont *Valhalla* (Figure 1.37a), la plus grande d'entre elles, dont les anneaux s'étendent sur un diamètre de 3800 km [Schenk, 1995]. Ces structures incluent généralement une zone centrale, une zone d'albédo relativement plus élevée que le reste de la lune qui s'étend autour de ce centre, et une région constituée par les anneaux concentriques qui sont des sillons ou des escarpements, des fissures dans la couche de glace [Greeley et al., 2000].

Les cratères sur Callisto peuvent adopter différentes morphologies selon leur taille ou la composition du terrain sur lequel ils se forment, décrites par Greeley et al. [2000]. Ainsi, les petits cratères, qui sont aussi les plus abondants, présentent généralement une forme classique en bol, ou un fond plat, et des degrés d'érosion très variables, des bords bien dessinés jusqu'à des cratères très lissés. Les cratères de plus grande dimension peuvent afficher un pic central (on parle de cratère complexe, qui sont communs sur les planètes rocheuses ou la Lune), ou un dôme pour les plus grands impacts. Ces dômes sont généralement fracturés de manière radiale, signe qu'il s'agit possiblement d'une fracturation due à la tension lors de l'excavation du dôme. La Figure 1.37b montre des exemples de cratères à haute résolution

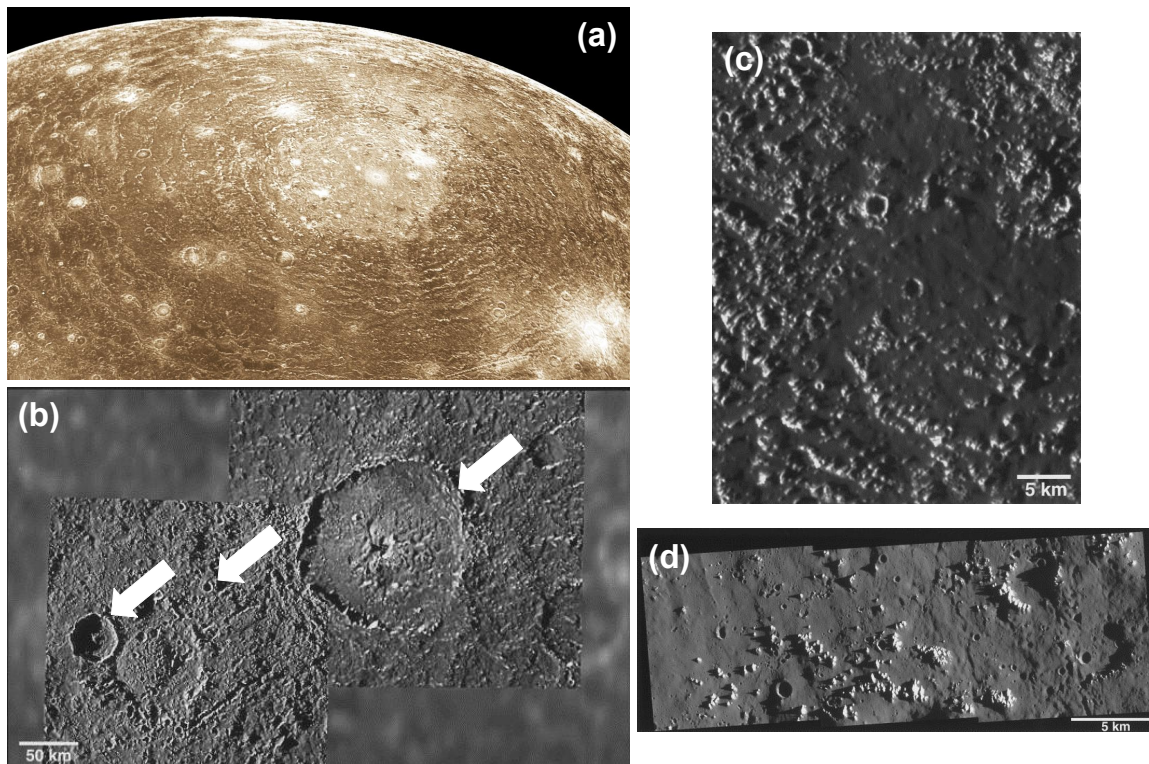


FIGURE 1.37 – Exemples de structures géologiques typiques de Callisto. (a) Structure multi-anneaux (cratère du *Valhalla*). (b) Exemples de cratères en bol, avec pic central et avec dôme central fracturé, indiqués par des flèches (image modifiée d'après [Greeley et al. \[2000\]](#)). (c) et (d) Exemples de terrains lisses sombres recouvrant la topographie existante (images directement issues de [Greeley et al. \[2000\]](#)).

imagés par *Galileo*.

Si la géologie de Callisto est dominée par les impacts de météorites et les cratères associés, certaines observations ont montré des structures particulières qui pourraient être associées à des épisodes de re-surfacement comme du cryo-volcanisme [[Schenk, 1995](#)]. Il s'agit de terrains lisses et sombres qui semblent recouvrir la topographie existante comme les cratères, partiellement visibles sous cette couche lisse (Figure 1.37c et d). Des structures de surface similaires ont été observées sur Europe, avec des terrains relativement lisses qui semblent recouvrir les structures géologiques pré-existantes comme les très nombreuses rides [[Lesage et al., 2021](#)], et dont la nature est encore incertaine (granulaire ou effusions de cryo-laves).

Un aspect très important de la surface de Callisto est son régolithe. [Schenk \[1995\]](#) en donne une description relativement complète, en précisant que la majorité de cette couche superficielle est composée de glace [[Hapke, 1990](#)]. En l'absence de phénomènes éruptifs avérés, cette couche de glace poudreuse peut avoir été créée par les très nombreux impacts, mais également par l'érosion et le bombardement par les micro-météorites. Bien évidemment, la surface très sombre de Callisto implique la présence d'un matériau autre que la glace, une proportion importante de roche en surface [[Ostro et al., 1992](#)]. La présence de cratères d'impact relativement frais permet de confirmer cette hypothèse, car certains produisent des éjectats particulièrement clairs, révélateurs de la présence de glace en proche

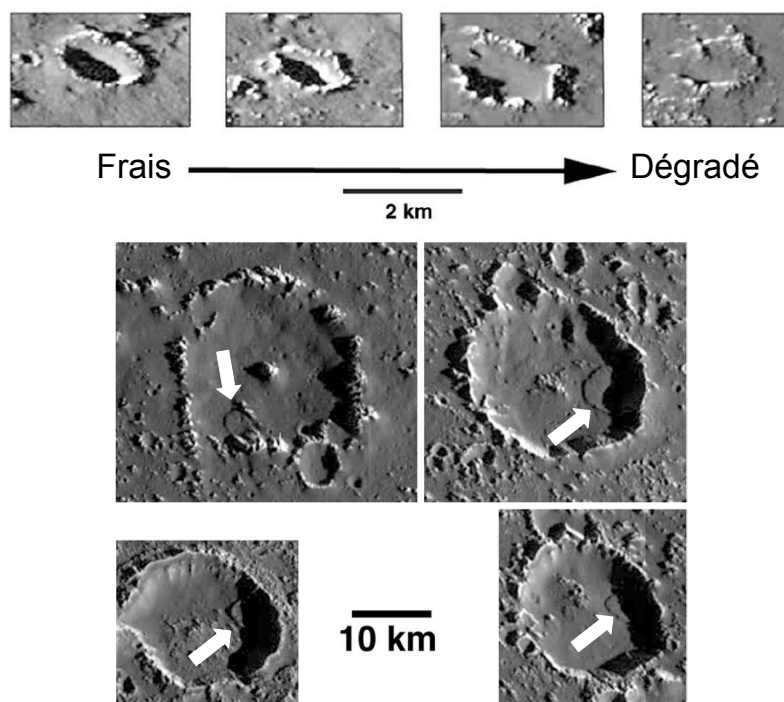


FIGURE 1.38 – Exemples d’images de déstabilisation des bords des cratères au fil du temps sur Callisto, ainsi que des glissements de terrain visibles sur les bords internes de certains cratères. Cette figure a directement été tirée de [Moore et al. \[1999\]](#)

sub-surface. Cérès, planète naine de la ceinture principale d’astéroïde, présente les mêmes caractéristiques avec des formations claires au fond de certains cratères d’impact, qui ont été attribuées à la présence de glace d’eau [[Scully et al., 2020](#)]. [Greeley et al. \[2000\]](#) apportent des précisions sur la composition de surface, en confirmant la présence de silicates dans les régions les plus sombres [[Carlson et al., 1996](#); [McCord et al., 1997](#)], et la présence dominante de glace d’eau dans les régions les plus claires. [McCord et al. \[1997\]](#) ont aussi rapporté la présence de CO_2 , SO_2 et de tholins (composés organiques) dans le régolithe.

Il faut également noter que, malgré l’absence d’activité géologique manifeste à la surface de Callisto, le régolithe semble tout de même possiblement soumis à des mouvements de type glissements de terrain, visibles sur les bords de certains cratères imposants (Figure 1.38, tirée de [Moore et al. \[1999\]](#)). Ces glissements ont été attribués à différents phénomènes, comme des déstabilisations de pentes par sublimation de la glace, ou encore des mouvements induits par des séismes à la surface de Callisto, causés par des impacts [[Klemaszewski et al., 1998](#); [Chuang et al., 1999](#)].

1.2.2.2 Autour de Saturne

Saturne abrite, tout comme sa sœur Jupiter, de très nombreuses lunes dont la plupart sont glacées. Il existe cependant deux objets très particuliers qui ont été particulièrement étudiés de par leurs caractéristiques exceptionnelles, qui sont Titan et son atmosphère unique au sein du Système Solaire, annonciatrice d’une chimie organique complexe, et Encelade, une

lune pourtant petite qui abrite de nombreux phénomènes éruptifs, et qui pourrait constituer un oasis pour la vie dans son intérieur glacé. Pour ces raisons, seuls ces deux corps seront abordés ici.

Encelade

Encelade est une petite lune de Saturne, seulement 500 km de diamètre environ, ce qui en fait tout de même la sixième lune de Saturne en termes de taille, la quatorzième en termes d'éloignement à la planète, à environ 4,1 rayons saturniens moyens (Figure 1.39a). [Howett et al. \[2010\]](#) ont estimé, à partir des données de spectroscopie infrarouge obtenues par *Cassini*, que la température de surface variait entre 50 K aux pôles et 80 K à l'équateur à midi, soit des températures bien plus basses que pour les satellites galiléens, qui s'expliquent notamment par l'éloignement au Soleil bien plus important pour le système de Saturne. Il est cependant à noter que ces températures ne sont pas homogènes et, comme nous le verrons par la suite, il existe des zones relativement localisées avec des températures bien plus élevées [[Spencer et al., 2011](#); [Goguen et al., 2013](#)], certainement reliées à une intense activité géologique interne.

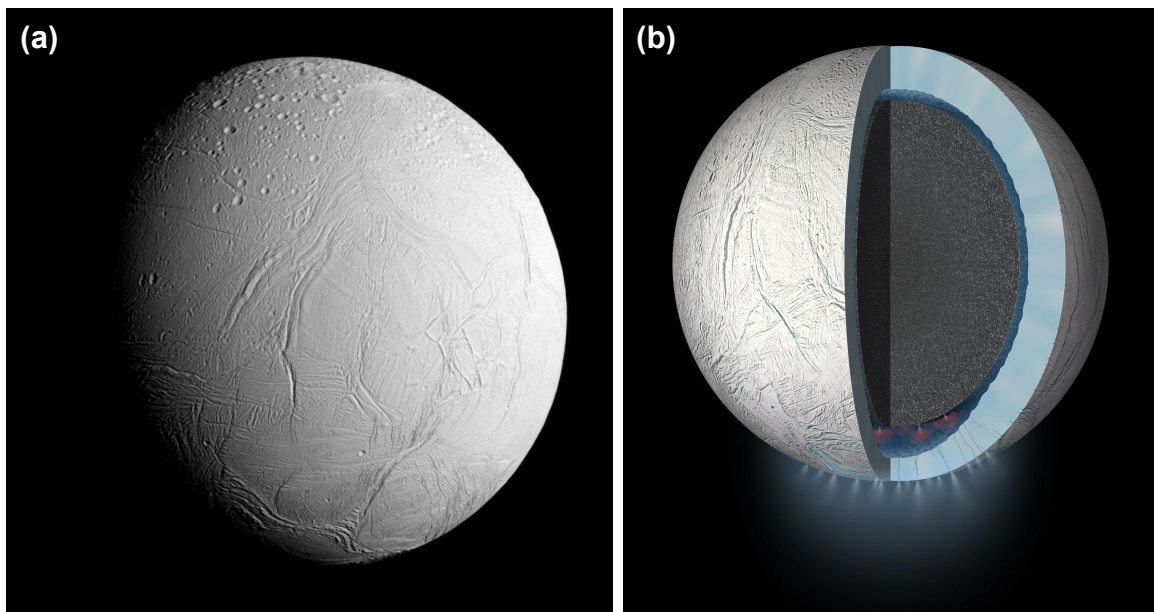


FIGURE 1.39 – (a) Encelade photographiée par la caméra ISS de *Cassini*, qui montre une diversité de terrains, marquée par la différence de taux de cratérisation (crédit image : JPL-Caltech/Space Science Institute). (b) Illustration du modèle interne supposé de la lune de Saturne (crédit image : NASA/JPL-Caltech).

La masse d'Encelade a été estimée d'après les données orbitales à $8,6 \times 10^{19}$ kg, ce qui correspond à une densité moyenne de $1,61 \text{ g.cm}^{-3}$ [[Thomas et al., 2007](#)]. Ces données, combinées à la surface entièrement composée de glace, suggèrent qu'Encelade est différenciée [[Thomas et al., 2007](#); [Hemingway et al., 2018](#)]. Elle serait ainsi séparée entre un noyau rocheux (dont certains indices laissent penser que ce dernier est relativement homogène en

1.2. LES LUNES DE GLACE

termes de composition ou de densité, ce qui est contradictoire avec la théorie de la différenciation, [Porco et al. \[2006\]](#)), et une hydrosphère divisée en un océan liquide global en profondeur [[Thomas et al., 2016](#)] et une couche de glace (Figure 1.39b). Plusieurs modèles s'affrontent concernant les épaisseurs des différentes couche, notamment à cause de la taille de la lune qui rend difficile l'analyse de ses données gravimétriques, mais tous s'accordent sur cette structure, et donnent un rayon du noyau proche des 200 km, avec un océan plus ou moins épais allant de 10 à presque 70 km, et une couche de glace variant entre 15 et 50 km [[Iess et al., 2014](#); [McKinnon, 2015](#); [Thomas et al., 2016](#); [Čadek et al., 2016](#); [Van Hoolst et al., 2016](#); [Beuthe et al., 2016](#); [Hemingway et Mittal, 2017](#)]. Ces modèles indiquent de plus que cette épaisseur de couche de glace n'est pas constante, et est beaucoup moins importante aux pôles, ce qui aura une importance capitale pour l'activité géologique de la lune, explicitée plus tard. La structure de l'hydrosphère d'Encelade se rapprocherait donc de celle d'Europe, avec un océan d'eau liquide en contact direct avec le noyau rocheux, ce qui a des implications très importantes pour l'exobiologie et le développement possible de la vie ailleurs que sur Terre, de la même manière que pour Europe (voir descriptions précédentes). Ainsi, Encelade fait partie des cibles privilégiées pour l'exploration du Système Solaire [[Choblet et al., 2021](#)].

Dès les premières images de la petite lune acquises par *Voyager 2*, Encelade est devenue un objet d'intérêt majeur de par son aspect singulier, qui montre un albédo extrêmement élevé, 0,81, ce qui en fait l'objet le plus réfléchissant du Système Solaire [[Squyres et al., 1983](#)]. Cette propriété, associée à la détection de glace d'eau à sa surface, a laissé supposer que la surface d'Encelade était composée de glace d'eau extrêmement pure et réfléchissante, possiblement jeune et peu altérée [[Squyres et al., 1983](#)]. La couleur d'Encelade est relativement homogène (Figure 1.39), avec un hémisphère arrière 6 % plus brillant que l'hémisphère avant [[Verbiscer et al., 2006](#)]. Les images de *Voyager* et *Cassini* montrent une surface très complexe, avec des terrains facilement distinguables de par leurs différences marquées en termes de densité de cratères (Figure 1.39a), qui sont séparées par de très grandes structures géologiques. Ainsi, plusieurs études s'accordent sur la séparation de la surface d'Encelade en quatre grandes provinces géologiques [[Spencer et al., 2009](#); [Crow-Willard et Pappalardo, 2015](#)], résumées par [Patterson et al. \[2018\]](#) et illustrées par la Figure 1.40 tirée de [Crow-Willard et Pappalardo \[2015\]](#) :

- Terrains cratérisés.
- Terrains de l'hémisphère avant.
- Terrains de l'hémisphère arrière.
- Terrains du pôle Sud (*South Polar Terrain*, SPT dans la suite).

Comme évoqué préalablement, ces terrains se distinguent par leur densité de cratères qui leur donne donc des âges très différents. Ainsi, les terrains cratérisés sont les formations les plus anciennes, avec un âge estimé à 1 à 2 Ga [[Porco et al., 2006](#); [Kirchoff et Schenk, 2009](#)]. Ces terrains cratérisés sont surtout visibles au pôle Nord d'Encelade [[Patterson et al., 2018](#)], avec une extension de deux bandes qui descendent à plus basse latitude et encerclent les terrains de l'hémisphère avant et arrière. Les cratères sur Encelade ont d'ailleurs une morphologie particulière, anormalement peu profonds, et présentant pour les plus larges un mont central fracturé, différent des pics habituels observés sur les autres corps du Système Solaire. Cette forme est possiblement due à la relaxation visqueuse de la glace de surface,

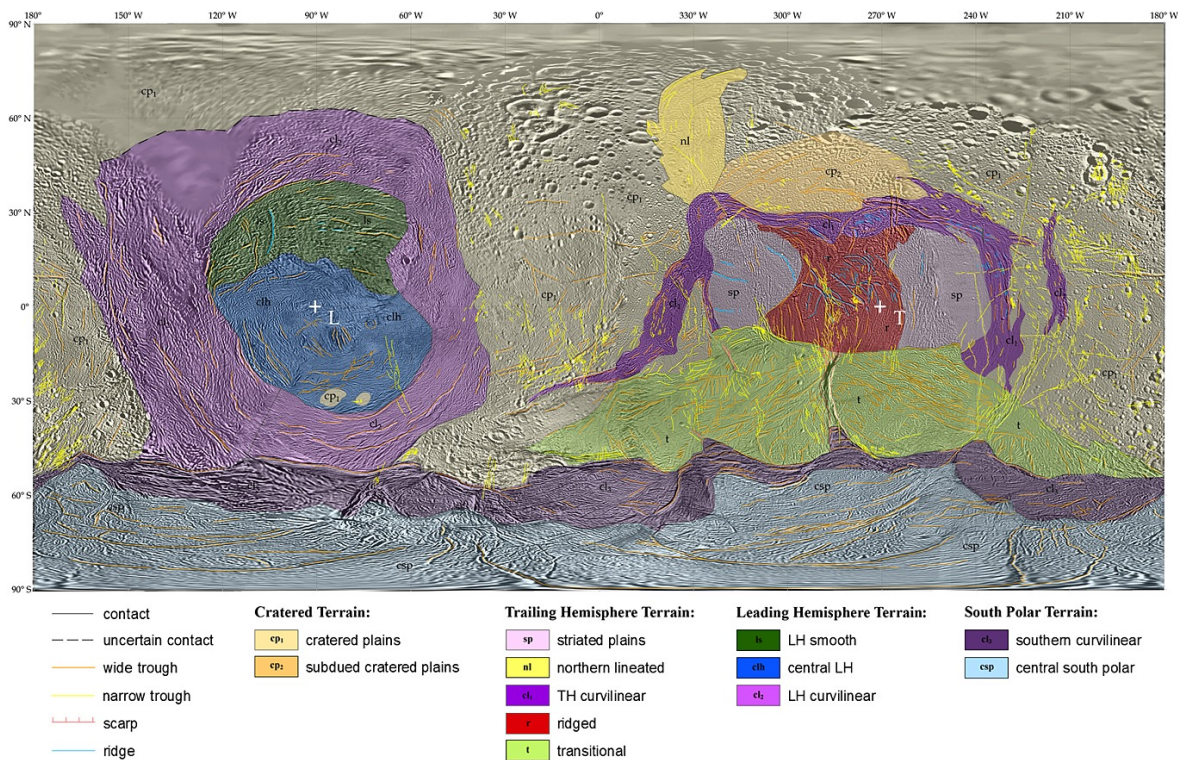


FIGURE 1.40 – Carte géologique structurale d'Encelade tirée de [Crow-Willard et Pappalardo \[2015\]](#).

signe que le flux de chaleur dans le passé était très important et donc qu'Encelade était possiblement bien plus chaude [[Bland et al., 2012](#)]. Une autre explication possible, compatible avec le caractère parfois effacé des morphologies des cratères, serait un recouvrement et un remplissage partiel par un régolithe glacé, favorisé par un dépôt de matériel éjecté de l'océan d'Encelade (ce point sera abordé par la suite). Il faut également noter que les cratères sont souvent influencés par une tectonique active pour les terrains plus anciens. Il s'agit plutôt d'une influence mutuelle, les cratères représentant des points faibles de la surface utilisés par les fractures pour se propager (Figure 1.41a, [Barnash et al. \[2006\]](#)).

D'après les observations faites par les sondes, et notamment *Cassini*, la surface d'Encelade est tectoniquement très active, et est parcourue par de nombreuses structures géologiques dont l'interprétation n'est pas toujours évidente, mais qui supportent l'idée qu'Encelade, pourtant petite, est étonnamment très active. Cette activité a permis la mobilisation de terrains plus anciens, pour former des nouveaux terrains [[Crow-Willard et Pappalardo, 2015](#)]. [Patterson et al. \[2018\]](#) offrent une description succincte des types de structures tectoniques observables à la surface, en se basant sur les descriptions plus précises offertes par [Nahm et Kattenhorn \[2015\]](#) :

- **Rides** : ces objets, courants dans le contexte des mondes glacés, correspondent à des structures linéaires surélevées de plusieurs centaines de mètres au-dessus des terrains environnants, pour des longueurs de plusieurs dizaines, voire dépassant la centaine, de kilomètres. Parmi ces rides, plusieurs morphologies sont possibles :
 1. Rides ondulées, qui se propagent vers le Nord depuis les points typiques du SPT. Elles ont été interprétées comme des structures compressives [[Porco et al., 2006](#);

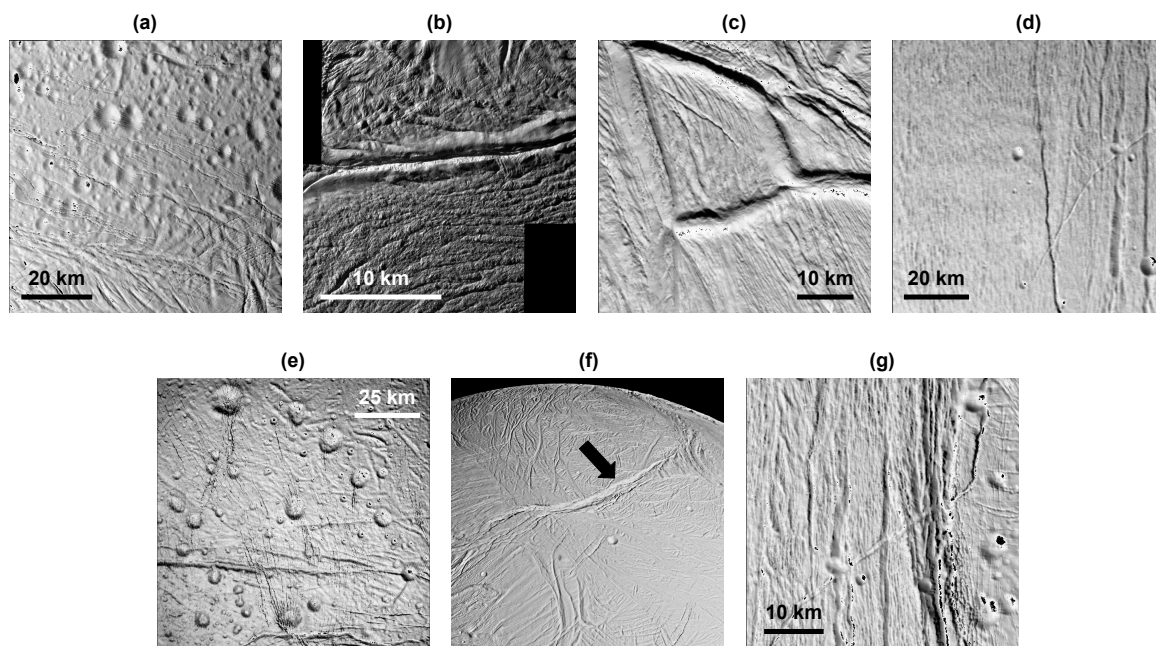


FIGURE 1.41 – Illustrations de différentes structures géologiques sur Encelade. (a) Exemples de cratères parcourus de fractures, et en partie recouverts de régolithe. (b) Ride double au pôle Sud (*Damascus Sulcus*). (c) Exemples de rides simples. (d) Exemple d’une auge à la surface d’Encelade. (e) Exemple d’un faisceau de chaînes de puits. (f) Illustration d’une structure de type *chasmata*, très bien visible depuis l’orbite de par la vallée profonde qu’elle dessine. (g) Exemple d’une bande d’extension à la surface d’Encelade.

[Schenk et McKinnon, 2009] ou des blocs basculés typiques de mouvements normaux extensifs [Nahm et Kattenhorn, 2015].

2. Doubles rides, typiques du SPT, qui correspondent aux grandes fractures éruptives d’où s’échappe du matériel depuis l’océan sous-glaciaire d’Encelade (*tiger stripes*, voir Figure 1.41b et description ci-après). Ces structures sont supposées construites par dépôt de matière et extrusion autour des fractures, qui ont été mobilisées par les forces de marée [Nimmo et al., 2007; Spencer et al., 2009; Patthoff et Kattenhorn, 2011].
 3. Rides intermédiaires comprises entre les *tiger stripes*, parallèles à ces dernières et topographiquement plus basses, certainement formées par compression (Figure 1.41b).
 4. Rides simples, décrites avec des orientations aléatoires et qui peut fortement varier (Figure 1.41c). Leur origine est possiblement cryo-volcanique [Spencer et al., 2009] ou issue d’une tectonique de chevauchement [Patthoff et al., 2022].
 5. Plaines striées, qui sont des larges zones de rides parallèles, qui ont été interprétées comme des zones d’extension régionale associées à de forts flux de chaleur, amenant à un re-surfage tectonique [Bland et al., 2007].
- **Auges** : structures de dimensions similaires aux rides mais qui sont uniquement des dépressions, sans édifice en altitude, et qui sont les formations les plus courantes à la surface d’Encelade (Figure 1.41d). Ce sont des structures uniquement extensives,

contrairement à Europe ou Ganymède qui pouvaient également exhiber des mouvements transverses. [Nahm et Kattenhorn \[2015\]](#) ont interprété ces objets comme étant des fractures de la glace causées par tension, possiblement à cause des forces de marée. Les chaînes de puits, qui consistent en des séries de dépressions peu profondes alignées et resserrées, sont aussi intégrées dans cette catégorie (Figure 1.41e). Ces structures sont considérées comme les précurseurs des auges qui ne sont dans ce cas que des chaînes de puits continues, et représentent sans doute les structures les plus jeunes d'Encelade à l'exception du SPT, car elles recoupent la plupart des autres terrains.

- **Chasmata** : dépressions linéaires et allongées qui s'étendent sur plusieurs centaines de kilomètres vers le Nord depuis la bordure du SPT (Figure 1.41f). Ce sont des vallées très profondes, jusqu'à 3,6 km de profondeur, à fond plat et avec des bordures segmentées qui forment des escarpements raides. Ces structures ont été rapprochées des vallées de type rifts sur Terre [[Helfenstein et al., 2006](#)], et leur transition vers des auges simples à leur extrémité semble indiquer que ces deux phénomènes représentent une même déformation à un stade différent.
- **Bandes** : contrairement à Europe ou Ganymède, ces structures sont relativement rares sur Encelade, et correspondent à un plateau présentant des déformations marquées (Figure 1.41g). Leur ressemblance aux structures observées sur Ganymède suggère que ces régions correspondent à une dynamique extensive avec de nombreuses failles normales.
- **Escarpements** : définis par une marche abrupte dans la topographie d'Encelade, qui évoque la même morphologie que les escarpements sur Terre, généralement associés à une tectonique extensive sous forme de failles normales. Ces structures sont rares mais semblent localisées autour des *chasmata*.
- **Failles transformantes** : quelques évidences de mouvements transverses, même si rares, ont pu être fournies, surtout dans le SPT. Ces failles peuvent avoir une influence sur les éruptions au niveau des *tiger stripes* [[Hurford et al., 2007](#)] et l'évolution morphologique de ces terrains [[Rossi et al., 2020](#)].

Si la géologie d'Encelade est variée et diversifiée, les structures les plus spectaculaires se trouvent sans aucun doute au pôle Sud de la lune, de par les incroyables découvertes qui y ont été faites par *Cassini*. Comme cela a été brièvement survolé, les terrains du pôle Sud ou SPT ont particulièrement été étudiés au cours de la mission de par le processus actif d'éjection de matière qui a été observé par la sonde [[Porco et al., 2006](#); [Hansen et al., 2006](#); [Spencer et al., 2006](#)]. De par le pôle Sud d'Encelade s'échappent en effet des panaches de matière, composés essentiellement de vapeur d'eau et de grains de glace, qui constituent une fenêtre sur l'intérieur de la lune, unique parmi les objets glacés du Système Solaire. C'est la première fois qu'une telle activité est détectée, et la seule fois qu'elle est directement observée, même si des processus similaires sont très probables sur Europe.

Le SPT constitue une province extrêmement jeune, avec très peu de cratères d'impact, et qui se détache nettement du reste de la surface de la lune de par de grandes structures géologiques qui en définissent les contours. Le centre de cette zone est défini par quatre structures majeurs, appelées *tiger stripes*, et dénommées individuellement *Damascus Sulcus*, *Baghdad Sulcus*, *Cairo Sulcus* et *Alexandria Sulcus*, de très longues doubles rides, des fractures qui sont la source des éruptions observées sur Encelade (Figure 1.42a et Figure 1.43a). La

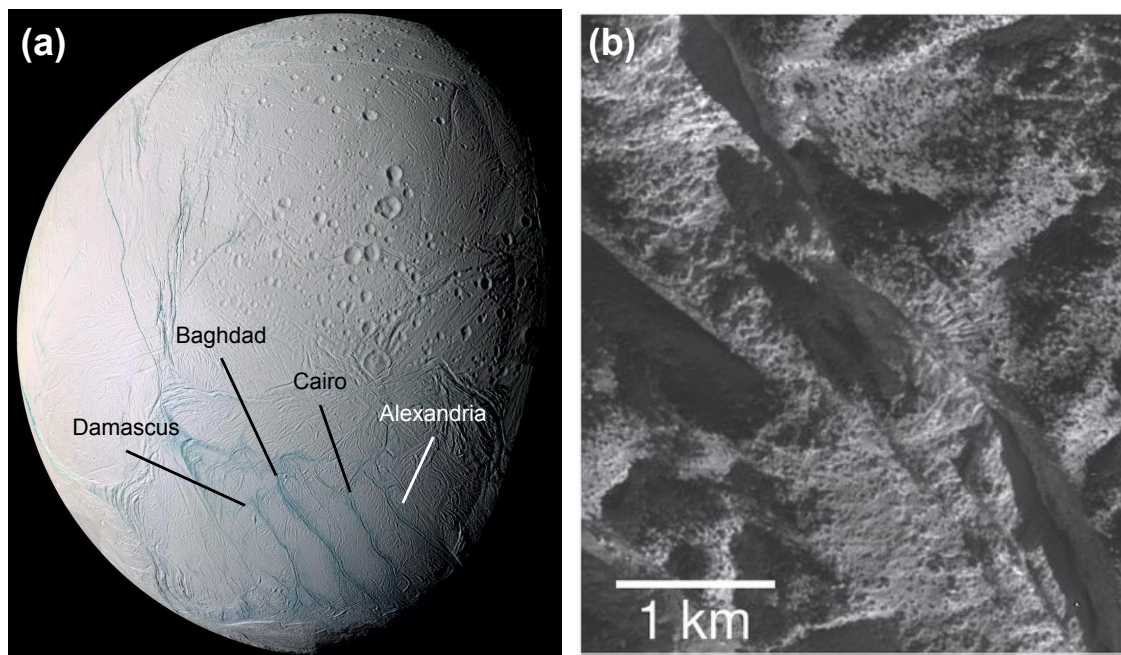


FIGURE 1.42 – Localisation des *tiger stripes* au pôle Sud d'Encelade (a) (image en fausses couleurs, crédit image : NASA/JPL/Space Science Institute). (b) Illustration des stries formées par un panache, tirée de [Helfenstein et Porco \[2015\]](#).

présence d'éruptions actives a de nombreuses implications concernant la géologie de ces terrains. En effet, cela signifie que les fractures traversent l'entièreté de la glace pour relier directement l'océan à la surface, et donc qu'à cet endroit précis la glace est possiblement plus fine [[Bland et al., 2007](#); [Spencer et al., 2009](#); [Patthoff et Kattenhorn, 2011](#); [Yin et Pappalardo, 2015](#)]. La géométrie même des fractures est modifiée par la présence de ces jets de vapeur et panaches de particules, qui impriment leurs marques sur les flancs des rides, comme cela est illustré par la spectaculaire image à très haute résolution d'une fracture d'où émane un panache détecté par [Porco et al. \[2014\]](#), en Figure 1.42b reprise de [Helfenstein et Porco \[2015\]](#).

Ces fractures s'accompagnent également d'anomalies thermiques marquées, détectées grâce aux outils VIMS et CIRS de *Cassini* (Figure 1.43b, c, issues de [Spencer et Nimmo \[2013\]](#)). En effet, là où la température de surface de la lune varie entre 80 et 50 K en moyenne, elle peut grimper à des valeurs comprises entre environ 178 et 197 K à l'endroit exact des rides [[Spencer et al., 2011](#); [Goguen et al., 2013](#)], ce qui peut être traduit en flux de chaleur. Ainsi, il a été déduit un flux d'environ 4,7 GW au niveau des fractures [[Spencer et al., 2013](#)], alors que le pôle Sud complet affiche un flux de chaleur estimé à 15,8 GW [[Howett et al., 2011](#)], ce qui signifie qu'il existe un phénomène de chauffage à grande échelle difficile à quantifier. La plupart des modèles de formation de ces fractures impliquent un chauffage préférentiel des pôles de la lune par frottement, dû aux déformations de marée intenses qu'induit Saturne sur Encelade, qui pourraient expliquer à la fois les anomalies thermiques mais aussi la fracturation de la couche de glace [[Tobie et al., 2008](#); [Běhounková et al., 2012, 2013](#); [Showman et al., 2013](#); [Souček et al., 2019](#)]. Les *tiger stripes* constituent pour le moment la seule preuve directe d'une activité en cours sur une lune de glace, mais il existe également

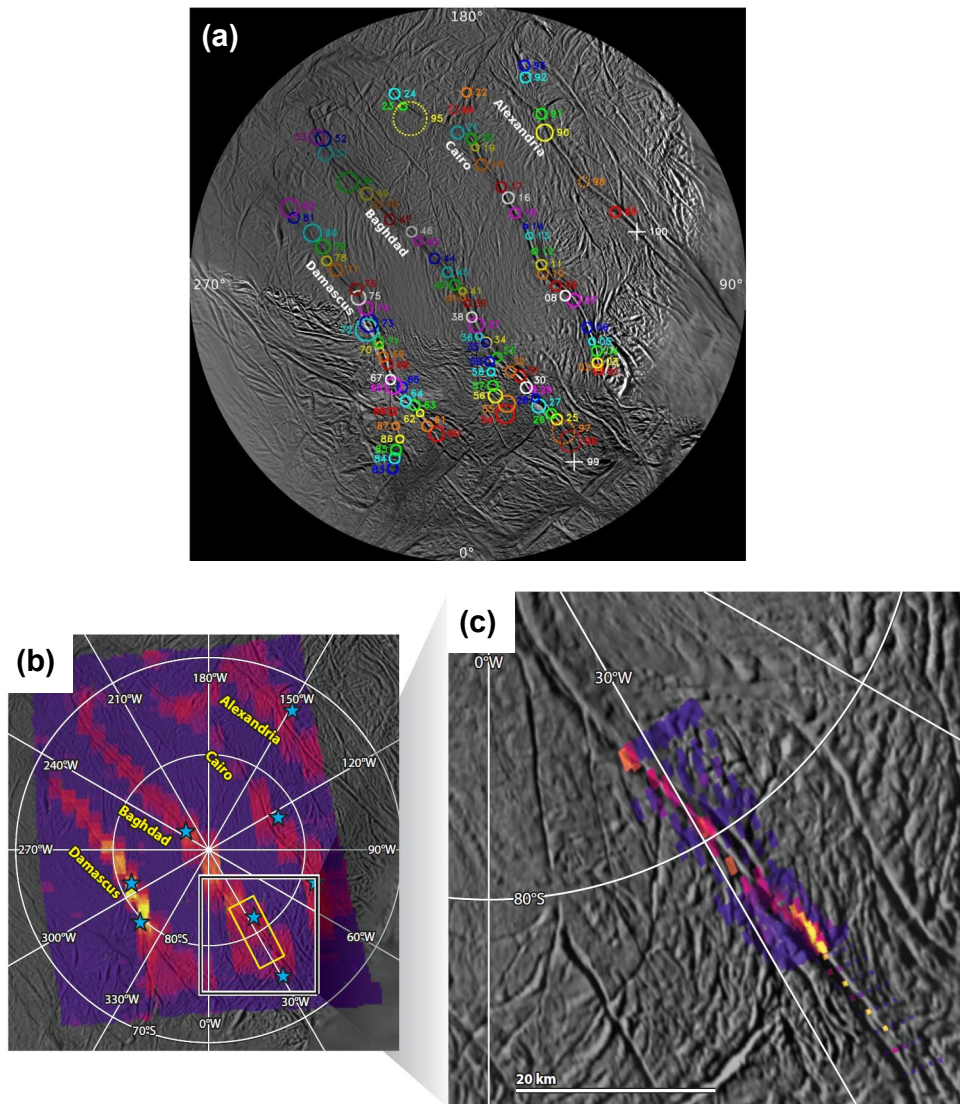


FIGURE 1.43 – Cartes du pôle Sud d’Encelade montrant (a) la localisation des sources des jets estimée par Porco et al. [2014], (b) les anomalies thermiques situées le long des grandes fractures d’où émergent ces jets et (c) un détail de ces anomalies à plus haute résolution le long de *Baghdad Sulcus* (cartes issues de Spencer et Nimmo [2013], les couleurs chaudes indiquent des émissions thermiques plus élevées).

possiblement sur Encelade des anomalies dans les données issues de la spectroscopie infrarouge, qui montrent potentiellement une activité de point chaud sous la couche de glace à des latitudes plus basses [Robidel et al., 2020], ce qui montre que cette petite lune présente une activité géologique véritablement surprenante au vu de sa taille.

Si les fractures et les mécanismes à leur origine sont importants pour la compréhension globale de la lune et de sa dynamique interne, une telle activité a surtout des implications pour la surface du satellite. En effet, là où les autres corps glacés présentent des régolithes relativement anciens et formés essentiellement par l’érosion due aux micro-météorites ou au bombardement par des particules énergétiques, dans le cas d’Encelade le régolithe est créé

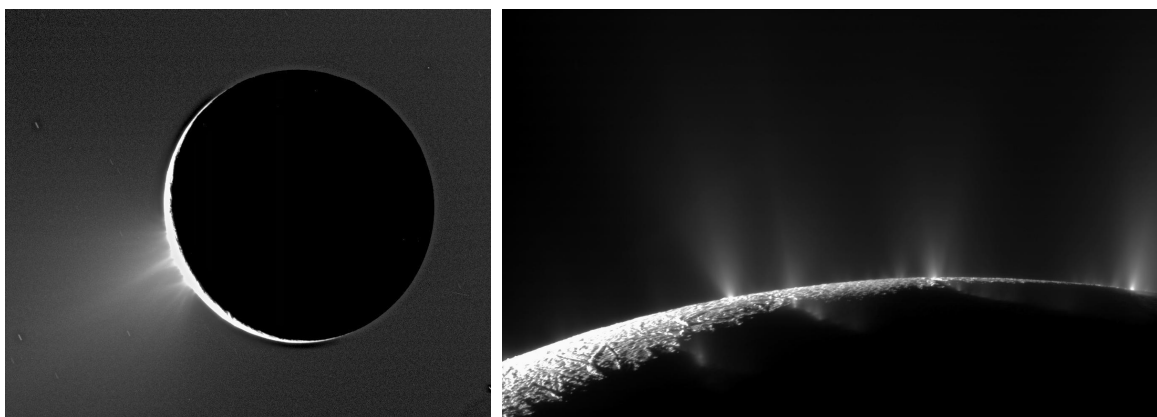


FIGURE 1.44 – Images des panaches d’Encelade photographiés par la sonde *Cassini*.

en immense majorité par l’activité propre de la lune, même si les autres processus rentrent également en considération dans sa formation. Comme mentionné précédemment, l’activité du pôle Sud se manifeste par une éjection de matière dans l’espace depuis un corps liquide présent sous la glace, très certainement l’océan global inféré par les autres données (Figure 1.44). Cela signifie donc que la matière éjectée dans ces panaches représente un échantillonnage direct de ce corps liquide, ce qui en a fait dès sa découverte une cible préférentielle pour la mission *Cassini*. La sonde embarquait en effet un équipement scientifique qui a permis de mesurer les propriétés de ce panache de manière unique pour analyser les différentes phases, gazeuses et solides. *Cassini* a ainsi pu traverser les panaches, et directement analyser les grains en termes de masse (ce qui a pu donner des indices sur la taille de ces derniers) mais aussi de composition.

Ainsi, la phase gazeuse de ces panaches a été analysée par deux instruments différents, un spectromètre de masse (INMS) qui permet des analyses *in situ* et un spectromètre UV-Visible (UVIS) qui permet d’analyser la composition des gaz par occultation de ce dernier de la lumière d’une étoile comme le Soleil. Ainsi, une description complète de la composition de ce gaz a pu être fournie, par [Waite et al. \[2009\]](#) pour des premières estimations, et raffinées par [Waite et al. \[2017\]](#) pour une composition finale. Celle-ci stipule une proportion en vapeur d’eau de 96 à 99 %, avec d’autres espèces présentes dans ce panache, potentiellement révélatrices des gaz dissous dans l’océan sous-glaciaire, à savoir le NH_3 (0,4 – 1,3 %), le CO_2 (0,3 – 0,8 %), le H_2 (0,4 – 1,4 %) et le CH_4 (0,1 – 0,3 %). Beaucoup d’autres espèces mineures sous forme de traces, comme des composés organiques carbonés sont également sans doute présentes, mais leur détection est toujours soumise à des ambiguïtés à cause de la trop faible résolution en masse des outils de *Cassini*. Le panache de gaz est également possiblement stratifié, avec des zones d’éjection de matière à très haute vitesse, et des vitesses bien plus faibles réparties sur le SPT, qui peuvent mener à des ségrégations en termes de masses moléculaires (les gaz les plus lourds s’étalent moins dans l’espace).

La phase solide est évidemment celle qui nous intéresse le plus étant donnée notre problématique d’étude qui concerne l’étude du régolithe des lunes glacées. Elle a pu être analysée par l’instrument *Cosmic Dust Analyzer* CDA, déjà présenté précédemment [[Srama et al., 2004](#)] et l’instrument *Cassini Plasma Spectrometer* CAPS pour les plus petits grains [[Young et al., 2004](#)], qui sont tous les deux des instruments *in situ*, c’est-à-dire qu’ils ont pu analyser

la composition et la masse des grains lorsque *Cassini* a traversé les panaches. Leurs analyses ont été complétées par les données infrarouge de VIMS.

D'après les observations de l'anneau E autour de Saturne, il a été déduit qu'il était en grande majorité alimenté par l'activité éruptive découverte sur Encelade, mais les grains qui s'échappent du panache pour aller nourrir cet anneau ne représentent que 5 à 10 % de la masse totale des grains éjectés, le reste retombant à la surface d'Encelade pour former le régolithe glacé [Porco et al., 2006; Kempf et al., 2008, 2010; Ingersoll et Ewald, 2011]. Ainsi, la composition déduite des analyses de l'anneau E et du panache devrait être représentative des grains qui retombent à la surface, et qui composent donc cette dernière, mais aussi de l'océan sous-glaciaire.

Les premières analyses ont rapidement montré que l'immense majorité des grains échantillonnés sont dominés par la glace d'eau (> 99 %, Hillier et al. [2007]), mais qu'il existe au sein de ces grains des disparités de composition, qui ont poussé à les classer en trois grandes catégories, données par Postberg et al. [2008, 2009, 2018a] :

- **Type I** : représente environ 65 % des particules détectées dans l'anneau E, et sont quasiment composés de glace pure, avec une très faible quantité de sels (sodium et potassium).
- **Type II** : plus gros que les Type I en moyenne, ces grains représentent environ 25 % de la population totale, et ressemblent aux Type I avec un composant additionnel, possiblement des composés organiques, mais toujours pauvres en sels.
- **Type III** : cette famille, qui représente environ 10 % des grains, est radicalement différente des deux autres, avec très peu de signatures de glace d'eau, et des signatures en sel, surtout en sodium, bien plus importantes. Ces grains sont également plus gros en moyenne que les grains de Type I.

La famille des grains de Type II est la plus variable en termes de composition, exhibant des concentrations en particules organiques qui peuvent varier drastiquement d'un grain à l'autre. Il faut également noter qu'une autre famille de grains existe, bien différente des trois autres, qui consiste en des particules de l'ordre de quelques nanomètres, qui sont possiblement des inclusions de poussière silicatée qui étaient autrefois intégrés aux grains de glace, et relâchés à cause de l'érosion par le plasma autour de Saturne [Hsu et al., 2011]. C'est l'identification de ces nano-grains de silice qui a donné les premiers indices d'une activité hydrothermale dans les profondeurs d'Encelade [Hsu et al., 2015]. Il existe également une ségrégation des grains au sein du panache, avec des concentrations différentes impliquant que les grains riches en sels sont éjectés à plus faible vitesse, possiblement à cause des différences de tailles entre les populations [Postberg et al., 2011].

Les mesures en spectroscopie infrarouge révèlent des informations intéressantes quant à la structure physique des grains, et indiquent ainsi qu'ils sont majoritairement cristallins [Dhingra et al., 2017]. Cela implique une formation de ces particules à des températures supérieures à 130 K [Hobbs, 1974], ce qui est compatible avec les températures estimées au niveau des *tiger stripes*. Dans tous les cas, les différences de composition s'accompagnent nécessairement de différences de processus de formation [Postberg et al., 2018a]. Ainsi, il a été émis l'hypothèse que les grains de Type III sont représentatifs de la composition de l'océan sous-glaciaire [Zolotov, 2007]. Les grains de Type I, pauvres en sels, peuvent se former par condensation de la vapeur d'eau ascendante au travers des fractures, dont les

1.2. LES LUNES DE GLACE

variations de largeurs peuvent créer des décompression brusques suffisantes pour initier la condensation [Schmidt et al., 2008]. Ce processus permet également d'expliquer la taille plus réduite de ces grains. L'origine des grains de Type II est moins bien comprise, mais ils peuvent tenir leur enrichissement en matière organique d'une condensation des gaz sur les grains de glace lors de leur ascension dans les fractures, ou d'un film d'organiques insolubles qui viendrait former une couche à la surface de l'océan, et qui serait incorporé dans les grains lors de la formation de ces derniers [Postberg et al., 2018b].

La composition de la surface d'Encelade reflète nécessairement celle des grains qui retombent depuis les panaches. L'analyse de la surface de la lune a révélé la glace d'eau la plus pure du Système Solaire, avec le CO₂ pour seul autre composant détecté avec certitude, piégé dans la glace [Brown et al., 2006; Matson et al., 2018; Combe et al., 2019]. La glace sur Encelade est probablement majoritairement cristalline, ce qui implique que la surface est composée en grande partie par les dépôts issus des panaches. Des composés organiques ont possiblement été détectés proches des *tiger stripes*, mais encore une fois il s'agit très certainement de dépôts de grains riches en molécules organiques issus des éruptions [Brown et al., 2006]. Grâce aux données de spectroscopie infrarouge ou UV, il est possible d'estimer la taille des grains du régolithe recouvrant la quasi-totalité du satellite. Jaumann et al. [2008] se sont essayés à l'exercice, et ont déduit que la taille maximale des grains pouvait atteindre 0,2 mm, avec une distribution spatiale des particules qui montre des tailles plus importantes pour les régions tectoniquement plus actives. Ce phénomène a été confirmé par d'autres études, comme Taffin et al. [2012]. Les grains les plus petits seraient présents dans les régions plus éloignées, ou plus ancienne. Leur étude a cependant omis certains effets, comme la présence de grains sub-micrométriques à la surface qui font ainsi apparaître cette dernière comme un bloc de glace plutôt que comme un régolithe et qui produisent donc une forte augmentation de la profondeur des bandes d'absorption [Postberg et al., 2018a]. Cet effet contribue certainement à surestimer largement cette taille maximale atteignable, mais la distribution spatiale, quant à elle, doit rester similaire. Les données UV, elles, ont donné une taille de grain de l'ordre de 10 µm [Hendrix et al., 2010].

La modélisation de l'éjection des grains depuis le SPT a mené à des estimations de taux de dépôt à la surface d'Encelade, par Kempf et al. [2010] et Southworth et al. [2019]. Les plus gros grains, et donc les moins rapides, sont éjectés à plus basse altitude et retombent plus proches des *tiger stripes* (ce qui est en accord avec les déductions de Jaumann et al. [2008] et Taffin et al. [2012]), là où les grains les plus petits peuvent se déposer sur des zones bien plus larges. Cette propriété fait que le taux de dépôt au niveau des sources est bien plus élevé, environ 0,5 mm/an, que pour les zones éloignées du SPT, où le taux de dépôt a été estimé à 10 µm/an. La Figure 1.45, tirée de Southworth et al. [2019], illustre ces taux de dépôt différentiels. De manière générale, la taille des grains à la surface d'Encelade a été estimée entre quelques micromètres et quelques dizaines de micromètres.

Ces taux de dépôts mentionnés précédemment ont une importance capitale concernant la quantité de régolithe à la surface d'Encelade. Kempf et al. [2010] ont estimé, à partir des taux de dépôt calculés, qu'un bloc de 10 m situé à 100 m du point d'éjection des grains, serait complètement recouvert en seulement 10⁵ – 10⁶ années. Martin et al. [2023], à partir de l'analyse des pentes sur Encelade au niveau des *tiger stripes*, ont estimé que le régolithe sur la lune pouvait atteindre 700 m d'épaisseur à certains endroits. Ces informations, cependant, ne prennent pas toujours en compte les propriétés mécaniques d'un tel milieu

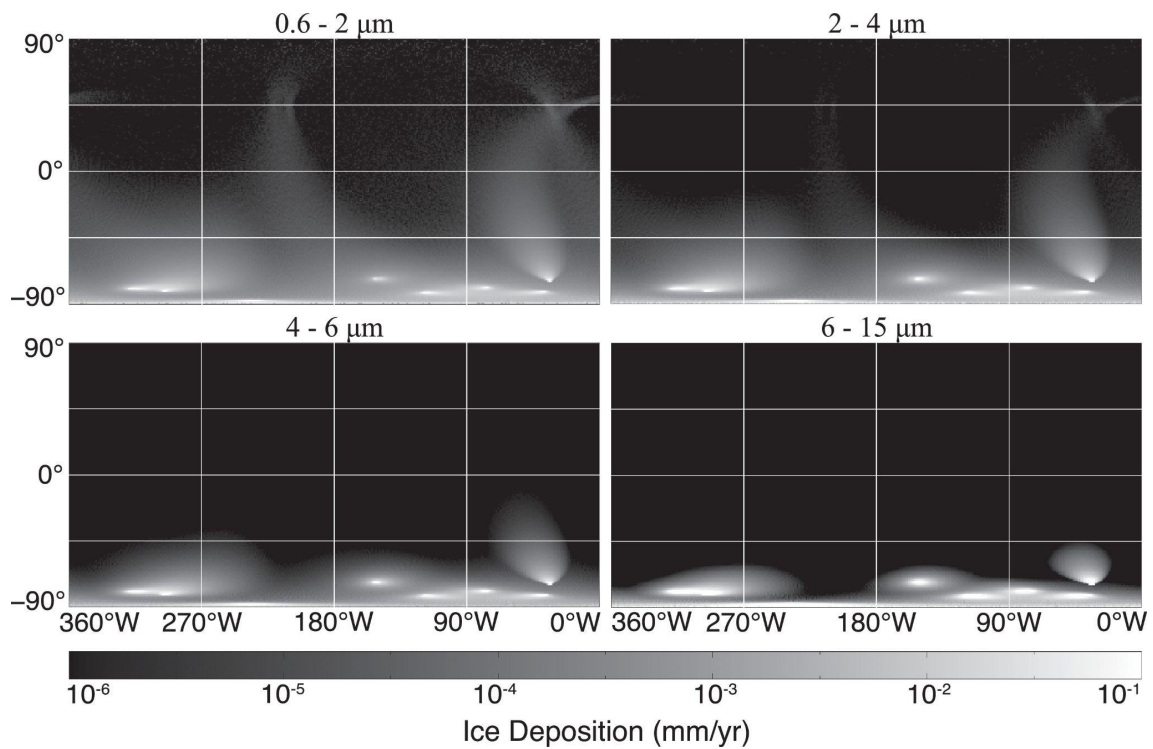


FIGURE 1.45 – Cartes du taux de dépôts selon différentes tailles de grains, produites par [Southworth et al. \[2019\]](#). Chaque carte correspond à une gamme de tailles de grains différente.

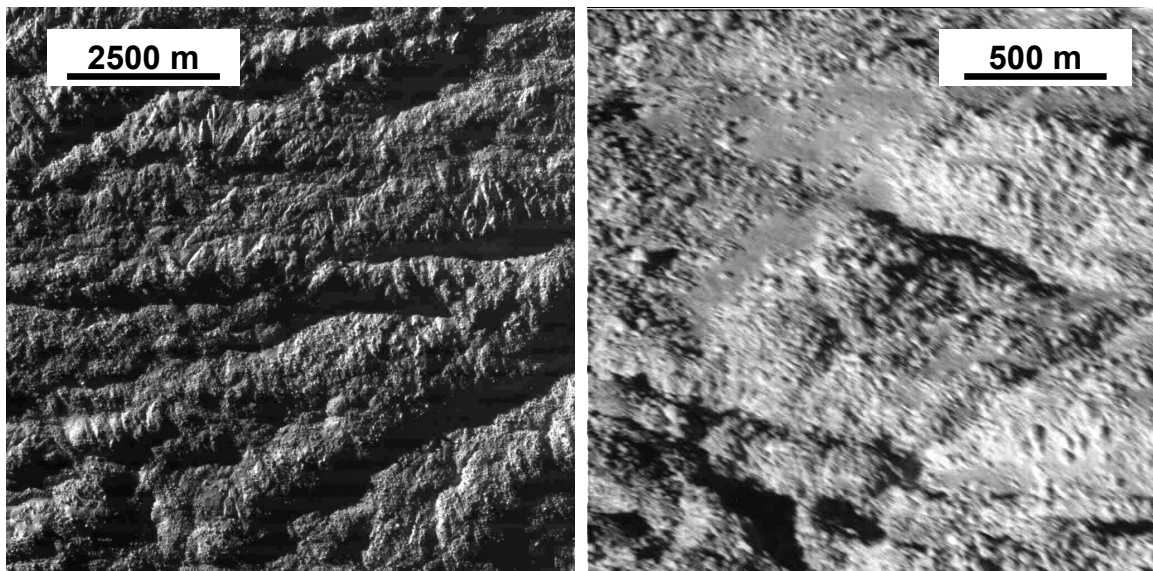


FIGURE 1.46 – Vues à haute résolution de terrains à proximité des *tiger stripes* montrant l'aspect granuleux et irrégulier de ces derniers.

granulaire, une poudre fine composée de grains de glace, qui est donc potentiellement soumise à des forces de cohésion très importantes, d'autant plus sous une gravité aussi faible que

1.2. LES LUNES DE GLACE

celle des lunes. Cette cohésion pourrait créer des assemblages de grains très peu compacts, un régolithe très poreux et donc potentiellement bien plus épais qu'un régolithe compact. [Kempf et al. \[2010\]](#) et [Southworth et al. \[2019\]](#) ont réalisé leur modèle en supposant que les grains se déposaient de manière compacte, avec une densité du régolithe proche de celle de la glace massive (environ $0,9 \text{ g.cm}^{-3}$), ce qui est plausible au vu des compacités élevées atteignables par les méthodes de densité aérée (voir Section 1.1.3). En revanche, la cohésion importante d'un tel milieu peut au contraire donner lieu à un assemblage très lâche et très poreux, similaire à la poudreuse, car cette cohésion peut soutenir le poids de nombreux grains en contact les uns avec les autres. Cela pourrait même, dans des cas extrêmes, augmenter artificiellement la taille des grains avec la formation d'agrégats. Il est également possible de former des grains plus larges au cours du temps avec le phénomène de frittage, qui consiste en la formation de ponts solides entre des grains en contact par des phénomènes de diffusion de molécules d'eau. Ces phénomènes, plus ou moins rapides selon la température, peuvent souder des grains individuels entre eux pour former des grains plus gros [[Choukroun et al., 2020](#)]. La Figure 1.46 montre des exemples de vues à très haute définition d'Encelade, au niveau des *tiger stripes*, qui exhibent des textures grumeleuses et irrégulières, qui pourraient être associées à ce phénomène et à cette cohésion.

Titan

Le cas de Titan, en orbite autour de Saturne, est unique car il s'agit du deuxième plus gros satellite du Système Solaire, et le seul qui possède une atmosphère dense. D'un diamètre de 5150 km environ, soit 6 % de plus que Mercure, ce satellite est hors norme de par ses dimensions, mais également de par les processus complexes qu'il abrite, notamment dans son atmosphère. En effet, Titan possède une atmosphère imposante de N_2 (95 %), de méthane CH_4 (4 %), ainsi que 1 % d'autres gaz en traces, avec une pression d'environ 1,5 bar à la surface [[Niemann et al., 2010](#)], et stratifiée de la même manière que la Terre [[Fulchignoni et al., 2005](#)]. Cette large proportion de méthane est à l'origine de toute une chaîne de réactions chimiques permettant de synthétiser de nombreuses molécules organiques [[Hörst, 2017](#)], qui sont responsables d'une brume rendant totalement opaque l'atmosphère de Titan en lumière visible, cachant ainsi sa surface qui n'est visible depuis l'orbite qu'à l'aide des observations radar.

La mission *Cassini-Huygens* destinée à l'exploration du système de Saturne, a visité Titan à de multiples reprises à partir de 2004, et a permis de multiples découvertes fondamentales. De par sa température d'environ 94 K [[Jennings et al., 2019](#)], la surface et l'atmosphère de Titan sont proches du point triple du méthane [[Lorenz et al., 2003](#)], de la même manière que la surface terrestre est proche du point triple de l'eau, ce qui autorise un cycle hydrologique à base de méthane sur Titan. Ainsi, des nuages et des pluies de méthane ont été détectés par la sonde *Cassini* lors de ses observations [[Rodriguez et al., 2009](#); [Turtle et al., 2011](#)], tout comme de grandes structures semblables à des lacs ou des océans [[Stofan et al., 2007](#)], composés de méthane et d'éthane (C_2H_6), qui se détachent clairement sur les images radar de par leur surface très lisse. L'atterrisseur *Huygens*, embarqué sur *Cassini*, a été largué depuis l'orbite pour traverser l'atmosphère en effectuant toute une série de mesures, et a pu observer lors de sa descente des chenaux et rivières, ainsi que des galets arrondis au sol au niveau du site d'atterrissage [[Karkoschka et Schröder, 2016](#)], témoins d'une intense érosion

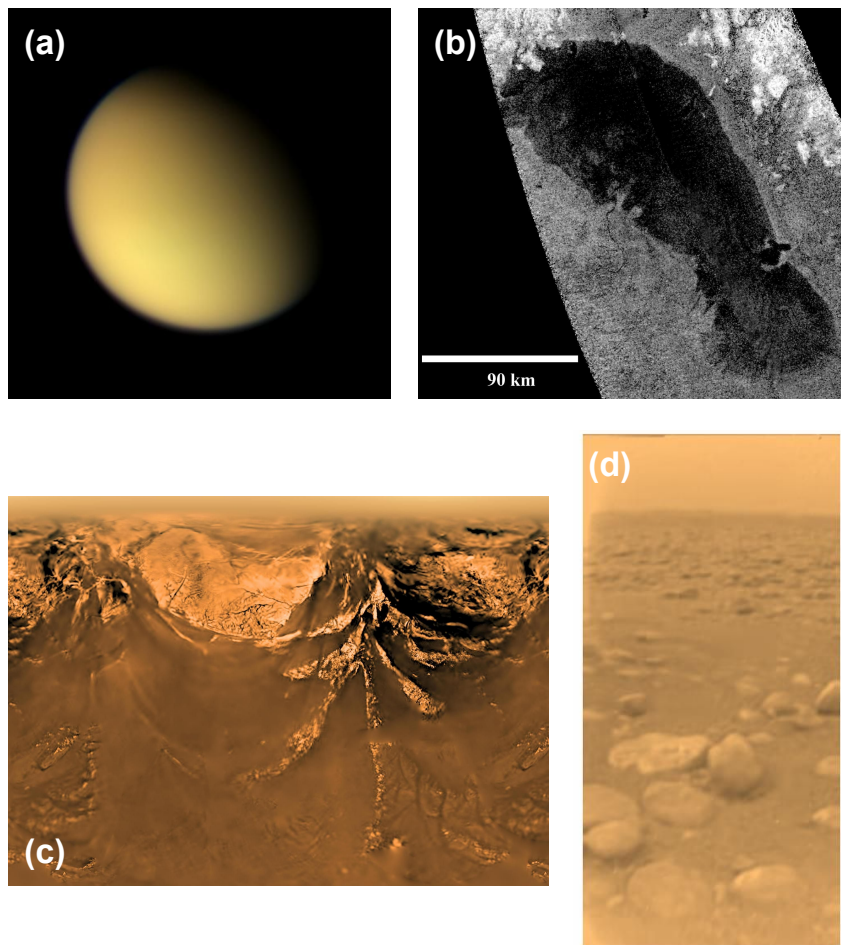


FIGURE 1.47 – Images d’illustration de Titan. (a) Vue d’ensemble du satellite couvert par son atmosphère opaque et jaunâtre (crédit NASA/JPL). (b) Observation radar du lac *Ontario Lacus*, situé dans l’hémisphère Sud de Titan (crédit NASA/JPL-Caltech/ASI). (c) Image prise lors de la descente de l’atterrisseur *Huygens* dans l’atmosphère de Titan, où des canaux sont notamment visibles sur la formation claire (crédit ESA/NASA/JPL/University of Arizona). (d) Image de la surface de Titan obtenue par *Huygens* après son atterrissage, montrant des galets arrondis par l’érosion (crédit NASA/JPL/ESA/University of Arizona).

liquide à la surface. La Figure 1.47 fournit des images issues de la mission *Cassini-Huygens* montrant ces différentes structures particulières à la surface de Titan.

Riche de ces formations uniques, Titan représente donc un environnement très spécifique qui diffère fortement de tout ce qui est connu. Les processus de chimie organique ayant lieu dans l’atmosphère sont à l’origine de la synthèse de nombreuses molécules organiques en altitude, qui peuvent se déposer à la surface pour former une couche de grains organiques qui constituent alors un régolithe aux propriétés encore peu contraintes. L’atmosphère dense permet également une circulation atmosphérique complexe qui, liée aux phénomènes de circulation liquide à la surface, peut mettre en mouvement ce régolithe pour lui donner des formes uniques comme d’immenses dunes [Radebaugh et al., 2008] constituées de sable organique, qui couvrent jusqu’à 17 % de la surface de Titan [Le Gall et al., 2011, 2014; Rodri-

1.2. LES LUNES DE GLACE

guez et al., 2014]. Ces dunes, visibles en Figure 1.48 sont donc majoritairement constituées de matière organique, mais certains auteurs suggèrent, d'après certaines données acquises par *Cassini*, que ce régolithe particulier possède une petite fraction de grains de glace [Griffith et al., 2019; Le Mouélic et al., 2019]. La taille des grains les constituant est difficilement contraignables par la technique d'imagerie radar employée pour les observer, mais Lorenz [2022] mentionnent des grains pouvant varier entre 0,1 et 0,8 mm.

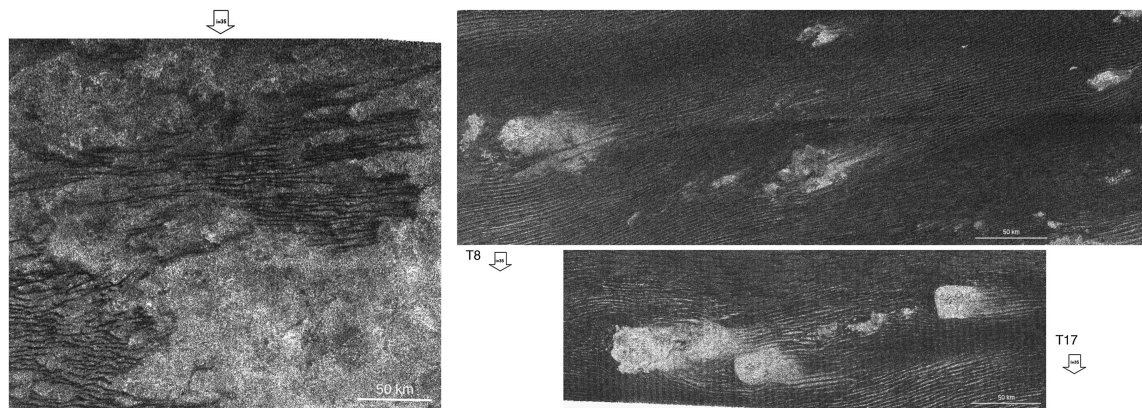


FIGURE 1.48 – Images d'exemple de dunes de matière organique à la surface de Titan, imagées par observation radar par la mission *Cassini*. Ces images ont directement été tirées de Radebaugh et al. [2008].

En effet, malgré ses spécificités atmosphériques qui en font un cas très particulier, Titan est un satellite de glace. Grâce aux mesures de gravité réalisées par *Cassini*, sa densité a été estimée à environ $1,88 \text{ kg.m}^{-3}$, soit très faible comparativement aux densités des corps rocheux, ce qui suggère qu'une fraction importante de sa masse est due à la glace d'eau. Des analyses plus fines de distribution de densités ont permis de déterminer que Titan est différenciée, en une hydrosphère peu dense concentrée en périphérie, et un noyau interne rocheux composé de silicates hydratés [Castillo-Rogez et Lunine, 2010]. Les équations d'état permettent d'estimer la structure interne de Titan, et notamment l'organisation de cette hydrosphère, qui se découpe en trois couches distinctes dont les épaisseurs et limites peuvent varier selon les modèles [Sohl et al., 2010; Sotin et al., 2021]. La couche superficielle est constituée de glace de faible pression, et recouvre un océan liquide global, reposant lui-même sur une couche de glace de haute pression. Cela signifie que, contrairement à Encelade ou Europe où les équations d'état suggèrent un océan liquide en contact direct avec le noyau rocheux, sur Titan l'océan et le noyau sont physiquement séparés, ce qui limite possiblement les échanges entre ces deux milieux [Journaux et al., 2020].

La présence de glace d'eau à la surface de Titan est cependant d'un grand intérêt pour notre problématique de régolithe glacé. En effet, de par les nombreux processus d'érosion rendus possibles par l'atmosphère et la présence de grandes étendues liquides et de rivières, la couche de glace est très certainement mobilisée et déposée dans des zones d'accumulation [Collins, 2005; Griffith et al., 2019]. L'atterrisseur *Huygens* a probablement touché la surface de Titan dans une de ces zones d'accumulation, d'où la présence de ces galets ronds qui ont été transportés par l'érosion. Cette hypothèse d'une surface jeune est corroborée par la rareté manifeste de larges cratères d'impact à la surface de Titan [Neish et Lorenz, 2012], même

si bien évidemment l'atmosphère joue un rôle protecteur très important en ce sens. Ainsi, la surface de ce satellite apparaît extrêmement jeune, très certainement grâce aux très nombreux processus de resurfaçage liés à l'atmosphère et au cycle du méthane.

Il faut cependant garder en tête que les analyses du matériau granulaire constitutif des dunes observées sur Titan n'ont montré que de très petites quantités de glace d'eau [Bonnefoy et al., 2016]. Cela signifie que le comportement de ce matériau est certainement essentiellement dominé par le sable organique, et la glace d'eau ne joue qu'un rôle secondaire. Ces conclusions restent toutefois à vérifier car, comme cela sera démontré par la suite, la présence même faible de glace granulaire dans un matériau normalement sec peut drastiquement changer ses propriétés mécaniques (voir Section 5.2.3), et l'étude de ce régolithe particulier qu'est celui de Titan est important pour les missions très prochaines comme la mission *Dragonfly* de la NASA. La problématique d'une compréhension préalable du comportement rhéologique d'un tel matériau granulaire est d'autant plus critique dans ce cas de figure, car cette mission prévoit de faire atterrir un drone à la surface. Cela permettrait également de mieux contraindre la formation et l'évolution des paysages de dunes observés à la surface, qui sont des structures majeures sur ce satellite. L'utilisation de tholins, matériau de laboratoire analogue à ceux qu'il est possible de retrouver sur Titan, mélangés à nos poudres de glace, pourraient constituer un matériau de base pour une campagne expérimentale visant à déterminer les propriétés mécaniques précises du régolithe de Titan. Malheureusement, de par les difficultés de production des tholins et les contraintes expérimentales et de sécurité qu'ils nécessitent, ce travail n'a pas pu être effectué au cours de cette thèse, mais reste envisagé pour la suite de nos expériences.

1.2.3 Les autres objets froids

Les lunes de glace, si elles sont exceptionnelles de par leur composition qui incorpore une très grande quantité de glace, ne sont pas les seuls objets du Système Solaire à exhiber des surfaces en partie glacées. Même dans le Système Solaire interne la glace peut exister en surface ou en sub-surface, et ce même à des distances relativement faibles du Soleil comme sur Mercure. La Terre est un exemple particulier, mais le cas de Mars, notamment de par la fébrilité de l'exploration actuelle, semble bien plus intéressant. Cérès également, dans la ceinture d'astéroïdes, semble afficher des caractéristiques qui méritent une étude plus approfondie de son régolithe et des propriétés mécaniques de ce dernier.

1.2.3.1 Le cas de Cérès

Cérès est un cas particulier dans le Système Solaire. Il s'agit d'une planète naine située dans la ceinture principale d'astéroïdes. L'origine de ce corps reste incertaine, portée par ses caractéristiques physiques, notamment sa taille (476 km de rayon) et sa faible densité ($2150 \text{ kg}\cdot\text{m}^{-3}$), qui le distinguent fortement des autres objets de la ceinture d'astéroïdes. Certaines études suggèrent que cette planète naine se serait formée bien plus loin, aux alentours de l'orbite de Neptune, et aurait été déplacée lors de la migration de Jupiter jusqu'à sa position actuelle [Ribeiro de Sousa et al., 2022], ce qui en fait un échantillon unique et accessible d'une région de formation planétaire habituellement difficile d'accès.

1.2. LES LUNES DE GLACE

La mission *Dawn* de la NASA, lancée en 2007 pour arriver en orbite autour de ce corps en 2015, avait pour objectif de mieux contraindre la composition de la planète naine, ainsi que sa structure interne. Elle a donné lieu à une multitude de découvertes enrichissantes concernant l'intérieur et la surface de Cérès, notamment la présence de glace dans son sous-sol. Certaines données suggèrent que Cérès est partiellement différenciée, et qu'une couche d'eau liquide peut exister en profondeur, de la même manière que les satellites de glace [Neumann et al., 2020], sans pour autant pouvoir contraindre sa taille. La densité globale de Cérès est faible (2150 kg.m^{-3}), et certaines études, d'après les données de la mission, ont déduit que sa croûte présentait également une densité particulièrement faible ($\sim 1287 \text{ kg.m}^{-3}$ pour une épaisseur de 41 km environ, Ermakov et al. [2017]). Cette particularité a été associée à la présence possible de glace en surface et sub-surface, associée avec des carbonates et des silicates [De Sanctis et al., 2015], qui sont des minéraux hydratés donc marqueurs de la présence d'eau. À des endroits très localisés, dans des cratères ou sur des pentes constamment plongées dans l'ombre, la spectroscopie a révélé la présence de glace d'eau directement exposée à la surface, ce qui semble confirmer la possibilité de processus d'altération aqueuse.

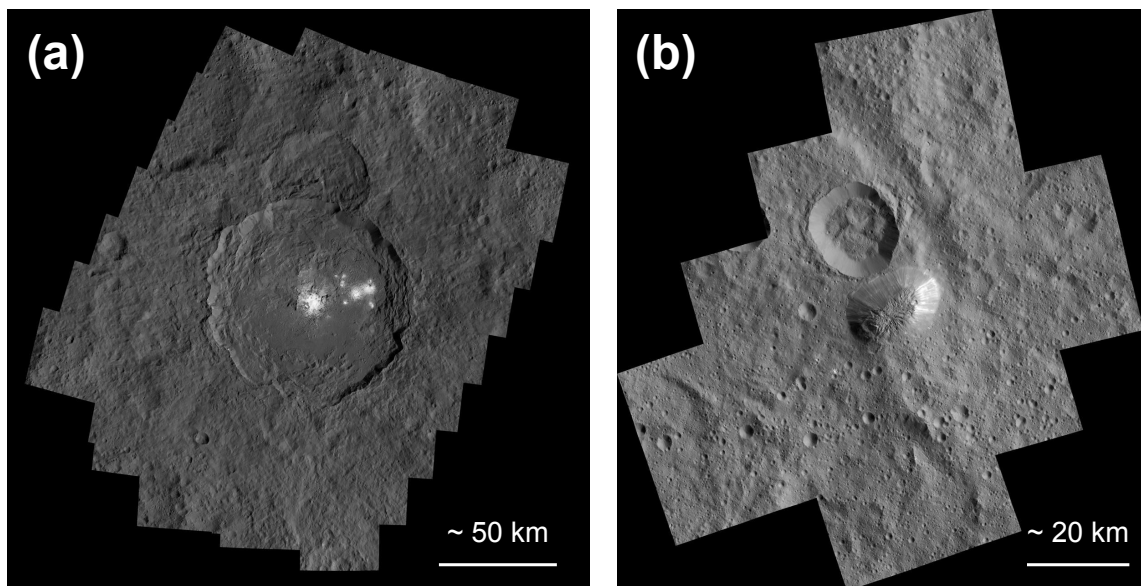


FIGURE 1.49 – Images de la surface de Cérès montrant le cratère *Occator* et ses dépôts brillants (a), ainsi que le mont *Ahuna* et ses structures caractéristiques (b).

Certaines structures particulières ont également été associées à des effusions de matériel glacé récentes ou actives. C'est le cas d'une formation présente au fond du cratère *Occator*, appelée *faculae*, qui consiste en un dépôt très brillant sur un substrat au contraire très sombre, ce qui le rend facilement identifiable. Ces dépôts ont été interprétés comme des effusions d'un matériau issu d'un réservoir de saumure en profondeur dans la croûte de Cérès, dont le toit a été fracturé par l'impact ayant formé le cratère *Occator* (Figure 1.49a, Scully et al. [2020]). De même, certains dômes présents à la surface de la planète, comme le mont *Ahuna* (Figure 1.49b), présentent des caractéristiques particulières et de nombreux indices qui laissent penser que leur origine serait cryo-volcanique. Cette montagne est la plus imposante de toute la surface de Cérès, haute de 5 km, large de 17 km, arrondie au sommet

et montrant des dépôts brillants sur ces flancs, qui descendent les pentes depuis les hauteurs [Stein et al., 2019]. Grâce à des outils de modélisation, Ruesch et al. [2016] ont conclu que cette formation était certainement une structure excavée par l'effusion d'un matériau glacé très visqueux en sub-surface, qui aurait créé un dôme de la même manière que peut le faire la lave visqueuse sur Terre. Les acquisitions spectroscopiques réalisées autour de ces structures a révélé la présence de carbonates hydratés, qui ne sont normalement pas stables aux conditions de surface de Cérès. Cette information suggère une mise en place récente de ces structures, voire actuelle.

La présence de structures cryo-volcaniques et de minéraux hydratés implique nécessairement la présence d'eau et donc de glace à la surface. L'enjeu de la mission était également de parvenir à contraindre les proportions de glace dans la croûte de Cérès, et notamment, dans le cas intéressant pour nous, dans le régolithe qui compose sa surface. Il faut garder en tête cependant que dans les conditions de surface de Cérès, la glace d'eau n'est pas stable et devrait disparaître par sublimation en environ 10 000 ans, selon son albedo [Hayne et Aharonson, 2015]. Cette sublimation pourrait d'ailleurs expliquer la vapeur d'eau détectée autour de la planète naine. Quelques zones à la surface de Cérès peuvent cependant agir comme des pièges froids, notamment les cratères situés aux hautes latitudes ($> 50^\circ$) dont les bords peuvent protéger leur fond du rayonnement solaire, et donc préserver la glace jusqu'à > 1 milliard d'années. Ces zones restent toutefois relativement rares et ne permettent pas, de par leur extension spatiale réduite (environ 0,4 % de la surface totale), de déduire une proportion de glace sur toute la surface de la planète [Combe et al., 2016].

Pour réaliser cette tâche, l'instrument *Gamma Ray and Neutron Detector* (GRaND) embarqué sur la mission *Dawn* a permis une mesure globale du régolithe jusqu'à plusieurs dizaines de centimètres de profondeur. Il a été déduit que le régolithe de Cérès était constitué de deux couches distinctes proche de sa surface : une couche de surface sans glace, sublimée à cause des températures plus élevées, et une couche plus en profondeur riche en glace car protégée des rayonnements solaires. Cette couche profonde s'approcherait de la surface lorsque la latitude augmente, pour certainement affleurer. Prettyman et al. [2017] ont estimé que cette couche riche en glace contient jusqu'à 10 pds.% de glace d'eau, et se trouve à quelques centimètres de profondeur seulement au niveau des pôles, et jusqu'à 1 m de profondeur à l'équateur. Cette estimation de la proportion de glace n'est cependant valide que pour les couches les plus superficielles de la croûte de Cérès, car l'instrument GRaND ne permet pas d'analyser les couches les plus profondes.

Pour combler ce manque d'informations, plusieurs études se sont penchées sur une autre approche, en utilisant les données topographiques de la surface de Cérès. En effet, cette planète naine, de par son absence d'atmosphère, est couverte de nombreux cratères aux morphologies diverses qui, dans le cas d'une surface composée majoritairement de glace, n'auraient pas été visibles car ces structures auraient été relaxées par le fluage de la glace. Toutefois, l'absence de cratères d'un diamètre supérieur à 300 km semble indiquer que les structures les plus imposantes sont effectivement effacées avec le temps, mais certainement par des processus internes de la même manière que les satellites de glace, comme le cryo-volcanisme [Marchi et al., 2016; Hiesinger et al., 2016]. De plus, Bland et al. [2016], par l'étude des cratères, ont déduit que la profondeur de la plupart d'entre eux était incompatible avec une grande concentration en glace du sous-sol, qui aurait fatalement gommé la topographie. Ils ont déduit une concentration maximale de l'ordre de 30 à 40 % de glace d'eau en volume,

1.2. LES LUNES DE GLACE

tout en gardant en tête qu'il existe certainement d'importantes variations spatiales. Ces informations impliquent un mélange complexe d'une surface à la fois rocheuse et glacée.

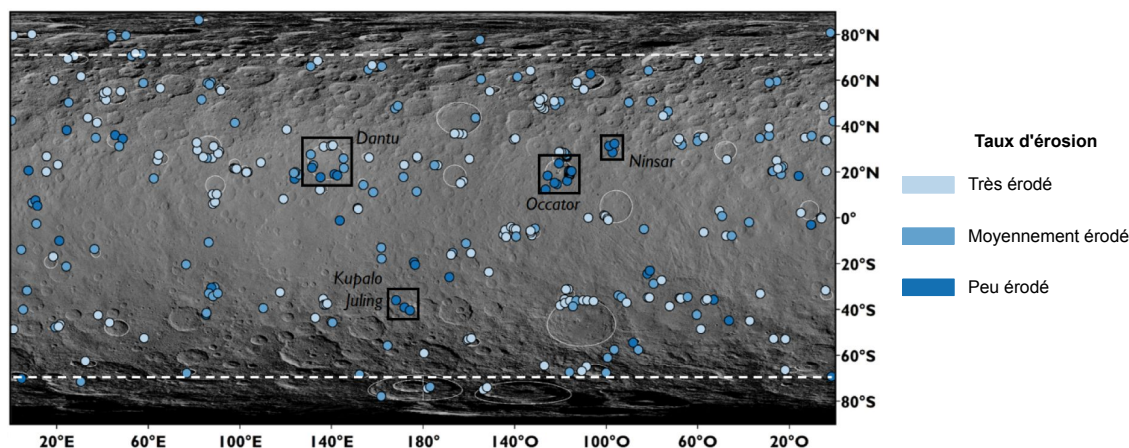


FIGURE 1.50 – Carte de la répartition des glissements de terrain à la surface de Cérès, réalisée par Noé LE BECQ au cours de son stage de M2. Les lignes en pointillés blancs indiquent la latitude de 70° Nord et Sud, au-delà de laquelle la cartographie était difficile à cause des ombres importantes.

Une autre morphologie particulière, détectée sur Cérès, permet de fournir des contraintes sur la composition du régolithe. Les glissements de terrain peuvent en effet, de par les formes qu'ils adoptent, les morphologies d'arrachement, de dépôt ou les pentes qu'ils arborent, donner des informations sur leur éventuel contenu en glace. Ces glissements de terrain ont une distribution particulière à la surface de la planète naine, ils sont en effet plus fréquents à plus haute latitude, près des pôles, là où la glace est préservée préférentiellement (Figure 1.50). De plus, leur morphologie diffère de glissements de terrain secs, ce qui laisse penser que la glace est impliquée dans leur formation, et donc présente proche de la surface [Schmidt et al., 2017]. La caractérisation des propriétés mécaniques du matériau à l'origine de ces glissements a permis de déduire un modèle à deux couches, une couche profonde riche en glace avec une proportion de 24 à 40 % de glace en volume, et une couche plus superficielle contenant de 3 à 19 % en volume de glace, plus épaisse à l'équateur qui s'amincit vers les pôles, jusqu'à disparaître au profit de la couche profonde [Chilton et al., 2019]. Des exemples de glissements de terrain à la surface de Cérès sont fournis en Figure 1.51, directement issue de Chilton et al. [2019]

Face à tous ces éléments, la cartographie et l'étude des glissements de terrain sur les bords de multiples cratères à la surface de Cérès semble essentielle afin de comprendre leur morphologie pour mieux contraindre la rhéologie du matériau impliqué et éventuellement son contenu en glace. Cette étude morphologique peut s'accompagner d'un volet expérimental pour étudier des écoulements de matériaux granulaires dont les propriétés s'approcheraient en partie d'un cas comme celui de la planète naine, à l'aide des dispositifs expérimentaux développés au cours de cette étude (voir Chapitre 5).

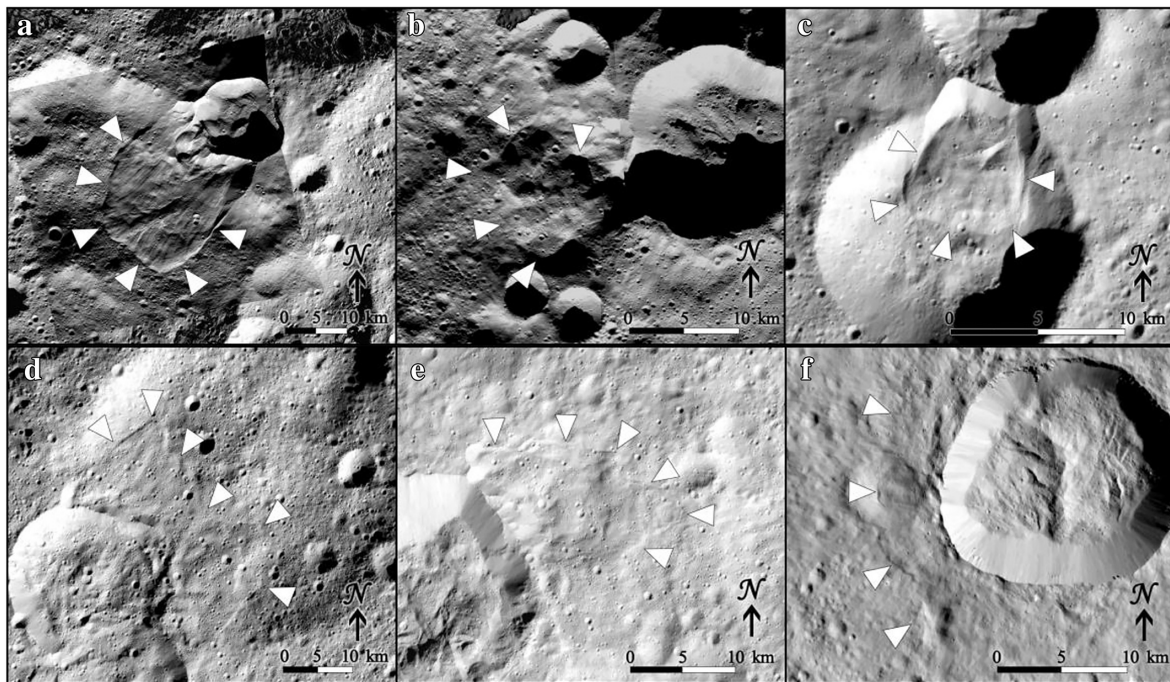


FIGURE 1.51 – Images d'exemples de glissements de terrain à la surface de Cérès, mis en évidence par les flèches blanches. Cette figure est directement issue de [Chilton et al. \[2019\]](#).

1.2.3.2 Mars

Mars est la quatrième planète du Système Solaire derrière la Terre, située en moyenne à 230 millions de kilomètres du Soleil. Mars possède une atmosphère ténue (~ 6 mbar) composée en immense majorité par du dioxyde de carbone CO_2 à 96 %, avec une très faible concentration de vapeur d'eau de 0,03 % [[Mahaffy et al., 2013](#)]. Avec cette faible pression et une température moyenne de -60 °C environ, l'eau sur Mars ne peut jamais se trouver à l'état liquide à la surface, et elle est contenue en grande majorité sous forme de glace, dont les plus grands réservoirs sont les calottes polaires martiennes, au Nord et au Sud.

Les calottes polaires martiennes sont stratifiées, c'est-à-dire qu'elles présentent des alternances de couches de glace de différentes compositions. Au sommet de ces dernières, selon la saison, une couche de givre de CO_2 se forme, recouvrant partiellement la glace d'eau sous-jacente. Cette glace d'eau, épaisse de plusieurs kilomètres, contient des couches plus ou moins contaminées par les silicates qui constituent la majorité de la surface de Mars et notamment en grande partie le régolithe martien. Cette poussière martienne est présente dans les dépôts de glace en des quantités non négligeables, mais qui restent difficiles à estimer à l'heure actuelle. Les études des calottes par radar grâce à l'instrument MARSIS de la sonde *Mars Express Orbiter* ont estimé que les couches étudiées pouvaient contenir jusqu'à 2 % d'impuretés en masse sous forme de poussière martienne [[Picardi et al., 2005](#)], mais d'autres études basent leurs modèles sur des contenus en poussière allant jusqu'à plusieurs dizaines de pourcents en volume [[Greve et Mahajan, 2005](#)]. Ce contenu en poussière est très important pour la morphologie de la glace qui la contient, car cela va déterminer la taille maximale que peuvent atteindre les grains de glace dans les couches de la calotte. Ainsi, un contenu en poussière d'environ 2 % en masse limiterait la taille des grains de glace à environ 1 mm au

1.2. LES LUNES DE GLACE

maximum. De plus, le contenu en impuretés étant hétérogène parmi les couches de la calotte, cela devrait également créer des hétérogénéités dans les tailles de grains de glace possibles, avec de plus petits grains pour des contenus en poussière plus importants [Barr et Milkovich, 2008].

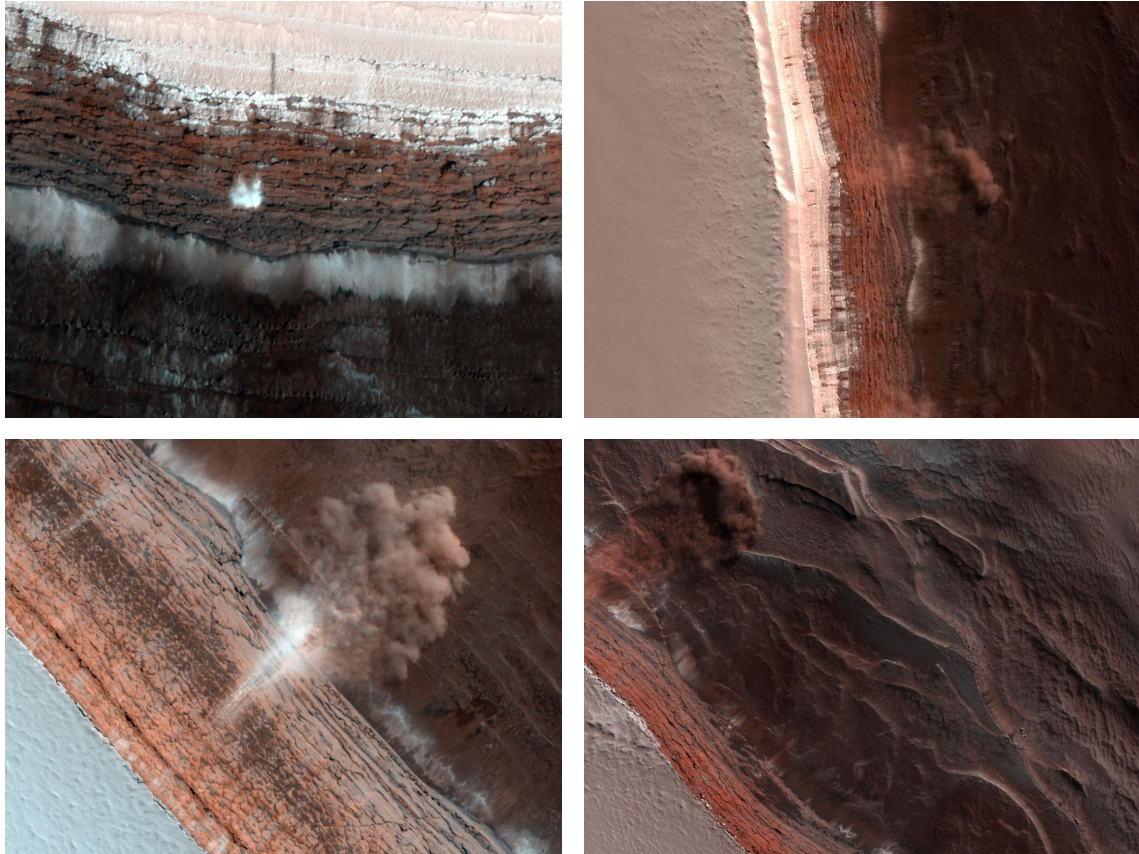


FIGURE 1.52 – Images d’avalanches photographiées par la caméra HiRISE de la sonde MRO, au niveau d’une falaise située à la périphérie de la calotte polaire Nord de Mars. Le matériau clair au sommet de la falaise est certainement constitué de givre de CO_2 , là où la glace d’eau est présente dans les couches stratifiées à flanc de falaise. Crédits images : NASA/JPL-Caltech/University of Arizona.

Sur Mars, des écoulements granulaires sont possibles, et ont été observés directement pendant leur formation, par des effondrements de pans entiers de falaises, imagés par l’instrument *High Resolution Imaging Science Experiment*, HiRISE, présent sur la mission *Mars Reconnaissance Orbiter* (MRO) toujours en orbite autour de la planète. Ces avalanches de débris ont lieu au niveau de grands escarpements présents à la périphérie de la calotte polaire Nord de Mars, qui mettent à l’affleurement ces différentes strates de glace et de poussière précédemment décrites. Des déstabilisations de la glace au sommet permettent d’entraîner dans leur chute des poussières et des grains de glace, qui viennent ensuite se déposer au pied de cette falaise exceptionnelle. Des exemples d’avalanches imagées par la caméra HiRISE sont disponibles en Figure 1.52. Il faut cependant noter ici que le mécanisme déclencheur de ces avalanches n’est sûrement pas la glace d’eau, mais plutôt le givre de CO_2 qui se dépose par-dessus la calotte stratifiée [Russell et al., 2008] qui, elle, est majoritairement composée

d'eau et de poussière. Ainsi, l'écoulement de ce matériau lors de l'avalanche est certainement dominé par la glace de CO₂, mais il doit contenir une fraction non négligeable de glace d'eau et de poussière arrachées à la paroi lors de l'effondrement.

Ces avalanches au pôle Nord de Mars ne sont pas les seuls écoulements granulaires qui ont pu être observés à la surface de la planète. À bien plus large échelle, de nombreux glissements de terrain ont pu être photographiés, sur les bords des canyons comme *Valles Marineris*, et globalement autour des latitudes suffisamment basses, là où le relief est le plus accentué [Crosta et al., 2018]. Des tentatives de meilleure compréhension de certains de ces dépôts de glissements de terrain par reconstruction des volumes érodés et déposés ont été réalisées [Guimpier et al., 2021], mais les modélisations de la dynamique d'écoulement restent difficiles de par les nombreux paramètres qui entrent en jeu. La présence de glace dans le sol martien a été évoquée, mais ce sont plutôt des processus de fonte et de sublimation qui ont été mis en avant. Il est cependant nécessaire de contraindre l'effet d'un tel mélange de glace et de régolithe rocheux sur la dynamique d'un possible écoulement granulaire.

À plus petite échelle, des écoulements sous forme de ravines ont également été observés, mais leur origine reste controversée, de l'écoulement granulaire sec [Treiman, 2003] à la déstabilisation par dégazage de CO₂ [Cedillo-Flores et al., 2011], en passant par des écoulements facilités par le givre et la glace d'eau [Hugenholtz, 2008]. Cette dernière hypothèse est la plus intéressante dans notre cas, car elle implique directement la glace dans les écoulements granulaires. Enfin, d'autres formations granulaires très particulières peuvent également être citées sur Mars, les molards, qui sont des structures présentes sur Terre, caractéristiques d'une déstabilisation du sol gelé. Ces structures sont formées par déstabilisation d'un bloc granulaire isolé, dont les grains et particules étaient auparavant cimentées par de la glace, qui fond ou se sublime, libérant ainsi ces grains qui se réorganisent par gravité sous la forme d'un tas conique. Même si leur présence sur Mars n'est pas complètement avérée, de nombreux indices suggèrent que certaines formations autour de cratères d'impact peuvent correspondre à cette définition [Morino et al., 2023]. Si ces structures ne se forment pas directement par écoulement d'un matériau composé à la fois de glace et de roche, la glace d'eau est fortement impliquée dans leur mise en place, ce qui est un argument supplémentaire pour l'étude de tels mélanges dans la mise en place d'écoulements granulaires.

1.2.3.3 Quid des comètes ?

Les comètes sont des objets fascinants de par les spectacles visuels périodiques qu'elles offrent en s'approchant du Soleil. Elles sont cependant, à l'échelle humaine, relativement rares, et peu d'entre elles ont été étudiées *in situ* par des missions spatiales. Les informations récoltées sont néanmoins précieuses, notamment concernant leur composition, leur texture ou structure interne qui, comme nous le verrons dans cette courte explication, peuvent être d'un intérêt majeur si l'on s'attarde sur la problématique de la poudre de glace en contexte planétaire.

Il existe une théorie qui explicite le fait que l'eau sur Terre n'est pas entièrement d'origine endogène, mais qu'elle viendrait en très grande partie d'un intense bombardement par des comètes, au début de l'histoire du Système Solaire [Nath, 2019]. Cette hypothèse est corroborée par les analyses des sondes spatiales et les observations faites de la manifestation

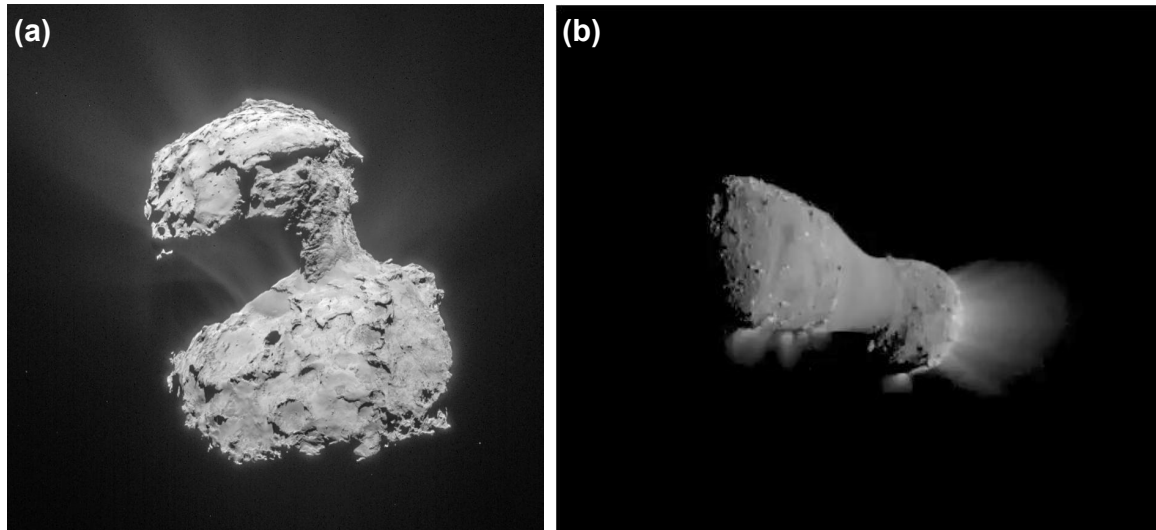


FIGURE 1.53 – (a) Comète 67P/Churyumov-Gerasimenko imagée par la sonde *Rosetta* (crédit image : ESA). (b) Comète Hartley 2 photographiée par le module *EPOXI* lors de son approche pour la mission *Deep Impact* (crédit image : NASA/JPL-Caltech/UMD).

des comètes dans le Système Solaire. En effet, ces objets sont reconnaissables par l'activité qu'ils exhibent lorsqu'ils se rapprochent de notre étoile. Les volatiles présents en leur sein, réchauffés par le Soleil, se subliment pour former du gaz, éjecté du noyau cométaire en emportant avec lui des particules arrachées à la surface qui donnent naissance à ces queues de gaz et de poussières caractéristiques de ces objets (Figure 1.53). Ce phénomène implique nécessairement que les comètes sont riches en volatiles, et notamment en glace d'eau. Cette propriété a pu être vérifiée par l'analyse des noyaux cométaires grâce à la spectroscopie infrarouge [Davies et al., 1997; Lellouch et al., 1998; Yang et al., 2009, 2014], mais aussi par l'analyse des queues des comètes, ou encore par l'analyse des grains éjectés du noyau à la suite d'un impact intentionnel lors de la mission *Deep Impact* [Schulz et al., 2006; Sunshine et al., 2007]. Ces mesures ont montré une proportion importante de glace, certainement sous forme de petits grains micrométriques [Yang et al., 2009, 2014]. Ces grains de glace sont associés à des particules de poussière, de la roche (silicates) mais aussi des molécules organiques très sombres, qui donnent généralement au noyau des comètes un albédo extrêmement faible de l'ordre de quelques pourcents, ce qui les classe parmi les objets les plus sombres du Système Solaire (l'asphalte ayant un albédo de 7 %).

Les comètes sont extrêmement poreuses, affichant des densités inférieures à celle de l'eau pour la plupart d'entre elles [Rickman, 1986; Asphaug et Benz, 1994]. Cela signifie qu'elles sont à la fois bel et bien constituées majoritairement de volatiles légers, mais qu'elles sont également très peu compactes, ce qui peut expliquer la formation des queues, mais aussi leur désintégration facile lorsqu'elles traversent des zones de fortes contraintes gravitationnelles, comme autour de Jupiter ou trop proches du Soleil. De plus, leur composition majoritaire en grains de glace très fins et en particules rocheuses et organiques potentiellement cohésives [Hörz et al., 2006; Cochran et al., 2015] peut également expliquer cette texture très poreuse, de par les grains cohésifs qui, sous l'action d'une gravité extrêmement faible, peuvent s'agréger en des assemblages très lâches grâce aux forces d'adhésion très

importantes au niveau des contacts entre les grains. Cette propriété semble être corroborée par le comportement de l'atterrisseur *Philae* de la mission *Rosetta*, qui est allé à la rencontre de la comète 67P/Churyumov-Gerasimenko (Figure 1.53a) en Novembre 2014. Suite à un problème technique, les points d'ancrages de l'atterrisseur ne se sont pas correctement déployés, et ce dernier a rebondi à plusieurs reprises à la surface de la comète. Ces rebonds ont révélé un comportement inattendu de la surface, avec une excavation de matériau qui s'est révélé être très riche en glace d'eau, et qui possède une résistance très faible estimée à 12 Pa [O'Rourke et al., 2020]. Ces différentes analyses ont pu donner une estimation de la porosité de la comète à environ $75 \pm 7\%$. Ces résultats montrent que l'étude et l'analyse des poudres cohésives, notamment de la glace, a une importance capitale dans la compréhension de la surface de très nombreux objets du Système Solaire.

1.3 Conclusion

Ce long chapitre d'introduction montre la diversité des mondes glacés qu'il est possible de rencontrer dans le Système Solaire, depuis certaines planètes telluriques jusqu'aux comètes, même si la majorité des découvertes et des phénomènes surprenants se trouvent à la surface des lunes de glace de Jupiter et Saturne, dont les principales caractéristiques de surface ont été résumées dans le Tableau 1.1. Ces mondes particuliers exhibent une telle originalité qu'ils suscitent un engouement constant, avec l'envoi de nouvelles missions actuellement. Les données qui ont été récoltées jusqu'à présent illustrent l'importance de la compréhension de cette surface et notamment du régolithe qui peut jouer un rôle très important dans les processus de dépôts et mouvements en surface, et qui constituent possiblement un lien direct avec l'océan qui se cache sous la plupart des surfaces de ces lunes de glace. L'eau liquide, estimée comme un ingrédient essentiel au développement de la vie sur Terre et potentiellement sur d'autres corps, est un constituant qu'il est possible de trouver sur ces lunes, ce qui en fait des candidates de premier plan pour la recherche de vie extraterrestre.

Estimer les propriétés intrinsèques de ce régolithe, qu'elles soient mécaniques, chimiques ou physiques, semble donc indispensable pour comprendre la manière dont ce dernier interagit avec les instruments de mesure des sondes spatiales. À partir de ces propriétés, et dans le cadre d'une recherche d'une potentielle vie extraterrestre, il sera possible d'identifier les éventuelles régions de dépôt les plus fraîches, et qui sont les plus à même, dans l'idée où elles se formeraient suite à l'éjection de matériel issu des divers océans, d'abriter des signatures biologiques, si elles existent. Comprendre les régolithes glacés en laboratoire permettra de mieux interpréter les données reçues depuis les sondes spatiales, et de potentiellement aider à identifier ces signatures biologiques ou même, dans le cadre (relativement lointain) d'un atterrissage sur ces objets, d'aider à la réalisation des échantillonnages et l'analyse de ces derniers.

1.3. CONCLUSION

TABLE 1.1 – Tableau récapitulatif des caractéristiques de surface des principales lunes de glace.

Lunes	g (m.s ⁻²)	T (K)			Surface	
		min.	moy.	max.	Composition	Taille des grains (µm)
Europe	1,33	50	100	132	H ₂ O Sels (Cl) SO ₂ Clathrates (O ₂ , CO ₂) NH ₃	20 – 100
Encelade	0,11	50	80	197	H ₂ O Sels (Na, K) Clathrates (CO ₂) Matière organique	0,1 – 20
Ganymède	1,43	70	100	150	H ₂ O Espèce sombre	20 – 300
Callisto	1,24	80	110	160	H ₂ O Silicates CO ₂ SO ₂ Tholins	–
Titan	1,35	94 ± 4 (stable)			Tholins H ₂ O	100 – 800

Chapitre 2

Méthodes expérimentales

Ce chapitre est dédié à la description des méthodes expérimentales utilisées, qui regroupent les synthèses de matériaux poudreux glacés analogues aux régolithes des lunes de glace, mais aussi les différentes méthodes de caractérisation mises en place au cours de cette thèse. Au cours de ce chapitre, les différents protocoles de synthèse seront décrits en détail, tout comme les développements expérimentaux réalisés, tant sur le point de vue technique qu'au niveau des protocoles d'acquisition et de traitement des données, avec quelques résultats préliminaires pour les dispositifs expérimentaux en cours de développement.

2.1 Synthèse d'analogues de régolithes glacés

Dans cette section, nous aborderons toutes les méthodes de synthèse de poudres de glace, et les protocoles de fabrication associés, qui ont été utilisées au cours de cette étude. Nous décrirons les principes de fonctionnement, les caractéristiques techniques des instruments utilisés, et une sous-section sera consacrée à la description des poudres de référence non glacées.

2.1.1 Solutions utilisées

Afin de simplifier au maximum le cas d'étude, et pour éviter les interactions parasites qui auraient été difficiles à quantifier, nous avons dans un premier temps voulu nous concentrer sur une solution d'eau pure, sans impureté ni contaminant. Sachant que nous cherchons à reproduire les régolithes des lunes de glace du Système Solaire, composés en majorité de grains de glace d'eau, nous avons donc décidé d'utiliser de l'eau ultra-pure afin de synthétiser nos poudres de glace. Cette eau est désignée sous l'appellation d'eau de Type 1, soit la plus pure qui soit pour des travaux en laboratoire, débarrassée de ses ions et de toute trace de matière organique (aussi appelée eau Milli-Q®). Nous pouvons ainsi synthétiser des grains de glace en nous affranchissant de toute impureté, afin de ne quantifier dans nos expériences que les propriétés de la glace d'eau, sans prendre en compte les effets parasites d'un éventuel contaminant non contrôlé.

2.1. SYNTHÈSE D'ANALOGUES DE RÉGOLITHES GLACÉS

Cette eau ultra-pure constitue la solution de base utilisée dans la plupart des expériences présentées dans cette thèse. Il existe cependant quelques cas particuliers, qui sont les mélanges. Il y a plusieurs possibilités pour ces cas-là, soit réaliser des mélanges de poudres sous forme solide, soit réaliser des mélanges ou des solutions sous forme liquide, et générer des poudres à partir de cette solution. L'une des premières pistes exploitées est la synthèse de poudres de glace salées, à partir de solutions liquides, afin de reproduire certaines compositions détectées sur Europe ou dans les grains d'Encelade, qui suggèrent que certaines particules sont enrichies en sels. Pour cela, nous avons réalisé plusieurs solutions à partir d'eau ultra-pure en tant que solvant, dans laquelle nous avons dissous un sel d'intérêt, NaCl, avec une pureté supérieure à 98 %. Ainsi, une fois encore nous nous assurons d'utiliser des solutions avec des pôles aussi purs que possibles pour la synthèse de nos grains de glace. Pour réaliser des solutions salées à des concentrations contrôlées nous devons suivre plusieurs étapes. La première consiste à dissoudre du sel dans de l'eau ultra pure, jusqu'à atteindre la saturation. Pour cela, nous chauffons notre liquide pour l'amener à une température supérieure à la température ambiante, et nous introduisons du sel en agitant la solution, jusqu'à la saturation de cette dernière, c'est-à-dire jusqu'à ce que le sel ne se dissolve plus. Or, nous savons que la capacité de dissolution de l'eau augmente avec la température, ainsi en ramenant notre solution à température ambiante nous nous assurons que le liquide final sera toujours saturé en sel. Nous filtrons ensuite le liquide pour éliminer le sel conservé sous forme solide, et nous obtenons uniquement une solution liquide saturée. À partir de cette solution, nous pouvons réaliser des dilutions classiques afin d'obtenir les concentrations souhaitées en sel, pour pouvoir les utiliser par la suite dans nos synthèses d'échantillons.

Ces solutions n'ont pour le moment été utilisées que dans un seul cas, à savoir celui d'une étude spectroscopique dans le domaine de l'infrarouge en collaboration avec Shuya TAN, qui sera détaillée dans le Chapitre 5. Les protocoles de synthèse de mélanges solides, eux, seront détaillés dans la Section 2.1.3.

2.1.2 Méthodes de synthèse

Cette sous-section s'intéresse à décrire avec précision les différentes méthodes de synthèse que nous avons utilisées au cours de cette étude. Seront décrites ici les caractéristiques techniques, principes de fonctionnement et protocoles de synthèse adoptés dans chaque cas.

2.1.2.1 Pulvérisation par buses industrielles

Comme cela a été mentionné précédemment, une des hypothèses concernant la formation des grains dans les geysers observés sur Encelade considère l'éclatement de bulles de vapeur à la surface du liquide qui remplit les fractures de la surface de glace [Postberg et al., 2018b]. Ce phénomène projette de la vapeur et des gouttelettes d'eau dans les conduits, dont la température extrêmement basse permet à ces dernières de geler en grains supposés majoritairement sphériques.

En nous inspirant de ce phénomène, et en reprenant les principes de synthèse décrits précédemment dans la littérature, nous avons développé une méthode de production de poudres

de glace qui imite grossièrement les geysers d'Encelade, et qui consiste à injecter des gouttelettes d'eau micrométriques dans un bain froid, en l'occurrence de l'azote liquide, dont la température d'ébullition est de $-195,79\text{ }^{\circ}\text{C}$ ou $77,36\text{ K}$ [Gundlach et al., 2011; Yoldi et al., 2015; Jost et al., 2016; Poch et al., 2016, 2018; Choukroun et al., 2020; Stephan et al., 2021].

La Figure 2.1 décrit de manière schématique les différentes étapes nécessaires à la synthèse de poudres de glace par la méthode dite de « pulvérisation ». La procédure se découpe ainsi en quatre étapes principales, notées de (a) à (d) sur la Figure 2.1 et décrites en détail dans la suite.

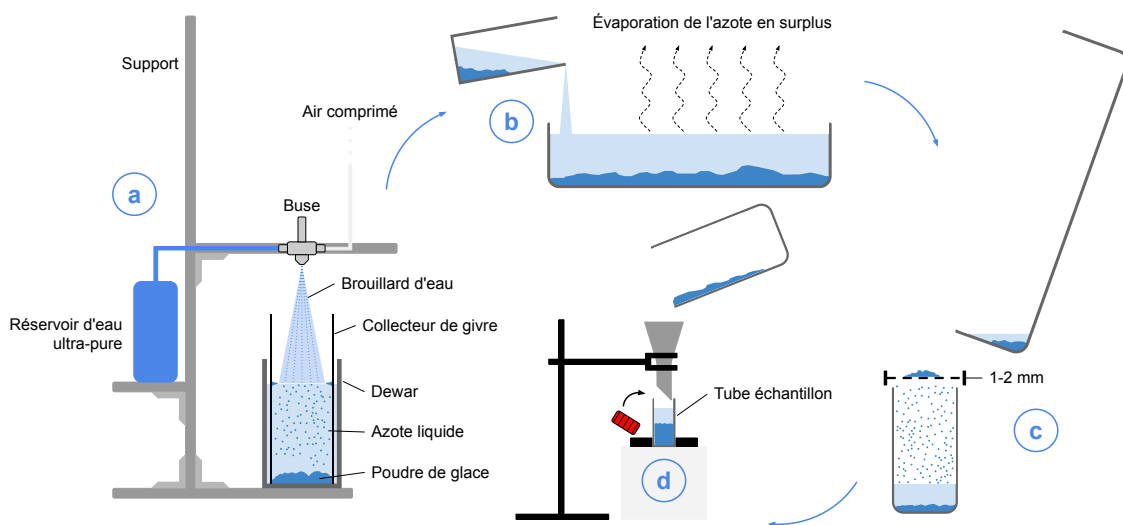


FIGURE 2.1 – Schématisation de la séquence de synthèse de poudre de glace par pulvérisation d'un brouillard d'eau dans un bain d'azote liquide.

- a) Pulvérisation** : cette étape est certainement la plus importante du protocole car elle constitue le cœur de la procédure. La première phase est une phase de préparation, nous plaçons la solution (eau ultra-pure ou solution salée) dans un réservoir, et nous relierons ce dernier à une buse de pulvérisation industrielle. Cet outil, qui sert généralement à pulvériser des vernis sur des pièces mécaniques, est ici utilisé pour cisailer un flux d'eau à l'aide d'un flux d'air sec comprimé, grâce à sa géométrie particulière. Le flux de liquide ainsi cisailé passe sous forme de fines gouttelettes qui sont ensuite emportées hors de la buse par le biais de l'air sous pression, sous la forme d'un cône de pulvérisation très dirigé, un brouillard d'eau. Avant de mettre en route ce dispositif, cependant, il est nécessaire de préparer un bain d'azote liquide destiné à geler et figer les gouttelettes d'eau. Pour cela, nous remplissons un dewar, contenant spécialisé pour le conditionnement des liquides cryogéniques, avec de l'azote liquide pur. Nous plaçons également, dans le dewar et dans l'azote liquide, un tube de PVC d'un diamètre légèrement inférieur à celui du contenant, et d'une hauteur légèrement supérieure. Une fois ces préparations achevées, nous pouvons mettre en marche le dispositif. Le brouillard est injecté directement dans l'azote liquide, où les particules liquides gèlent rapidement, et coulent au fond du dewar, la glace étant plus dense que l'azote. Le tube de PVC, lui, collecte les particules repoussées par la pression du flux d'air, qui viennent

2.1. SYNTHÈSE D'ANALOGUES DE RÉGOLITHES GLACÉS

se coller aux parois et former une épaisse couche de givre, qu'il est possible d'éliminer en retirant simplement le tube du dewar pour se débarrasser de ce givre, évitant ainsi une éventuelle contamination de notre échantillon par des grains qui n'auraient pas immédiatement gelé dans l'azote liquide.

- b) Évaporation** : une fois l'étape de pulvérisation achevée à savoir une fois que le réservoir d'eau est vide, nous pouvons démarrer le processus de « raffinage » de notre échantillon. En effet, il est plus que probable que malgré les précautions prises pour éviter la contamination, notre échantillon contienne des impuretés, notamment des morceaux de givre ou des gouttes pluri-millimétriques qui seraient malencontreusement tombées dans l'azote liquide, et nous devons les éliminer. Pour cela, et sachant qu'il reste dans le dewar une grande quantité d'azote, nous commençons par réduire cette quantité de liquide par une étape d'évaporation. Considérant que le dewar est conçu pour conserver les liquides cryogéniques, afin d'accélérer l'évaporation nous transvasons l'azote liquide, qui contient toujours notre échantillon, dans un récipient en acier à l'ouverture large, afin de maximiser les échanges de chaleur avec l'extérieur. Toujours à des fins d'accélération du processus, nous soufflons également de l'air comprimé sec sur cette surface d'azote, afin de créer un échange de chaleur turbulent avec l'extérieur, bien plus efficace pour l'évaporation.
- c) Tamisage** : lorsque la majorité de l'azote liquide résiduel s'est évaporée, nous pouvons passer à l'étape suivante qui consiste en une élimination des impuretés de grande taille de notre échantillon. Pour cela, nous utilisons un contenant plus petit, dont le diamètre autorise la pose d'un tamis au niveau de son ouverture. Nous utilisons un tamis présentant des mailles de 1 ou 2 mm, suffisantes pour éliminer les gouttes plus larges et les résidus de givre, généralement très massifs. Nous versons ensuite l'azote liquide résiduel contenant notre échantillon à travers ce tamis, et nous nous débarrassons des particules indésirables.
- d) Stockage** : la dernière étape consiste à verser notre échantillon dans les tubes de stockage que nous utilisons classiquement, soit environ 3,5 cm de diamètre pour 6,5 cm de hauteur, ce qui constitue un volume relativement réduit. Pour cela, nous devons attendre l'évaporation quasi-complète de l'azote liquide résiduel. Une fois cela fait, nous pouvons finalement transvaser une dernière fois notre échantillon complet, avec une légère quantité d'azote, dans le tube-échantillon, que nous stockons dans un dewar de plus gros volume rempli d'azote liquide, étudié pour la conservation sur de longues durées des liquides cryogéniques. Il est nécessaire de stocker nos échantillons de la sorte car, comme cela sera décrit dans la Section 2.2.2 et la Section 3.1.1, les particules produites par cette méthode sont très petites, de l'ordre de quelques dizaines voire centaines de micromètres, ce qui signifie qu'elles sont très sensibles aux effets de frittage (formation de ponts solides entre deux grains en contact) à des températures trop élevées. Ce phénomène de frittage a été étudié par [Choukroun et al. \[2020\]](#) sur le cas particulier de la poudre de glace, et il est bien établi qu'il est plus rapide à des températures élevées. À des températures de l'ordre de -25 °C, [Choukroun et al. \[2020\]](#) ont montré qu'un frittage important se produit au bout de quelques jours uniquement. Nous avons également pu constater que les grains les plus petits se déstabilisaient aussi très vite à ces températures. Ainsi, conserver nos échantillons à des températures basses, et en les baignant dans l'azote liquide, permet de conserver leurs propriétés au moment de leur formation.

Le montage principal utilisé pour cette méthode de synthèse et décrit précédemment par l'étape (a) est illustré par des photos de notre montage expérimental réel sur la Figure 2.2. Cette figure montre tous les éléments nécessaires à la synthèse des grains de glace par pulvérisation, précédemment décrits sur les schémas.

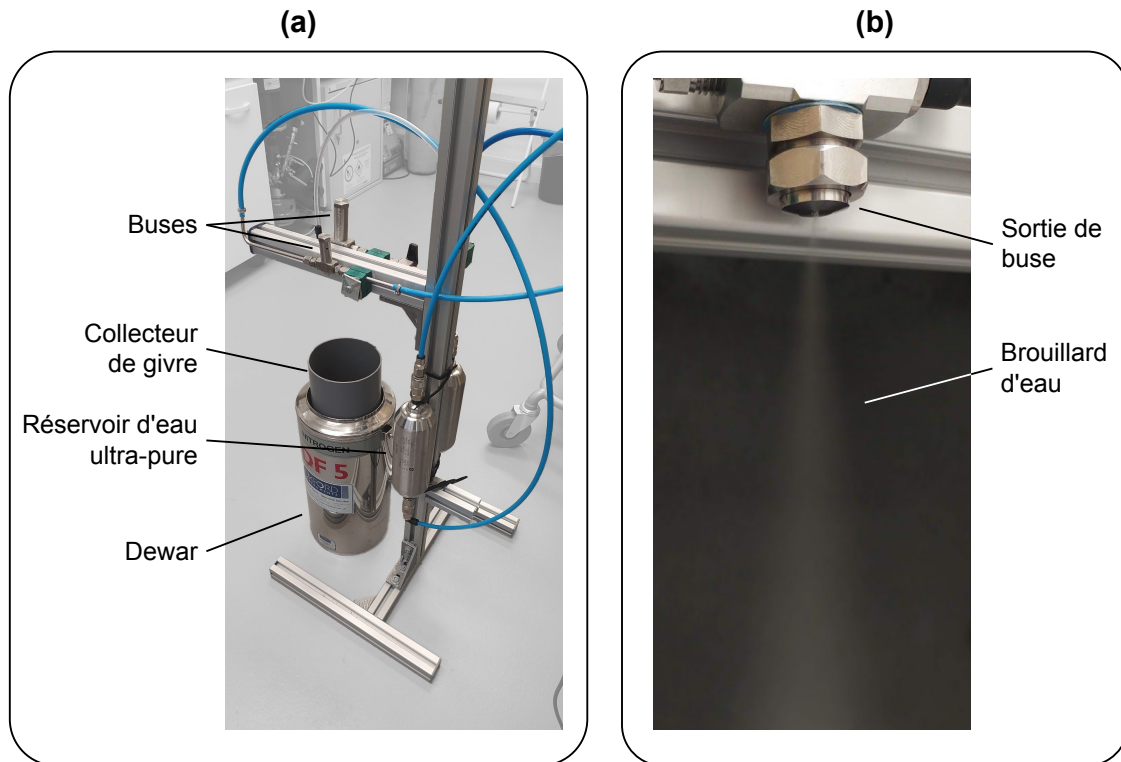


FIGURE 2.2 – Photos d'illustration de notre montage expérimental avec (a) le montage complet des buses de pulvérisation avec les éléments nécessaires à la synthèse de la poudre de glace légendés et (b) un détail d'une buse en cours de pulvérisation, avec le brouillard de fines gouttelettes d'eau généré en sortie de dispositif.

Les buses de pulvérisation utilisées, qui constituent le cœur du système, sont des instruments de la société EXAIR. Nous avons testé deux modèles différents, pour des raisons pratiques, qui sont décrits ci-dessous :

- **SR2010SS** : il s'agit d'un outil fonctionnant par siphonage, c'est-à-dire que la buse reçoit l'air sous pression seul dans un premier temps. La pression de l'air qui s'échappe ensuite de la buse crée une dépression, un vide partiel qui est suffisant pour permettre de pomper l'eau jusqu'à la buse. Le liquide ainsi aspiré est ensuite cisailé normalement, pour former les fines gouttelettes. Seule la pression de l'air comprimé contrôle le débit et, en théorie, la taille des particules formées.
- **AN9010SS** : cette buse fonctionne légèrement différemment de la précédente, puisqu'elle nécessite de recevoir à la fois le gaz de cisaillement mais aussi le liquide sous pression. Cela signifie que nous devons utiliser pour ce cas de figure un réservoir pressurisé afin de pouvoir injecter le liquide à travers la buse. Ainsi, théoriquement les

tailles de particules formées ainsi que le débit dépendent de deux paramètres pour ce modèle, la pression de l'air comprimé, et la pression du liquide.

La raison pour laquelle nous avons utilisé deux dispositifs de pulvérisation différents au cours de cette étude réside dans notre capacité à produire des grains de différentes tailles. En effet, nous possédions initialement uniquement la buse fonctionnant par siphonage, et le fabricant indiquait clairement que ce système pouvait, selon la pression d'air appliquée, produire des gouttelettes plus ou moins fines, ce qui aurait permis d'explorer une gamme relativement large de tailles de grains. Or, il s'est rapidement avéré que les tailles de particules produites, peu importe la pression d'injection, se trouvaient être trop similaire d'une pulvérisation à l'autre pour en tirer des informations utiles dans la suite de l'étude. Ainsi, nous avons fait l'acquisition d'une seconde buse au fonctionnement différent, qui nous a, elle, permis de synthétiser deux populations de tailles différentes, décrites dans la Section 2.2.2.

Il est également important de noter que le protocole décrit ci-dessus, s'il fonctionne parfaitement pour la synthèse de poudre de glace à partir d'eau ultra-pure, est aussi pertinent pour synthétiser des poudres à partir de solutions non pures, comme les solutions salées évoquées dans la Section 2.1.1.

2.1.2.2 Goutte-à-goutte par gravité

Pour certaines applications, notamment pour une comparaison plus complète avec les simulations numériques que nous avons effectuées, nous avons besoin pour nos expériences de matériaux granulaires glacés avec des grains de dimension supérieure, à savoir des particules millimétriques ou pluri-millimétriques. Nous voulions également être capables de changer uniquement le paramètre de taille, sans changer la forme, pour pouvoir comparer nos résultats facilement avec les poudres de glace produites par pulvérisation, qui fournissent des grains sphériques, en opposition au broyage qui donne des grains anguleux (voir Section 2.2.2).

Pour réaliser ces échantillons, nous ne pouvions pas utiliser les buses dont nous nous servons pour la méthode de pulvérisation, car comme indiqué précédemment, malgré des réglages en pression possibles pour la seconde buse qui permettent d'obtenir au moins deux tailles de grain différentes, il est impossible par ces dispositifs d'accéder à des tailles supérieures à quelques dizaines voire la centaine de micromètres. Nous avons donc dû nous rabattre sur le développement d'une autre méthode, qui consiste à produire des gouttes d'eau millimétriques à l'aide d'une aiguille, que nous laissons tomber par gravité dans un bain d'azote liquide, où elles gèlent pour former des billes de glace macroscopiques. Ce montage est schématisé grâce à la Figure 2.3.

Nous utilisons pour ce protocole des aiguilles de type 32G, soit des aiguilles de 0,23 mm de diamètre, l'un des plus petits disponibles facilement sur le marché. Les gouttes formées en sortie d'aiguille sont bien plus grosses que ce diamètre car la tension de surface de l'eau nécessite d'accumuler une certaine quantité de matière au bout de l'aiguille avant que la goutte ne soit suffisamment lourde pour se détacher et tomber dans l'azote liquide. Ce processus peut s'effectuer par gravité, si le réservoir d'eau est situé à une hauteur plus élevée que l'aiguille elle-même la pression du liquide suffit à le faire s'écouler à travers ce diamètre réduit. Cependant, pour produire une quantité d'échantillon suffisante en un temps de synthèse

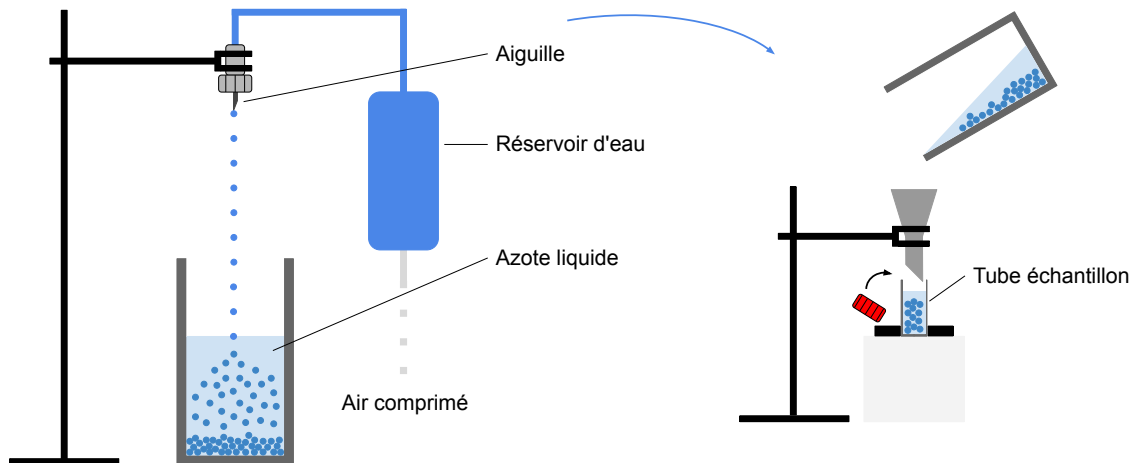


FIGURE 2.3 – Schématisation du protocole de synthèse de matériau granulaire glacé à l'aide d'une aiguille, destiné à former des billes de glace pluri-millimétriques.

raisonnable, nous pouvons aider l'écoulement du liquide en utilisant un réservoir d'eau très légèrement pressurisé (il s'agit de pressions de l'ordre d'une fraction de bar ici, sans quoi si la pression est trop forte le système de goutte-à-goutte est brisé, et un filet de liquide continu s'échappe de l'aiguille), ce qui accélère la fréquence de production des gouttes d'eau.

Il faut noter ici que, de par leur diamètre conséquent, ces gouttes d'eau ne gèlent pas instantanément lorsqu'elles touchent la surface de l'azote liquide, car le volume à refroidir est plus important que pour les particules formées par pulvérisation. Ainsi, sachant qu'elles mettent plus de temps à geler et complètement refroidir, il existe une courte fenêtre temporelle durant laquelle la goutte persiste à la surface de l'azote. De par sa température bien plus élevée que le liquide cryogénique, il se crée un effet similaire à l'effet Leidenfrost, où l'azote liquide sous la goutte s'évapore rapidement, créant une couche d'azote gazeux qui permet à la goutte d'eau de « flotter » à la surface du liquide froid, avant d'atteindre une température suffisamment basse pour arrêter ce phénomène et effectivement couler au fond du récipient. Cependant, durant toute la durée du phénomène, les gouttes en cours de solidification peuvent se rencontrer et s'accrocher ensemble pour former des agrégats de plusieurs particules de glace, qui se retrouvent ensuite dans nos échantillons. La plupart d'entre eux ont été facilement retirés manuellement de l'échantillon final, par tamisage, mais certains n'ont malheureusement pas pu être éliminés.

Enfin, les matériaux synthétisés sont stockés dans un tube-échantillon, et placés dans un dewar de stockage rempli d'azote liquide, de la même manière que les échantillons pulvérisés.

2.1.2.3 Protocole SPIPA-B

Considérant les échantillons produits par les autres méthodes de synthèse, notamment la pulvérisation et le goutte-à-goutte, nous avons rapidement fait face à une constatation problématique, à savoir que nous ne possédions pas d'échantillon dans une gamme de taille de

2.1. SYNTHÈSE D'ANALOGUES DE RÉGOLITHES GLACÉS

grain intermédiaire, entre la centaine de micromètres et quelques millimètres. Dans l'optique de combler ce manquement, nous avons utilisé une autre méthode développée par [Pommerol et al. \[2019\]](#), appelée *Setups for Production of Icy Planetary Analogues* ou SPIPA. Dans le cadre du stage de M2 de Noé LE BECQ que j'ai co-encadré en 2023, portant sur l'étude des écoulements granulaires à la surface de Cérès et de la caractérisation de mélanges granulaires comprenant de la poudre de glace associée à d'autres poudres (*Rheology of mixed ice-sand powders in cold conditions - applications to dwarf planet Ceres*, plus de détails sur cette étude seront donnés en Section 2.1.3 et 5.2), nous avons collaboré avec l'équipe d'Antoine POMMEROL à l'Université de Berne pour la synthèse d'échantillons pertinents pour cette étude. Ainsi, il nous a été gracieusement prêté le système de synthèse de grains de glace SPIPA-B, décrit ci-dessous.

Ce protocole de synthèse est basé sur l'utilisation d'un outil de génération d'ultrasons, appelé sonotrode. Cet instrument vibre dans le domaine des ultrasons, et permet de restituer cette énergie vibratoire à tout matériau en contact avec lui, notamment, dans notre cas, des liquides. Le système que nous utilisons se base sur ce principe, et permet la circulation d'eau à travers la tête de vibration. À la sortie de l'instrument, les vibrations sont suffisamment puissantes pour générer de fines gouttelettes d'eau et les projeter dans la direction où pointe la tête de l'outil. La Figure 2.4 montre un schéma descriptif de l'utilisation de cet outil dans le cadre de la synthèse de grains de glace.

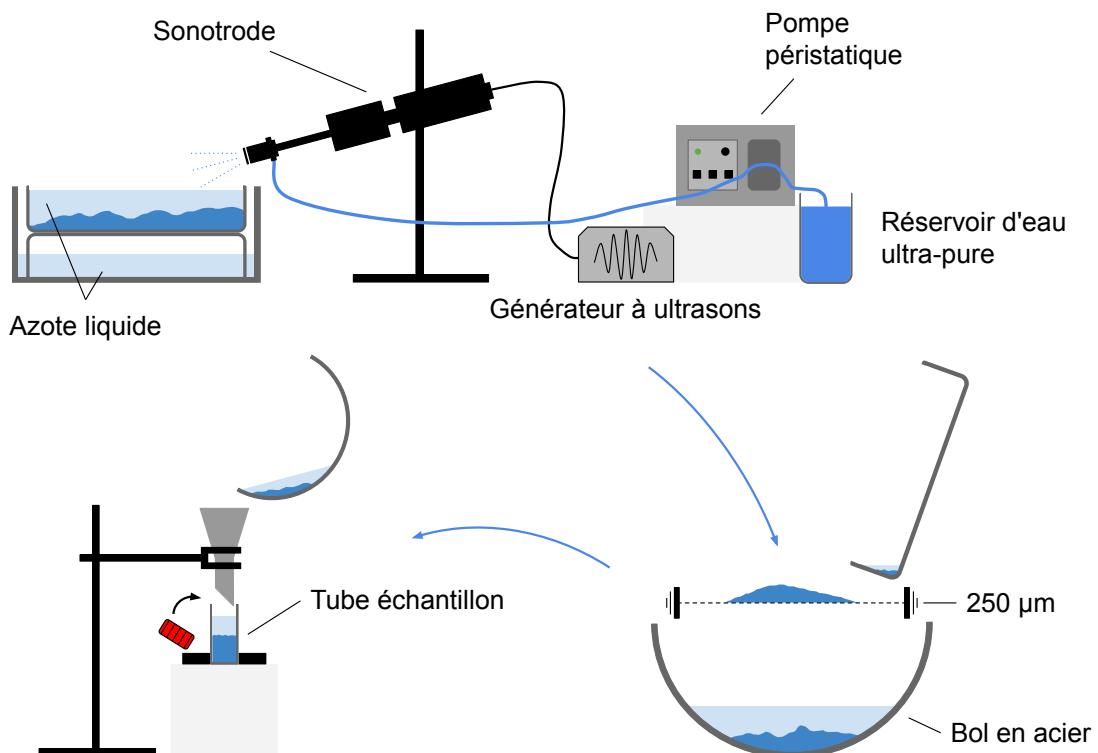


FIGURE 2.4 – Schématisation des différentes étapes de synthèse utilisant le protocole SPIPA-B (d'après le stage de Noé LE BECQ).

L'eau ultra-pure est apportée à la sonotrode à l'aide d'une pompe péristaltique (Verderflex

Vantage 3000 de la société Verder) fonctionnant à très faible vitesse. Le liquide arrive ensuite à la sonotrode, qui peut fractionner ce flux continu en fines gouttes à l'aide d'ultrasons. Les gouttelettes générées par la sonotrode sont directement injectées dans un bain d'azote liquide, où elles gèlent et coulent au fond du récipient. Cette méthode a pour avantage de générer de très grandes quantités de poudre en très peu de temps, mais le matériau ainsi produit est très poly-disperse, signifiant que les tailles de grain sont très variées.

Pour remédier partiellement à ce problème, et également éliminer d'éventuelles contaminations d'agrégats, de givre ou de gouttes plus imposantes, l'étape suivante de la synthèse consiste à tamiser notre échantillon à très basse température. Pour cela, nous nous plaçons dans un premier temps en chambre froide à $-25\text{ }^{\circ}\text{C}$, et nous préparons un tamis de maille $250\text{ }\mu\text{m}$ à travers lequel nous faisons circuler de l'azote liquide, ainsi qu'un bol suffisamment profond, que nous refroidissons également en le remplissant en partie avec de l'azote. Nous pouvons ensuite verser notre échantillon avec l'azote liquide résiduel du premier récipient sur le tamis, que nous agitons pour permettre aux grains de le traverser. Nous répétons cette opération plusieurs fois jusqu'à ce que l'ensemble de notre échantillon ait été tamisé, en nous débarrassant à chaque fois du trop-plein de poudre qui n'a pas pu traverser le tamis. Nous pouvons finalement verser notre échantillon tamisé dans un tube de stockage, que nous conservons de la même manière que les échantillons de poudre pulvérisés.

La Figure 2.5 illustre le système principal pour la synthèse de ces grains de glace, à savoir le système SPIPA-B. De par la nature de la méthode de production, les grains ainsi générés sont approximativement sphériques, et très similaires aux grains produits par pulvérisation, tout en exhibant des diamètres comparables (voir Section 2.2.2), mais en des quantités bien supérieures.

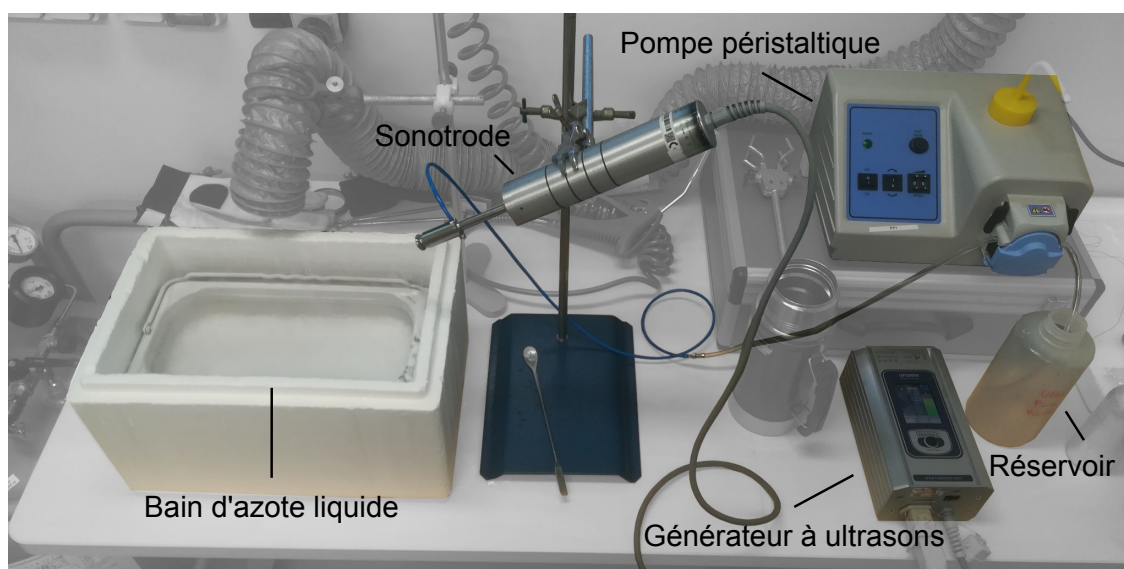


FIGURE 2.5 – Photographie d'illustration du montage expérimental SPIPA-B en cours de fonctionnement. Tous les éléments constitutifs du système sont légendés sur la figure.

2.1.2.4 Broyage de glace massive

La méthode la plus intuitive pour synthétiser de la glace sous forme de poudre consiste à broyer un bloc de glace massif pour le réduire en une fraction plus fine. Simple en apparence, cette méthode est pourtant complexe à mettre en œuvre, et nécessite de nombreuses étapes afin d'avoir à la fin un échantillon utilisable dans nos expériences.

La première étape consiste simplement à faire geler de l'eau ultra-pure en chambre froide, à $-25\text{ }^{\circ}\text{C}$ pour obtenir un ou plusieurs blocs de glace, selon la quantité d'échantillon souhaitée. À partir de ces blocs, nous réalisons une première étape de broyage automatique à l'aide d'un broyeur à glace classique, afin de réduire drastiquement la taille des blocs, et obtenir une première base de travail pour le reste du protocole. Cette opération est réalisée encore une fois en chambre froide pour prévenir toute fonte éventuelle du matériau. À partir de cette fraction réduite en grains grossiers, nous réalisons une deuxième étape de broyage plus poussée, manuelle, à l'aide d'un mortier et pilon préalablement placés à basse température. Cette étape permet de réduire encore un peu plus la taille des grains ainsi obtenus.

À partir de là, il est nécessaire de tamiser les grains ainsi obtenus, car la distribution granulométrique est très dispersée et très peu piquée. L'utilisation de tamis plus ou moins larges, couplés à une tamiseuse automatique à vibrations électromagnétiques placée en chambre froide, permet de contraindre précisément la taille des particules finalement obtenues. Plusieurs problèmes se posent néanmoins à cette étape, notamment par la nature du matériau considéré. En effet, la glace poudreuse étant un matériau avec une cohésion relativement forte, surtout à des températures de $-25\text{ }^{\circ}\text{C}$, elle ne possède pas une bonne capacité à s'écouler, ce qui limite sa capacité à traverser les tamis, et donc limite la quantité de poudre récupérable à la fin du processus (qui conditionne la quantité finale d'échantillon). Il faut également prendre en considération que plus les grains sont petits, plus forte va être l'influence de la cohésion sur ces derniers, et ils auront plus de mal encore à s'écouler librement. Ainsi, de par la nature du broyage effectué (qui ne permet pas d'atteindre des tailles de grains extrêmement réduites) et la cohésion de la glace elle-même, il est très difficile d'obtenir par cette méthode des fractions granulométriques réduites, à savoir des tailles de grain inférieures à $100\text{ }\mu\text{m}$. Nous avons dû nous limiter à une colonne de tamis présentant des filtres successifs à $100, 90, 80$ et $63\text{ }\mu\text{m}$ à partir desquels nous avons pu isoler différents échantillons, dont les tailles de grains étaient plus ou moins comprises entre ces valeurs.

Le protocole décrit précédemment est illustré par le schéma visible en Figure 2.6, où les différentes étapes de synthèse ont été indiquées par des numéros. Il est important de noter ici que les échantillons synthétisés grâce à cette méthode n'ont été utilisés que dans le cadre du stage de M2 de Florian PICOT, que j'ai co-encadré, qui avait pour sujet l'étude de différents échantillons de poudre de glace par spectroscopie infrarouge (*Infrared signatures of ice powders : an experimental approach for applications to Enceladus and Europa*). Cependant, à cause d'une contamination de ces échantillons par des éléments extérieurs, les résultats de spectroscopie obtenus sur ces poudres broyées n'ont pas pu être exploités, et ont donc été écartés. De plus, la faible quantité de poudre obtenue par broyage et tamisage n'a pas permis de faire des essais mécaniques en tambour tournant. Ainsi, seule la distribution granulométrique de ces échantillons a pu être déterminée (voir Section 2.2.2). Dans tous les cas, les échantillons ainsi produits sont stockés dans des tubes d'environ $3,5\text{ cm}$ de diamètre pour $6,5\text{ cm}$ de hauteur, et conservés dans des réservoirs d'azote liquide ($-195,79\text{ }^{\circ}\text{C}$) pour

garder nos échantillons à très basse température.

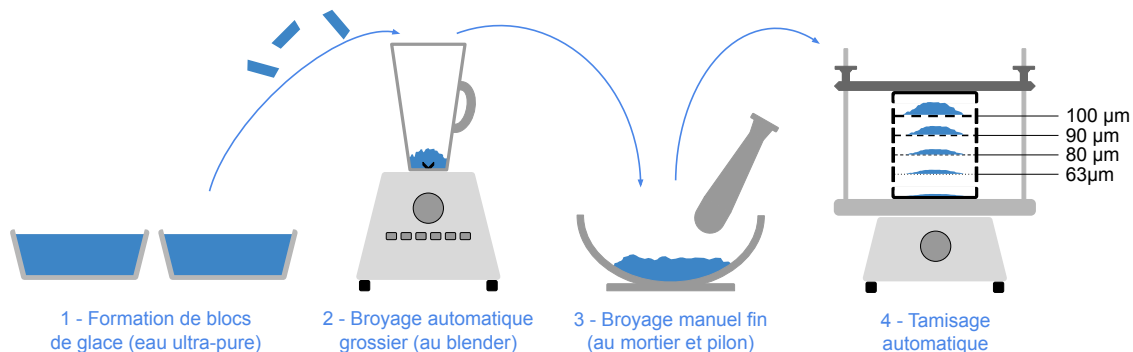


FIGURE 2.6 – Schéma illustrant le protocole de broyage, avec les différentes étapes de synthèse de l'échantillon par cette méthode indiquées sur la figure.

2.1.3 Protocoles de mélange

Dans le cadre du stage de Noé LE BECQ, nous avons voulu aller plus loin dans la caractérisation des régolithes glacés, en tentant de reproduire des poudres plus représentatives de la composition réelle des surfaces planétaires glacées. En effet, à part dans des cas très particuliers et rares, la surface des objets glacés n'est pas composée de glace d'eau pure. Le corps le plus proche de ce cas très particulier est Encelade, qui montre une composition proche de celle de l'eau pure à sa surface, et surtout au niveau du pôle Sud. Cependant, les analyses réalisées sur les grains par la mission *Cassini* ont montré qu'une fraction non négligeable des grains éjectés depuis la surface contiennent des sels et de la matière organique [Postberg et al., 2011, 2018b,a]. De la même manière, si Encelade possède une surface très brillante et très blanche, Europe montre plutôt des structures sombres et brunâtres, qui peuvent être des indicateurs d'une composition riche en sels divers [Kargel, 1998; McCord et al., 1999]. Sur d'autres corps, la poudre de glace est possiblement mélangée avec d'autres types de poudre, notamment sur Mars avec du sable et de la poussière de silicates, ou sur Cérès, qui présente des signatures de phyllosilicates, de carbonates, et possiblement de magnétite [De Sanctis et al., 2015], avec des signatures de glace d'eau à des endroits très localisés [Combe et al., 2016].

Face à cette problématique, il a paru nécessaire d'adapter le matériau avec lequel nous travaillons pour une étude plus exacte de la surface des corps glacés (à noter cependant que pour bien comprendre le comportement d'un matériau complexe, il est nécessaire de bien appréhender dans un premier temps des matériaux plus simples, d'où une étude initiale sur la glace d'eau pure). Pour ce faire, nous avons décidé de réaliser des mélanges sous forme solide impliquant la poudre de glace, ainsi que d'autres poudres correspondant à nos divers contaminants.

Le principe de cette opération consiste simplement à mélanger deux poudres entre elles de la manière la plus homogène possible. Le défi dans notre cas réside dans le contrôle des proportions impliquées dans ce mélange, ainsi que le contrôle de la température, qui doit

2.1. SYNTHÈSE D'ANALOGUES DE RÉGOLITHES GLACÉS

rester extrêmement basse pour éviter une modification de notre matériau de base qu'est la poudre de glace. Ainsi, une grande part de la difficulté de cette méthode de mélange consiste en l'utilisation quasi-permanente d'azote liquide pour refroidir les matériaux, et garder nos grains en suspension, ce qui pose des difficultés pour la pesée de nos échantillons et le calcul des proportions.

Le protocole de mélange suit plusieurs étapes clés, qui sont détaillées ci-dessous :

1. La première étape consiste à transvaser notre échantillon dans le récipient dans lequel nous viendrons effectuer le mélange. Pour cela, nous utilisons une bouteille en aluminium que nous remplissons avec un fond d'azote liquide, et nous la plongeons également dans un bain rempli de ce liquide cryogénique, afin de nous assurer d'avoir une température très basse et homogène. Nous pouvons ensuite verser notre échantillon dans cette bouteille, pour nous assurer que le matériau reste froid.
2. Afin de réaliser des mélanges à des proportions de glace précises et connues, nous devons connaître le volume de glace initial que nous avons introduit dans la bouteille. Pour cela, la méthode la plus simple consiste à peser la glace pour faire ultérieurement une conversion en volume. Nous connaissons la masse de la bouteille en aluminium, mais pour peser exactement la masse de notre échantillon nous devons retirer l'azote liquide dans lequel il est contenu. Pour cela, nous utilisons un agitateur de type vortex. Cela a pour effet d'évaporer l'azote, pour ne laisser que l'échantillon de glace.
3. Nous pesons l'échantillon le plus rapidement possible, car la bouteille en aluminium possède peu d'inertie thermique et il n'y a plus d'azote liquide à l'intérieur, ce qui signifie que notre échantillon risque de se réchauffer rapidement.
4. La bouteille en aluminium est rapidement remplacée dans son bain d'azote liquide, et afin de conserver notre échantillon à froid nous versons de nouveau de l'azote à l'intérieur de la bouteille.
5. Connaissant désormais la masse de la poudre de glace, et donc son volume par simple conversion, nous pouvons calculer et peser la masse (et donc le volume) de la poudre non glacée à introduire pour réaliser un mélange aux proportions volumiques souhaitées.
6. Une fois cette masse de poudre non glacée déterminée et pesée, nous pouvons l'introduire dans la bouteille en aluminium. Cette étape doit être réalisée progressivement, car nous introduisons un corps chaud dans l'azote liquide, qui peut donc s'évaporer assez brutalement et projeter à l'extérieur des paquets de poudre, qui ne seront ainsi pas pris en compte dans le mélange, ce qui fausserait les proportions finales. Il faut s'assurer à cette étape de toujours avoir de l'azote liquide dans la bouteille.
7. Nous pouvons désormais mélanger les deux poudres, à l'aide de l'agitateur vortex précédemment utilisé. Le mélange effectif doit se faire avec de l'azote liquide à l'intérieur de la bouteille, afin de garantir que les grains à mélanger soient en suspension, ce qui permet un mélange plus homogène des deux poudres. Il est pour cela nécessaire de ré-approvisionner régulièrement la bouteille avec de l'azote liquide, le mélange se fait en plusieurs fois.
8. Une fois le mélange réalisé, nous pouvons verser le résultat dans un tube-échantillon, et le conserver à très basse température de la même manière que les autres échantillons.

La Figure 2.7 illustre de manière schématique les différentes étapes nécessaires à la réalisation d'une telle procédure de mélange.

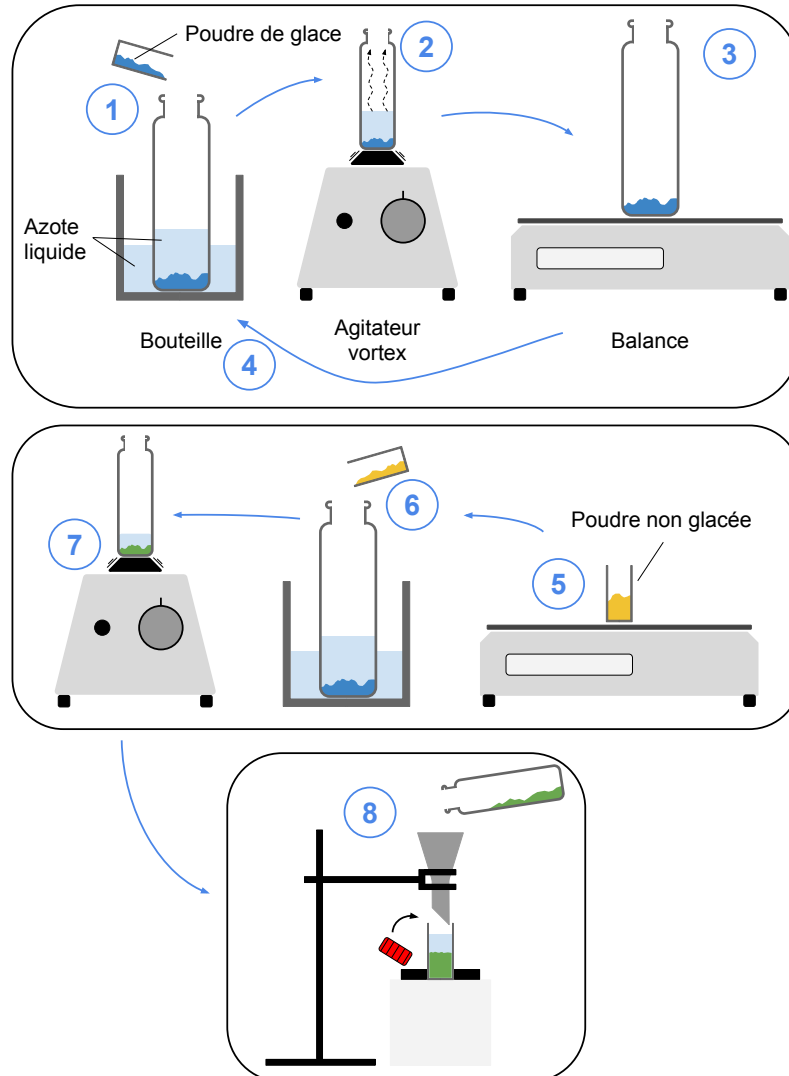


FIGURE 2.7 – Schémas illustratifs des différentes étapes nécessaires à la réalisation d'un mélange de deux poudres. Les différentes étapes sont numérotées de 1 à 8, comme dans le corps du texte.

2.1.4 Poudres modèles de référence

Afin de pouvoir quantifier les propriétés particulières de la poudre de glace et des mélanges qui lui sont associés, il nous est nécessaire de poser des bases avec des matériaux connus, facilement manipulables et quantifiables. Ces matériaux sont des références, à travers lesquelles nous pouvons obtenir des comportements modèles, cohésifs ou faiblement cohésifs, dans les différentes expérimentations que nous souhaitons mettre en place. Nous savons comment ces poudres se comportent, leurs propriétés ont été quantifiées par d'autres

2.1. SYNTHÈSE D'ANALOGUES DE RÉGOLITHES GLACÉS

études, et elles nous servent ainsi à la fois de bases pour valider le fonctionnement de nos expériences et l'analyse de nos données sans avoir besoin de mettre en place les protocoles lourds que nécessite le refroidissement de la poudre de glace, et elles permettent également de quantifier plus précisément le comportement de la poudre de glace. En effet, en comparant ces poudres non glacées à des échantillons analogues aux régolithes de glace, il est possible de quantifier relativement le caractère cohésif de nos poudres de glace, en comparant certaines grandeurs mesurées dans nos expériences.

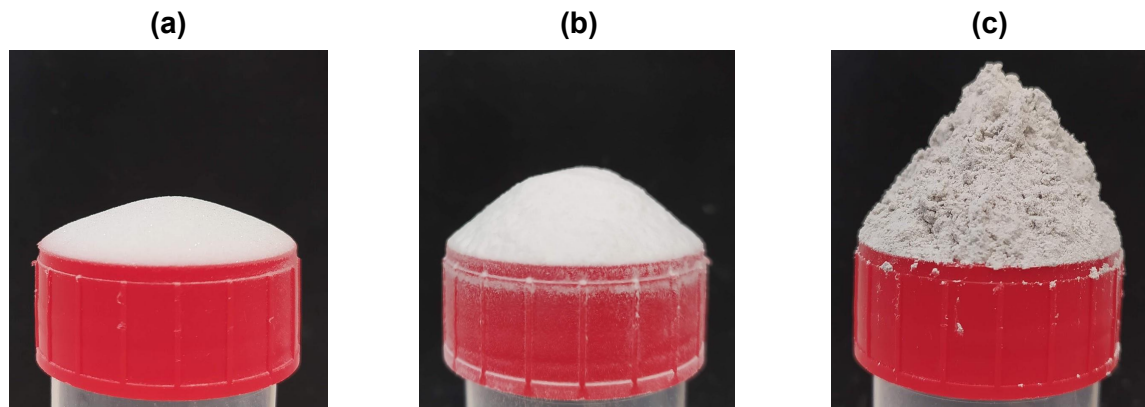


FIGURE 2.8 – Comparaison des différentes poudres de référence formant un tas au repos. Les poudres sont rangées de la moins cohésive, à gauche, à la plus cohésive, à droite. (a) Poudre de verre avec les plus gros grains ($d = 122, 0 \mu\text{m}$), (b) Poudre de verre avec les plus petits grains ($d = 36, 1 \mu\text{m}$), (c) Poudre de calcaire ($d = 17, 1 \mu\text{m}$).

Nous avons ainsi recherché les cas extrêmes pour sélectionner ces poudres de référence, à savoir que nous voulions idéalement une poudre extrêmement cohésive, et une poudre très peu voire pas cohésive. Un indicateur pertinent pour quantifier la cohésion d'une poudre est l'angle de repos [Lumay et al., 2012], à savoir l'angle que forment les pentes d'un tas de poudre au repos. Une poudre peu cohésive formera un tas aux pentes très faibles, là où une poudre fortement cohésive aura des pentes beaucoup plus élevées. La Figure 2.8 illustre ce phénomène avec trois poudres différentes, une poudre de calcaire aux grains anguleux (Betocarb HP-EB, composée à 97,3 % de CaCO_3 , distribuée par la société Omya International AG et donnée par le fabricant avec une taille de grains médiane d'environ $17 \mu\text{m}$) et deux poudres de verre avec des particules sphériques de différentes tailles (distribuées par la société Cosquer, et dont la taille est donnée par le fabricant pour $75 - 150 \mu\text{m}$ et $45 - 90 \mu\text{m}$, respectivement). Il est plutôt clair ici que la poudre de calcaire présente l'angle de repos le plus élevé, et constitue par conséquent la poudre la plus cohésive des trois. La poudre de verre qui présente les plus gros grains, quant à elle, présente l'angle de repos le plus faible, ce qui indique qu'elle est la poudre la moins cohésive, même si les différences entre les deux poudres de verre ne sont pas les plus frappantes. La poudre de verre aux grains les plus petits, si elle présente des angles relativement faibles, commence à présenter des caractéristiques d'un matériau cohésif lorsqu'elle est manipulée, avec la formation de structures qui ressemblent à des blocs très peu consolidés. Pour ces raisons, elle sera considérée comme une poudre à cohésion faible.

Ces trois poudres constituent ainsi nos poudres de références. La poudre de calcaire est

composée de grains anguleux et irréguliers, et est habituellement utilisée pour la fabrication du béton. Les poudres de verre sont composées de billes microscopiques et sphériques, très régulières, et sont généralement utilisées dans des procédés de sablage. Les détails morphologiques et les distributions granulométriques de ces poudres de référence seront donnés en Section 2.2.2.

2.1.5 Conclusion

Cette section a permis de présenter les différentes méthodes de synthèse de poudres de glace pertinentes pour des applications planétologiques, et plus particulièrement sur la caractérisation des régolithes glacés. Nous avons ainsi à notre disposition à la fois du broyage, de la pulvérisation, du goutte-à-goutte ou de la génération par ultrasons, qui permettent de produire des grains de glace aux propriétés morphologiques différentes, afin de présenter une étude exhaustive de cette matière particulière qu'est la glace poudreuse. Les échantillons peuvent être réalisés sous forme de pôles purs, avec l'utilisation d'eau ultra-pure comme matière principale, mais également avec des solutions plus complexes comme des sels dissous dans l'eau pure.

Ces échantillons de glace poudreuse peuvent être complétés par des mélanges solides en suivant un protocole précis visant à conserver au maximum nos échantillons glacés dans l'état premier dans lequel ils ont été synthétisés. Ce protocole permet d'élargir fortement la variété de matériaux dont nous pouvons étudier le comportement, afin de s'approcher au mieux des matériaux de surface réels des objets glacés du système solaire.

Pour base de comparaison, nous avons choisi trois poudres supplémentaires, qui représentent des cas d'exemple afin de comparer et quantifier efficacement le comportement des poudres analysées. Nous disposons ainsi d'une poudre de calcaire, très cohésive, et de deux poudres de verre, respectivement pas et peu cohésives, qui nous serviront à la validation de nos méthodes expérimentales, mais aussi à l'interprétation des comportements visibles lors de l'étude de la poudre de glace.

2.2 Caractérisation optique et spectrale

Dans une recherche de reproductibilité des expériences et de caractérisation globale de nos matériaux pour de meilleures comparaisons entre eux, nous avons pour objectif d'observer nos échantillons avec le plus de détails possibles. L'idée derrière ces observations est de pouvoir quantifier la forme des grains, ainsi que leur taille, afin de mieux comprendre les comportements observés au sein de nos différentes expériences. Cependant, la glace granulaire, de par sa nature extrêmement fragile et sensible aux variations de température, ne pouvait être analysée de la même manière que des poudres plus classiques grâce à des granulomètres par exemple. Il nous a donc fallu développer et utiliser des méthodes particulières pour les observations morphologiques de nos grains de glace.

Cette section s'intéresse à la description des différentes méthodes d'observation utilisées pour caractériser à la fois les poudres de glace, mais également les poudres modèles. Une

2.2. CARACTÉRISATION OPTIQUE ET SPECTRALE

partie de cette section sera également dédiée à l'analyse spectrale de certains échantillons, effectuée dans le cadre de stages afin d'acquérir des données calibrées de laboratoire pour des comparaisons avec les données acquises par les sondes spatiales.

2.2.1 Microscopie optique

La méthode la plus simple et directe pour une analyse morphologique rapide consiste à observer directement les grains. De par la nature de notre matériau, nous faisons ici face à des particules qui sont microscopiques, et qui nécessitent donc l'utilisation d'un microscope pour être observées. Cela pose des problèmes pratiques, notamment car les microscopes à notre disposition sont utilisables uniquement à température ambiante pour les plus puissants d'entre eux. Pour observer des grains de glace, nous devons donc adapter les systèmes existants afin de permettre des observations longues, à basse température afin de ne pas altérer les propriétés de nos grains.

2.2.1.1 Le microscope Keyence

Le premier outil que nous avons utilisé pour observer nos grains est un microscope numérique, c'est-à-dire un microscope qui utilise une caméra numérique pour l'acquisition d'images, et dont la quasi-totalité des outils et instruments ont été motorisés et sont contrôlables depuis un ordinateur externe. Le microscope en question est le Keyence VHX-2000, un instrument qui permet d'acquérir des images en haute résolution (1600×1200 pixels), et qui propose diverses fonctions très utiles pour l'imagerie d'objets microscopiques et leur caractérisation. Une photo légendée de l'instrument est disponible en Figure 2.9.



FIGURE 2.9 – Photo légendée du microscope numérique Keyence VHX-2000 utilisé dans l'acquisition d'images de grains issus de nos échantillons glacés.

Ce microscope permet un éclairage des échantillons par réflexion, transmission, ou les deux éclairages combinés. Les objectifs fournis avec l'appareil permettent d'effectuer des

grossissements allant de $\times 20$ à $\times 1000$, et il possède une série de moteurs permettant d'ajuster finement à la fois la hauteur de l'objectif, ainsi que la position de l'échantillon. Ce contrôle fin de la position de la prise de vue dans l'espace a de nombreux avantages, notamment en termes de composition d'images, puisqu'en effet le microscope permet de réaliser des assemblages à la fois dans le plan de l'échantillon (dans le cas d'un objet de grandes dimensions) pour en extraire une photo à très haute résolution composée de clichés à plus petite résolution, mais aussi des assemblages selon l'axe vertical dans le cas d'objets avec un fort relief. Cette dernière méthode est très utile dans le cas où les objets imagés sont très poly-disperses, puisqu'en parcourant toute une gamme de hauteur, le microscope permet d'obtenir des clichés nets à la fois des petits et des gros objets, et ce sur une seule image, là où plusieurs clichés à différentes mises au point seraient normalement nécessaires. Face à la poly-dispersité de nos échantillons, cette dernière méthode sera très utile pour limiter le nombre d'acquisition et de mesures à effectuer.

Le logiciel d'utilisation du microscope fournit également pléthore de méthodes de mesures des objets photographiés, comme la mesure selon des axes d'élongation préférentiels, des approximations par diverses formes, notamment des cercles. L'objectif et la caméra étant directement reliés à l'ordinateur de contrôle, ce dernier connaît en permanence le grossissement utilisé, et permet de convertir directement les mesures effectuées en tailles réelles des objets. Comme cela sera illustré dans la suite de cette étude (voir Section 2.2.2), la plupart de nos grains de glace étant plutôt très sphériques, lors de la mesure de leur taille nous privilégierons la mesure par approximation circulaire. Pour les grains plus anguleux, une mesure des directions d'élongation principales sera préférée, mais ces échantillons ayant été peu étudiés nous n'avons effectué que peu de mesures sur ces derniers. Finalement, le logiciel nous permet d'exporter ces données de mesure en un tableau exploitable par la suite, afin d'en tirer les distributions granulométriques.

2.2.1.2 Le système cryostatique

Couplé au microscope numérique précédemment décrit, nous utilisons un système cryostatique déjà utilisé au Laboratoire de Planétologie et Géosciences (LPG) pour des études précédentes [Taffin et al., 2012], le MicrostatN de Oxford Instrument. Cet outil permet une observation au microscope d'objets placés à des températures extrêmement basses, jusqu'à 77 K grâce à une circulation d'azote liquide, sous vide primaire. C'est un instrument indispensable pour l'observation microscopique de nos grains, car nous nous assurons, à ces températures, que leur morphologie, leur taille et leur forme, ne seront pas modifiées par métamorphisme ou frittage, et qu'ils ne seront pas perturbés par une contamination par l'humidité atmosphérique.

Ce cryostat consiste en un cylindre composé de deux parties, un couvercle et un corps (Figure 2.10). Le couvercle est percé d'une vitre, en saphir pour résister aux différentiels de pression et pour autoriser les analyses en spectroscopie infrarouge (objectif initial du dispositif), ce qui permet des observations par le haut de l'instrument. Le corps, lui, contient tous les éléments de refroidissement et de contrôle de température. Il est percé de quatre ouvertures principales sur ses flancs, une qui sert à pomper l'atmosphère à l'intérieur de l'enceinte grâce à une pompe à vide, deux qui servent respectivement à l'injection et l'éva-

2.2. CARACTÉRISATION OPTIQUE ET SPECTRALE

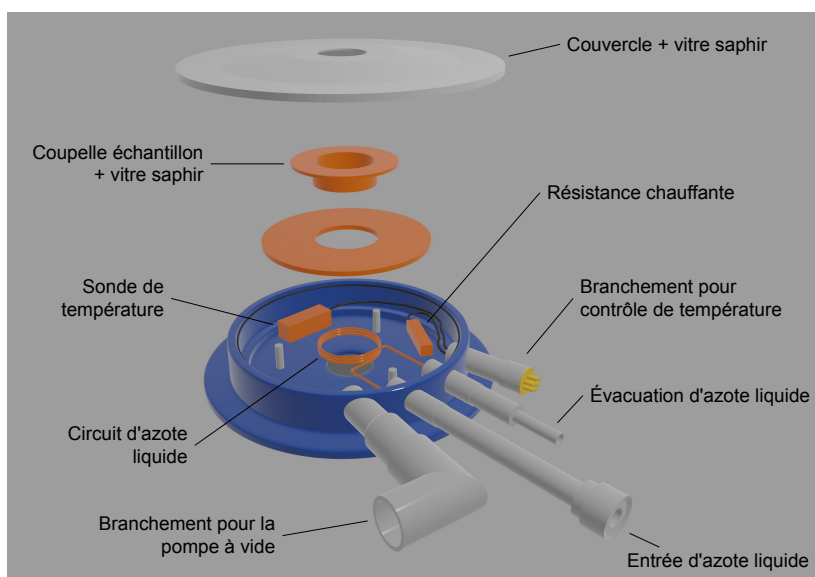


FIGURE 2.10 – Vue éclatée du système cryostatique utilisé pour l’observation microscopique de nos grains de glace, avec les différents éléments légendés sur la figure.

uation d’azote liquide, et une dernière afin de relier les différents dispositifs de mesure et de contrôle de température à un ordinateur externe.

Le corps contient un support en cuivre pour des échanges de chaleur efficaces, sur lequel sont fixées la sonde de température (de type Pt100) et la résistance chauffante destinée à contrebalancer l’effet refroidissant de l’azote liquide, dans le cas où nous voudrions réaliser des paliers précis de température. Cette résistance est contrôlée par un boîtier MercuryTC de Oxford Instruments, un système qui permet la lecture et la programmation des divers outils de refroidissement et de chauffage. Le support permet d’accueillir plusieurs types de cellules-échantillons, celle que nous utilisons est en cuivre à fond percé d’une vitre en saphir, pour permettre l’observation des échantillons en lumière transmise. Une circulation d’azote liquide à travers un capillaire est présente tout autour de notre cellule, ce qui permet un refroidissement efficace. Enfin, le fond du corps du cryostat est également percé d’une vitre en saphir, toujours pour les observations en lumière transmise. Une vue éclatée du cryostat utilisé est disponible en Figure 2.10, avec les différents éléments mentionnés indiqués sur la figure.

Lors des utilisations que nous en avons faites, ce dispositif nous a permis d’atteindre des températures de l’ordre de 80 K, sous un vide compris entre 10^{-1} et 10^{-2} mbar. Le protocole détaillé d’utilisation du microscope numérique, du cryostat et de prise d’image sera détaillé en Section 2.2.2.

2.2.1.3 Microscopie optique en chambre froide

En complément au microscope numérique Keyence, nous avons également fait l’acquisition d’un microscope numérique plus petit et portable, le Dino-Lite Edge AM7915MZT. Il s’agit d’un petit appareil fonctionnant en se branchant par USB sur un ordinateur, qui permet de réaliser des prises d’images en lumière réfléchie ou transmise, avec une résolution

maximale de 2592×1944 pixels. Le grossissement autorisé s'étale de $\times 10$ à $\times 220$, ce qui permet, d'après notre expérience, d'imager nos grains avec un grossissement suffisant.

Cet appareil est plutôt destiné à des prises d'images rapides, de type « contrôle qualité ». Il est placé en chambre froide, sur des supports non motorisés uniquement réglables manuellement, et ne permet pas la gamme fine de réglages autorisés par le microscope Keyence. Cependant, face à la lourdeur des protocoles d'acquisition d'images de ce dernier, le Dino-Lite constitue une bonne alternative si nous voulons uniquement observer nos grains en chambre froide à la volée sur une courte période, pour nous assurer que leur état correspond à l'état attendu. Une photo de ce microscope est fournie en Figure 2.11.

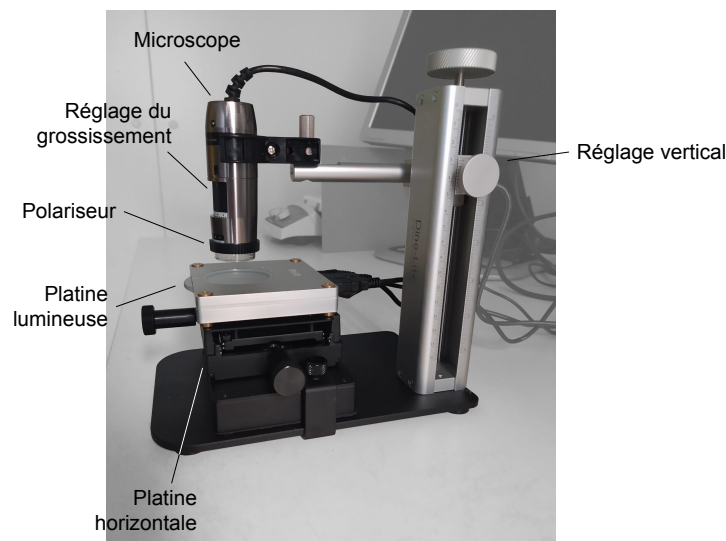


FIGURE 2.11 – Photographie légendée du microscope numérique Dino-Lite en chambre froide.

Malheureusement, nous ne pouvons pas associer le cryostat à ce système de par des raisons techniques qui font que les deux méthodes ne sont pas compatibles. Ainsi, les prises d'images avec ce dispositif sont limitées à des courtes durées d'observations. Elles sont effectuées dans la chambre froide, soit dans une enceinte à -25 °C, et les grains sont placés dans la même coupelle que celle utilisée pour les observations sous cryostat, qui a été préalablement refroidie dans un bain d'azote liquide. Ainsi ce système constitue une alternative rapide pour le contrôle de la morphologie de nos grains.

2.2.2 Analyse des distributions granulométriques

2.2.2.1 Poudres de glace

Dans l'optique de caractériser la morphologie de nos grains de glace, nous avons effectué la mesure de la distribution granulométrique de chacun de nos échantillons. Cependant, de par la nature fragile des grains de glace, qui sont très sensibles à la température, nous ne pouvons pas utiliser des appareils de mesure de taille automatiques, car ils nécessiteraient

2.2. CARACTÉRISATION OPTIQUE ET SPECTRALE

d'être refroidis à très basse température afin de conserver la forme et la taille des grains analysés durant la mesure. C'est pourquoi nous nous sommes rabattus sur des acquisitions d'images de nos grains grâce à la microscopie optique, avec les différents dispositifs décrits précédemment. L'analyse de ces images et la mesure systématique des grains de glace permet d'en définir une distribution granulométrique fiable, moyennant un échantillon de particules mesurées suffisamment large.

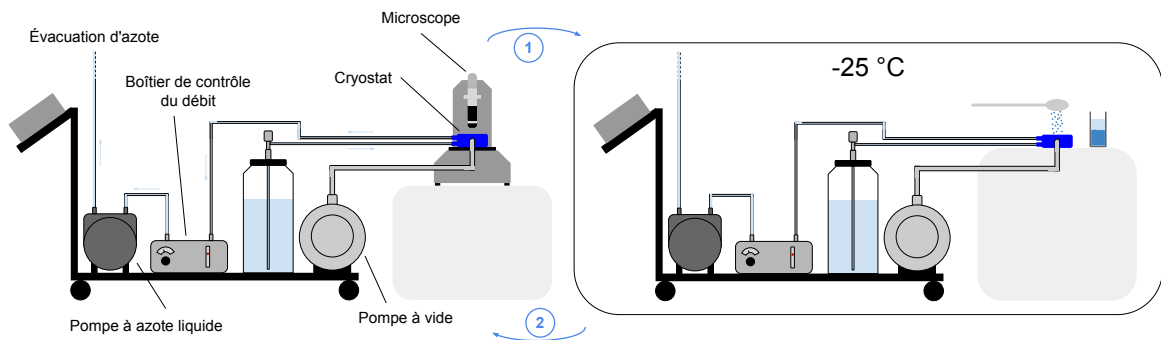


FIGURE 2.12 – Schématisation des étapes clés du protocole nécessaire à la réalisation de clichés de nos grains de glace avec le microscope numérique Keyence. L'étape marquée (1) correspond au déplacement de l'ensemble du chariot avec le cryostat froid depuis le microscope vers la chambre froide, l'étape (2) correspond au chemin inverse.

L'acquisition d'images de nos grains passe par un protocole lourd impliquant à la fois le cryostat et le microscope numérique Keyence, décrits précédemment dans la Section 2.2.1. La procédure est découpée en plusieurs étapes clés, listées ci-dessous :

- Le cryostat est préalablement installé sur la platine motorisée du microscope numérique, grâce à un support spécialement conçu. Le cryostat est attaché à l'aide de vis sur le support, qui est lui-même bloqué sur la platine par des cales. Le système cryogénique peut ensuite être installé, en reliant le cryostat à une pompe à vide, et la circulation d'azote liquide à un réservoir. Une canne de soutirage est plongée dans le réservoir d'azote liquide puis reliée au cryostat, elle constitue notre entrée d'azote. À la sortie, un tuyau est fixé au cryostat, jusqu'à une pompe qui permet de faire circuler le liquide cryogénique. Un boîtier de commande permet de réguler le débit grâce à une vanne pointeau. Un boîtier de lecture de température est également branché au cryostat pour un suivi précis. La pression est mesurée grâce à une jauge installée non loin du branchement avec le cryostat.
- La première véritable étape du protocole consiste à mettre sous vide le cryostat, afin de chasser l'atmosphère et plus particulièrement l'humidité qui peut persister dans cette enceinte. La pompe destinée à la circulation d'azote liquide n'est mise en marche qu'une fois un vide satisfaisant atteint dans l'enceinte du cryostat, pour prévenir toute condensation atmosphérique sur notre zone échantillon durant la descente en température. Le vide permet également de limiter les échanges thermiques avec l'extérieur, et donc de limiter la condensation sur les vitres du cryostat pour une meilleure observation par la suite.
- Lorsque la température minimale d'environ 80 K est atteinte, le cryostat est prêt pour le chargement de nos échantillons. L'ensemble des éléments nécessaires au refroidis-

sement, à savoir la pompe à vide, le réservoir d'azote, la pompe de circulation d'azote et les différents boîtiers de contrôle, sont montés sur un chariot qui permet un déplacement rapide et fluide de tous les éléments en un même ensemble solidaire. L'objectif est de pouvoir déplacer tout le système pour le placer en chambre froide lors du chargement, afin de déstabiliser au minimum nos grains lors du chargement. Lors du déplacement, les différentes pompes sont éteintes, mais l'inertie du système, notamment grâce au vide persistant dans l'enceinte du cryostat, suffit à maintenir tous les éléments à une très basse température. Le trajet depuis le microscope numérique jusqu'à la chambre froide doit néanmoins s'effectuer le plus vite possible (moins de 5 minutes). Les différentes pompes sont remises en marche une fois que le chariot est placé dans la chambre froide.

- L'échantillon peut désormais être chargé dans le cryostat. Pour cela, il est nécessaire d'en retirer le couvercle, ce qui demande de casser le vide auquel il est soumis. Cette opération doit donc être effectuée rapidement pour éviter au maximum la contamination par l'humidité atmosphérique (la chambre froide aide en ce sens car l'air qui s'y trouve est relativement sec). La pompe à vide est donc arrêtée, le couvercle retiré, et l'échantillon déposé dans la coupelle vitrée du cryostat. Il est important de noter qu'il ne faut déposer qu'une infime quantité de grains, au risque d'avoir une densité trop importante qui perturberait ainsi la bonne mesure de leurs tailles. Une fois les grains chargés, le couvercle est aussitôt remis en place et la pompe à vide est rallumée.
- Finalement, le dispositif peut faire le chemin inverse pour retourner au microscope numérique, où le système est remis en place pour une observation et une prise d'images à très basse température.

Un schéma des différents éléments nécessaires à la réalisation de ce protocole est disponible en Figure 2.12. Une fois l'échantillon chargé à l'aide de ce protocole, nous acquérons plusieurs images de nos grains à différents emplacements, en utilisant la méthode de composition en profondeur du microscope numérique qui nous permet d'obtenir une image nette sur toute une gamme de hauteur. Cela nous permet d'imager sur un même cliché à la fois les petits et les gros grains, afin d'avoir sur une même image toutes les variations de taille de grains de notre échantillon.

La méthode de mesure de taille utilisée dépend ensuite de l'échantillon analysé. Dans le cas d'un échantillon formé par broyage, les grains sont anguleux et irréguliers, généralement peu sphériques, comme le montre la Figure 2.13a, pour ces particules nous avons donc opté pour une mesure des deux directions d'élongation principales comme dans le travail de [Taffin et al. \[2012\]](#). Pour les échantillons synthétisés par pulvérisation ou avec le dispositif SPIPA-B, les grains sont plutôt sphériques et très réguliers (Figure 2.13b,c), et pour leur mesure nous utilisons une approximation par des cercles, desquels nous pouvons extraire le diamètre ou le rayon de nos grains, comme illustré par la Figure 2.13d. Tous les grains de glace sont mesurés à la main.

Comme précisé en Section 2.1.2, les grains broyés constituent un échantillon qui ne peut pas être traité à l'aide de nos dispositifs expérimentaux utilisés ultérieurement, aussi nous ne les avons que peu caractérisés en termes de distribution granulométrique. En revanche, une attention toute particulière a été portée pour les grains sphériques, formés par différentes méthodes, car ces dernières nous ont permis de produire des poudres avec des distributions granulométriques différentes. Ainsi, il nous est possible de caractériser des poudres avec des

2.2. CARACTÉRISATION OPTIQUE ET SPECTRALE

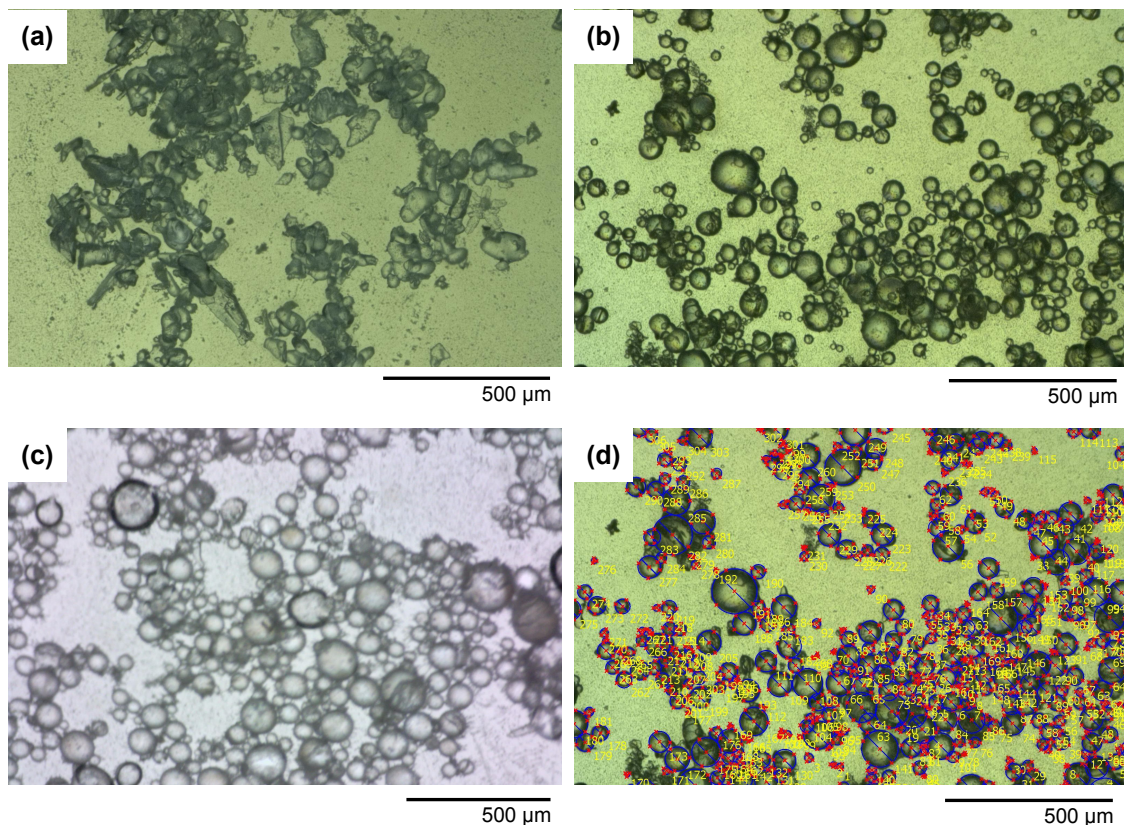


FIGURE 2.13 – Images d’illustration prises au microscope optique de nos différents échantillons de poudres de glace. (a) Échantillon de poudre de glace formée par broyage. (b) Grains formés par pulvérisation. (c) Grains formés grâce au dispositif SPIPA-B. (d) Exemple de mesure des grains par approximation sphérique, réalisée sur l’image disponible en (b).

formes de grains similaires, mais des tailles différentes, ce qui permet d’étudier dans un premier temps l’effet de ce seul paramètre, sans que la forme n’intervienne dans les éventuelles modifications du comportement de nos grains dans nos expériences. Les distributions granulométriques de tous les échantillons de poudres de glace, déterminées grâce à la microscopie, sont fournies dans le Tableau 2.1, qui explicite le nom de l’échantillon considéré, sa méthode de synthèse, la taille correspondant à 20 % des grains (d_{20}), la taille médiane (d_{50}) et la taille à 80 % des grains (d_{80}). Nous disposons ainsi de 5 échantillons différents, appelés Poudres de Glace A à D (PG-A-D) et un échantillon identifié par l’outil permettant de le synthétiser, appelé SPIPA-B. Comme nous le verrons dans le Chapitre 3, pour des raisons pratiques seuls les échantillons PG-A, PG-B et SPIPA-B seront analysés grâce à notre principal dispositif expérimental qu’est le tambour tournant. L’échantillon de glace broyée PG-D a été éliminé face aux difficultés que nous avons rencontrées pour le synthétiser en quantités raisonnables.

TABLE 2.1 – Tableau récapitulatif des distributions granulométriques mesurées pour les échantillons de poudre de glace.

Poudre	Méthode	d20 (μm)	d50 (μm)	d80 (μm)
Poudre de glace A	Pulvérisation	57, 2	83, 0	118, 0
Poudre de glace B	Pulvérisation	90, 6	132, 1	193, 8
Poudre de glace C	Pulvérisation	18, 2	24, 7	34, 4
Poudre de glace D	Broyage	57, 9	81, 3	106, 4
SPIPA-B	Ultrasons	88, 6	134, 3	194, 4

2.2.2.2 Poudres de référence

Dans le cadre de la caractérisation complète de nos poudres de référence (voir Section 2.1.4), nous devons également caractériser leur morphologie, et notamment leur taille afin de pouvoir les comparer facilement avec nos échantillons glacés. Ici, cependant, le processus est bien plus aisé car les échantillons peuvent être manipulés à température ambiante sans risquer d’être dégradés. Ainsi, nous pouvons utiliser des instruments de caractérisation classiques et automatiques pour déterminer leur distribution granulométrique. Nous utilisons l’instrument Fritsch Analysette 22, qui est un granulomètre fonctionnant grâce à la diffraction laser. Les échantillons sont dispersés par voie liquide, en utilisant simplement de l’eau qui circule ensuite dans le système. Les grains ainsi dispersés pour permettre une mesure individuelle facilitée passent ensuite à travers une cellule, dans laquelle ils sont mesurés par diffraction laser. Différentes théories (théorie de Fraunhofer ou Mie selon les tailles d’objets considérées) prédisent que le degré de diffraction d’un faisceau laser provoqué par la présence d’un grain peut être relié à sa taille, ainsi en analysant plusieurs milliers de grains ce dispositif permet de donner une estimation très rapide de la distribution granulométrique de nos échantillons, qui est fournie dans le Tableau 2.2. Ce tableau précise également les noms donnés à nos différents échantillons de poudres de référence, pour plus de clarté dans la suite de ce manuscrit.

TABLE 2.2 – Tableau récapitulatif des distributions granulométriques mesurées grâce au granulomètre laser pour les échantillons de référence.

Poudre	Densité ($\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$)	d20 (μm)	d50 (μm)	d80 (μm)
Calcaire	2700	4, 0	17, 1	66, 7
Verre A	2600	23, 2	36, 1	50, 0
Verre B	2600	89, 8	122, 0	162, 5

Il est cependant important de noter qu’un instrument comme le granulomètre laser ne permet pas de quantifier la forme des grains analysés, pour cela la microscopie reste la méthode la plus pertinente, et nous utiliserons en ce sens le même microscope numérique que celui utilisé pour l’observation des grains de glace. La Figure 2.14 précise la forme que présentent ces grains, observés en microscopie optique.

2.2. CARACTÉRISATION OPTIQUE ET SPECTRALE

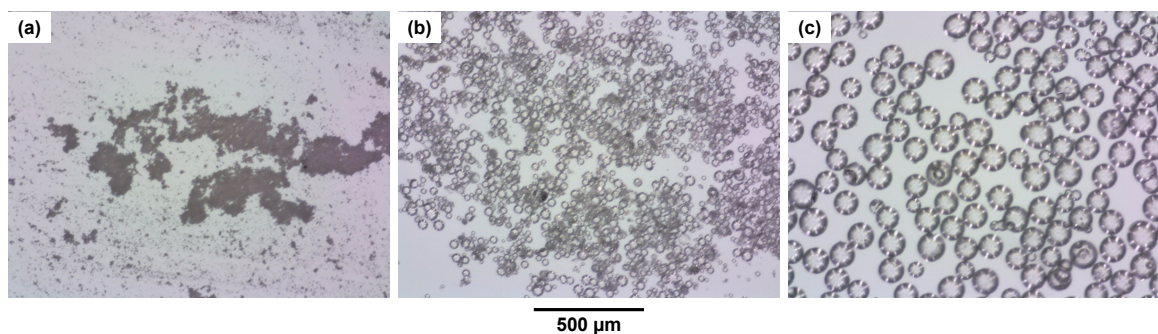


FIGURE 2.14 – Images en microscopie optique des poudres de référence étudiées au cours de cette étude. (a) Poudre de Calcaire. (b) Poudre de Verre A. (c) Poudre de Verre B. Se référer au Tableau 2.2 pour les informations sur la granulométrie de tels échantillons.

2.2.3 Analyse spectrale

Afin de caractériser pleinement les propriétés de nos échantillons glacés, nous avons également décidé de réaliser des campagnes d'analyse spectrale, à la fois en spectroscopie RAMAN et infrarouge. Ces deux méthodes permettent de tirer quelques informations complémentaires, notamment en spectroscopie infrarouge qui est une méthode de caractérisation des surfaces classiquement utilisée dans le contexte des missions spatiales. Ainsi, l'objectif de base avec la spectroscopie RAMAN était de pouvoir vérifier la cristallinité des grains que nous synthétisons. La spectroscopie infrarouge, elle, nous a permis d'obtenir des spectres de référence dans des conditions d'acquisition contrôlées, avec des échantillons connus et caractérisés au préalable, et de pouvoir comparer ces spectres avec ceux obtenus sur des objets planétaires réels. Cette sous-section est destinée à présenter rapidement ces méthodes de caractérisation, les échantillons observés, ainsi que les résultats préliminaires obtenus. Ces données préliminaires ont été acquises lors du stage de Florian PICOT, et elles ont été complétées par une autre campagne spectrale dans le cadre du séjour de Shuya TAN, qui sera détaillée par la suite dans le Chapitre 5.

Les techniques présentées ici reposent sur l'interaction entre un rayonnement électromagnétique et la matière. En effet, les molécules dans notre environnement vibrent selon des modes qui leur sont propres, et qui dépendent de la géométrie de la molécule et de l'arrangement des atomes qui la constituent. La spectroscopie RAMAN et infrarouge se basent donc sur ces vibrations pour tenter de caractériser la nature du matériau à distance, de manière non destructive. On parle alors de spectroscopie vibrationnelle.

2.2.3.1 Spectroscopie RAMAN

La spectroscopie RAMAN repose sur le principe d'illumination d'un échantillon avec un rayonnement de fréquence connue, différente des fréquences de résonance des molécules constituant notre matériau, qui ne sont donc pas connues *a priori*. Dans cette configuration, les molécules absorbent les photons incidents et atteignent ainsi des états vibrationnels virtuels qui ne correspondent à aucun niveau d'énergie caractéristique de la molécule considérée. Dans ce cas de figure, le rayonnement incident est généralement diffusé de ma-

nière élastique, c'est-à-dire que les photons incidents sont ré-émis à leur fréquence initiale, et la molécule retourne à son état d'énergie fondamental, ce qui est peu intéressant pour l'étude de la matière (ce phénomène est appelé diffusion de Rayleigh). Il existe cependant quelques photons qui peuvent être diffusés de manière inélastique, donc à des fréquences légèrement différentes de leur fréquence initiale, et c'est ce phénomène, appelé effet RAMAN, qui constitue le principe de base de cette méthode de caractérisation.

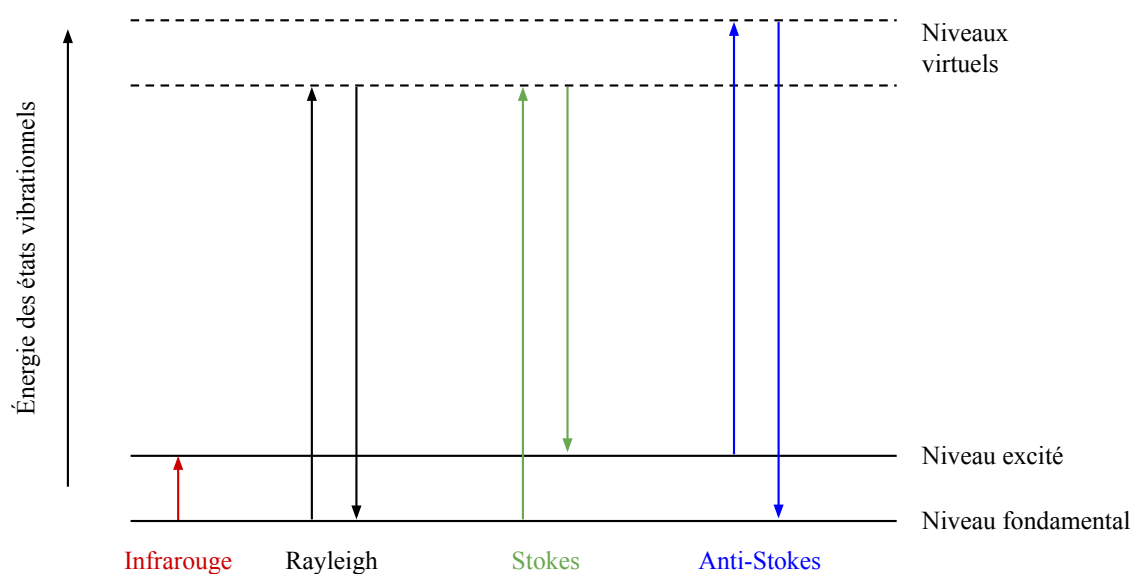


FIGURE 2.15 – Principe des transitions énergétiques liées aux états vibrationnels, exploités pour la spectroscopie infrarouge et RAMAN. Figure issue de [Schrader \[2008\]](#).

Il existe deux modes de transition d'énergie associés à cet effet, appelés Stokes et anti-Stokes, illustrés par la Figure 2.15. Cela signifie que la molécule qui a absorbé le rayonnement se retrouve *in fine* dans un état d'énergie différent de son état initial. De manière générale, l'effet le plus intense est celui de Stokes, et c'est lui qui est observé lors d'analyses en spectroscopie RAMAN. Cette technique d'analyse utilise donc une seule longueur d'onde, *via* un laser, pour déterminer les différentes fréquences de vibration des liaisons moléculaires, relativement à la fréquence incidente, et ainsi caractériser la nature de l'échantillon étudié.

Cette étude en spectroscopie RAMAN a été motivée par certains comportements observés au sein du tambour tournant lors de notre étude expérimentale sur la poudre de glace. En effet, et cela sera décrit plus en détail dans la Section 3.2.2, au-delà d'une certaine température dans le tambour la poudre de glace change drastiquement de comportement, passant d'un écoulement cohésif à un comportement de type « boule de neige », à savoir un bloc consolidé qui se déplace uniquement comme un solide sans écoulement, lorsque la température dépasse 150 K soit environ -120 °C. Ce changement de comportement étant bien caractérisé et reproductible d'une mesure à l'autre, nous avons voulu vérifier si cette température ne correspondait pas à un changement d'état de notre glace, ou si nous ne formions pas une nouvelle espèce chimique par condensation autour de cette température à la surface de nos grains de glace. Un changement d'état aurait signifié une potentielle réorganisation des

2.2. CARACTÉRISATION OPTIQUE ET SPECTRALE

molécules de notre glace solide, qui aurait ainsi pu changer de morphologie et potentiellement aboutir à des phénomènes de re-cristallisation à la jointure entre les grains, tandis qu'un phénomène de condensation aurait pu créer une nouvelle espèce solide agissant comme un ciment entre les particules de glace. Trois hypothèses s'offraient donc à nous :

- Nos grains de glace, initialement amorphes, réorganisent leur structure moléculaire et deviennent cristallins autour de cette température critique.
- La glace est cristalline dès sa synthèse initiale, mais change d'un état cristallin à un autre au cours de la remontée en température (passant d'une glace cubique à hexagonale).
- Des hydrates de gaz, ou clathrates, qui sont des structures cristallines dont la charpente est constituée de molécules d'eau emprisonnant des molécules de gaz, se forment à pression ambiante autour de cette température, possiblement des hydrates d'azote.

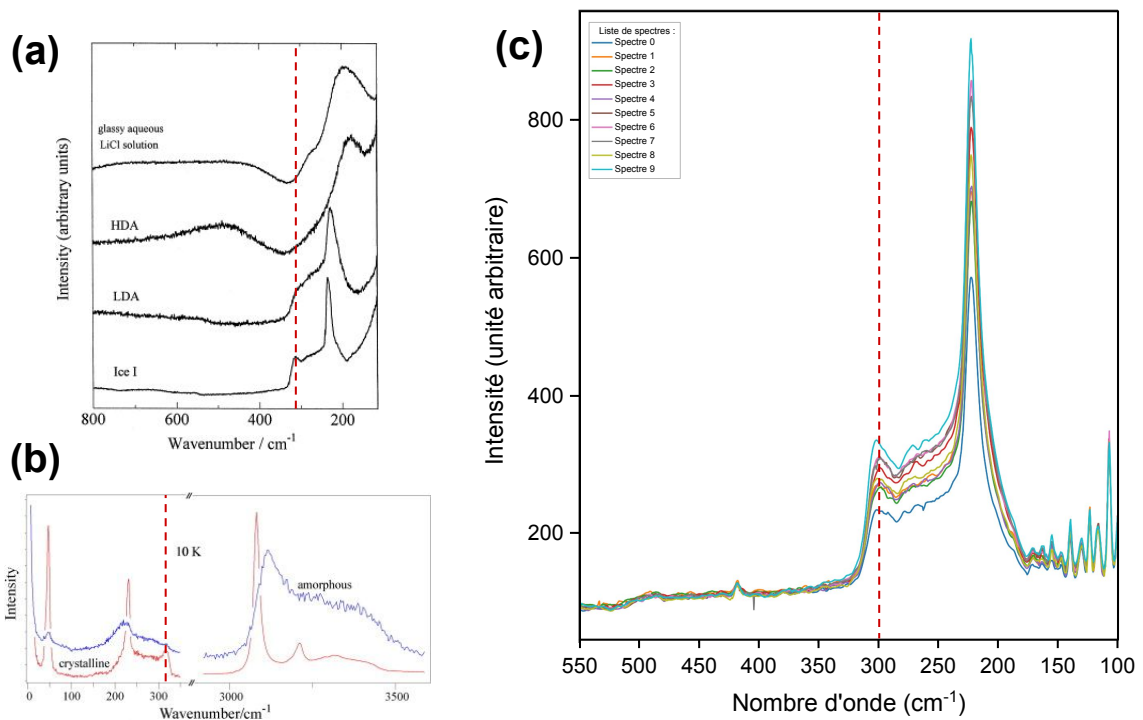


FIGURE 2.16 – (a) Comparaison de différents spectres obtenus par [Kanno et al. \[1998\]](#), avec les échantillons LDA et HDA représentant de la glace amorphe (*Low Density Amorphous* et *High Density Amorphous*), l'échantillon *Ice 1* représentant de la glace cristalline. (b) Comparaison de spectres RAMAN de glace amorphe (*amorphous*) et cristalline (*crystalline*) obtenus à 10 K par [Furić et Volovšek \[2010\]](#). (c) Spectres RAMAN de nos échantillons de glace poudreuse obtenus par Florian PICOT à 88 K. La position de la structure caractéristique de la glace cristalline est indiquée pour les trois figures.

Pour tester ces différentes hypothèses, dans le cadre du stage de Florian PICOT, une courte campagne de caractérisation en spectroscopie RAMAN a été menée, dont les résultats sont brièvement présentés ici. Afin de vérifier notre première hypothèse, les travaux de [Kanno et al. \[1998\]](#) et [Furić et Volovšek \[2010\]](#) nous donnent des indications sur les différences observables en spectroscopie RAMAN concernant la glace cristalline et amorphe.

Une structure particulière visible aux alentours de 300 cm^{-1} permet de distinguer ces deux matériaux, un pic caractéristique de la glace cristalline qui n'est pas visible pour la glace amorphe. Nous avons étudié cette zone lors de l'acquisition de ses spectres, à la température de 88 K soit -185 °C , car si de la glace amorphe est effectivement formée lors de la synthèse de nos grains, elle devrait être stable et exister à la température la plus basse possible. Les spectres acquis par Florian, mis en comparaison avec les spectres issus des travaux de [Kanno et al. \[1998\]](#) et [Furić et Volovšek \[2010\]](#), sont visibles en Figure 2.16. Ces résultats montrent que même à très basse température, cette structure caractéristique de la glace cristalline à environ 300 cm^{-1} est clairement visible sur les spectres acquis sur nos échantillons, ce qui signifie que lors de la synthèse de nos grains nous formons uniquement de la glace cristalline et non pas amorphe.

Pour valider ou invalider la seconde hypothèse qui a été posée, une comparaison de nos spectres RAMAN avec ceux acquis par [Celli et al. \[2020\]](#) a été réalisée. Cette étude par spectroscopie RAMAN avait pour objet le changement de phase de la glace cubique à hexagonale. Leur étude a permis d'observer un décalage de structures typiques de la glace cristalline à plusieurs positions précises lors du changement de phase, phénomène que nous pouvons tenter de reproduire sur nos échantillons. Il a donc été suivi une procédure de montée en température, afin de tenter de provoquer le changement de phase recherché. Un premier spectre de nos échantillons a été acquis à 90 K, puis l'échantillon a été chauffé jusqu'à une température maximale de 150 K, soit une température supérieure à celle pour laquelle les comportements anormaux apparaissent dans le tambour. Ainsi, si c'est bien cette transition de phase qui est responsable de ce changement, elle devrait avoir lieu lors de cette remontée en température, et ce de manière irréversible. L'échantillon est ensuite refroidi à nouveau à 90 K, et un nouveau spectre est acquis pour vérifier si un quelconque changement a eu lieu. Les résultats de cette opération sont renseignés dans le Tableau 2.3. Aucun décalage suffisant pour être associé à un changement de phase n'est visible pour ces structures caractéristiques, signe que ce dernier n'a pas eu lieu, et que dans tous les cas les échantillons que nous synthétisons restent d'une seule et même nature cristalline tout au long de nos expériences.

TABLE 2.3 – Comparaison des positions des bandes caractéristiques de la transition de phase entre glace cubique et hexagonale [[Celli et al., 2020](#)] pour des spectres acquis avant et après chauffage par Florian PICOT.

T (K)	Bandes caractéristiques du changement de phase			
	$100 - 500\text{ cm}^{-1}$		$2900 - 3600\text{ cm}^{-1}$	
90 (avant chauffage)	227, 12	308, 23	3091, 18	3215, 57
90 (après chauffage)	226, 56	307, 04	3090, 22	3215, 65

La dernière hypothèse est plus délicate à vérifier puisqu'elle s'intéresse à l'étude d'éventuels clathrates d'azote formés autour de nos grains de glace lors de la synthèse de nos échantillons, à cause de la présence d'azote liquide et atmosphérique. Ces clathrates particuliers sont difficiles à étudier dans le contexte terrestre car l'atmosphère est composée à environ 78 % d'azote gazeux, ce qui vient interférer dans la mesure de l'azote éventuellement piégé dans les clathrates. Ainsi, [Nna-Mvondo et al. \[2021\]](#) ont montré que l'azote gazeux de l'atmosphère et celui piégé dans les structures aqueuses n'avaient pas exactement

2.2. CARACTÉRISATION OPTIQUE ET SPECTRALE

la même signature en spectroscopie RAMAN, ce qui se traduit par un décalage du signal, de 2329 cm^{-1} pour l'azote atmosphérique à 2322 cm^{-1} pour l'azote piégé dans les clathrates. Nous avons tenté de mesurer la position exacte du pic de l'azote dans nos échantillons, mais ces résultats n'ont pas été concluants car le montage expérimental utilisé implique que le signal RAMAN est très certainement saturé par la signature de l'azote atmosphérique, ce qui empêche la mesure de l'éventuelle présence de clathrates. Cette hypothèse ne peut donc pour le moment être validée ou validée, à moins d'adapter le montage pour de futures études. Néanmoins, la réversibilité du comportement mécanique de nos poudres de glace lorsque la température est variée entre 90 et 150 K (voir Chapitre 3, Section 3.2.2) indique que le changement de cohésion observé n'est pas associé à la formation de clathrates sur la surface de nos grains.

2.2.3.2 Spectroscopie infrarouge

La spectroscopie infrarouge repose sur le même principe de spectroscopie vibrationnelle précédemment décrit, mais exploite une propriété différente de cette théorie, qui s'intéresse à l'excitation ciblée des molécules. En effet, sachant que différentes molécules présentant différentes géométries auront des modes vibratoires propres, exciter ces molécules à une fréquence particulière qui leur est caractéristique reviendra à faire vibrer les liaisons chimiques entre les atomes ou groupement d'atomes, et donc à changer les niveaux d'énergie des dites molécules (Figure 2.15). La molécule absorbe les photons qui ont une fréquence proche de la fréquence de résonance de la molécule en question, le spectre infrarouge réfléchi par le matériau sera donc « amputé » de cette partie du rayonnement qui a été absorbée, formant des bandes d'absorption caractéristiques. La spectroscopie infrarouge repose donc sur le principe d'absorption de certaines longueurs d'onde du rayonnement, qui sont propres à l'espèce considérée. Ainsi, cette méthode d'analyse permet d'identifier les espèces présentes dans notre échantillon en analysant les spectres dits d'absorption du rayonnement. Contrairement à la spectroscopie RAMAN, ici il faut émettre un rayonnement de fréquence proche de la fréquence de résonance de la molécule, ce qui signifie qu'il faut balayer une gamme de fréquence pour identifier toutes les espèces d'un échantillon. L'absorption de certaines longueurs d'onde par les molécules crée des « trous » dans le rayonnement réfléchi par l'échantillon, des bandes d'absorption qui nous permettent d'identifier nos espèces chimiques.

Certaines études démontrent que la spectroscopie infrarouge peut donner des informations pertinentes sur l'état de surface d'un matériau granulaire, qu'il s'agisse du sol pour des applications plus géologiques, ou d'une poudre pour des applications plus industrielles. Il est ainsi possible de déduire la composition chimique, mais aussi des paramètres plus mécaniques comme la taille des grains [Pasikatan et al., 2001]. Le principe de la spectroscopie infrarouge est également très utilisé dans l'étude des surfaces planétaires, car cette méthode permet de caractériser la composition chimique, mais également l'état physique des surfaces observées, et ce sur une large gamme d'échelles spatiales. Plus particulièrement, dans le cadre de l'étude des lunes de glace, les signatures spectrales infrarouge de la surface sont influencées par de nombreux paramètres de grande importance, notamment la température, mais aussi la granulométrie des matériaux de surface [Hansen et McCord, 2004; Taffin et al., 2012; Stephan et al., 2021]. Ces deux paramètres peuvent grandement influencer sur la mor-

phologie des bandes d'absorption infrarouge, ainsi ces données peuvent nous permettre de déduire des informations utiles sur l'état de surface des objets observés, leur mise en place, leur évolution, mais également de réaliser des cartes de la granulométrie et de la température à la surface des corps glacés par comparaison entre des données orbitales (par exemple les spectres de la surface d'Encelade acquis par la mission *Cassini*) et des spectres modèles obtenus en laboratoire, où les paramètres de température et de taille de grains peuvent être facilement contrôlés et déterminés [Jaumann et al., 2008; Taffin et al., 2012]. Taffin et al. [2012] ont pu produire de telles cartes de températures grâce à la spectroscopie infrarouge, qui concordent avec les données thermiques obtenues par *Cassini*, et les cartes de granulométrie ont confirmé la présence de plus gros grains de glace à proximité des fractures du pôle Sud d'Encelade, où l'activité cryovolcanique est présente et intense. Ainsi, il a pu être déduit que le matériel qui recouvre cette région est certainement issu de cette activité, et qu'il constitue donc un échantillon direct du potentiel océan sous-glaciaire, confirmant donc son fort potentiel exobiologique.

L'objectif principal de cette étude en spectroscopie infrarouge est d'obtenir des spectres de référence de poudres de glace dans des conditions contrôlées de température, tout en connaissant les paramètres géométriques des grains utilisés, telles que leur forme et leur taille. Ces spectres viendront ainsi alimenter une base de données de spectres de laboratoire, qui pourront être exploités par la suite pour mieux comprendre les effets de ces différents paramètres sur la réponse spectrale de la poudre de glace, mais également pour permettre des comparaisons aisées avec les données spectrales issues des missions spatiales. Ce travail a été effectué au cours de deux stages encadrés au LPG (et dont j'ai participé à l'encadrement), celui d'Ambre PRIOL, étudiante en BTS Systèmes Photoniques (en stage de Mai à Juillet 2021), et celui de Florian PICOT. Ces résultats ont été obtenus sur des échantillons de glace d'eau pure, mais d'autres données, acquises en collaboration avec Shuya TAN lors de son séjour de Octobre à Novembre 2022, ont été obtenues sur des échantillons de glace préparés par pulvérisation grâce à une solution d'eau pure dans laquelle nous avons dissous du sel de type NaCl (voir Chapitre 5).

Pour réaliser ces mesures, le LPG dispose de plusieurs équipements, celui qui a été utilisé pour les échantillons de poudre de glace pure est le Nicolet 5700 de Thermofisher, un spectromètre infrarouge à transformée de Fourier dont le fonctionnement ne sera pas détaillé dans ce document. C'est un outil qui permet de balayer une gamme de longueurs d'onde allant de 1 à 5 μm , ce qui correspond à du rayonnement proche voire moyen infrarouge, soit proches des gammes explorées par les instruments NIMS et VIMS à bord des sondes *Galileo* et *Cassini*. Ce spectromètre peut être utilisé en combinaison avec le système cryostatique décrit en Section 2.2.1, ce qui permet de réaliser des observations de nos échantillons à très basse température. Au cours du stage de Florian, nous avons mené plusieurs campagnes expérimentales afin d'observer l'influence de la température et de la taille des grains sur la signature spectrale de poudres synthétisées par pulvérisation et broyage. Des suspicions de contaminations par des corps étrangers de nos échantillons broyés nous obligent malheureusement à écarter ces résultats. Les résultats obtenus sur des échantillons pulvérisés seront décrits dans le Chapitre 5, Section 5.3.3.

2.3 Tambour tournant

Comme explicité en Section 1.1.3, le tambour tournant est un dispositif expérimental qui permet de caractériser des matériaux granulaires en écoulement dynamique, à différentes vitesses, afin d'étudier la manière dont ils s'écoulent. Il a également été utilisé dans des applications plus exotiques de sciences planétaires, afin d'étudier l'effet de la gravité sur un écoulement [Kleinhans et al., 2011]. Pour cette étude, il s'agit du dispositif majoritairement utilisé, qui a nécessité le plus de développements, et pour lequel une campagne d'acquisition de résultats complète a été réalisée. Cette section décrit le principe de fonctionnement détaillé d'un tel dispositif, le dispositif expérimental mis en place au cours de cette étude, avec la participation très active d'Erwan LE MENN, ingénieur de recherche CNRS au LPG, qui a développé et adapté la quasi-totalité du système, notamment la partie cryogénique détaillée en Section 2.3.3. Dans cette partie seront détaillées les caractéristiques techniques du dispositif, ainsi que les protocoles expérimentaux nécessaires pour l'acquisition et le traitement des données.

2.3.1 Principe de fonctionnement

Le tambour tournant est un dispositif classiquement utilisé dans l'étude de la rhéologie des poudres, notamment pour sa capacité à étudier l'écoulement dynamique d'un matériau granulaire. Cet instrument consiste classiquement en un cylindre creux plus ou moins long, placé à l'horizontale et dans lequel est disposé un matériau granulaire à étudier. Ce cylindre, appelé tambour, est ensuite mis en rotation à différentes vitesses, ce qui met en mouvement le matériau granulaire à l'intérieur, qui se met donc à s'écouler selon différents régimes en fonction de la vitesse de rotation appliquée. L'étude de cet écoulement, observé par la tranche du tambour, permet d'extraire différentes grandeurs, comme le volume des grains impliqués dans le mouvement, l'angle de repos dynamique (à savoir l'angle moyen de la pente de l'écoulement lorsque ce dernier est stabilisé), les irrégularités de la surface, la forme adoptée par les particules en mouvement, ou encore la façon dont la poudre s'écoule, qualifiée de régime d'écoulement [Castellanos et al., 1999; Lumay et al., 2012]. Ces valeurs permettent de caractériser certaines propriétés des poudres, notamment la cohésion qui est le principal objectif de cette expérience dans le cadre de cette étude. Plusieurs systèmes commerciaux existent pour des dispositifs de tambours tournants, c'est le cas notamment du système GranuDrum de la société Granutools, qui permet d'étudier les surfaces d'écoulement de poudres ainsi que leurs irrégularités, ou du système AeroFlow de la société TSI, qui permet d'effectuer des statistiques sur la fréquence des avalanches au sein d'un tambour tournant [Kaye et al., 1995].

L'avantage du tambour tournant est que les comportements de matériaux classiques sont bien connus et détaillés, et qu'ils peuvent être retrouvés facilement même dans des tambours expérimentaux de dimensions différentes. En effet, les régimes d'écoulement observés et décrits dans la littérature ont été cartographiés selon deux critères, le nombre de Froude rotationnel, et le degré de remplissage du tambour [Mellmann, 2001]. Le nombre de Froude rotationnel, noté Fr , est un nombre sans dimension qui permet de s'affranchir de la dimension réelle du tambour lors de la conception d'une expérience. Il est défini comme le rapport

entre la force centrifuge dans le tambour et la force de gravité,

$$Fr = \frac{\omega^2 R_{tambour}}{g}, \quad (2.1)$$

avec ω la vitesse de rotation angulaire du tambour, $R_{tambour}$ le rayon du cylindre, g la gravité. Ainsi, ce paramètre permet d'annuler l'effet de la taille du tambour car, à degré de remplissage égal, deux tambours de tailles différentes verront en leur sein le même comportement, si leur nombre de Froude est similaire. Ainsi, pour contrebalancer une taille de tambour différente, seule la vitesse de rotation du cylindre doit être ajustée. Cela permet de décrire avec précision tous les comportements d'écoulement observés habituellement, et ce peu importe le dispositif expérimental utilisé. C'est grâce à ce nombre sans dimension que nous pouvons par la suite imaginer un tambour tournant d'échelle relativement restreinte, afin d'à la fois nous accommoder des petites quantités d'échantillon que nous produisons, mais également du dispositif de refroidissement que nécessiterait un système de tambour tournant de grande dimension.

2.3.1.1 Régimes d'écoulement pour les matériaux faiblement cohésifs

Classiquement, les régimes d'écoulement observés et décrits dans la littérature le sont pour des matériaux faiblement cohésifs, voire considérés comme non cohésifs. Ce sont en effet, en opposition aux matériaux cohésifs qui seront mentionnés dans la prochaine sous-section, les seuls milieux granulaires où des comportements typiques et reproductibles ont été observés et décrits au sein d'un tambour tournant. Mellmann [2001] et Barletta et al. [2019] ont décrit avec précision ces différents régimes d'écoulement, qui dépendent à la fois du nombre de Froude précédemment explicité, mais aussi du degré de remplissage du tambour qui est un critère très important. Le Tableau 2.4, directement extrait de Mellmann [2001], résume schématiquement les différents régimes d'écoulement, et précise à quels nombres de Froude et taux de remplissage il est possible de retrouver ces régimes.

Pour des poudres non cohésives, il existe ainsi sept régimes principaux, plus ou moins utiles d'un point de vue industriel, et divisés en trois principales catégories. Ces régimes correspondent à des comportements particuliers du matériau granulaire, dont les particules sont ainsi mises en mouvement selon des schémas précis.

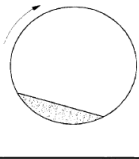
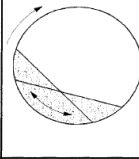

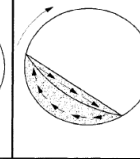
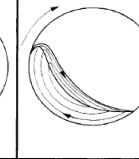
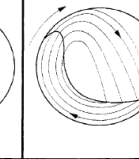
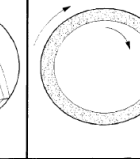
Régimes de glissement (*Slipping motion*)

Ce genre de mouvement est assez peu intéressant dans le cadre de notre étude car il ne met pas en jeu un écoulement des grains à proprement parler, et n'intervient que pour des vitesses de rotation extrêmement faibles, pour $0 < Fr < 10^{-4}$.

- **Sliding** : ce mouvement est caractéristique de faibles vitesses de rotation et d'un faible taux de remplissage, inférieur à 10 %. Il consiste simplement en un glissement de la poudre sur le fond du tambour en un mouvement uniquement solide, sans mouvement relatif des grains les uns par rapport aux autres. Ce bloc de poudre qui glisse sur le fond du tambour est relativement stable, et il n'y a pas d'écoulement visible.

2.3. TAMBOUR TOURNANT

TABLE 2.4 – Récapitulatif des différents régimes d'écoulement pour des poudres non cohésives, extrait de Mellmann [2001].

Basic form	Slipping motion		Cascading ("tumbling") motion			Catacting motion	
Subtype	Sliding	Surging	Slumping	Rolling	Cascading	Catacting	Centrifuging
Schematic							
Physical process	Slipping		Mixing			Crushing	Centrifuging
Froude number Fr [-]	$0 < Fr < 10^{-4}$		$10^{-3} < Fr < 10^{-3}$	$10^{-4} < Fr < 10^{-2}$	$10^{-3} < Fr < 10^{-1}$	$0.1 < Fr < 1$	$Fr \geq 1$
Filling degree f [-]	$f < 0.1$	$f > 0.1$	$f < 0.1$	$f > 0.1$		$f > 0.2$	
Wall friction coeff. μ_w [-]	$\mu_w < \mu_{w,c}$	$\mu_w \geq \mu_{w,c}$	$\mu_w > \mu_{w,c}$			$\mu_w > \mu_{w,c}$	
Application	no use		Rotary kilns and reactors; rotary dryers and coolers; mixing drums			Ball mills	no use

- **Surging** : ce mouvement est très similaire au précédent, à savoir un glissement global d'un bloc de poudre non consolidé, mais qui ne s'écoule pas à cause de trop faibles vitesses de rotation. La seule différence ici repose sur le degré de remplissage du tambour qui excède 10 %, ce qui permet d'appliquer suffisamment de contraintes sur le matériau pour donner naissance à un mouvement de va-et-vient solide. Le bloc de poudre est emporté par le tambour, avant de glisser d'un seul ensemble contre la paroi lorsque la contrainte excède la valeur du frottement avec les parois, en un mouvement de balancier caractéristique.

Ces deux régimes, s'ils existent dans la problématique des tambours tournants, sont assez peu étudiés car peu utiles dans l'industrie, étant donné qu'ils ne mettent pas en jeu un écoulement de grains mais plutôt un mouvement solide et sont donc peu sensibles aux propriétés du matériau granulaire. Pour ces raisons, ils sont également peu intéressants pour notre étude, et ne seront pas considérés par la suite.

Régimes de cascade (*Cascading/tumbling motion*)

Ces régimes sont bien plus intéressants dans le cadre d'une étude dynamique car ils mettent clairement les grains en mouvement, et sont généralement utilisés dans des cadres industriels pour le mélange de particules. La vitesse de rotation est ici intermédiaire, et une distinction est faite en fonction du taux de remplissage du tambour, qui donne lieu à différents régimes d'écoulement.

- **Slumping** : ce régime est une transition entre l'absence d'écoulement des régimes précédents, et les mouvements plus énergétiques décrits dans la suite. Il intervient pour des vitesses relativement faibles, $10^{-5} < Fr < 10^{-3}$, mais il s'agit d'un écoulement véritable. Nous retrouvons ici le mouvement de balancier apparent observé dans le

cadre du régime *surging*, mais cette fois-ci, lorsque le bloc de poudre atteint son élévation maximale dans le tambour, le sommet de ce dernier se détache pour former une avalanche, et les grains viennent se déposer à la base du bloc. Ce régime oscille ainsi entre deux angles extrêmes [Liu et al., 2005], l'angle maximal correspondant à l'angle de repos statique [Barletta et al., 2019].

- **Rolling** : lorsque la vitesse de rotation augmente, avec $10^{-4} < Fr < 10^{-2}$, l'écoulement se stabilise en un mouvement uniforme comprenant deux régions distinctes. La partie supérieure de la poudre s'organise en une couche active qui porte l'écoulement, les grains agissent quasiment comme un liquide et peuvent s'écouler librement. En profondeur, en revanche, nous retrouvons un mouvement solide, un corps rigide formé par les particules qui se déplacent à la même vitesse que la rotation du tambour. La surface du matériau est plane, et son angle correspond à l'angle de repos dynamique.
- **Cascading** : pour des vitesses encore plus élevées, nous conservons certes cette distinction entre une couche d'écoulement et un bloc solide, mais la forme du lit poudreux change. En effet, lorsque la vitesse de rotation est suffisamment élevée ($10^{-3} < Fr < 10^{-1}$), les particules sont emportées plus efficacement par les parois du tambour, et commencent donc à s'écouler à un point plus élevé que précédemment, ce qui donne cette forme en « S » caractéristique de ce régime [Taberlet et al., 2006], et visible dans le Tableau 2.4.

Ces trois régimes sont certainement les plus intéressants dans le cadre de notre étude car ils correspondent à des régimes où l'écoulement existe et où des couches différentes sont visibles, tout en gardant un échantillon cohérent et des grains en contact les uns avec les autres, ce qui n'est pas forcément le cas pour des vitesses de rotation et des énergies plus élevées. Ainsi, ils nous serviront de références pour la sélection de nos vitesses de rotation expérimentales sur des poudres cohésives, afin d'aider à la comparaison avec des comportements connus pour des poudres non cohésives.

Régimes de cataracte (*Cataracting motion*)

Ces deux derniers régimes correspondent à des cas plus énergétiques, avec des vitesses de rotation suffisamment élevées pour séparer les grains les uns des autres dans l'espace du tambour. De par leur utilisation industrielle particulière, et la difficulté d'étudier des particules individuelles suivant des trajectoires balistiques au sein du tambour, ces régimes ne seront pas exploités dans notre étude.

- **Cataracting** : ce mouvement est la continuité logique du mouvement précédent, exacerbé par une vitesse de rotation plus élevée, $0,1 < Fr < 1$. Ici, les grains, emportés par le tambour, acquièrent suffisamment de vitesse pour se détacher du corps principal lorsqu'ils atteignent le sommet du lit de poudre, et ils se retrouvent donc en chute libre dans l'espace du tambour, suivant une trajectoire balistique avant de retomber à la base du lit en une pluie de particules, comme illustré par le Tableau 2.4. De par ces processus d'éjections de grains et d'impacts, ce régime est généralement utilisé dans l'industrie pour des protocoles de broyage, où des particules lourdes sont utilisées dans des dispositifs de moulins à billes pour impacter un matériau plus tendre et venir le broyer finement par chocs successifs.

2.3. TAMBOUR TOURNANT

- **Centrifuging** : ce mouvement apparaît lorsque la vitesse de rotation est suffisamment élevée pour excéder $Fr \geq 1$, ce qui signifie mathématiquement que la force centrifuge est plus importante que la gravité. Cela se manifeste par une centrifugation du matériau, qui se retrouve plaqué contre les parois du tambour, sans aucun écoulement possible. Ce régime n'a donc que peu d'intérêt pour notre étude, et il ne sera jamais considéré.

De par leur difficulté de suivi et d'analyse et les cas très particuliers qu'ils représentent, ces deux régimes précédents ne seront pas considérés dans le cadre de cette étude.

2.3.1.2 Comportement des matériaux cohésifs

Les régimes d'écoulement décrits précédemment, s'ils sont bien définis pour les poudres faiblement ou non cohésives, ne sont pas aussi évidents dès lors que nous nous intéressons à des matériaux pour lesquels la cohésion joue un rôle significatif. En effet, comme cela avait déjà été évoqué dans la Section 2.1.4, les pentes formées par des matériaux cohésifs lors de la simple formation d'un tas au repos sont bien plus élevées que pour des milieux peu cohésifs, et les surfaces ainsi formées sont également bien plus irrégulières. Le même phénomène est observable dans le système du tambour tournant, car plus les matériaux sont cohésifs, plus ils auront de mal à s'écouler librement, ce qui va changer complètement les régimes observés, jusqu'à les faire complètement disparaître pour des poudres très cohésives. Ainsi, lorsque la cohésion augmente, l'écoulement sous forme d'avalanches successives, plus ou moins fréquentes selon la vitesse de rotation du tambour, devient la norme, et les écoulements continus décrits pour les poudres non cohésives ne sont plus visibles. Les écoulements les plus impactés sont les régimes apparaissant pour les vitesses de rotation intermédiaires, à savoir le mouvement de *slumping*, *rolling* ou *cascading*. Le niveau de cohésion du matériau va changer l'influence de la vitesse de rotation sur l'écoulement du matériau [Castellanos et al., 1999]. Il est toujours possible pour ces matériaux de retrouver les cas extrêmes de glissement d'ensemble du bloc de poudre, tout comme les phénomènes de centrifugation, mais encore une fois ces régimes sont peu intéressants pour la caractérisation d'un écoulement.

De par la nature du matériau et de l'écoulement, qui se manifeste par des avalanches successives, les surfaces d'écoulement de matériaux cohésifs sont bien plus irrégulières que celles des matériaux non cohésifs [Lumay et al., 2012], avec des blocs qui roulent et qui se cassent, des creux qui se forment dans les zones d'arrachement du matériau. De même, les angles de la surface d'écoulement, qui est stabilisée par les forces cohésives qui entrent en jeu dans de tels milieux, sont plus élevés que dans le cas de matériaux non cohésifs, ce qui amène finalement à faire une distinction marquée entre ces deux milieux. De plus, dans un tambour tournant, les matériaux granulaires cohésifs peuvent former des avalanches brutales et limitées dans leur durée, créant des écoulements sur des tranches temporelles réduites, là où le reste du mouvement s'effectue de manière solide avec les particules qui sont entraînées par la rotation du tambour. Les pentes évoluent entre deux *extrema*, elles augmentent de manière continue jusqu'à un angle maximal, au-delà duquel ont lieu la rupture et l'avalanche, où un bloc complet de matériau se détache pour aller se déposer au pied du lit de poudre, faisant drastiquement diminuer l'angle de la surface jusqu'à une valeur minimale. De par la nature de cet écoulement, sous forme de blocs et selon des plans de rupture nets et précis, la surface du matériau poudreux est également très irrégulière, en opposition à un matériau

non cohésif qui exhibe plutôt des surfaces d'écoulement lisses et planes.

2.3.1.3 Objectifs de l'expérience

La campagne expérimentale que nous avons réalisée se base sur les principes décrits précédemment pour tenter de déterminer le degré de cohésion des échantillons analysés. En théorie, l'analyse des surfaces d'écoulement au sein d'un tambour tournant de dimensions fixées et connues devrait donner des informations sur la cohésion de l'échantillon. En effet, comme mentionné précédemment, la pente moyenne de la surface d'écoulement du matériau granulaire étudié dépend, entre autres, de la cohésion de ce matériau : pour des grains de caractéristiques morphologiques similaires (taille et forme), c'est la cohésion intrinsèque du matériau qui va générer des angles de repos dynamiques plus élevés. De la même manière, les irrégularités de la surface d'écoulement donnent des indications fortes sur le degré de cohésion de nos poudres, que nous pouvons ainsi facilement comparer les unes avec les autres.

Ainsi, le principe de base de notre campagne expérimentale repose sur la quantification des angles et des irrégularités des surfaces d'écoulement de différents échantillons, glacés ou non, à l'aide de l'analyse d'images de nos poudres en rotation au sein d'un tambour, comme cela est classiquement réalisé avec ce dispositif expérimental [Lumay et al., 2012]. Ces quantifications permettront de comparer, relativement parlant, le comportement cohésif de différents analogues aux régolithes des lunes de glace, en les rapprochant d'échantillons de référence non glacés. Pour des comparaisons aisées, la gamme de vitesse sur laquelle nous effectuons nos analyses s'appuie sur les régimes d'écoulement intermédiaires observés pour des poudres non cohésives, à savoir entre le *rolling* et le *cascading* (voir Section 2.3.5), afin d'avoir des points de référence pour quantifier convenablement le comportement de matériaux cohésifs. Nous avons également dû adapter ce système de tambour tournant à des conditions extrêmes de températures, puisque ce dispositif a été pensé pour permettre de s'approcher, grâce à une circulation d'azote liquide, au plus près des conditions de température qui règnent à la surface des lunes de glace. Ainsi, la mesure de la cohésion de nos échantillons peut se faire à différentes températures, afin de quantifier l'influence de ce paramètre sur le comportement d'analogues aux régolithes de glace.

2.3.2 Caractéristiques techniques et dimensionnement

Le système de tambour tournant développé au LPG par Erwan LE MENN s'inspire de dispositifs déjà existants comme le tambour tournant développé par la société Granutools, le GranuDrum, et dont le fonctionnement a déjà été éprouvé dans plusieurs études précédentes [Lumay et al., 2012; Shi et al., 2020; Windows-Yule et Neveu, 2022]. Il s'agit d'un cylindre creux entièrement en laiton, avec une zone échantillon de 64 mm de diamètre pour 16,4 mm de profondeur. Le tambour est composé de deux parties, le corps massif qui va contenir notre échantillon, et le couvercle, lui aussi en laiton, qui vient simplement fermer le dispositif. Le tambour est pensé pour être illuminé par l'arrière, afin de nous assurer, lors de l'acquisition et du traitement des données, d'avoir un contraste suffisant entre la poudre insérée dans le système et l'air dans le tambour. Ainsi, afin d'assurer une illumination uniforme sur toute la

2.3. TAMBOUR TOURNANT

surface utile du tambour, la vitre arrière de ce dernier est en polycarbonate semi-opaque pour diffuser notre source de lumière. La vitre avant, elle, est en polycarbonate transparent.

Suite à différents essais de plusieurs prototypes, la solution décrite précédemment est celle qui a été retenue de par les contraintes environnementales que nous plaçons sur le dispositif. En effet, l'objectif de ces mesures en tambour tournant est de pouvoir quantifier le comportement de la poudre de glace à très basse température, au plus proche des conditions de surface des lunes de glace. Ainsi, le montage doit pouvoir résister à des températures de l'ordre de -200 °C au minimum, ce qui pose de très fortes contraintes mécaniques sur les matériaux que nous utilisons. Initialement nous disposions d'un premier prototype de tambour en deux parties réalisées dans deux matériaux différents, un corps en laiton et un couvercle en aluminium, de mêmes dimensions que notre tambour actuel. Le système de fermeture de ce dispositif nécessitait de visser le couvercle dans le corps, mais la contraction thermique différente des matériaux à très basse température rendait l'opération compliquée, voire impossible. De la même manière, nos vitres, initialement en verre, ont fait face à des problèmes de casse sous la pression engendrée par la contraction des matériaux, et leur système de fixation par simple collage a rapidement montré ses limites, car nous avons fait face à de nombreux détachements à très basse température. De plus, le verre et les particules de glace ont montré une forte adhésion [Makkonen, 2012], ce qui a motivé le choix d'un autre matériau moins adhésif pour les vitres de notre tambour, comme le polycarbonate [Murase et Nanishi, 1985].

Pour toutes les raisons évoquées précédemment, nous avons changé le système du tambour tournant pour plus de praticité expérimentale, et pour éviter les pannes à répétition. Ainsi, le tambour, s'il est toujours composé de deux parties distinctes, a été usiné dans un matériau unique afin d'éviter les phénomènes de contraction thermique différentielle. Il ne se ferme plus grâce à un système de vissage, mais simplement un système de « quart de tour ». Le couvercle dispose de rainures dont la largeur est suffisante pour laisser passer des vis, qui sont elles accrochées au corps du tambour, et par simple mouvement de coulisse le couvercle vient se mettre en position fermée. Le serrage des vis permet ensuite de le maintenir en place en faisant pression sur des épaulements présents dans les rainures. La fixation des vitres a également été repensée, elles ne sont désormais plus collées mais verrouillées par un système de vis afin de les maintenir en place dans leur logement. Cela permet une plus grande liberté de mouvement lors de la contraction thermique du système, tout en permettant un remplacement plus facile dans l'éventualité d'une casse. Une représentation 3D, ainsi que des photos réelles du montage expérimental détaillé dans cette section, sont disponibles en Figure 2.17 avec l'ensemble des éléments légendés.

2.3.3 Système de contrôle de la température

Comme cela a déjà été explicité, nous souhaitons pouvoir réaliser des mesures en tambour tournant à très basse température pour s'approcher des conditions régnant à la surface des lunes de glace. Pour cela, nous devons adapter le système simple du tambour que nous avons développé, afin de pouvoir le refroidir à des températures extrêmes, mais également pour pouvoir réaliser des mesures à des températures intermédiaires. Pour cela, nous avons développé un système de refroidissement adapté aux dimensions de notre tambour, qui vient

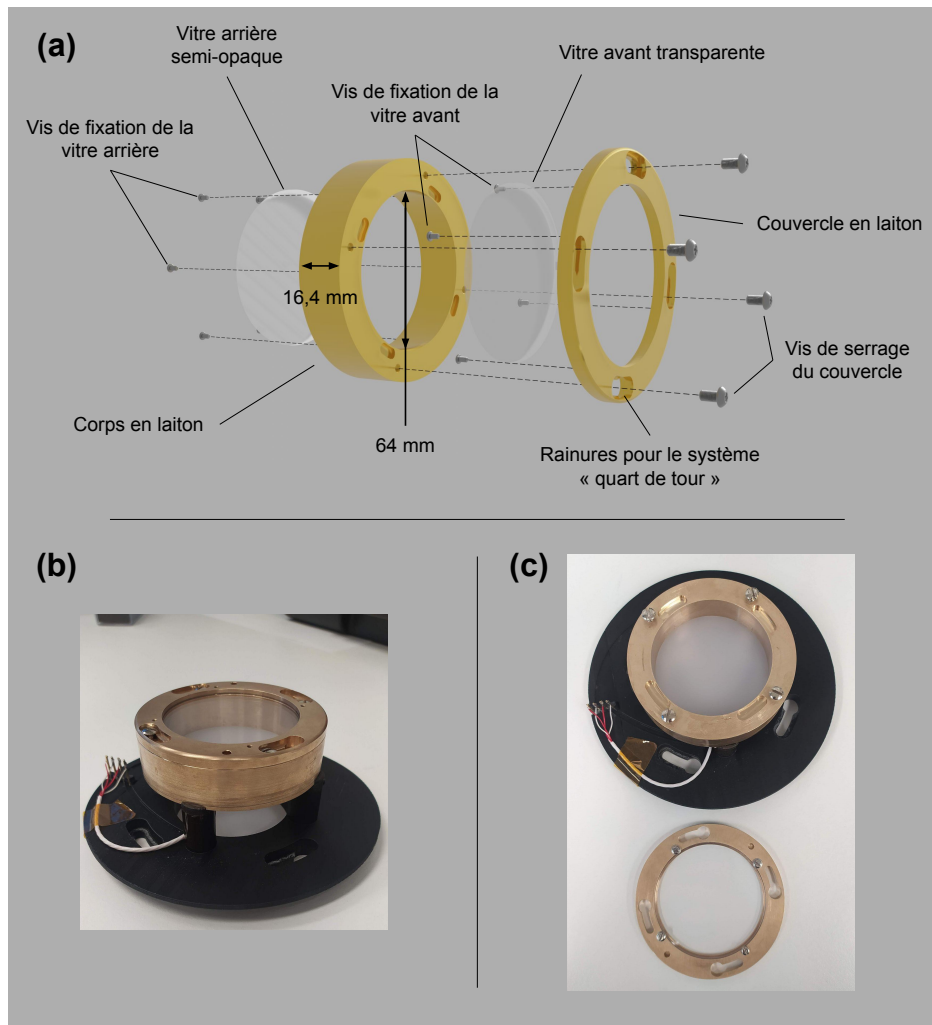


FIGURE 2.17 – Représentation 3D du tambour tournant expérimental en vue éclatée (a) afin de mettre en évidence les différents éléments constitutifs du montage. Deux photos du tambour expérimental réel sont également mises à disposition, en position fermée (b) et ouverte (c).

refroidir ce dernier par l'extérieur.

La première chose à savoir est que, de base, notre tambour expérimental est placé dans une chambre froide à -25 °C , ce qui signifie que sa température est dans tous les cas négative. Pour atteindre des températures plus basses, nous avons développé un refroidisseur externe à l'azote liquide. Il s'agit d'une pièce en cuivre creuse, à l'extérieur de laquelle a été enroulé et soudé un tuyau de petites dimensions, en cuivre également, enroulé plusieurs fois autour du refroidisseur afin de maximiser les échanges thermiques. Ce tuyau est relié, d'un côté à un réservoir d'azote liquide, de l'autre à une pompe, à l'aide de jonctions flexibles. Lorsque la pompe est en marche, elle permet de faire circuler de l'azote liquide dans le système, qui refroidit ainsi la pièce en cuivre jusqu'à des températures proches du liquide cryogénique, à savoir environ -196 °C . Le débit d'azote peut être contrôlé grâce à une vanne pointeau qui permet de réguler l'ouverture du tuyau relié à la pompe.

2.3. TAMBOUR TOURNANT

Ce système de refroidissement vient coiffer le tambour lorsque ce dernier est accroché au dispositif de mise en rotation (décrit en Section 2.3.4). Ainsi, lorsque le tambour est en rotation, le système de refroidissement reste fixe grâce à un support, mais le corps en laiton du tambour est en contact direct avec la partie froide en cuivre, et le système est refroidi par conduction. En opposition à ce système de refroidissement, nous avons également installé des résistances chauffantes, fixées sur la pièce en cuivre grâce à un ciment réfractaire. Il s'agit de deux résistances de type FIREROD *cartridge heater* de la société Watlow, installées à l'opposé l'une de l'autre sur le refroidisseur, de 20 Watts chacune, et dont la puissance est contrôlable grâce au courant qui leur est apporté. Ces éléments chauffants, combinés à la vanne de régulation du débit d'azote liquide, permettent d'équilibrer le rapport refroidissement/chauffage afin d'atteindre des paliers de température stables, pour lesquels nous pouvons effectuer des mesures précises en tambour tournant. À des fins d'illustration, une représentation 3D de la géométrie du refroidisseur (sans son support) et de son positionnement autour du tambour tournant est fourni en Figure 2.18.

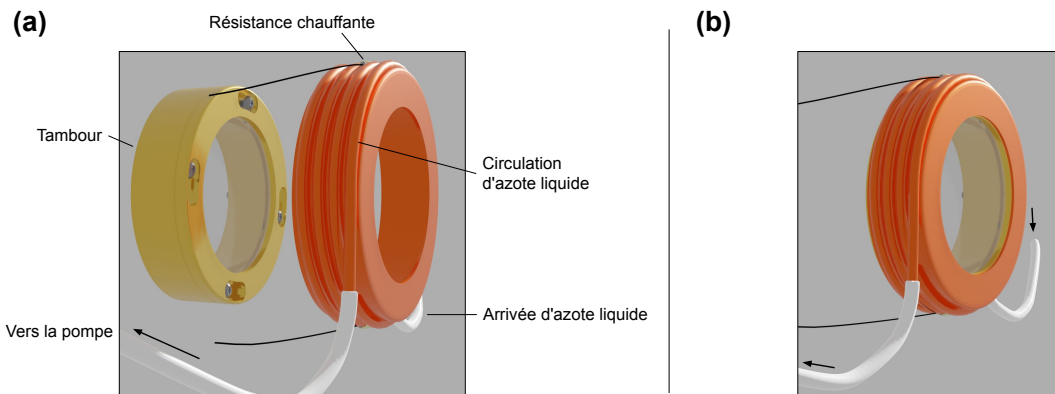


FIGURE 2.18 – Représentation 3D du refroidisseur et de ses différents éléments constitutifs (a), ainsi que de son positionnement autour du tambour tournant (b). Le refroidisseur est représenté ici sans son support pour plus de clarté.

2.3.4 Systèmes externes

Si le fonctionnement général et les caractéristiques techniques du dispositif de tambour tournant sont désormais établis, le tambour à lui seul ne permet pas de réaliser une campagne complète, et doit être complété par d'autres systèmes, notamment de mise en rotation, d'acquisition d'images, et de contrôle. Ce sont ces différents éléments que nous décrivons dans cette sous-section.

2.3.4.1 Platine de rotation

Afin de mettre en mouvement notre tambour, nous avons besoin d'une platine rotative qui puisse accueillir notre dispositif expérimental, et qui dispose d'une gamme de vitesses

de rotation suffisante pour couvrir les vitesses nécessaires à l'exploration de tous les régimes d'écoulement précédemment décrits. Dans le cadre de notre dispositif, d'un diamètre de 64 mm, afin d'observer tous les régimes décrits par Mellmann [2001], il nous faut couvrir une gamme de nombres de Froude allant de $Fr = 10^{-5}$ à $Fr \geq 1$, ce qui signifie, d'après l'Équation 2.1 que nous devons être capable de faire tourner notre tambour entre $\omega = 0,53$ RPM et $\omega = 167,20$ RPM.

Face à ce besoin de versatilité, nous avons décidé d'opter pour une platine de rotation Zaber X-RSB120AD, un outil disposant d'une grande variété de fixations, idéal pour notre tambour, et qui permet de parcourir des vitesses de rotation allant jusqu'à $\omega = 500$ RPM, avec une grande précision. Cette platine possède également une large ouverture en son centre, ce qui sera utile pour l'éclairage de notre dispositif expérimental, comme cela sera décrit par la suite. Enfin, l'un des avantages considérables de cet outil est la possibilité d'entièrement le programmer en termes de vitesses et de sens de rotation, en utilisant des commandes simples sous Python. Grâce à cette possibilité, nous sommes ainsi capables de programmer des séquences complètes de rotation, afin d'automatiser l'acquisition des données expérimentales.

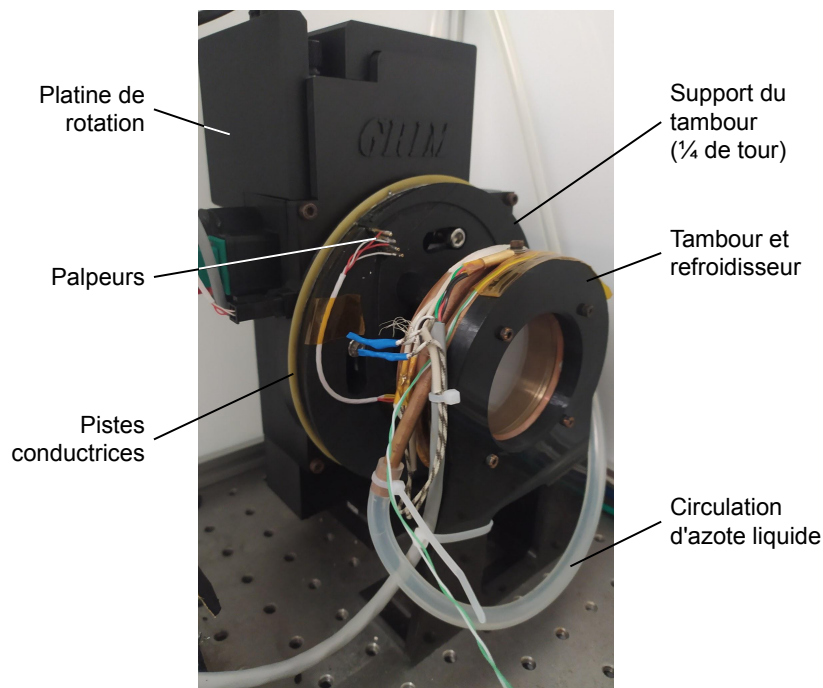


FIGURE 2.19 – Photo d'illustration légendée du tambour et de son refroidisseur montés sur la platine de rotation.

Notre tambour tournant est fixé à cette platine à l'aide d'un support réalisé en impression 3D, qui se verrouille grâce à un système de rainures similaire au système « quart de tour » développé pour la fermeture du couvercle du tambour. Le support comporte quatre colonnes de 2,3 cm de hauteur, sur lesquelles vient se visser notre tambour. La platine en elle-même est placée à la verticale, sur un support destiné à la maintenir en place durant l'acquisition des données, lui-même fixé sur un banc optique (Figure 2.19).

2.3. TAMBOUR TOURNANT

2.3.4.2 Acquisition d'images

Les mesures en tambour tournant reposent sur l'analyse d'images afin de déterminer les angles et les irrégularités de la surface d'écoulement. Nous souhaitons réaliser des analyses fines sur cette interface, nous avons donc besoin d'une qualité d'image suffisamment élevée pour capturer suffisamment de détails. Nous avons donc opté pour une caméra couleur permettant une prise d'images à haute résolution (2440×2048 pixels), et à des vitesses d'acquisition allant jusqu'à 75 images par seconde, la caméra Basler acA2440-75uc. C'est un dispositif qui se connecte simplement en USB-3 sur un ordinateur, et qui peut être contrôlé par un logiciel propriétaire appelé Pylon, qui permet de changer la configuration complète de l'instrument, comme la fréquence d'acquisition des images ou encore le temps d'exposition.

Un autre avantage de cet appareil est la possibilité de le programmer grâce à une bibliothèque Python, ce qui permet de choisir nous-mêmes les prises d'images et de les automatiser à l'envie. Ainsi, sachant qu'il est également possible de programmer de la même façon la platine tournante décrite précédemment, nous pouvons combiner ces deux éléments dans un même script, afin de synchroniser les prises de vue avec la rotation du tambour, pour une acquisition des données efficace et reproductible à chaque mesure, sans avoir besoin d'une quelconque intervention de l'utilisateur.

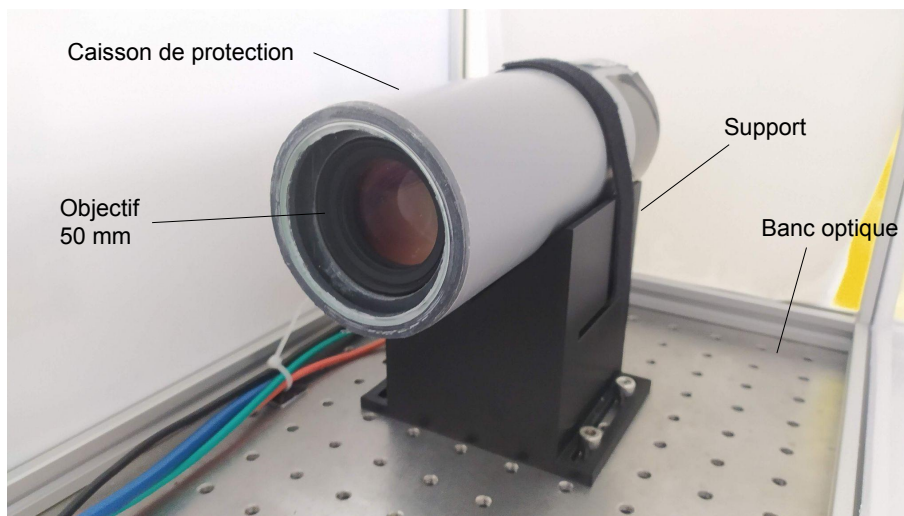


FIGURE 2.20 – Photographie légendée du montage de la caméra, insérée dans son caisson de protection avec son objectif.

Pour une prise de vue optimale sans effet de perspective ni de décalage de la ligne de visée, le tambour et la caméra doivent être alignés. Afin de limiter les effets de perspective sur les images, nous avons monté sur la caméra un objectif avec une ouverture de 50 mm, qui permet de capturer l'ensemble de la surface utile de notre tambour, tout en réduisant drastiquement les déformations liées à la géométrie du système. Cet objectif permet également d'augmenter la quantité de lumière captée par la caméra. L'ensemble du montage est enfermé dans un caisson cylindrique hermétique pour des raisons de préservation du matériel (explicitées dans la prochaine sous-section), fermé à une de ses extrémités par une vitre en verre, afin de permettre une prise d'images claire. Ce caisson est ensuite accroché à un sup-

port pour placer la caméra à la hauteur correspondante à celle du tambour, et le tout est fixé au même banc optique accueillant la platine de rotation et le tambour avec son refroidisseur. Une photographie du montage est visible en Figure 2.20.

Afin d'assurer une acquisition claire, ainsi qu'un contraste suffisant entre la poudre et le volume libre dépourvu de matériau au sein du tambour, nous avons opté pour une solution d'éclairage par l'arrière du tambour, alors que la caméra est placée devant ce dernier, comme cela est le cas pour le dispositif commercial du GranuDrum. Sachant qu'initialement nous ne disposions pas d'une vitre diffusante pour le tambour, nous avons opté pour une source de lumière collimatée, c'est-à-dire que tous les rayons lumineux émergent de cette source sont parallèles entre eux. Ce type d'éclairage est classiquement utilisé dans des processus industriels de contrôle qualité, afin d'analyser le contour d'objets complexes en s'affranchissant des effets d'éclairages parasites, ce qui correspondait parfaitement à notre cas d'étude car nous voulions décrire avec précision la surface de notre matériau poudreux. Nous avons ainsi fait l'acquisition d'un panneau d'éclairage à LED qui génère une lumière collimatée (Metaphase lighting technologies 2×2 pouces, référence MB-CBL2x2-W-24Z). Ce panneau est fixé derrière la platine de rotation, et la lumière peut ainsi passer à travers l'ouverture au centre de cette dernière, ce qui permet un éclairage uniforme de la zone utile de notre dispositif tournant, et assure ainsi un contraste suffisant lors de la prise d'images par la caméra. Nous avons également ajouté à l'arrière de notre tambour une vitre dépolie, afin de diffuser la lumière arrivant par la source d'éclairage, et nous assurer une illumination relativement uniforme sur toute la surface utile du tambour.

2.3.4.3 Suivi et contrôle des éléments constitutifs

De par les conditions environnementales que nous souhaitons imposer au système, à savoir des températures extrêmement basses au niveau du tambour, afin d'éviter toute condensation excessive sur le dispositif nous avons placé l'ensemble de nos éléments (la platine de rotation, le tambour avec son refroidisseur, la caméra et l'éclairage, tous fixés sur le banc optique) en chambre froide à une température moyenne de -25 °C. L'air ambiant de la chambre est séché, mais l'absence d'humidité n'est pas garantie, aussi sachant que notre refroidisseur, lorsqu'il est mis en marche, correspond au point le plus froid de cet environnement, l'humidité résiduelle va préférentiellement se condenser sur cet élément, ce qui risque de poser des problèmes lors de l'acquisition de nos données. Pour limiter ce phénomène, nous avons fermé l'ensemble de notre montage de tambour tournant dans un caisson avec des vitres en plexiglas, afin de l'isoler de l'ambiance extérieure, et nous disposons dans cette enceinte un matériau déshydratant, des billes de Silica Gel destinées à absorber au maximum l'humidité atmosphérique. Ce faisant, lorsque le refroidisseur est en fonctionnement, la température de cette enceinte peut rapidement descendre à des valeurs avoisinant les -60 °C. Cela peut poser des problèmes pour les éléments électroniques et mécaniques présents dans ce caisson, à savoir la platine, l'éclairage et la caméra, qui sont sensibles au froid et possèdent une gamme de températures de fonctionnement à respecter.

Pour toutes ces raisons, la température de ces divers appareils doit être contrôlée en permanence, afin de nous assurer un fonctionnement optimal et sans risque. Afin de limiter la descente en température de ces éléments, nous les avons enfermés dans des caissons, pour

2.3. TAMBOUR TOURNANT

tenter de conserver au maximum la chaleur produite par leur utilisation. Ainsi, la caméra est enfermée dans un caisson cylindrique, la platine et l'éclairage sont enfermés ensemble dans une boîte réalisée en impression 3D. En complément de ces carters, des résistances chauffantes ont été installées à l'intérieur pour réchauffer ces enceintes, et maintenir tous les éléments sensibles à une température positive pour prévenir toute condensation. Leur température est suivie en permanence grâce à des thermocouples disposés au plus près de ces éléments sensibles.

D'un point de vue scientifique, afin de caractériser avec précision les écoulements de nos échantillons poudreux en fonction de la température, il nous faut une indication claire de la température régnant au sein du tambour tournant. Pour cela, nous avons disposé une sonde Pt100, similaire à celle du système cryostatique, directement dans le corps en laiton de notre tambour, au plus proche de la zone utile afin de garantir une lecture fiable de la température à l'intérieur de cette dernière. Nous avons fait le choix de ne pas placer cette sonde directement dans la zone utile afin de ne pas perturber l'écoulement des particules en introduisant un obstacle. La présence de ce capteur de température pose cependant un problème technique de taille, à savoir que le tambour est supposé être mis en rotation, ce qui n'est habituellement pas possible si des câbles fixes sont reliés à ce dernier. Ainsi, nous avons dû développer une solution technique pour pallier ce problème, à savoir des contacts électriques de type palpeurs reliés à la sonde de température, mobiles et à ressort qui sont fixés sur le support du tambour, et qui tournent avec ce dernier. L'extrémité de ces palpeurs est maintenue en contact, par effet ressort appliquant une légère pression, avec des pistes conductrices circulaires fixes, ce qui permet de conserver la continuité du signal électrique malgré la rotation continue. Les pistes circulaires sont reliées à la suite du système électrique afin de récupérer le signal du capteur de température. Cette solution permet ainsi de conserver la lecture de la température au sein du tambour alors que ce dernier est mis en rotation. Pour plus de clarté, une représentation 3D du système est disponible en Figure 2.21, et montre à la fois une vue éclatée du dispositif de mesure de température, ainsi qu'un détail du montage une fois assemblé. Une image du montage réel est également visible en Figure 2.19.

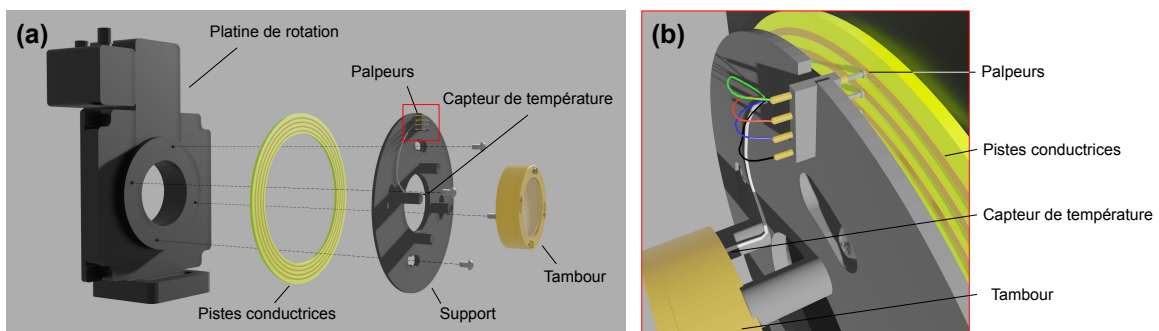


FIGURE 2.21 – Représentation 3D du système de pistes circulaires et de palpeurs mis en jeu pour la lecture de la température au sein du tambour, en vue éclatée (a). En (b), un détail de la configuration des palpeurs en contact avec les pistes est présenté.

Tous les capteurs de température mentionnés précédemment sont reliés à un boîtier de mesure qui centralise le flux de données (centrale d'acquisition FRONTDAQ 5 ou FD5, fournie par la société AOIP). Cette centrale est elle-même reliée au même ordinateur utilisé

pour programmer la platine et la caméra, afin d'avoir un unique point de contrôle de nos outils, de lecture des informations critiques et d'acquisition des données. La régulation en température du tambour est assurée par une carte d'asservissement (MercuryiTC de Oxford Instruments, une carte similaire à celle utilisée pour le contrôle du système cryostatique) à l'aide de deux résistances de 20 W (déjà présentées) et une sonde Pt100 (1/4 DIN). Le chauffage de la platine et de la caméra est assuré à l'aide de résistances chauffantes auto-régulées (DBK-enclosures) respectivement de 60 et 20 W.

L'ensemble du montage électronique décrit précédemment contient de nombreux éléments sensibles qui ne peuvent être placés en chambre froide car très sensibles à la condensation. Ainsi, les boîtiers FD5 et MercuryiTC, les alimentations du chauffage de la platine et de la caméra, l'ordinateur et le système de pompage pour le refroidissement à l'azote liquide sont placés à l'extérieur de la chambre froide, et sont reliés au dispositif expérimental par les câbles et tuyaux nécessaires qui traversent les parois de la chambre, assurant ainsi la sécurité des appareils sensibles. Ce montage a également pour avantage un contrôle presque total depuis l'extérieur de la chambre, ce qui représente une facilité de manipulation supplémentaire pour l'utilisateur.

2.3.5 Protocoles expérimentaux

Cette sous-section a pour objectif de décrire les différents protocoles nécessaires à la bonne réalisation d'une mesure complète avec le dispositif du tambour tournant, de la mise en route du système en passant par le chargement des échantillons et l'acquisition des images, jusqu'à l'analyse et le traitement des données brutes. Les protocoles décrits dans la suite sont valables pour tous les échantillons et obligatoires pour les poudres de glace afin de les manipuler avec autant d'efficacité que possible tout en veillant à ne pas les déstabiliser thermiquement, mais certaines étapes peuvent être allégées dans le cas d'échantillons non glacés qui ne sont pas sensibles au métamorphisme thermique.

2.3.5.1 Préparation du système

Avant tout chargement d'échantillon de poudre de glace, le système complet doit préalablement être refroidi à la température la plus basse possible. En effet, la poudre de glace étant très sensible aux variations de température de par sa nature physico-chimique, les processus de frittage (formation de ponts solides entre les grains par diffusion de molécules d'eau) et également la taille des grains qui la composent, tous les éléments avec lesquels elle entre en contact doivent être initialement extrêmement froids, afin de nous assurer que l'échantillon se trouve dans des conditions proches des conditions de synthèse. Ainsi, la première étape de la mesure en tambour tournant consiste à refroidir le tambour jusqu'à sa température minimale.

Pour rappel, l'ensemble de l'expérience à proprement parler est disposé dans la chambre froide, à une température moyenne de base de -25 °C , soit suffisante pour conserver l'eau sous forme solide, mais bien trop élevée pour préserver nos échantillons et éviter tout frittage ou re-cristallisation. Le dispositif du tambour complet, fermé et complètement nettoyé, est

2.3. TAMBOUR TOURNANT

ainsi placé et verrouillé sur la platine de rotation à l'aide de son support, et coiffé par le refroidisseur en cuivre. L'ensemble des capteurs est vérifié grâce au boîtier de contrôle, relié à l'ordinateur. En prévision des mesures à venir et avant la mise en route du refroidissement, une première image du tambour à vide est acquise, en plaçant devant le tambour un objet parfaitement vertical. Cette image de référence servira à corriger une éventuelle rotation de la caméra lors de l'analyse des images de nos échantillons.

La première étape cruciale de mise en marche du refroidissement consiste à vérifier qu'aucun des tuyaux n'est bouché par de la glace, ce qui entraînerait l'impossibilité d'utiliser le système. Cette vérification effectuée, nous pouvons préparer notre réservoir d'azote liquide (prévoir plusieurs litres, voire dizaines de litres pour la durée complète d'une mesure) que nous relierons au système de pompage, et nous ouvrons entièrement la vanne de contrôle du débit de liquide cryogénique, afin de permettre au tambour de descendre en température le plus rapidement possible. À partir de cette étape, la pompe peut être mise en fonctionnement. La température dans le tambour doit diminuer jusqu'à presque atteindre celle de l'azote liquide, autour de $-180 \sim -190$ °C. Lorsque cette température est atteinte dans le tambour et ne diminue plus, ce dernier est prêt à être chargé, ce qui constitue la prochaine étape clé du protocole de mesure.

2.3.5.2 Chargement des échantillons

Le chargement des échantillons est certainement l'étape la plus cruciale de la procédure, car c'est celle qui requiert le plus de manipulations de la poudre de glace, ce qui multiplie les possibilités de déstabilisations de nos grains. Ainsi, toutes les étapes décrites ici doivent être réalisées le plus rapidement possible, en gardant en tête que tous les éléments en contact avec la poudre doivent être refroidis à l'azote liquide.

La première opération consiste ici à préparer l'échantillon pour le chargement. Pour cela, nous disposons d'une boîte en polystyrène isolante, dans laquelle nous versons un fond d'azote liquide afin de créer à l'intérieur de la boîte une ambiance saturée en azote gazeux par évaporation. Cette enceinte servira de zone de chargement de notre échantillon, pour nous assurer de chasser au maximum l'humidité atmosphérique. Cette boîte est ensuite placée dans la chambre froide pour être au plus proche du montage du tambour tournant. Nous disposons finalement l'échantillon dans son tube de stockage dans cette enceinte, dans l'azote liquide, ainsi qu'un socle destiné à accueillir le tambour lors du chargement, pour que ce dernier ne soit pas en contact direct avec l'azote liquide.

Le chargement du tambour s'effectue en plusieurs étapes, une fois que ce dernier a atteint sa température minimale. Elles doivent être réalisées le plus rapidement possible, généralement entre 5 et 10 minutes lors de nos expériences. Tout en conservant le refroidisseur coiffé sur le tambour, nous desserrons les vis de maintien du support du tambour, afin de pouvoir retirer le support et le tambour d'un même ensemble. Nous retirons ensuite le refroidisseur, ce qui libère le tambour, et nous pouvons démarrer le chargement à proprement parler. Nous plaçons le support avec le tambour sur son socle dans l'enceinte froide, et nous retirons le couvercle en desserrant simplement les vis du système « quart de tour ». Le tube échantillon peut ensuite être ouvert, et la quantité de poudre désirée est versée dans le corps du tambour à l'aide d'un entonnoir. À noter qu'il est très difficile de peser un échantillon de poudre de

glace à la volée dans le temps restreint que demande un tel chargement, la quantité de poudre introduite dans le système est donc soumise à des variations significatives d'une mesure à l'autre. Une fois l'échantillon en place, le tambour est refermé aussi rapidement que possible, et replacé sur la platine de rotation où il est de nouveau coiffé par le refroidisseur, afin de nous assurer que la température reste la plus basse possible. Considérant l'inertie thermique d'un corps aussi massif que le tambour tournant, ce dernier devrait conserver une température très basse tout au long du chargement, si l'opération est réalisée suffisamment rapidement. La température finale après chargement doit être proche de la température minimale initialement atteinte dans le tambour. La Figure 2.22 donne une représentation schématique des différentes étapes susmentionnées.

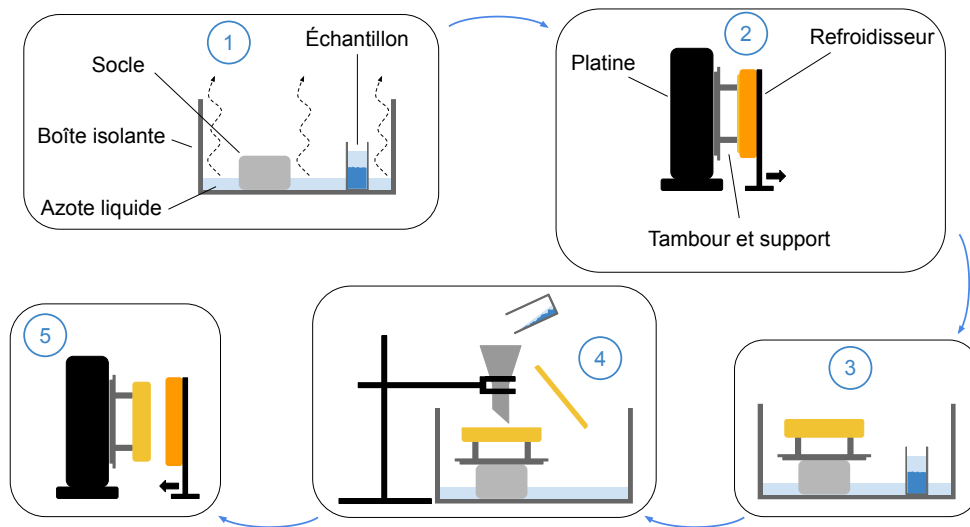


FIGURE 2.22 – Représentation schématique des différentes étapes de chargement du tambour. (1) Préparation d'une enceinte froide et saturée en azote gazeux qui accueille notre échantillon. (2) Retrait du refroidisseur du tambour et déverrouillage du support. (3) Positionnement du tambour dans l'enceinte froide pour le chargement. (4) Ouverture du tambour et chargement de l'échantillon de poudre. (5) Remise en place du tambour sur la platine de rotation et remise à froid grâce au refroidisseur.

2.3.5.3 Acquisition des données

L'acquisition des données expérimentales, à savoir des images du tambour tournant en rotation, suit un protocole précis divisé en deux étapes majeures. La première concerne la stabilisation de la température au sein du tambour tournant. En effet, si ce dernier peut atteindre une température minimale d'environ 80 K soit -193 °C , nous souhaitons également caractériser l'écoulement à des températures plus élevées, afin de constater ou non un changement de comportement de ce matériau avec la température, connaissant la sensibilité de la glace aux déstabilisations thermiques.

Ainsi, grâce à la combinaison du contrôle du débit d'azote liquide et des résistances chauffantes placées sur le refroidisseur, il est possible de réguler la température de notre

2.3. TAMBOUR TOURNANT

dispositif. Un autre problème apparaît également si nous travaillons uniquement à la température la plus basse, qui est la présence d'oxygène dans l'atmosphère. En effet, sachant que nous ne réalisons pas les mesures sous vide ou sous atmosphère contrôlée, la température minimale atteinte dans le tambour est suffisante pour passer sous le point de condensation de l'oxygène atmosphérique, situé à environ 90 K soit -183 °C , ce qui introduit fatalement du liquide dans l'enceinte de notre tambour tournant. Les effets de capillarité induits dans nos échantillons par la présence d'un liquide modifient drastiquement son comportement d'écoulement de manière générale [Herminghaus, 2005], et donc aussi dans la cas d'un tambour tournant [Tegzes et al., 2002], nous devons donc veiller à toujours réaliser des mesures au-dessus de cette température critique, ce qui signifie que nous devons réchauffer notre tambour. Pour cela, et pour réaliser des paliers de température précis, nous réduisons le débit d'azote liquide dans le refroidisseur, et nous combinons cette réduction à un chauffage grâce aux résistances, plus ou moins important selon la température souhaitée. Durant toute cette phase de stabilisation thermique, le tambour est immobile. Le température est surveillée grâce au capteur présent dans le corps du tambour, et une stabilisation est considérée comme correcte si elle ne varie plus ou peu après une dizaine de minutes d'attente. Cette phase de recherche et de stabilisation de température peut être délicate de par la sensibilité et l'inertie thermique du système, de nombreuses itérations peuvent être nécessaires avant d'atteindre une température acceptable ($\pm 5 - 10\text{ K}$).

Lorsque la température dans le tambour est stabilisée, la procédure d'acquisition peut être lancée grâce à un simple script Python qui va contrôler à la fois la platine de rotation et la caméra pour la prise d'images. Dans un premier temps, la platine effectue une séquence de rotation à « haute vitesse » ($\omega = 16,7\text{ RPM}$) afin de remobiliser le matériau précédemment au repos et casser les éventuels agrégats, surtout dans le cas de poudres cohésives comme la poudre de glace. Le tambour effectue dix rotations complètes à cette vitesse, sans prise d'image. Ensuite, une séquence de cinq vitesses de rotation différentes, correspondant aux nombres de Froude et vitesses renseignées dans le Tableau 2.5, est effectuée, chaque vitesse étant lancée immédiatement après la précédente, dans l'ordre croissant. Ces nombres de Froude ont été sélectionnés pour correspondre aux régimes d'écoulement *rolling* et *cascading* décrits pour les poudres non cohésives (voir Tableau 2.4).

TABLE 2.5 – Tableau récapitulatif des nombres de Froude sélectionnés pour l'acquisition de données en tambour tournant, avec leur vitesse angulaire correspondante et le délai entre l'acquisition de deux images.

Nombre de Froude	10^{-4}	5×10^{-4}	10^{-3}	5×10^{-3}	10^{-2}
ω (RPM)	1,67	3,74	5,29	11,82	16,72
Délai d'acquisition (s)	7,18	3,21	2,27	1,01	0,72

Pour chaque vitesse de rotation, le tambour effectue dix tours complets, au cours desquels cinquante images de la poudre en écoulement sont acquises grâce à la caméra. Ce nombre d'acquisitions a été choisi pour s'appuyer sur les travaux de Lumay et al. [2012], mais le protocole de capture diffère de celui qu'ils ont employé. En effet, là où ils ont choisi une fréquence d'acquisition fixe, peu importe la vitesse de rotation, nos prises d'image sont synchronisées à la vitesse du tambour, afin de capturer des photographies tout au long des rotations. Ainsi, plutôt que d'avoir une fréquence d'acquisition fixe, celle-ci s'adapte à la

vitesse, et devient plus élevée lorsque le tambour accélère (voir le délai d'acquisition entre chaque image renseigné dans le Tableau 2.5), afin de capturer à chaque fois des données correspondant aux mêmes instants de la rotation du tambour.

Finalement, le protocole d'acquisition des données se termine à la fin de la vitesse la plus élevée, et il est ainsi possible de commencer un nouveau cycle d'acquisition avec une stabilisation à une température différente. À noter qu'en théorie, les mesures sont effectuées en suivant des températures croissantes, afin d'éviter une éventuelle modification de notre échantillon lors d'acquisitions à haute température, qui changerait le comportement d'écoulement de ce dernier lorsque nous redescendons à des températures plus basses. En pratique, nous verrons par la suite que dans la gamme de température étudiée, et pour les durées d'expérience mises en jeu, l'échantillon n'est pas perturbé par la montée en température. Le script Python qui permet de réaliser cette séquence complète d'acquisition est disponible en Annexe B.

2.3.5.4 Analyse des données

Chaque acquisition en tambour tournant fournit 250 images de la poudre en écoulement en son sein, que nous pouvons analyser pour en extraire des données utiles pour la quantification de la cohésion de nos échantillons. Pour cela, nous avons développé un protocole simple d'analyse d'images basé sur l'identification et la comparaison de centres de masse caractéristiques, appelée méthode du « centroïde ». Le protocole d'analyse complet est illustré par la Figure 2.23, appliqué sur un cas d'étude simple qu'est la poudre de verre comportant les particules les plus grosses, une poudre qui est donc non cohésive. Cette figure montre également une image typique que nous pouvons obtenir grâce au dispositif du tambour tournant (voir « Image brute » sur la figure concernée).

Ce protocole se base sur plusieurs étapes principales, que nous détaillons ici (se référer à la Figure 2.23) :

- L'image brute de la poudre en écoulement dans le tambour tournant est binarisée selon un seuil de luminosité déterminé par l'utilisateur. En effet, comme le montre l'image brute sur la Figure 2.23, la poudre apparaît très sombre en comparaison au reste du tambour qui est uniquement occupé par de l'air, grâce au montage que nous avons choisi qui permet un éclairage par l'arrière du dispositif. Ainsi, le fort contraste entre les deux milieux permet une identification simple de la surface de la poudre par simple seuillage et binarisation. Nous appliquons également un filtre médian pour retirer les éventuelles impuretés qui resteraient accrochées à la vitre et les résidus de givre à l'extérieur du tambour.
- Afin de nous affranchir des éventuels effets de bords et pour supprimer la trace du bord du tambour sur notre image binarisée, nous appliquons un masque circulaire sur notre image. Ce masque est légèrement plus petit que la taille du tambour pour en éliminer les bords, et est centré sur la position du tambour sur l'image. Cette opération permet de ne conserver des informations que sur la partie de l'image qui correspond à la poudre, représentée par les pixels blancs sur l'image appelée « Image masquée et inversée » sur la figure.
- Dès lors que la zone de l'image correspondant à la poudre a été identifiée et isolée à

2.3. TAMBOUR TOURNANT

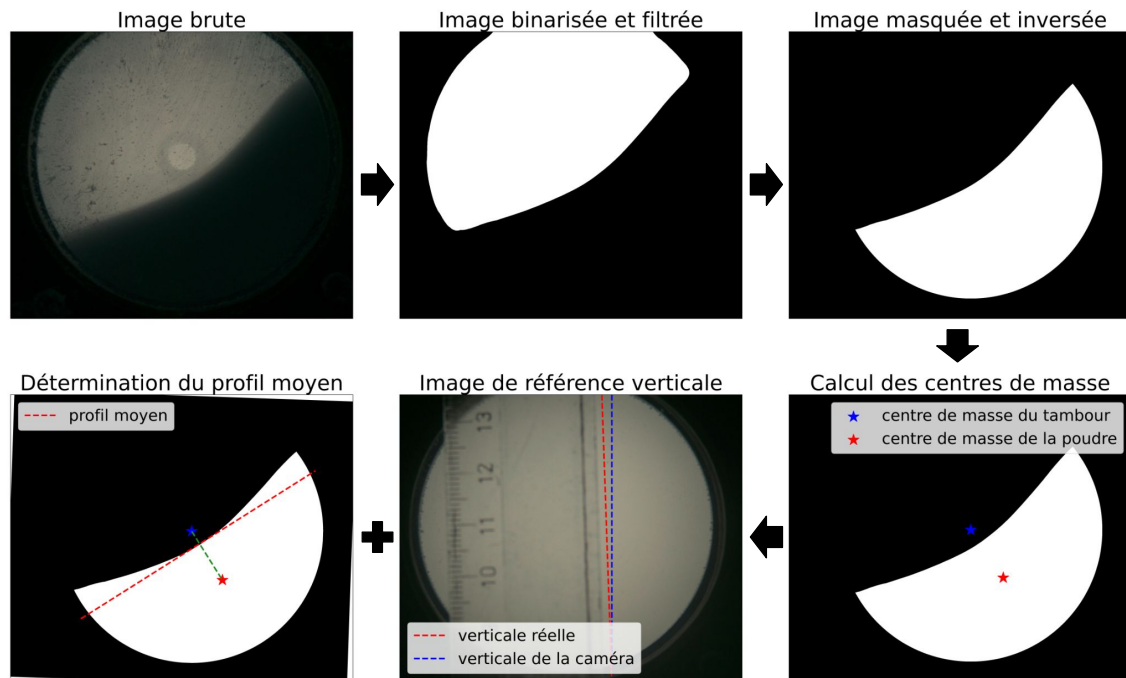


FIGURE 2.23 – Illustration des différentes étapes d’analyse de nos images appliquées sur un échantillon de billes de verre non cohésives.

l’étape précédente, il est possible de calculer un centre de masse. En effet, en supposant que les grains sont également répartis partout dans cette zone identifiée, calculer la position moyenne des pixels blancs revient à calculer le centre de masse de la poudre au sein du tambour, marqué d’une étoile rouge sur la figure. Nous pouvons également facilement déterminer le centre de masse du tambour lui-même en prenant simplement le centre du cercle utilisé pour réaliser notre masque précédemment décrit.

- L’identification de ces deux points caractéristiques sur notre image permet doré et déjà d’identifier un profil moyen de la surface d’écoulement, mais avant cette étape il est nécessaire de corriger une éventuelle rotation de la caméra. En effet, comme explicité en Section 2.3.4, la caméra que nous utilisons est placée dans un caisson cylindrique (Figure 2.20), lui-même fixé à un support, mais ce système autorise une rotation afin d’accommoder la contrainte des divers câbles branchés au dispositif d’acquisition. Même si nous tentons de limiter cette rotation, elle est pratiquement inévitable, et nous devons donc la corriger par la suite. Pour cela, comme nous l’avons mentionné précédemment, nous prenons avant chaque expérience une image de référence pour corriger cet effet de rotation, illustrée par la photo « Image de référence verticale » sur la figure. Un objet placé devant la caméra sur cette image de référence permet de comparer la verticale vue par le capteur (en bleu) par rapport à la verticale réelle représentée par l’objet (en rouge). Nous pouvons ainsi déterminer un angle de correction dont nous nous servons pour corriger les images de nos échantillons, comme c’est le cas pour l’image appelée « Détermination du profil moyen ».

- La dernière étape de l'analyse d'images consiste à comparer les deux centres de masse calculés précédemment. Il est possible de tracer un segment entre ces deux points (en vert sur la figure), et en calculant la perpendiculaire à ce segment, il est possible de tracer une droite qui correspond à un profil moyen de la surface d'écoulement, approximé dans notre cas par une surface parfaitement plane (en rouge sur la figure « Détermination du profil moyen »). À partir de ce profil moyenné, il est facile d'extraire sa pente en degrés, α , qui sera considérée comme l'angle moyen de la surface d'écoulement pour le reste de l'étude.

Ce protocole de calcul de pente moyenne de la surface d'écoulement est appliqué à toutes les images dont nous disposons. Cela signifie que pour une température d'acquisition donnée, chaque vitesse de rotation effectuée grâce au tambour dispose de cinquante angles de la surface d'écoulement du matériau. Nous utilisons cette population pour réaliser une moyenne, et la valeur d'angle finale retenue pour nos résultats correspond à la moyenne de ces cinquante angles. Nous disposons ainsi, pour chaque température, de cinq vitesses de rotation ayant chacune une valeur d'angle moyen de la surface d'écoulement. Afin d'extraire plus d'informations de ces expériences, nous réalisons également un calcul de l'écart-type autour de ces angles moyens en prenant en considération les cinquante valeurs ayant servi à leur détermination. Nous considérons que cette valeur d'écart-type correspond à la variation de l'angle moyen, ce qui permet de caractériser en première approximation la valeur d'angle de début et de fin d'avalanche dans le cas de matériaux très cohésifs, car entre ces deux extrêmes le matériau dans le tambour se comporte de manière solide, l'angle de la surface devrait donc logiquement varier entre ces deux angles particuliers (voir Section 2.3.1). L'extraction de ces angles moyens et leur écart-type associé représente ainsi la dernière étape du protocole expérimental du tambour tournant.

2.4 Rhéomètre à poudres

Le dispositif du rhéomètre à poudres est un outil très utilisé dans l'industrie pour la caractérisation des poudres, car il est suffisamment polyvalent pour réaliser des mesures dans un régime d'écoulement dit « quasi-statique ». C'est un montage qui permet de réaliser des mesures de compression, de pénétration, de résistance à la rotation d'un objet immergé dans un matériau granulaire fin, ou encore de cisaillement. Cette dernière mesure est celle qui nous intéresse dans le cas de notre étude pour plusieurs raisons qui seront détaillées par la suite. Cette section s'intéresse à la description de telles mesures, ainsi qu'à la présentation de l'instrument utilisé et les objectifs recherchés. Elle présente également les défis techniques que représente un tel outil afin d'être adapté à la caractérisation de poudres de glace à très basse température, les protocoles que nous avons mis en place en ce sens et les quelques résultats préliminaires que nous avons obtenus. À noter que cette expérience reste très exploratoire et qu'elle ne constitue pas le cœur de l'étude, la majorité des éléments décrits ici seront donc essentiellement des données de développement afin d'adapter l'outil choisi aux mesures à basse température.

2.4.1 Principe de fonctionnement

Cette sous-section s'intéresse à la description du principe de la mesure en cellule de cisaillement, de l'outil que nous utilisons pour réaliser cette mesure, ainsi que des objectifs visés dans le cadre de notre étude.

2.4.1.1 Mesures en cellule de cisaillement

Le principe de la mesure en cisaillement repose sur la détermination de la force nécessaire pour mobiliser les contacts entre les grains en considérant que ces derniers subissent un chargement de force précise et définie. Les mesures en cellule de cisaillement suivent généralement deux étapes principales, qui sont très bien décrites par [Barletta et al. \[2019\]](#).

La première est appelée pré-cisaillement et consiste à appliquer un mouvement de cisaillement lent à l'échantillon, sur lequel est appliquée une contrainte normale fixe σ_p . Durant cette phase, une contrainte de cisaillement constante τ_p est atteinte, et il est supposé que cela signifie qu'un mouvement continu a lieu dans l'échantillon. Cette phase est nécessaire afin de contrôler la densité initiale du matériau, l'état critique atteint étant synonyme de densité contrôlée car une relation directe existe entre la densité et la contrainte de pré-cisaillement. Elle est suivie par une étape de cisaillement à proprement parler, qui consiste cette fois à appliquer une contrainte normale $\sigma_s < \sigma_p$, pour ensuite appliquer une force de cisaillement constante qui augmente ainsi les contraintes de cisaillement dans l'échantillon, jusqu'à la rupture de ce dernier et l'initiation d'un mouvement à la contrainte τ_s .

Ces deux points, σ_s et τ_s , représentent des coordonnées dans un graphe de σ , la contrainte normale, en fonction de τ , la contrainte de cisaillement, et peuvent être utilisés pour définir ce qui est appelé l'enveloppe de rupture, propre à chaque échantillon. La détermination complète de cette enveloppe nécessite de nombreuses répétitions de ruptures à différentes contraintes de consolidation σ_s . Elle permet d'accéder à au moins deux paramètres des matériaux qui sont très pertinents pour notre étude, l'angle de frottement interne statique ϕ_i , et un paramètre appelé cohésion, c . La procédure explicitée précédemment est décrite par la Figure 2.24 reprise de [Barletta et al. \[2019\]](#), avec en (a) les différentes étapes de pré-cisaillement et cisaillement à différentes contraintes normales, et en (b) l'enveloppe de rupture correspondant à ces différentes expériences fictives. Les contraintes normales et tangentielles, σ et τ , peuvent être reliées entre elles par ces deux paramètres, en supposant un critère de rupture suivant une loi de type loi de Coulomb,

$$\tau = c + \sigma \tan \phi_i. \quad (2.2)$$

Il existe différents modèles de rhéomètres dans l'industrie qui n'utilisent pas exactement le même principe. Nous pouvons ainsi distinguer les rhéomètres fonctionnant par déplacement linéaire et ceux fonctionnant par déplacement circulaire, qui permettent fondamentalement la même mesure, en appliquant simplement les contraintes de manière différente. Nous avons préféré pour nos développements un rhéomètre à fonctionnement par rotation, qui sera décrit plus en détail dans la suite de ce développement.

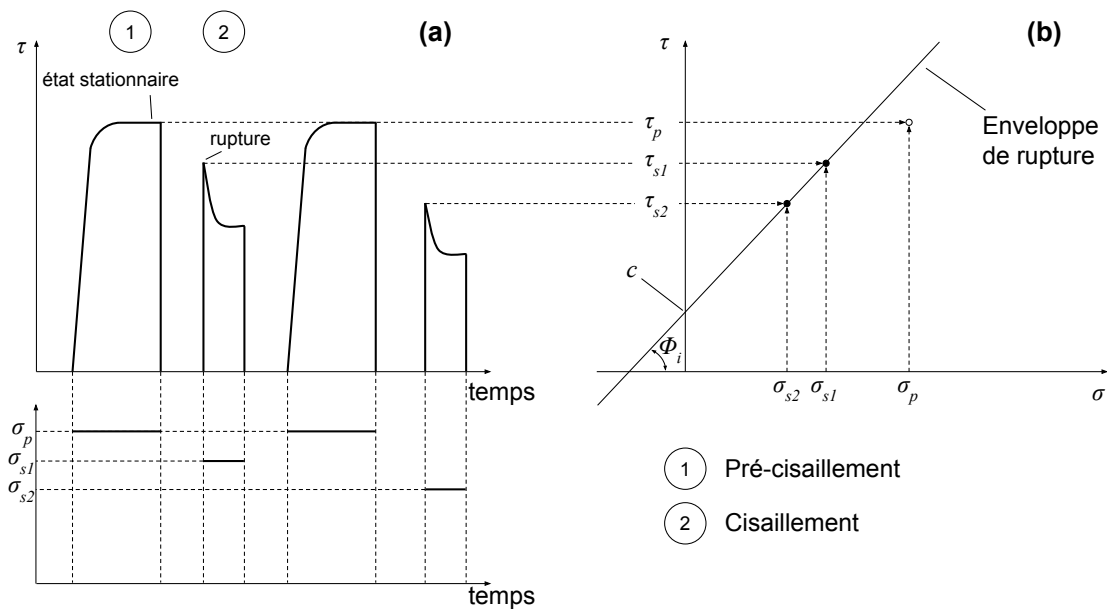


FIGURE 2.24 – Illustration graphique du protocole de mesures en cisaillement détaillant les étapes de pré-cisaillement et cisaillement (a), et la construction de l'enveloppe de rupture correspondante (b) où les paramètres intéressants ϕ_i et c sont indiqués. Cette figure a été reprise de Barletta et al. [2019].

2.4.1.2 Le Freeman FT4

L'utilisation d'un rhéomètre à poudres est motivée par la volonté de réaliser des essais mécaniques (enveloppes de rupture). Dans ce cadre, nous avons donc fait l'acquisition d'un tel outil, le Freeman FT4 *Powder Rheometer*, simplement appelé FT4 par la suite, de la société Freeman Technology (Figure 2.25a). Il s'agit d'un instrument pouvant réaliser plusieurs types de mesures, grâce à différents outils spécialement conçus pour la caractérisation des poudres. Ainsi, le FT4 permet de caractériser la fluidité des poudres de manière dynamique avec une pale spéciale qui tourne dans la poudre et mesure la résistance à la pénétration verticale, mais aussi la résistance à la remontée. Il permet également une large gamme de mesures, comme l'aération des poudres pour caractériser leur cohésion, la consolidation par vibrations, la compressibilité, perméabilité, le frottement avec différents matériaux qu'il est possible d'attacher aux outils de mesure, ou encore des mesures en cisaillement qui sont celles qui nous intéressent ici. L'appareil peut ainsi appliquer des forces verticales allant jusqu'à 50 N, ainsi que des couples allant jusqu'à 900 mNm, avec des mesures de grande précision (respectivement 10^{-4} N et 2×10^{-3} mNm), ce qui est indispensable pour une bonne caractérisation des contraintes appliquées sur l'échantillon observé. De plus, la configuration de cet appareil en particulier lui donne une plus grande permissivité en termes de modifications et d'adaptation avec des outils « à façon », notamment concernant les mesures en cisaillement, ce qui a également fortement motivé notre choix d'acquisition d'outil.

Le FT4 est un rhéomètre à poudres qui permet de réaliser des mesures de cisaillement en rotation. Il dispose d'un bras vertical au bout duquel il est possible d'attacher différents instruments selon la convenance, dans notre cas une cellule de cisaillement. Cette cellule cylin-

2.4. RHÉOMÈTRE À POUDRES

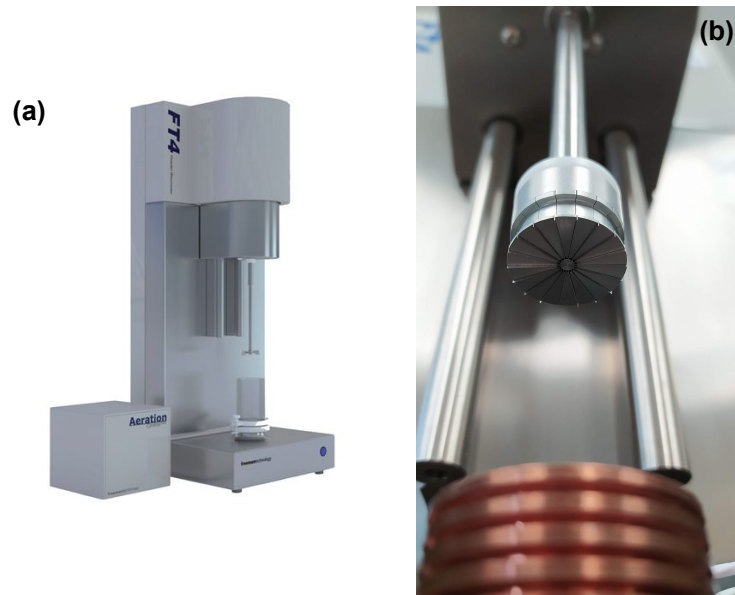


FIGURE 2.25 – Photographies d’illustration du rhéomètre à poudres Freeman FT4 (a, photo fournie par Freeman Technology) ainsi que de la cellule de cisaillement utilisée dans le cadre de cette étude (b).

drique est munie d’ailettes verticales qui viennent s’enfoncer dans la poudre (Figure 2.25b) et ce sont elles, en tournant à vitesse angulaire constante, qui viennent cisailier l’échantillon. L’appareil mesure la force normale appliquée sur l’échantillon grâce à une balance de précision pour en extraire la contrainte normale, et le couple appliqué sur son bras mobile pour en déduire la contrainte tangentielle. Il dispose également de nombreux porte-échantillons de différentes hauteurs et diamètres, en verre borosilicaté et de tailles standardisées pour l’appareil.

Dans le cas de mesures en cisaillement, les porte-échantillons sont constitués de deux cylindres montés l’un sur l’autre à l’aide d’une bague coulissante. Ces cylindres sont remplis par l’échantillon poudreux de façon à ce que la surface de ce dernier dépasse la base du cylindre supérieur. La procédure d’acquisition du FT4 nécessite trois étapes principales, la première étant une étape de conditionnement visant à préparer l’échantillon de manière reproductible à chaque expérience. Lors de cette première phase, l’échantillon est simplement mélangé à l’aide de la pale hélicoïdale torsadée spécifique à l’instrument FT4, avec un mouvement vertical allant jusqu’à la base de l’échantillon. Ensuite, la poudre est compressée avec une contrainte normale proche de la valeur appliquée lors du pré-cisaillement grâce à un piston poreux qui permet l’évacuation de l’air contenu dans les pores de la poudre. Après cette étape, l’échantillon doit être mis à niveau afin de s’assurer de réaliser les mesures en cisaillement sur une surface plane. Pour cela, le porte-échantillon en deux parties montre tout son intérêt, puisqu’il est possible de séparer les deux tubes qui le composent avec la bague de jointure, qui permet de faire coulisser le tube supérieur suivant un mouvement circulaire. Ainsi, la poudre en excès dans ce tube supérieur est évacuée, pour ne laisser qu’un échantillon coupé au sommet du tube inférieur, en une surface parfaitement plane prête pour les mesures. Enfin, la cellule de cisaillement est amenée en contact avec l’échantillon, afin d’effectuer une séquence classique de mesure comme celle décrite par la Figure 2.24.

Le protocole de mesure avec cet instrument est donc très complet et nécessite beaucoup d'étapes afin de mener à bien une seule acquisition. Cette complexité et les nombreux outils nécessaires à la réalisation d'une mesure (pale torsadée, piston poreux et cellule de cisaillement) rendent ce protocole très précis pour des poudres classiques, mais également incompatible avec la caractérisation de poudres plus exotiques telles que nos poudres de glace, de par les contraintes thermiques posées par cet échantillon particulier. En effet, chaque instrument qui entre en contact avec la poudre de glace doit être refroidi à très basse température afin d'éviter de provoquer la fonte, sublimation ou métamorphisme thermique de notre échantillon en le réchauffant. Cela signifie que tous les outils, mais également le porte-échantillon, doivent être extrêmement froids, ce qui pose des contraintes énormes sur des appareillages sensibles qui n'ont pas été pensés ni conçus pour de telles conditions de fonctionnement.

Ainsi, l'objectif souhaité avec cet appareil est de pouvoir caractériser nos analogues aux régolithes glacés grâce à des mesures complémentaires au tambour tournant, en cellule de cisaillement. Cet objectif nécessite des développements lourds et importants afin d'adapter l'appareil utilisé, à la fois au niveau des protocoles expérimentaux afin de limiter les possibilités de réchauffer notre échantillon en réduisant le nombre d'étapes (si possible) nécessaires à la réalisation des mesures, mais également au niveau des outils utilisés. En effet, afin de réaliser des mesures à très basse température il faut développer un système de refroidissement adapté afin d'à la fois refroidir correctement notre échantillon, mais également pour préserver l'intégrité physique de l'instrument, sans perturber ses mesures très sensibles de forces et de couples. Ce sont essentiellement ces développements techniques qui seront présentés ici, qui constitue seulement la première étape de caractérisation de nos échantillons grâce à la cellule de cisaillement.

2.4.2 Adaptation du système aux très basses températures

Comme mentionné précédemment, pour caractériser nos échantillons de poudres de glace à l'aide du rhéomètre à poudres, il nous faut développer une solution technique afin de pouvoir refroidir à de très basses températures le porte-échantillon. Cette sous-section s'intéresse à la description des premiers développements et solutions mis en place en ce sens, qui ont été rendus possibles par Erwan LE MENN et Riccardo ARTONI.

2.4.2.1 Système de refroidissement

La problématique du système de refroidissement dans le cadre d'un rhéomètre à poudres est complexe de par les nombreuses parties mobiles qui entrent en jeu dans la réalisation d'une seule mesure. Il faut en effet prendre en considération le mouvement vertical du bras qui tient la cellule de cisaillement, mais également les mouvements très précis de rotation qui sont exercés et mesurés, tout comme les forces réduites mises en jeu qui nécessitent que l'appareil ne soit en aucun cas perturbé par une quelconque force extérieure durant le temps de la mesure. Cela pose un défi technique auquel nous avons tenté de répondre grâce à ces développements expérimentaux.

Il existe déjà des rhéomètres à poudres qui peuvent fonctionner à très basse température

2.4. RHÉOMÈTRE À POUDRES

avec des cellules et de chambres spéciales, c'est le cas notamment du rhéomètre développé par la société Anton Paar. Afin de réaliser de mesures dans les conditions intéressantes pour notre étude, ils reposent sur le principe d'enfermer l'échantillon et la cellule de cisaillement dans une chambre spécialement conçue, isolée au maximum de l'extérieur et refroidie jusqu'à $-160\text{ }^{\circ}\text{C}$. Toutes les mesures ont lieu dans l'enceinte de cette chambre à l'aide d'un seul instrument froid également. Cette solution nous paraissant la plus viable et la plus efficace, nous avons décidé de nous en inspirer pour notre propre développement.

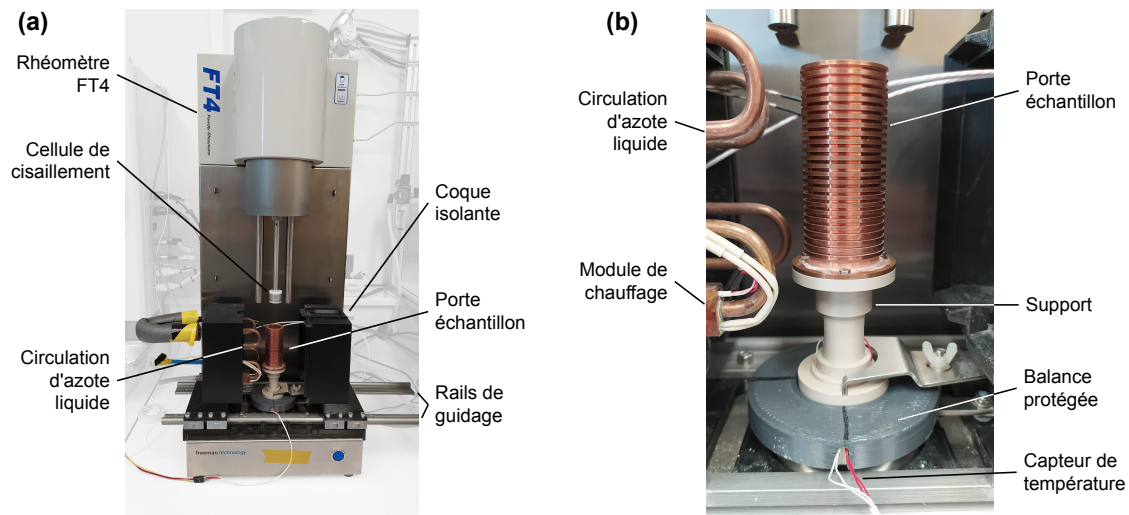


FIGURE 2.26 – Photographies légendées du montage expérimental développé dans la problématique de refroidissement de nos échantillons pour des mesures en cisaillement à très basse température (a). En (b), un détail du porte-échantillon est disponible.

Nous avons donc pris le parti de créer une chambre de refroidissement destinée à accueillir notre échantillon ainsi que la cellule de cisaillement. Cette chambre est constituée de deux coques mobiles fixées sur des rails, qui peuvent se séparer afin de pouvoir charger le porte-échantillon et de réaliser les diverses opérations de maintenance si nécessaire. Ces coques sont réalisées en impression 3D, ce qui permet d'intégrer dans leurs parois des cloisons creuses destinées à servir d'isolation avec l'extérieur, afin de limiter les transferts de chaleur perturbateurs. Une ouverture circulaire au sommet de ces coques permet de laisser le passage libre pour la cellule de cisaillement lors de sa descente dans l'échantillon pour la mesure, sans venir toucher le bras du rhéomètre, ce qui perturberait définitivement l'acquisition de nos données. Cette ouverture peut être fermée à l'aide d'une trappe coulissante lors de la descente en température, afin de limiter l'arrivée d'humidité atmosphérique qui pourrait créer de la condensation sur nos instruments. Une photographie de ce montage expérimental est disponible en Figure 2.26a.

Le refroidissement en lui-même s'effectue grâce à une injection d'azote gazeux dans l'enceinte de cette chambre lorsque cette dernière est fermée. Un tuyau en cuivre relié d'un côté à un réservoir d'azote liquide, et de l'autre à une pompe afin de mettre le liquide en mouvement, traverse l'une des coques et vient serpenter à l'intérieur de la chambre. Un module de chauffage avec un capteur de température de type Pt100 a été installé à l'entrée de la chambre directement sur le tuyau, afin de réchauffer le liquide cryogénique juste assez

pour le faire s'évaporer, ce qui crée une grande quantité de gaz. Le tuyau est percé régulièrement sur toute sa longueur, ce qui permet à ce gaz de s'échapper dans l'enceinte de la chambre, la saturant ainsi d'azote gazeux très froid. Ce système a plusieurs avantages, d'une part il crée de la turbulence dans la chambre par injection de gaz ce qui augmente la vitesse des échanges thermiques et permet de refroidir plus efficacement notre porte-échantillon, d'autre part il permet de chasser l'air de cette enceinte en la saturant en azote gazeux, ce qui limite la contamination par l'humidité atmosphérique. Ce système de chauffage est relié à un boîtier de contrôle MercuryiTC qui s'assure de conserver en entrée de circulation une température supérieure à la température d'ébullition de l'azote liquide, pour rester sous phase gazeuse. À noter qu'une aspiration des gaz en surplus est indispensable au vu des quantités d'azote produites, afin d'éviter les risques d'anoxie pour l'opérateur.

2.4.2.2 Caractéristiques du porte-échantillon

Le porte-échantillon a également dû être adapté à ces conditions extrêmes que nous tentons d'atteindre, pour plusieurs raisons. Il était en effet peu recommandé d'utiliser les porte-échantillons fournis avec l'instrument, car nous risquions de les endommager irrémédiablement, mais aussi car ils étaient inadaptés à des échanges efficaces de température. Nous avons donc dû abandonner le système fourni par le FT4, pour nous pencher sur un nouveau système plus adapté, avec un porte-échantillon en cuivre. Ce dernier est constitué de deux parties, une partie utile en cuivre usinée de façon à augmenter sa surface en contact avec l'azote gazeux, afin d'améliorer les échanges thermiques pour descendre rapidement et efficacement en température, et un support en plastique PAEK de manière à produire l'effet inverse, soit limiter les échanges thermiques. En effet, ce support est le seul élément en contact direct avec le plateau-balance du rhéomètre, qui n'a pas été conçu pour fonctionner à de telles températures, il faut donc veiller à ce que nos conditions expérimentales ne viennent pas nuire à son fonctionnement normal, notamment celui de la balance située juste en-dessous du point de refroidissement, et qui sert à mesurer les forces normales. La balance qui sert à mesurer la contrainte normale étant très sensible à la température pour ses mesures de forces, l'isoler thermiquement du reste du système est indispensable, et pour cela le support a été choisi pour limiter la conduction thermique. Il est combiné à un bouclier de protection qui couvre l'ensemble de la surface de la balance, et qui permet d'éviter que l'azote froid descendant par convection ne vienne perturber les mesures. Le support comme le porte-échantillon en cuivre sont percés, afin de permettre le passage d'un capteur de température de type Pt100 par le fond du porte-échantillon, directement en contact avec la poudre afin de surveiller en permanence sa température. Ce capteur est relié au même boîtier MercuryiTC qui contrôle le chauffage de la circulation d'azote, et permet ainsi de surveiller la température régnant dans l'enceinte, au niveau de l'échantillon.

Il faut également noter ici que malgré tous nos efforts, il est impossible de changer certains aspects des protocoles de mesure normaux du rhéomètre, notamment toutes les vérifications de sécurité destinées à s'assurer que les différents éléments (porte-échantillon et outil de mesure) sont correctement alignés verticalement. En effet, le FT4 fonctionne par des mouvements verticaux précis qui ne doivent en aucun cas être perturbés par un contact avec un quelconque élément du montage, à l'exception de l'échantillon à analyser. Ainsi, avant toute mesure l'instrument s'assure que tous les éléments sont bien alignés, et qu'aucun contact

n'a lieu, vérifications auxquelles nous ne pouvons pas échapper. Or, le FT4, pour ces vérifications, se base sur les montages de porte-échantillons classiques fournis par les protocoles normaux. Nous avons donc dû faire en sorte que notre montage personnalisé corresponde, en termes de dimensions, à ces montages classiques. Ainsi, le porte-échantillon complet mesure 143 mm de hauteur, et la partie en cuivre possède une zone utile de 25 mm de diamètre pour 78 mm de profondeur. Une photo du montage expérimental dans son état actuel de développement est disponible en Figure 2.26, avec en (b) un détail du porte-échantillon utilisé.

2.4.3 Protocole expérimental alternatif

Les protocoles classiques de mesure en cisaillement avec le FT4, décrits précédemment, nécessitent de très nombreuses opérations, notamment lors de la préparation des échantillons, qui sont difficilement compatibles avec la manipulation de poudres de glace à très basse température. En effet, trois outils différents sont utilisés lors de la séquence complète d'acquisition des données de cisaillement, une pale torsadée pour le conditionnement, un piston pour la contrainte normale, et la cellule de cisaillement en elle-même, sans compter le porte-échantillon qui permet d'aplanir la surface de la poudre par séparation de ses deux parties. Tous ces éléments rendent le protocole difficile à réaliser en condition de très basse température, c'est pourquoi nous avons décidé d'essayer des protocoles alternatifs simplifiés, afin de déterminer si les résultats obtenus avec ces derniers étaient réellement différents des protocoles classiques.

Pour simplifier les opérations, nous avons décidé de réduire le nombre d'outils entrant en contact avec notre échantillon, afin de simplifier les phases de refroidissement de l'instrument. Ainsi, nous avons choisi de nous affranchir de la première phase de conditionnement qui nécessite un outil spécial, la pale hélicoïdale. Nous espérons ainsi que le protocole de chargement spécial que nous mettons en place sera suffisamment reproductible pour obtenir un état initial de la poudre qui soit le même entre chaque expérience. La phase suivante de compression à une contrainte normale proche de la valeur appliquée lors du pré-cisaillement est indispensable à la bonne acquisition des mesures, mais nécessite un second outil, un piston aéré pour évacuer les gaz piégés dans les pores du matériau. Ce piston a quasiment la même forme que la cellule de cisaillement, et cette dernière dispose d'espaces et de jeu qui devraient également permettre d'évacuer les gaz lors d'une telle compression. De plus, sachant que la contrainte normale de pré-cisaillement est habituellement appliquée avec la cellule de cisaillement, nous avons conclu que cette première phase de compression pouvait être réalisée directement avec cette même cellule, ce qui nous permet d'éliminer l'intervention du piston dans tout le protocole, réduisant le nombre d'outils utilisés à un seul, la cellule de cisaillement. Ces simplifications ont l'avantage de rendre possible le montage précédemment présenté (Section 2.4.2), tout en garantissant que nous ne devons refroidir qu'un seul outil, qui sera l'unique objet extérieur qui viendra en contact avec notre échantillon.

Le protocole de mesure, combiné au refroidissement de l'ensemble du système, se déroulerait donc en suivant les étapes ci-dessous :

- La cellule de cisaillement est directement mise en place sur le rhéomètre, avant toute autre étape afin de nous assurer que l'encombrement vertical de notre porte-échantillon personnalisé, relativement haut, ne vienne pas gêner ce montage, l'arbre et la cellule

de cisaillement étant suffisamment longs pour que leur fixation et retrait soient impossibles avec le porte-échantillon en place.

- Le reste du montage peut ensuite être placé autour du rhéomètre, en commençant par la protection thermique de la balance, le porte-échantillon (qui utilise le système de fixation classique des montages intégrés à l'instrument pour plus de simplicité), et enfin les deux coques de refroidissement mobiles. Le système de refroidissement intégré à l'une des coques est doré et déjà relié au réservoir d'azote liquide et à la pompe destinée à la circulation du liquide cryogénique. L'ensemble des capteurs thermiques sont reliés au boîtier de contrôle, afin de vérifier leur bon fonctionnement.
- Les deux coques sont refermées, et le système de refroidissement est mis en route. À partir de cette étape, le boîtier de contrôle chauffe l'azote liquide arrivant à l'entrée du refroidisseur afin de le faire passer en phase gazeuse pour l'injection dans la chambre. Le sommet de cette dernière est fermé par une trappe coulissante pour éviter la condensation d'humidité atmosphérique lors de la descente en température, surveillée en permanence grâce au boîtier de contrôle.
- Lorsque le système est à sa température minimale, l'échantillon peut être chargé suivant un protocole simple. Dans le cadre de poudres non glacées, l'échantillon peut être introduit dans le système dès l'étape de mise en place du porte-échantillon, avant même l'étape de mise à froid. Pour les poudres de glace, le système doit impérativement être refroidi avant le chargement, et ce dernier consiste à verser par le haut de la chambre, à travers l'ouverture destinée au passage de la cellule de cisaillement, un mélange de notre poudre avec une certaine quantité d'azote liquide, directement dans le porte-échantillon. Sachant que le système, refroidi à l'azote gazeux, est au-dessus de la température d'ébullition de ce liquide cryogénique, l'azote présent avec l'échantillon s'évapore en produisant une forte agitation de notre poudre qui, nous l'espérons, produit un effet proche de la phase de conditionnement que nous avons éliminée. Lorsque l'azote s'est complètement évaporé, nous avons des éléments pour dire que la surface de notre échantillon reste relativement plane.
- Une fois qu'il n'y a plus d'azote dans notre échantillon, chose que nous pouvons vérifier en contrôlant la température de ce dernier, nous pouvons lancer la procédure d'acquisition, qui commence par la pesée de notre poudre par le rhéomètre, afin de pouvoir calibrer l'instrument et de mesurer correctement les forces et contraintes appliquées sur notre échantillon par la suite. La seconde étape consiste à refroidir l'outil de cisaillement en lui-même. Cette opération est réalisée en préparant un bain d'azote liquide dans un petit récipient, et en venant plonger manuellement la pale dans ce liquide très froid jusqu'à la fin de l'ébullition, qui signifie qu'elle a atteint une température extrêmement basse.
- Lorsque l'outil est froid, nous pouvons passer à la suite de l'acquisition, qui est faite de manière automatique, en commençant par les vérifications classiques de sécurité et d'alignement des différents instruments. La pale de cisaillement rentre dans l'enceinte très froide afin d'effectuer ses mesures gérées par l'instrument. Comme explicité précédemment, nous avons modifié les protocoles classiques éliminant la phase de conditionnement, et en permettant à la cellule de cisaillement de réaliser la phase de compression initiale selon une valeur choisie par l'utilisateur. La suite du protocole est plus classique, et consiste à réaliser une série de pré-cisaillements et cisaillements

2.4. RHÉOMÈTRE À POUDRES

à des valeurs de contraintes normales définies au préalable par l'utilisateur. À noter que durant toute cette phase et également entre les différentes mesures, la cellule de cisaillement reste stationnée à l'intérieur de la chambre afin de rester en conditions très froides.

Le protocole complet décrit ci-dessus est encore en phase exploratoire, ce qui signifie qu'il s'agit d'un protocole idéal qui n'a pas été complètement éprouvé avec des échantillons réels de poudres de glace. Ainsi, la phase de chargement de ces échantillons particuliers n'a pour le moment pas encore été testée, mais d'autres essais sur des échantillons non glacés ont déjà été réalisés. Ils se heurtent cependant toujours à des problèmes techniques de perturbations des mesures à cause de problématiques d'encombrement, qui n'ont à ce jour pas été résolus. Ces problèmes rendent pour le moment impossible la vérification de la pertinence de notre montage expérimental personnalisé.

Une première étape de vérification de nos protocoles est toutefois possible, à savoir une vérification indispensable de l'effet de la simplification des protocoles de mesure sur les résultats obtenus, sans prendre en compte le refroidissement de l'expérience. En effet, des doutes légitimes peuvent être émis concernant la qualité des résultats obtenus en s'écartant des protocoles classiques recommandés par l'appareil. Ces vérifications constituent pour le moment les seuls résultats dont nous disposons concernant le FT4, qui sont ainsi présentés dans la Section 2.4.4.

2.4.4 Résultats préliminaires

Afin de vérifier la pertinence de nos protocoles personnalisés et la justesse des résultats obtenus avec ces derniers, nous avons réalisé une courte campagne de comparaison avec les protocoles d'acquisition fournis et recommandés par l'instrument, pour nous assurer que les résultats obtenus étaient similaires. Pour cela, nous avons réalisé plusieurs séries d'acquisitions, en conservant dans un premier temps les paramètres et procédures de l'instrument, puis en les modifiant progressivement pour arriver aux protocoles simplifiés souhaités. Tous les essais présentés dans la suite ont été réalisés sur les échantillons de poudre de calcaire (voir Section 2.1.4 et Section 2.2.2 pour plus de détails concernant cet échantillon).

Nous avons donc en premier lieu lancé des acquisitions avec les protocoles classiques qui nécessitent les trois étapes mentionnées en Section 2.4.1. Nous avons réalisé des essais à différentes contraintes de pré-cisaillement, soit $\sigma_p = 6$ kPa et $\sigma_p = 15$ kPa, et les résultats de ces essais sont disponibles en Figure 2.27. Cette figure montre dans un premier temps, pour les essais pris individuellement, un très bon alignement des points dans les deux cas, qui montrent qu'il est facile de retrouver l'enveloppe de rupture précise de notre matériau grâce à cette méthode et notre instrument. Nous constatons en revanche une différence notable entre les essais à différentes contraintes de pré-cisaillement, qui montrent certes une pente (et donc un angle de frottement interne statique ϕ_i) similaire, mais une valeur de cohésion c différente, plus élevée dans le cadre d'une mesure à plus haute contrainte σ_p . Cette différence s'explique par le fait que l'échantillon étudié, la poudre de calcaire, est très cohésive, et son comportement va changer selon la contrainte de confinement qui lui est appliquée. En effet, le paramètre de cohésion déduit des expériences en cisaillement n'est pas une constante, mais dépend de la densité du matériau et donc de la contrainte de pré-cisaillement.

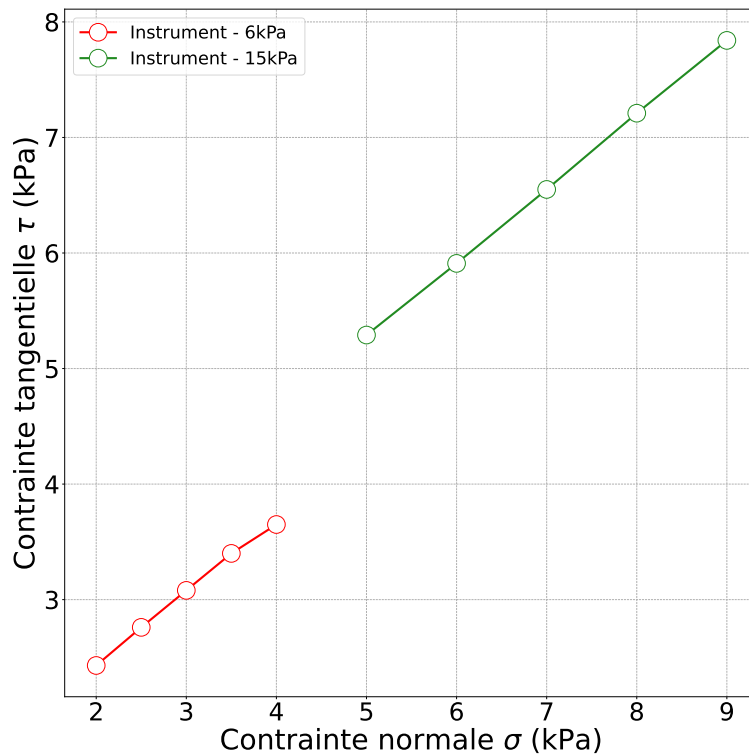


FIGURE 2.27 – Essais de mesures en cisaillement sur la poudre de calcaire avec les protocoles classiques fournis par l’instrument à 6 et 15 kPa.

Nous avons voulu comparer ces résultats de référence avec d’autres protocoles plus permissifs, qui nous permettraient de travailler avec une poudre à très basse température en limitant les échanges de chaleur. En effet, les procédures classiques ne permettent pas de réaliser plusieurs mesures à des contraintes σ_p différentes les unes à la suite des autres, il faut impérativement changer l’échantillon, nettoyer l’instrument, pour reprendre le protocole depuis le début, à l’étape du chargement. Cette contrainte expérimentale nous a fait nous interroger sur la possibilité d’enchaîner les mesures à différentes σ_p sans changer l’échantillon.

Ces premières mesures ont été suivies par les étapes de simplification mentionnées dans la Section 2.4.3, à savoir la suppression de l’étape de conditionnement, et la compression initiale par la cellule de cisaillement plutôt que par le piston poreux. Deux essais ont été réalisés avec ce nouveau protocole personnalisé à $\sigma_p = 15$ kPa, à des fins de comparaison avec le protocole classique, et ces résultats sont présentés en Figure 2.28a. Il est assez évident ici que malgré l’absence de la phase de conditionnement, et l’utilisation de la cellule de cisaillement comme piston pour la compression pré-cisaillement, les résultats obtenus sont similaires et reproductibles. Cela nous montre que les protocoles simplifiés restent pertinents pour la caractérisation d’échantillons poudreux, ce qui signifie qu’ils pourront être utilisés sur nos échantillons de poudres de glace.

Pour explorer plus avant le phénomène explicité précédemment de comportement différent de la poudre lors de l’enchaînement des mesures en cisaillement, nous avons également réalisé de nouvelles mesures. Face aux résultats encourageants de notre précédente comparaison, nous avons décidé d’utiliser à nouveau notre protocole simplifié, et de réaliser des

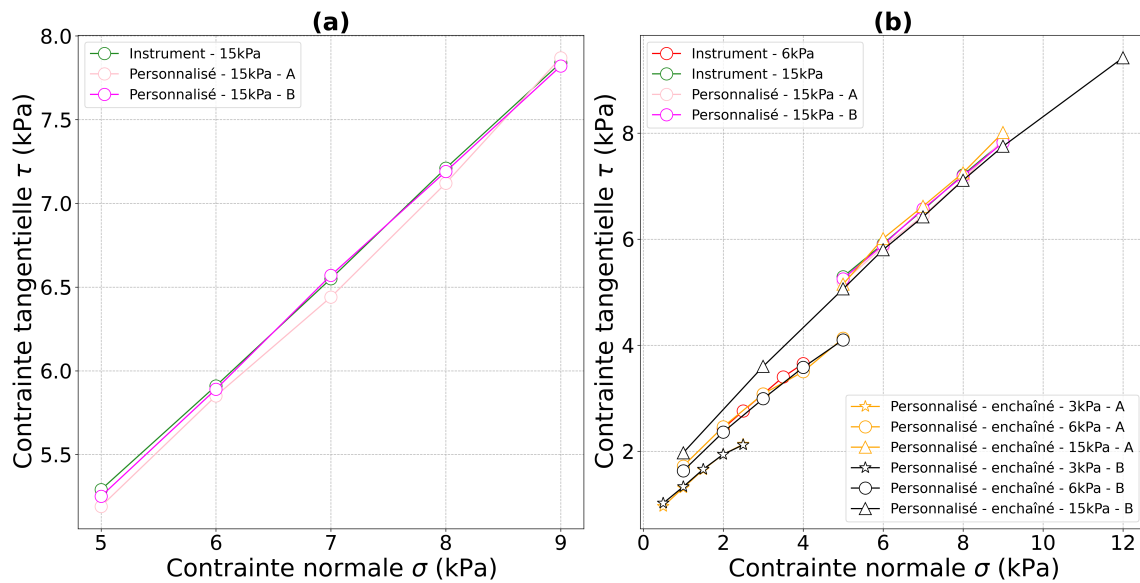


FIGURE 2.28 – Comparaison des mesures réalisées sur la poudre de calcaire avec le protocole d’acquisition de l’instrument et notre protocole simplifié (a), et comparaison entre des mesures réalisées individuellement grâce au protocole classique à 6 et 15 kPa avec des mesures réalisées à la chaîne à 3, puis 6 et enfin 15 kPa (b).

mesures enchaînées en suivant cette fois-ci des contraintes de pré-cisaillement croissantes. Ces résultats sont visibles avec la Figure 2.28b, qui montre que les mesures réalisées en contrainte croissante, pour les deux essais réalisés à 3, puis 6 et enfin 15 kPa, sont absolument identiques, et également similaires aux essais individuels réalisés avec les protocoles classiques.

L’ensemble de ces résultats nous permet de confirmer que la simplification des protocoles en vue de la mesure sur des échantillons à très basse température est pertinente et envisageable, et qu’ils seront certainement utilisés par la suite. Malheureusement, les contraintes techniques et temporelles ne nous ont pas permis d’aller plus loin dans le développement de cette expérience, qui n’a ainsi pas encore fourni de résultats supplémentaires. Nous n’avons en l’occurrence pas encore pu réaliser des essais en utilisant notre protocole de chargement impliquant de l’azote liquide. À noter cependant que les essais préliminaires de descente en température avec un premier prototype de refroidissement ont permis d’atteindre des températures très encourageantes de l’ordre de -140 °C.

2.5 Mesures de compacité

Dans l’optique d’une étude exhaustive de la poudre de glace, nous avons également envisagé le développement d’une expérience destinée à mesurer le degré de compaction d’un matériau granulaire fin, ainsi que sa capacité à se compacter. Cette caractérisation est simple et rapide, et donne des indications indirectes sur le degré de cohésion d’une poudre. En effet, les poudres non cohésives vont être plus compactes dès l’état initial que les poudres cohésives, dont les forces entre grains permettent de stabiliser des structures bien plus po-

reuses. L'idée de cette mesure est donc de quantifier à la fois l'état initial d'un matériau non compacté, mais également l'état de ce même matériau après compaction afin de quantifier la capacité des grains à se réorganiser de manière dynamique. Cette section présente les principes de cette mesure et les intérêts dans le cadre de notre étude, ainsi que les développements effectués pour la mise en place d'une telle expérience, qui ne sont que préliminaires au moment de l'écriture de ces lignes.

2.5.1 Principe de fonctionnement

Comme brièvement expliqué précédemment, le principe de cette caractérisation de matériaux granulaires repose sur la quantification de la compaction d'un tel milieu. C'est une mesure importante, notamment pour une estimation indirecte et relative de la cohésion de nos matériaux. En effet, plus les matériaux sont cohésifs, et plus la densité de ces derniers, par exemple après avoir simplement été versés dans un récipient, sera faible, de par les forces de cohésion importantes qui permettent la formation de structures très lâches et poreuses car les grains tiennent plus facilement les uns sur les autres. En partant de ce principe simple, il est possible de distinguer, par la mesure de leur compacité, des poudres présentant des niveaux de cohésion apparents différents. De plus, ce système de compaction contrôlée des poudres, et notamment des poudres de glace, peut être très utile pour obtenir des échantillons présentant des états de compaction précis. Cette méthode de caractérisation et de préparation peut ainsi être combinée avec d'autres méthodes, notamment la spectroscopie infrarouge, car la réponse spectrale d'échantillons présentant différents niveaux de compacité ne sera pas la même. En effet, le trajet optique du rayonnement infrarouge à travers la poudre est influencé par la proximité des grains et la quantité de vide qui existe entre eux, quantifier l'effet de ce paramètre de compacité de la poudre en laboratoire avec des échantillons compactés à des niveaux contrôlés permettra donc de mieux comprendre l'état des surfaces planétaires observées grâce à cette méthode particulière d'imagerie.

L'idée derrière cette mesure est essentiellement de comparer la densité d'une poudre avant compaction, qui occupe donc un volume V_0 , à celle après compaction avec un volume occupé V_f . En effet, si par principe les poudres cohésives sont moins denses initialement, elles peuvent tout de même atteindre, si elles sont compactées, des densités comparables aux poudres non cohésives, ce qui signifie que le pourcentage de compaction est plus important pour ces poudres cohésives. Cette propriété peut être étudiée par l'analyse de l'indice d'Hausner Hr , un nombre sans dimension qui permet de comparer ces volumes avant et après compaction pour un matériau donné,

$$Hr = \frac{V_0}{V_f}. \quad (2.3)$$

Ainsi, cet indice Hr est généralement supérieur à 1, et peut être relié de manière qualitative à la capacité d'une poudre à s'écouler plus ou moins facilement. Ainsi, d'après Lumay et al. [2012] et Fitzpatrick [2013], il est possible de relier à la fois l'angle de repos d'une poudre et son indice d'Hausner à sa capacité à s'écouler convenablement, comme explicité par le Tableau 2.6, directement tiré de leur étude.

Si ce rapport Hr constitue une première caractérisation des échantillons, il peut exister un

2.5. MESURES DE COMPACITÉ

TABLE 2.6 – Relation entre la capacité d’écoulement d’une poudre, son angle de repos et son indice d’Hausner, d’après Lumay et al. [2012] et Fitzpatrick [2013].

Capacité d’écoulement	Angle de repos (°)	Indice d’Hausner
Excellente	25 – 30	1,00 – 1,11
Bonne	31 – 35	1,12 – 1,18
Moyenne	36 – 40	1,19 – 1,25
Passable	41 – 45	1,26 – 1,34
Faible	46 – 55	1,35 – 1,45
Très faible	56 – 65	1,46 – 1,59
Très très faible	> 66	> 1,60

cas particulier où deux poudres possèdent des valeurs similaires de Hr , mais manifestent un comportement global différent. Cela peut s’expliquer par le fait que ce nombre sans dimension ne s’intéresse qu’à l’état initial et final du matériau, mais une caractérisation exhaustive se doit de prendre en considération le processus complet de la compaction du milieu, comme cela est illustré par la Figure 2.29. Cette figure montre clairement le cas de deux poudres avec un état initial et final identiques, ce qui se traduit par un même indice d’Hausner, mais pourtant les deux échantillons ne se compactent pas en suivant le même chemin. Ainsi, Lumay et al. [2012] ont proposé l’extraction d’un nouveau paramètre correspondant à la compacité du matériau, η , représenté par le rapport entre la densité apparente du matériau et la densité réelle des grains le constituant. Ainsi, cette grandeur représente le pourcentage du volume total du matériau réellement occupé par les grains, ce qui peut être apparenté à une mesure de la porosité. D’après Lumay et al. [2012], l’indice d’Hausner s’intéresse au rapport de compaction, là où le suivi de ce paramètre η permet d’étudier la vitesse de la compaction. Ils proposent ainsi d’étudier la valeur du nombre de coups nécessaires pour atteindre la moitié de l’amplitude totale de la compaction, $n_{1/2}$, afin de pouvoir distinguer des matériaux présentant éventuellement le même rapport Hr .

De par son principe de fonctionnement relativement simple et les quelques grandeurs qu’il est rapidement possible d’extraire grâce à elle, nous avons décidé de nous pencher plus en détail sur cette méthode afin, dans un premier temps, de développer un système similaire à ceux que nous pouvons trouver dans l’industrie ou la littérature, qui soit adaptable à nos besoins spécifiques. En effet, sachant que nous souhaitons caractériser des poudres de glace analogues aux régolithes des lunes glacées, nous devons travailler dans des conditions expérimentales spécifiques, notamment au niveau de la température. Cela requiert une capacité d’adaptation du montage expérimental que ne possèdent pas forcément les dispositifs du marché. Ainsi, les objectifs derrière cette expérience sont, dans un premier temps, de développer un système de mesure et de suivi de la compacité d’un matériau poudreux au cours d’un processus de compaction, et d’adapter ce système à nos conditions expérimentales particulières. Dans un second temps, ce dispositif sera utilisé pour caractériser les différents échantillons utilisés au cours de cette étude, qu’ils soient glacés ou non, ce qui signifie que des protocoles spécifiques devront être mis en place pour la préservation de nos poudres de glace. Ce sont ces développements (toujours en cours) qui sont présentés ici.

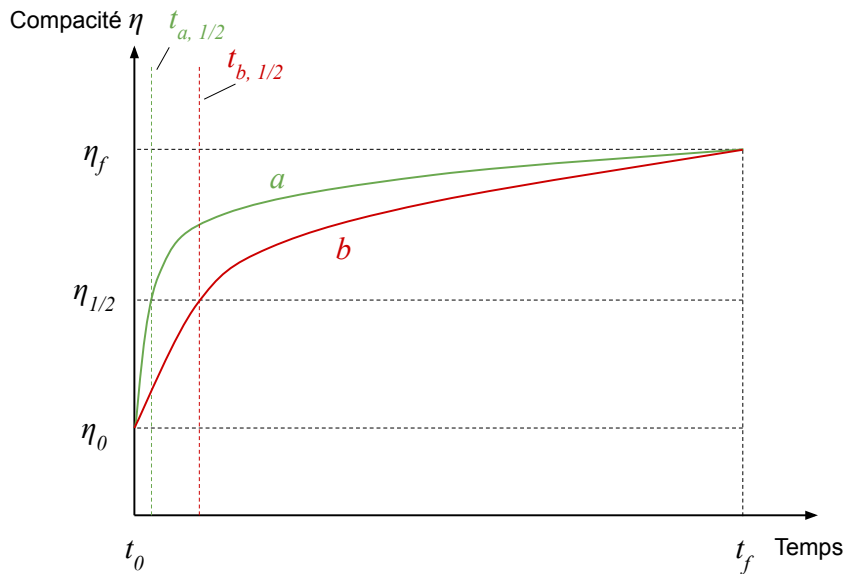


FIGURE 2.29 – Courbes de compaction illustratives de deux matériaux *a* et *b*, qui présentent deux indices d’Hausner similaires, mais des processus de compaction différents (tirée de Lumay et al. [2012]).

2.5.2 Caractéristiques techniques et principes opérationnels

Le principe même de cette mesure de l’indice d’Hausner et de la vitesse de compaction nécessite de compacter le matériau depuis un état initial vers un état final, et ce en suivant un processus reproductible et identique entre chaque matériau caractérisé. Classiquement, le meilleur moyen de compacter une poudre est de lui appliquer des vibrations et des secousses à une fréquence et une intensité contrôlées, des coups qui permettent aux grains de se réorganiser brièvement à chaque itération, jusqu’à atteindre un niveau de compaction final. Cette densité finale est ainsi appelée densité tassée ρ_t de par le principe utilisé, en opposition à la densité versée ρ_v qui correspond à l’état initial de la poudre. L’indice d’Hausner correspond au rapport entre ces deux grandeurs,

$$Hr = \frac{V_0}{V_f} = \frac{\rho_v}{\rho_t}. \quad (2.4)$$

Ainsi, afin de compacter notre matériau nous devons lui appliquer un certain nombre de coups, tous identiques afin de nous assurer une bonne reproductibilité. Plusieurs systèmes équivalents existent dans le commerce (manuels ou automatiques), pour leur étude, Lumay et al. [2012] ont utilisé le système GranuPack développé par la société Granutools, qui repose sur un principe d’arbre tournant afin d’appliquer ces coups. Nous nous sommes inspirés de ce système, ainsi que du système Densi-Tap développé par la société Ma.Tec pour nos propres développements. Le dispositif consiste en une came en laiton au profil en forme de spirale logarithmique, ce qui signifie qu’elle dispose d’une marche le long de son profil, d’environ 10 mm de haut. Cette came est disposée à la verticale, enfilée sur un axe horizontal relié à un moteur pas à pas. Nous venons placer sur le profil de la came une autre pièce en laiton, un arbre vertical cette fois-ci relié au porte-échantillon et guidé par un support afin

2.5. MESURES DE COMPACITÉ

de rester parfaitement vertical. Avec ce dispositif, lorsque la came est mise en rotation, au moment où cet arbre rencontre la marche présente sur la pièce rotative, il chute d'une hauteur correspondant à la taille de la marche, ce qui produit à l'impact un choc. Ces chocs sont directement transmis à notre échantillon, qui expérimente ainsi une série de coups répétés de même force, et régulièrement espacés dans le temps. Une représentation 3D du système est disponible en Figure 2.30 pour une meilleure visualisation.

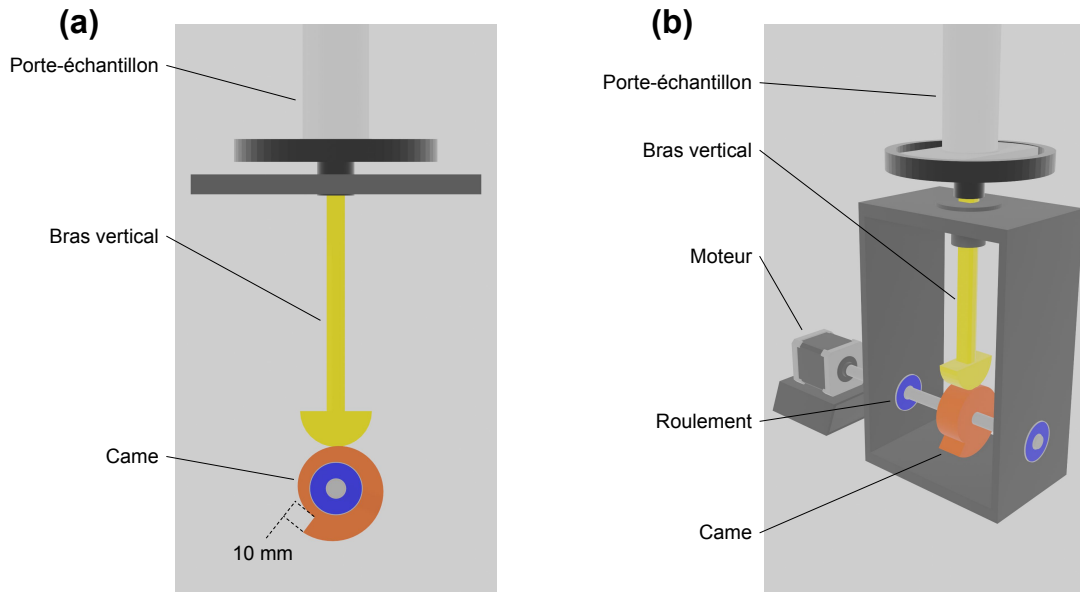


FIGURE 2.30 – Représentation 3D du système de compaction des poudres développé dans le cadre de notre étude. (a) Vue de face montrant la forme de la came utilisée et la géométrie du système. (b) Vue montrant les autres éléments mécaniques nécessaires au fonctionnement de l'expérience.

Ce système est contrôlable grâce à un circuit simple de type Arduino, qui permet de programmer le moteur afin d'effectuer un certain nombre de rotations, définissant ainsi le nombre de coups appliqués à notre échantillon. Afin de reproduire les systèmes de la littérature, nous avons programmé le dispositif pour effectuer 500 coups identiques et consécutifs pour un même échantillon [Lumay et al., 2012], à une fréquence de 200 coups par minute.

Nous pouvons suivre le processus de compaction grâce à un capteur de distance déporté. Il s'agit d'une mesure par laser (Keyence IL-300) qui permet de suivre la hauteur de la surface de la poudre à très haute fréquence, pour un suivi aussi précis que possible de la densité du matériau à chaque instant. Le laser est fixe, pointé vers la poudre, et au cours du processus la distance entre ce laser et la surface augmente naturellement à cause de la diminution du volume occupé par le matériau. Connaissant la distance entre le fond du porte-échantillon et le laser, il est possible de transformer cette hauteur de poudre mesurée en une densité. Ce laser, de par la fréquence d'acquisition qu'il requiert pour un suivi précis, est relié à une carte d'acquisition instruNet i-601 qui permet des acquisitions à haute fréquence, pilotée par le logiciel DASYLab. Une photographie légendée du système que nous avons mis en place est disponible en Figure 2.31.

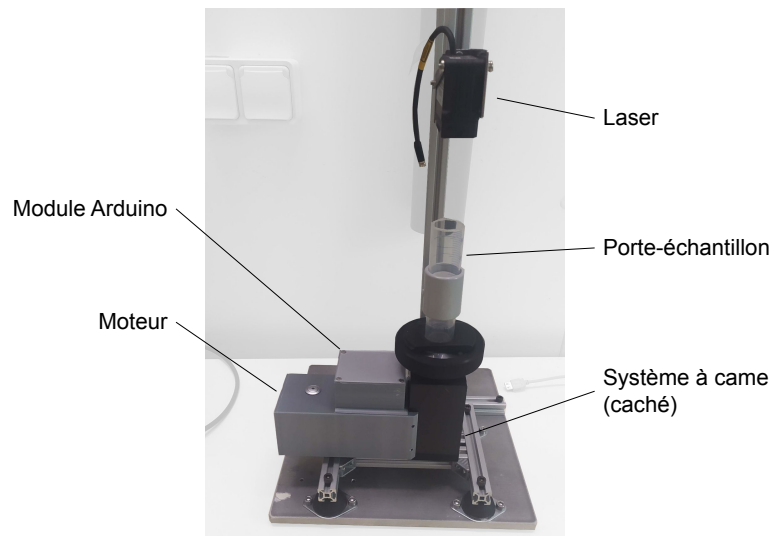


FIGURE 2.31 – Photographie légendée du montage réel de compaction des poudres que nous avons développé, avec l’élément de mesure de distance par laser.

L’objectif principal pour notre étude étant de pouvoir caractériser des poudres de glace à l’aide de ce dispositif, nous devons développer une solution visant à refroidir l’ensemble des éléments qui entreront en contact avec notre échantillon, de la même manière que pour le tambour tournant ou le rhéomètre à poudre. Cette étape du développement n’est encore qu’au stade conceptuel, mais des idées inspirées de nos autres montages peuvent être exploitées afin d’aboutir à un avancement ultérieur.

Nous avons ainsi imaginé un refroidissement qui repose sur le même principe que pour le rhéomètre à poudres, présenté en Section 2.4.2. Dans un premier temps, l’ensemble de l’expérience, peu encombrante et relativement économe en branchements de par son fonctionnement presque autonome en Arduino, est placée en chambre froide à $-25\text{ }^{\circ}\text{C}$, afin de garantir un taux d’humidité relativement bas, ainsi qu’une température négative en permanence, utile pour conserver nos échantillons sous forme solide. De ce fait, les éléments sensibles tels que le moteur de mise en rotation de la came et le système Arduino sont enfermés dans des boîtes destinées à les préserver du froid et de la condensation, et sont idéalement réchauffés légèrement afin de réduire les contraintes mécaniques dues au froid sur les éléments mobiles. Cependant, et comme cela a déjà été mentionné lors de la description des développements expérimentaux précédents, une telle température n’est pas satisfaisante pour notre cas d’étude, puisque les conditions qui règnent à la surface des corps glacés du système solaire font état de températures bien plus faibles.

Ainsi, idéalement le système de refroidissement du dispositif de mesure de densités ressemble à celui du FT4, avec un montage constitué de deux parties mobiles qui viennent enserrer la zone du porte-échantillon dans son ensemble. Ces coques seront percées à leur sommet afin de permettre la mesure de la hauteur de poudre par le système de laser. Le refroidissement en lui-même sera assuré par un système de circulation d’azote, qui injectera dans la chambre de refroidissement un gaz d’azote froid à l’aide d’un tuyau de cuivre percé. Le porte-échantillon devra également être repensé pour maximiser les échanges thermiques avec le gaz cryogénique, en utilisant une forme proche de celle du porte-échantillon usiné

pour le FT4. Avec de telles modifications, nous espérons ainsi pouvoir atteindre dans la zone de mesure des températures proches de celles du gaz injecté, afin de réaliser des mesures précises sur nos échantillons glacés.

2.5.3 Protocoles expérimentaux

L'un des plus gros défis à surmonter concernant ces expériences est la préparation et le chargement des échantillons. En effet, habituellement la densité tassée est comparée à la densité versée, qui correspond à une situation où le matériau est versé délicatement dans le porte-échantillon, afin de prévenir toute réorganisation parasite des grains. La densité initiale de la poudre est ainsi déterminée juste après avoir versé les grains. Cependant, un tel chargement est difficilement compatible avec le cas particulier des poudres de glace, car ces dernières doivent absolument être manipulées à très basse température. Pour ce faire, idéalement les échantillons glacés sont stockés par immersion dans l'azote liquide, ce qui les maintient à une température proche de -200 °C . Si nous voulons nous assurer qu'ils restent à cette température, nous devons les garder dans l'azote le plus longtemps possible, or verser la poudre dans le porte-échantillon pour suivre le protocole classique implique que le liquide cryogénique soit complètement évaporé, ce qui signifie que le matériau est fatalement réchauffé.

Pour tenter de répondre à cette problématique, nous avons décidé de nous pencher sur la mise en place d'un autre protocole, en partant d'un principe simple qui est que la mesure de l'indice d'Hausner et le suivi de la compaction d'une poudre est toujours possible, tant que l'état initial de nos échantillons est obtenu par la même procédure et que cette dernière est reproductible. Ainsi, nous avons imaginé un protocole de chargement compatible avec les très basses températures, utilisable avec n'importe quelle poudre de cette étude. Ce protocole est illustré par la Figure 2.32. Il comporte plusieurs étapes simples :

1. Un mélange d'azote liquide et d'échantillon est versé dans le porte-échantillon du système. Dans le cas d'une poudre de glace, l'échantillon est de base stocké dans un bain d'azote liquide, ce qui signifie que nous pouvons directement verser ce mélange dans le porte-échantillon. Dans le cas de poudres non glacées, stockées à température ambiante, l'échantillon doit d'abord être versé dans le liquide cryogénique pour s'assurer qu'il se trouve à très basse température. Cela permet de garantir que tous les échantillons mesurés se trouvent dans des conditions expérimentales similaires. L'azote liquide dans le porte-échantillon est en évaporation constante, ce qui a pour effet de mettre en mouvement les grains pour un mélange supposé homogène.
2. Lorsque la quantité d'azote liquide dans le porte-échantillon diminue, le mélange des grains diminue également en intensité, jusqu'à ce que notre échantillon, plus dense, coule vers le fond du contenant. L'azote liquide résiduel, en surface, s'évapore jusqu'à complètement disparaître, laissant uniquement l'échantillon dans un état initial de compacité que nous espérons reproductible.
3. De par la nature de la préparation par évaporation d'azote liquide, la surface de l'échantillon peut être assez irrégulière, ce qui pose problème pour la mesure très précise de hauteur par le système laser, qui va être capable de voir la moindre irrégularité de surface. Ainsi pour nous affranchir de ce problème, nous déposons à la surface de

la poudre un cylindre légèrement plus petit que le diamètre du porte-échantillon. Cet objet est réalisé en impression 3D, et est très léger, environ 2,6 g, afin de ne pas compacter de manière artificielle la surface de notre échantillon. Cet objet doit être bien évidemment refroidi au préalable en le plongeant dans un bain d'azote liquide. À partir de ce moment nous pouvons lancer l'acquisition de la hauteur de la poudre par le système laser, qui mesure désormais la surface plane du cylindre.

4. Nous appliquons ensuite la procédure de compaction d'une séquence de 500 coups, tout en conservant le cylindre à la surface de la poudre. Ainsi, le laser peut suivre à tout instant la hauteur du niveau de poudre, et donc la compaction.

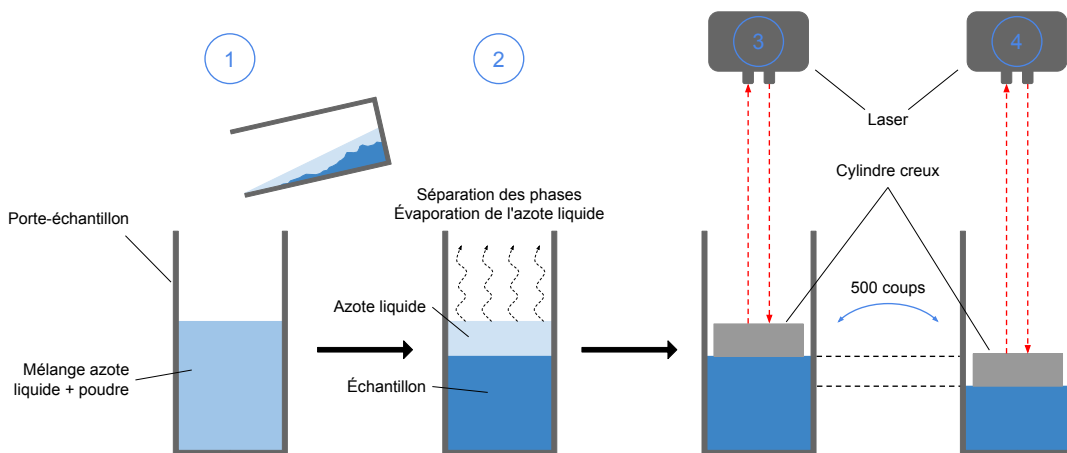


FIGURE 2.32 – Illustration schématique des différentes étapes du protocole de chargement du système de mesure de densités. Ces étapes sont décrites en détail dans le corps du texte.

À noter que ce protocole de chargement, dans le cas où le système de refroidissement existe et est mis en place, doit s'effectuer après la mise à froid, lorsque les éléments sensibles sont à leur température la plus basse. En l'absence de ce système de refroidissement actuellement, des tests à température ambiante ont été réalisés sur des poudres modèles et quelques échantillons glacés afin de vérifier la pertinence de ce protocole, et seront présentés par la suite.

2.5.4 Résultats préliminaires

Afin de vérifier la pertinence et la validité du protocole expérimental que nous avons imaginé (voir Section 2.5.3), nous avons réalisé quelques essais préliminaires sur des poudres modèles qui ont également servi à vérifier le fonctionnement global du système.

Nous avons donc réalisé des répétitions de mesures sur la poudre de calcaire très cohésive, les deux poudres de verre à notre disposition (Verre A et B, voir Section 2.1.4 et Section 2.2.2), ainsi quelques essais sur la poudre de glace formée par pulvérisation avec la buse fonctionnant par siphonage, qui permet de réaliser nos grains les plus petits (PG-C, voir Section 2.1.2 et Section 2.2.2 pour les distributions granulométriques de tels échantillons). L'objectif ici est de vérifier que le protocole permet, pour un même échantillon, d'obtenir un

2.5. MESURES DE COMPACTITÉ

état de compaction initial similaire entre chaque mesure, et que le système permet de suivre le processus de compaction avec précision.

Nous avons donc suivi le protocole décrit en Section 2.5.3 pour tous les échantillons testés. Le porte-échantillon est constitué d'une éprouvette graduée séparée en deux parties, une partie supérieure et une partie inférieure. La partie inférieure est fixée au système à came par l'intermédiaire d'une bague qui vient se visser sur le support en maintenant en place la base de l'éprouvette. Cette dernière est refroidie en versant de l'azote liquide à l'intérieur. Une fois qu'elle a atteint sa température minimale, la partie supérieure est mise en place à l'aide d'un joint. L'échantillon, mélangé à l'azote liquide, est ensuite chargé, et la partie supérieure de l'éprouvette prévient toute perte involontaire de poudre causée par l'évaporation très énergétique du liquide cryogénique, qui peut parfois projeter du matériau lors de la formation de bulles qui éclatent à la surface. Cette extension de l'éprouvette peut être retirée lorsque l'azote s'est complètement évaporé, et nous plaçons le cylindre creux à la surface de l'échantillon juste après cette étape, afin de lancer la procédure de compaction. À noter ici que ni la température ni l'humidité ne sont contrôlées dans ces essais, réalisés hors de la chambre froide. Le processus de compaction à la fréquence de coups indiquée précédemment dure environ 150 s, ce qui, à température ambiante, est certainement largement suffisant pour réchauffer drastiquement notre échantillon. Cependant, ce n'était pas l'effet de la température qui était analysé ici, simplement le protocole de chargement de l'échantillon, ce paramètre ne sera donc pas pris en compte dans la suite.

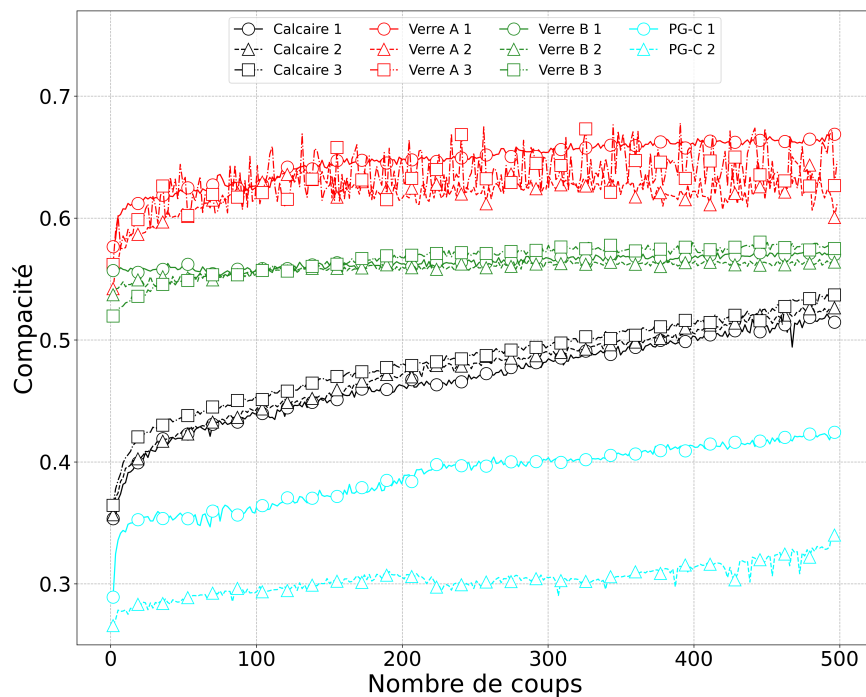


FIGURE 2.33 – Évolution de la compacité de différents échantillons de poudres (à mettre en relation avec le Tableau 2.7) en fonction du nombre de coups appliqués au matériau.

Les résultats de cette première campagne de tests sont disponibles en Figure 2.33. Cette figure montre l'évolution de la compacité C de différents échantillons de poudres, de référence ou de glace, en fonction du nombre de coups appliqués pour tasser nos échantillons. La

compacité est définie comme le rapport de la densité apparente du matériau (prenant donc en considération les grains avec la porosité) et de sa densité intrinsèque ρ_p . Elle permet donc de comparer entre eux des matériaux dont la densité intrinsèque est possiblement très différente, et dont la comparaison des seules densités apparentes aurait pu donner des résultats très différents. La considération de la compacité plutôt que de la densité permet donc de comparer tous les échantillons.

Si nous considérons, dans nos expériences, la densité apparente du matériau à un instant noté i de la compaction, définie comme ρ_i , nous pouvons alors écrire :

$$C_i = \frac{\rho_i}{\rho_p}, \quad (2.5)$$

avec C_i la compacité du matériau à l'instant i . La densité apparente de l'échantillon considéré est définie par la masse de ce dernier, m_p , qui est constante au cours de l'expérience, et par son volume, qui lui change à cause de la compaction, V_i . Connaissant le diamètre de notre porte-échantillon D_{PE} , mesurer la hauteur h_i de la poudre dans ce dernier suffit à obtenir son volume :

$$V_i = \pi \frac{D_{PE}^2}{4} h_i. \quad (2.6)$$

Ainsi, en combinant les deux équations précédentes, il est possible, à partir de l'évolution de la hauteur de poudre, de déterminer l'évolution de la compacité de notre matériau au cours du processus de compaction :

$$C_i = \frac{4m_p}{\pi D_{PE}^2 h_i \rho_p}. \quad (2.7)$$

L'expression de la compacité d'un matériau requiert la connaissance de la densité intrinsèque de ce dernier. Cette information est simple à obtenir pour les poudres de référence car elle est fournie par le fabricant. Pour la poudre de calcaire, cette densité est donnée à 2700 kg.m^{-3} , pour les poudres de verre, la densité est de 2600 kg.m^{-3} et pour la poudre de glace elle est estimée à 940 kg.m^{-3} [Lide, 2004].

Plusieurs choses intéressantes sont visibles sur la Figure 2.33, dans un premier temps nous pouvons voir qu'il est facile de distinguer des poudres de nature différente, même si le lien avec la cohésion n'est pas forcément évident. Les poudres très peu cohésives comme les poudres de verre sont initialement plus compactes, et se compactent donc peu, contrairement aux poudres plus cohésives comme le calcaire ou la poudre de glace. Nous pouvons également remarquer ici un phénomène intéressant que sont des valeurs de compaction supérieures à 0,64, la valeur maximale théorique pour l'assemblage le plus dense possible de sphères de mêmes tailles. Ces valeurs élevées de compaction peuvent être atteintes lorsque le matériau présente une gamme très variée de tailles de grains, et là où des sphères mono-disperses, même en s'arrangeant de la manière la plus dense possible, laissent des espaces entre elles impossibles à remplir, un matériau poly-disperse peut combler ces espaces avec les plus petits grains, ce qui peut amener à des valeurs de compacité bien plus élevées. C'est certainement ce que nous observons ici pour l'échantillon de Verre A, qui possède les grains les plus petits, mais également certainement les plus poly-disperses.

Nous pouvons également voir ici qu'il est plutôt évident que l'état initial de poudres identiques n'est pas le même, ce qui semble signifier que le protocole mis en place n'est pas

2.5. MESURES DE COMPACTITÉ

pertinent ou qu'il reste perfectible, ce qui est très certainement le cas. En effet, les différents éléments dont nous disposons ne sont pour le moment qu'à l'état de prototypes, nous n'avons pas d'objet final ni calibré, ce qui peut jouer dans les imprécisions observées. De plus, les différentes étapes du protocole lui-même demandent à être raffinées, notamment au niveau de la gestion de l'azote liquide présent avec notre échantillon lors du chargement. En effet, lors de son évaporation certaines poches de gaz d'azote peuvent rester piégées à l'intérieur de l'échantillon, essentiellement lorsque ce dernier présente une forte cohésion. Ce gaz piégé aléatoirement peut contribuer à une compacité initiale plus faible, ce qui perturbe certainement les mesures. Ensuite, lors des premiers coups appliqués à la poudre qui permettent aux grains de se réorganiser, ces gaz peuvent être brutalement libérés, et ce dégazage soudain peut être à l'origine d'une éjection de matériau, certes faible mais bien présente, qui peut altérer la lecture finale de la hauteur de poudre. La seule exception à cet état initial différent semble être la poudre de calcaire qui montre des mesures très similaires.

Un autre problème que nous avons constaté est la remontée de matériau entre le bord intérieur du porte-échantillon et le cylindre placé à la surface pour garder une surface plane. En effet, afin de pouvoir introduire aisément ce cylindre dans le porte-échantillon, ce dernier doit être d'un diamètre légèrement inférieur. Cela laisse un espace autour de lui, et nos grains étant microscopiques, certains d'entre eux peuvent passer dans cet espace pour venir, à cause des vibrations que nous appliquons au système, former une couche à la surface du cylindre, qui peut venir perturber les mesures du laser. Cela explique pourquoi, parfois, les signaux de compacité ont l'air bruités, essentiellement vers la fin des mesures. C'est notamment le cas des billes de verre les plus petites (Verre A sur la figure) qui sont seulement très légèrement cohésives, et qui peuvent donc facilement se glisser dans cet espace, d'où un signal très bruité en apparence. Un travail plus approfondi sur la forme du cylindre peut être fait pour limiter ce phénomène.

Enfin, concernant des résultats plus intéressants, nous pouvons calculer pour ces mesures préliminaires l'indice d'Hausner que nous obtenons, ainsi que le paramètre $n_{1/2}$ pour caractériser la vitesse de la compaction, regroupés dans le Tableau 2.7. Ces premiers résultats, même préliminaires, nous montrent que malgré un état initial différent, une même poudre aura à chaque mesure un indice d'Hausner proche, ce qui indique que le système tout comme le protocole peuvent être pertinents concernant ce paramètre. Il est facile de distinguer les quatre poudres entre elles grâce à ce nombre sans dimension, avec la poudre de calcaire qui présente le plus haut indice d'Hausner, correspondant à une capacité d'écoulement passable dans le Tableau 2.6. Les poudres de verre présentent une excellente capacité d'écoulement, avec des indices d'Hausner proches pour les deux types d'échantillons testés, même si la poudre de verre la moins cohésive (avec les plus gros grains, Verre B) présente des rapports légèrement plus faibles. Enfin, l'échantillon de poudre de glace analysé présente des rapports Hr intermédiaires et plus dispersés, qui placent cet échantillon à une capacité d'écoulement moyenne. Cependant, la température de l'échantillon qui, comme mentionné plus haut, n'est pas contrôlée lors de ces essais, peut drastiquement augmenter malgré la courte durée d'une acquisition, ce qui peut changer les propriétés cohésives de la poudre de glace, et donc sa capacité à se compacter, au cours de l'expérience.

Au regard du paramètre $n_{1/2}$, les résultats sont plus surprenants et pointent quelques difficultés, mais montrent également des similarités par rapport à ce qui avait été observé grâce aux indices d'Hausner. En effet, les poudres de nature cohésive, avec des indices d'Hausner

TABLE 2.7 – Tableau récapitulatif des différents échantillons analysés pour les essais préliminaires en compaction, montrant les indices d’Hausner et la vitesse de compaction obtenus pour chacun d’entre eux.

Poudres	d50 (μm)	N° mesure	Hr	$n_{1/2}$
Calcaire	17, 1	1	1, 33	75
		2	1, 34	123
		3	1, 32	132
Verre A	36, 1	1	1, 10	39
		2	1, 09	33
		3	1, 09	68
Verre B	122, 0	1	1, 02	252
		2	1, 03	32
		3	1, 08	42
PG-C	24, 7	1	1, 24	95
		2	1, 18	140

élevés, semblent également exhiber des valeurs de $n_{1/2}$ plus élevées et relativement proches, signe que ce paramètre permet de rendre compte de cette cohésion. La même constatation peut être faite pour les poudres peu cohésives (les poudres de Verre) qui montrent des $n_{1/2}$ faibles et similaires. Cette particularité était déjà visible sur la Figure 2.33, mais nous la quantifions ici avec plus de précision. En revanche, nous constatons facilement grâce à ces valeurs de $n_{1/2}$ qu’à ce stade du développement de cette expérience, le comportement des différents échantillons ne paraît pas toujours reproductible, ce qui n’était pas forcément visible avec le seul indice d’Hausner. Le paramètre $n_{1/2}$ montre en effet des valeurs qui peuvent être très différentes, pour le même échantillon, comme pour la mesure 1 du Verre B, ou la différence observée entre les deux mesures sur l’échantillon de glace PG-C. À noter que les valeurs indiquées dans le Tableau 2.7 sont données à titre de première estimation, la détermination précise de ce paramètre nécessite un traitement plus fin de nos données, afin notamment de s’affranchir des fluctuations rapides et parasites de la compacité de nos échantillons, qui rendent difficile la lecture de ce paramètre.

2.6 Conclusion

Cette section a servi d’introduction aux nombreuses méthodes que nous avons développées et utilisées au cours de cette étude. Ainsi, nous avons donné une description précise de tous les dispositifs destinés à la synthèse de divers échantillons glacés, tout comme les poudres qui serviront de base de comparaison pour quantifier précisément le comportement de ces grains de glace. Ces méthodes de synthèse doivent être accompagnées par une caractérisation morphologique afin de quantifier à la fois la taille et la forme des grains produits, par le biais d’outils également décrits dans ce chapitre.

Les autres méthodes de caractérisation ont pareillement été décrites, afin de présenter

2.6. CONCLUSION

les nombreux développements que nous avons dû réaliser pour adapter des expériences classiques aux conditions extrêmes de température que nous souhaitons reproduire pour nous rapprocher au maximum des conditions régnant à la surface des lunes glacées. Les détails techniques fournis pour la description du tambour tournant sont particulièrement denses de par le fait que cette expérience reste notre principale source de résultats, mais aussi dans l'optique d'une éventuelle reproduction du système complet. De par leur caractère encore exploratoire, les expériences du rhéomètre et de la mesure de densité ont été décrites avec le plus de détails possibles, mais elles sont encore en développement, et les résultats obtenus et décrits ici ne sont encore que préliminaires, et nécessitent de nombreux ajustements et améliorations, tant au niveau des protocoles que des systèmes techniques.

Chapitre 3

Caractérisation mécanique d'analogues aux régolithes glacés

Ce chapitre est dédié à l'analyse expérimentale des analogues aux régolithes glacés produits grâce aux méthodes décrites au chapitre précédent. Il s'agit essentiellement d'une description des différents résultats obtenus grâce au dispositif du tambour tournant, appliqué dans un premier temps aux poudres de référence non glacées, afin d'obtenir une base de comparaison. Ces résultats de référence sont ensuite comparés à des expériences réalisées sur différents échantillons de poudres de glace, dont nous avons notamment fait varier le paramètre concernant la taille des grains.

Ces analyses ont révélé des comportements atypiques de la poudre de glace, comparative-ment aux poudres de référence, qui seront décrits en détail dans ce chapitre. Afin d'expliquer et interpréter ces résultats, nous avons également développé un modèle physique simple qui sera lui aussi décrit ici, et qui permet d'interpréter les résultats expérimentaux obtenus en termes d'énergie de surface (c'est-à-dire de cohésion) du matériau. Ce modèle permet également d'extrapoler l'évolution de la cohésion des grains à différentes températures, tailles de grains, et valeurs de gravité, afin d'étudier le possible état de surface des principales lunes de glace, notamment Europe et Encelade.

3.1 Analyse morphologique - Rappels

Cette section sert essentiellement de rappel en début de chapitre concernant la morphologie et la distribution granulométrique des différents échantillons analysés (déjà présentées dans le Chapitre 2 en Section 2.2.2), afin de pouvoir facilement retrouver ces valeurs, à la fois pour les poudres de référence et les poudres de glace.

3.1.1 Poudres de glace au microscope optique

Pour rappel, les poudres de glace ont été analysées grâce à la microscopie optique couplée à un système cryostatique, car les outils de mesure classiques de la forme et de la taille des

3.1. ANALYSE MORPHOLOGIQUE - RAPPELS

grains comme les granulomètres sont incompatibles avec les températures nécessaires à la conservation optimale de nos échantillons.

Comme cela sera explicité par la suite lors de la présentation des principaux résultats, seuls trois types d'échantillons glacés ont été analysés de manière dynamique avec le tambour tournant, pour des raisons pratiques mais également des contraintes temporelles. Ainsi, seuls ces trois échantillons sont présentés dans ce rappel (se référer à la Section 2.2.2 pour les autres échantillons glacés).

Deux des spécimens concernés sont notés PG-A et PG-B (Poudre de Glace A et B), et sont des échantillons de glace pure synthétisés par pulvérisation dans l'azote liquide grâce à la buse AN9010SS (Section 2.1.2). Ce sont donc des poudres présentant des grains approximativement sphériques de tailles relativement distinctes, ce qui permet d'étudier, dans nos expériences, l'effet de ce paramètre sur l'écoulement au sein d'un tambour tournant. La Figure 3.1a,b présente deux images acquises en microscopie optique qui montrent les différences entre ces deux échantillons. Le troisième échantillon a été produit grâce au protocole SPIPA-B (Section 2.1.2 et Figure 3.1c).

La distribution granulométrique de ces poudres a été déterminée manuellement à l'aide de la microscopie numérique (voir Section 2.2.1), en réalisant l'approximation que les grains sont sphériques, et que leur projection en 2D peut donc s'apparenter à un cercle. Ainsi, le diamètre de ces grains circulaires a été mesuré, et une distribution granulométrique en termes de volumes a été calculée, présentée en Figure 3.1d. Pour construire cette distribution, nous calculons le volume des grains mesurés (considérés ici comme des sphères dont nous avons mesuré le diamètre), et nous définissons un intervalle de volume compris entre le plus petit et le plus grand volume calculé. Cet intervalle est divisé en classes, 20 au total, et pour chacune d'entre elles nous déterminons le volume total représenté par les grains compris au sein de cette classe, que nous divisons par le volume total afin d'avoir une proportion volumique de la classe considérée par rapport au total de tous les grains. En faisant la somme cumulée de toutes les classes, il est possible d'obtenir la distribution granulométrique de nos échantillons sous forme d'une courbe de fréquence cumulée, en termes de volumes des grains pour correspondre aux représentations standards. Cette représentation a pour conséquence de donner plus de poids aux particules les plus grosses qui, dans le cas d'une mesure microscopique manuelle, sont forcément sous-représentées car présentes en moins grande quantité sur nos images, vu qu'elles occupent plus de place.

En réalisant cet exercice de comptage et mesure manuelle sur 4580, 3348 et 730 grains pour les poudres PG-A, PG-B et SPIPA-B respectivement (l'échantillon SPIPA-B présente moins de mesures car étudié plus tardivement au cours de cette étude), nous avons pu déduire que la poudre PG-A présentait des particules d'une taille médiane de 83,0 μm , contre 132,1 μm pour la poudre PG-B et 134,3 pour l'échantillon SPIPA-B (voir Tableau 3.1). Comme le montre ce tableau ainsi que la Figure 3.1d, les poudres PG-B et SPIPA-B présentent des distributions granulométriques quasiment identiques, aussi la comparaison des résultats de caractérisation dynamique de ces deux échantillons permettra de déterminer si des différences existent concernant les propriétés des grains, quant à la méthode de synthèse utilisée.

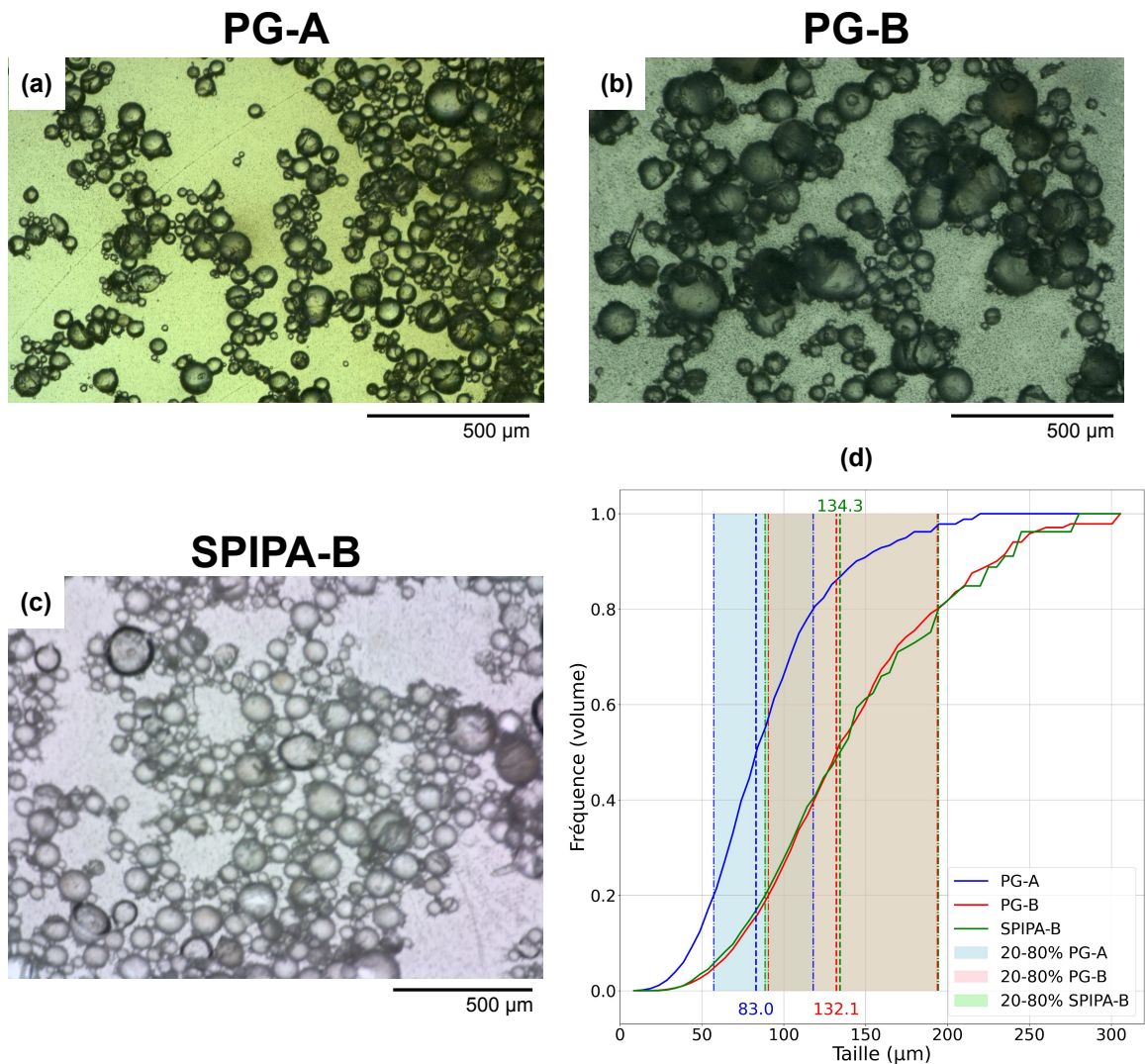


FIGURE 3.1 – Récapitulatif de la distribution granulométrique des échantillons de glace utilisés en tambour tournant. (a) Image d'exemple de l'échantillon PG-A au microscope. (b) Image d'exemple de l'échantillon PG-B au microscope. (c) Image d'exemple de l'échantillon SPIPA-B au microscope (Dino-Lite). (d) Distribution granulométrique sous forme de fréquence cumulée en volume pour les échantillons PG-A, PG-B et SPIPA-B.

3.1.2 Poudres de référence au granulomètre

Les poudres de référence que nous avons utilisées pour cette étude expérimentale sont les poudres de verre et la poudre de calcaire, nommées Verre A, Verre B et Calcaire pour conserver une dénomination simple. Comme explicité précédemment, la taille des grains de ces poudres a été mesurée par la méthode classique et automatisée proposée par la granulométrie laser. Cet instrument permet des mesures répétées, rapides et précises sur un très grand nombre de grains, ce qui permet une évaluation pertinente de la taille de nos grains. Chaque échantillon a été analysé entre 9 et 11 fois, afin d'assurer une bonne répétabilité de la mesure, essentiellement à cause de la mesure des poudres très cohésives comme le Calcaire.

3.2. ÉTUDE DYNAMIQUE EN TAMBOUR TOURNANT

En effet, il est très facile, sans précaution, de créer des agrégats de ces grains très cohésifs, si la poudre est introduite trop rapidement dans l'instrument, et ce malgré le milieu liquide dans lequel les grains sont dispersés, et les ultrasons utilisées par l'appareil pour tenter de défaire ces éventuels agrégats. Répéter les mesures permet de s'assurer que l'échantillon a été correctement préparé et chargé. Les résultats de ces mesures réalisées à l'aide du granulomètre sont rappelées en Figure 3.2.

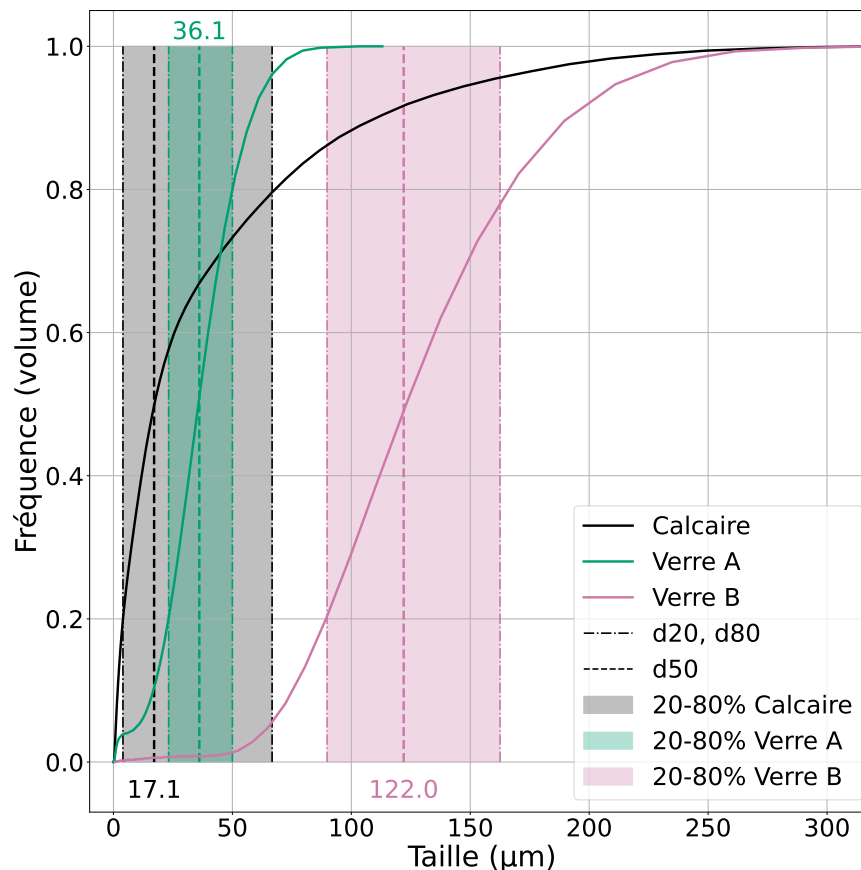


FIGURE 3.2 – Distribution granulométrique des trois échantillons de référence utilisés dans les expériences en tambour tournant.

Comme cela a déjà été présenté, des différences marquées existent entre nos échantillons de référence, notamment pour les billes de verre qui possèdent des grains d'un même matériau, de même forme, mais avec des tailles de grain très nettement séparées. La poudre de calcaire, elle, certainement de par sa nature broyée, présente une distribution très large et assez peu nettement définie. Un récapitulatif des propriétés des poudres utilisées avec notre tambour tournant est disponible avec le Tableau 3.1.

3.2 Étude dynamique en tambour tournant

Les objectifs de cette étude ont été définis en Section 2.3.1, mais nous les rappelons ici brièvement. L'idée est de pouvoir caractériser le comportement dynamique de poudres

TABLE 3.1 – Tableau récapitulatif des distributions granulométriques mesurées pour les échantillons analysés en tambour tournant.

Poudre	Densité (kg.m⁻³)	d20 (µm)	d50 (µm)	d80 (µm)
Calcaire	2700	4,0	17,1	66,7
Verre A	2600	23,2	36,1	50,0
Verre B	2600	89,8	122,0	162,5
Poudre de glace A	940	57,2	83,0	118,0
Poudre de glace B	940	90,6	132,1	193,8
SPIPA-B	940	88,6	134,3	194,4

considérées comme des dépôts cryo-volcaniques frais, en les plaçant dans un tambour tournant pour étudier leur écoulement lors de la mise en rotation du dispositif. L'objectif principal est de caractériser la capacité de ces poudres à s'écouler, qui pourra par la suite être rapprochée à la cohésion de ces dernières, en fonction de la température et en nous plaçant aux conditions de température des lunes de glace. Ces comportements des poudres de glace, parce qu'elles restent des échantillons exotiques qui n'ont jamais été observés à l'aide d'un tel dispositif, doivent être comparés à celui de poudres plus classiques, cohésives ou non, et à des températures proches pour nous assurer une comparaison correcte. Dans un premier temps, cependant, des analyses doivent être effectuées sur ces poudres plus classiques, à température terrestre d'abord puis représentative des corps glacés du Système Solaire, afin de vérifier que notre dispositif de mesure fonctionne convenablement, et ce dans n'importe quelle condition d'utilisation.

3.2.1 Poudres de référence

L'étude de poudres dites « classiques », ou de référence dans notre cas, constitue la première étape indispensable à toute caractérisation d'un matériau plus atypique comme la poudre de glace. Cette première phase consiste en une analyse simple à température ambiante sur tous nos échantillons de poudres de référence, afin de retrouver, au moins dans le cas des poudres les moins cohésives, les comportements classiques observés dans la littérature. Ensuite, une fois cette première validation effectuée, il sera possible de réaliser la même étude, mais à très basse température, pour s'assurer que les comportements n'ont pas changé, et pour s'assurer de la fiabilité des résultats obtenus par la suite sur des poudres aux comportements beaucoup moins bien connus. Cette étude préliminaire sur des poudres modèles permettra aussi d'étudier la capacité de discrimination de notre dispositif concernant la cohésion des poudres. En effet, l'analyse de poudres aux comportements cohésifs radicalement différents et connus permettra de confirmer que ces différences sont clairement visibles sur les paramètres extraits du tambour.

3.2. ÉTUDE DYNAMIQUE EN TAMBOUR TOURNANT

3.2.1.1 Analyses à température ambiante

Les toutes premières analyses réalisées concernent des mesures d'écoulement à température ambiante, effectuées sur deux de nos poudres de référence, la poudre de calcaire et la poudre de Verre B. L'objectif est de pouvoir retrouver les comportements observés dans la littérature, au moins sur la poudre de Verre B qui n'est pas du tout cohésive et qui peut s'écouler librement. La poudre de calcaire, elle, est trop cohésive pour pouvoir étudier ces comportements classiques, mais la comparaison entre les deux échantillons s'avère cruciale car elle permettra de déterminer s'il est possible, d'après les paramètres que nous extrayons des mesures en tambour tournant, de discriminer des poudres présentant des comportements cohésifs très différents.

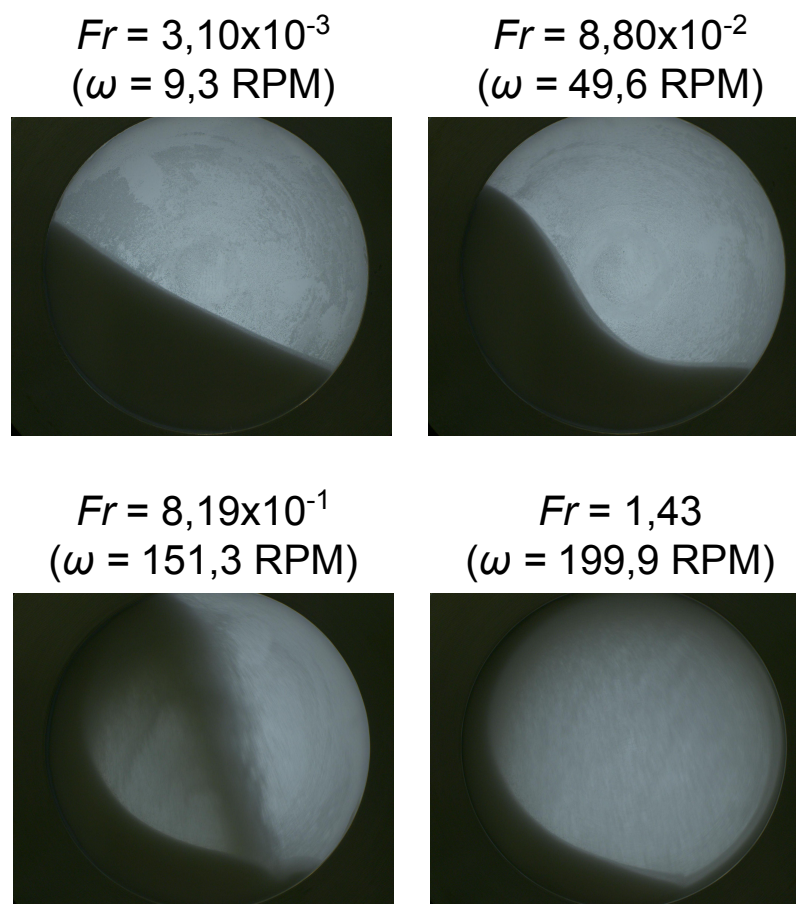


FIGURE 3.3 – Régimes d'écoulement de la poudre de Verre B obtenus dans notre tambour tournant. Les nombre de Froude et les vitesses correspondantes sont indiqués pour chaque image.

Pour réaliser cette analyse, nous appliquons les protocoles que nous avons décrits en Section 2.3.5, sans nous inquiéter dans un premier temps de la température du tambour, car nous ne manipulons pas ici des poudres sensibles à cette dernière. Nous pouvons donc ignorer l'étape de préparation du tambour avec son refroidissement, et l'étape de chargement des échantillons à froid, pour simplement charger nos poudres dans le tambour, avec un

taux de remplissage d'environ 50 %. La séquence d'acquisition des données est également différente, avec ici une gamme de vitesse bien plus large que ce qui avait été présenté en Tableau 2.5, et ceci à de simples fins de vérification des différents comportements observés dans le tambour pour s'assurer d'une correspondance acceptable entre notre dispositif et les régimes décrits par Mellmann [2001] (Tableau 2.4). Les nombre de Froude utilisés s'étalent de $Fr = 3,6 \times 10^{-5}$ à $Fr = 1,43$ (ce qui correspond respectivement à des vitesses allant de $\omega = 1$ RPM à $\omega = 200$ RPM environ), ce qui est normalement suffisant pour couvrir toute la gamme de régimes. Afin d'effectuer des mesures plus rapides, nous n'enregistrons pour cette séquence que 25 images par vitesse de rotation, au lieu de 50. La Figure 3.3 montre le comportement d'écoulement de la poudre de Verre B, non cohésive, au sein du tambour à différentes vitesses de rotation typiques, correspondant normalement aux régimes de rotation *rolling*, *cascading*, *cataracting* et *centrifuging*. Cette figure montre clairement que ces régimes décrits dans la littérature sont présents au sein de notre tambour, de la surface très plane et régulière du régime *rolling* à la forme en « S » caractéristique du régime *cascading*, les grains projetés par le régime *cataracting*, jusqu'aux particules collées aux parois du tambour durant la rotation pour le régime *centrifuging*. Cela semble confirmer que notre dispositif reproduit convenablement les comportements normalement observés.

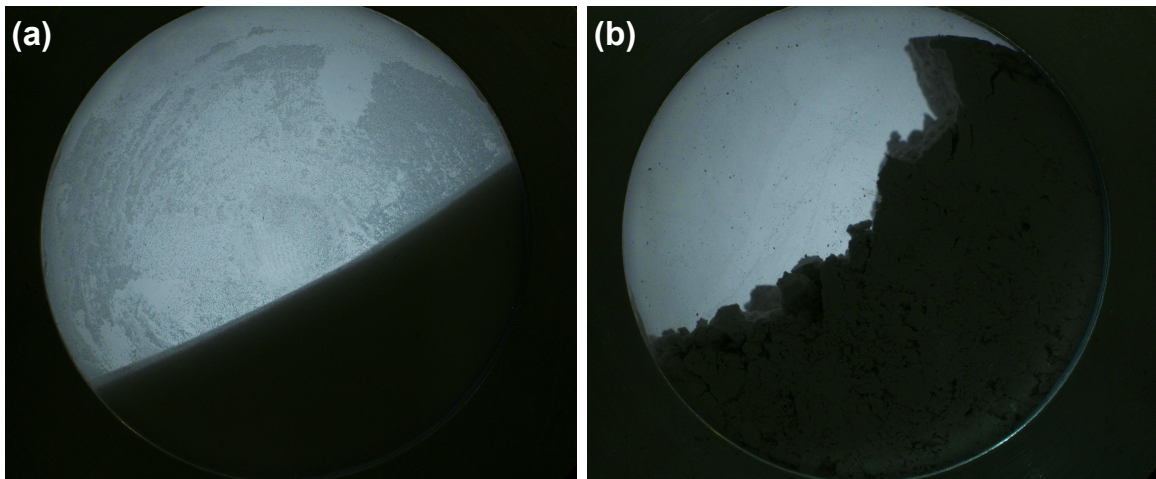


FIGURE 3.4 – Comparaison de comportements entre la poudre de Verre B (a) et la poudre de calcaire (b) en rotation dans le tambour tournant à la même vitesse $\omega = 5,29$ RPM.

Cette première vérification effectuée sur notre échantillon non cohésif, nous avons voulu aller plus loin pour le comparer avec notre échantillon cohésif, la poudre de calcaire. Pour cela, nous avons reproduit exactement la même séquence d'acquisition que celle précédemment décrite avec ce nouvel échantillon, afin d'observer et constater les différences visibles suite à un changement drastique de cohésion. Afin de valider le fonctionnement de notre dispositif, il doit être possible de différencier aisément les poudres présentant différents de cohésion. Une première analyse simple que nous pouvons réaliser est la comparaison visuelle de nos deux échantillons en rotation au sein du tambour tournant. Cette observation peut être réalisée grâce à la Figure 3.4, qui montre la poudre de calcaire et la poudre de Verre B côte-à-côte, à la même vitesse de rotation correspondant à $Fr = 10^{-3}$ soit $\omega = 5,29$ RPM, et après une même durée de rotation pour une comparaison rigoureuse. Il est clairement visible

3.2. ÉTUDE DYNAMIQUE EN TAMBOUR TOURNANT

ici sur cette figure que les deux poudres adoptent des comportements radicalement différents, la poudre de Verre B exhibe une surface très facilement identifiable, complètement plane, sans aucune aspérité, et avec un angle clairement défini et relativement faible. La poudre de calcaire, en comparaison, présente une surface beaucoup moins claire, très irrégulière, avec de nombreuses aspérités et blocs, et il est même visible, au niveau du point le plus élevé de la surface d'écoulement, un bloc qui s'est détaché de la paroi et qui est en cours d'avalanche, tout en conservant en partie la forme circulaire du tambour. De plus, l'angle de cette surface (même s'il est moins évident à déterminer de par son aspect torturé) semble plus élevé que pour la poudre de Verre B. Nous avons, à des fins de démonstration, bien évidemment choisi les cas les plus extrêmes parmi nos poudres de référence, avec la poudre de calcaire qui est très cohésive, et la poudre de Verre B qui ne l'est pas du tout, mais cette différence est clairement illustrée simplement par l'inspection visuelle au sein du tambour.

Pour une comparaison plus précise, nous pouvons analyser ces données en suivant le traitement d'images décrit en Section 2.3.5 et la méthode dite du « centroïde ». Ce traitement nous permet d'extraire, pour chaque vitesse de rotation, l'angle moyen de la surface d'écoulement de nos poudres, ainsi que l'écart-type autour de cet angle moyen, qui correspond en première approximation aux variations de la surface d'écoulement au cours de l'expérience. Pour cet exercice, nous nous limitons aux régimes de rotation où la surface d'écoulement est clairement identifiable, à savoir les vitesses les plus faibles, excluant ainsi les régimes les plus énergétiques comme le régime *cataracting* ou *centrifuging*. Les vitesses de rotation traitées s'étalent donc des basses vitesses ($Fr = 3,58 \times 10^{-5}$), aux vitesses intermédiaires ($Fr = 8,80 \times 10^{-2}$). Les résultats de ce traitement sont fournis en Figure 3.5.

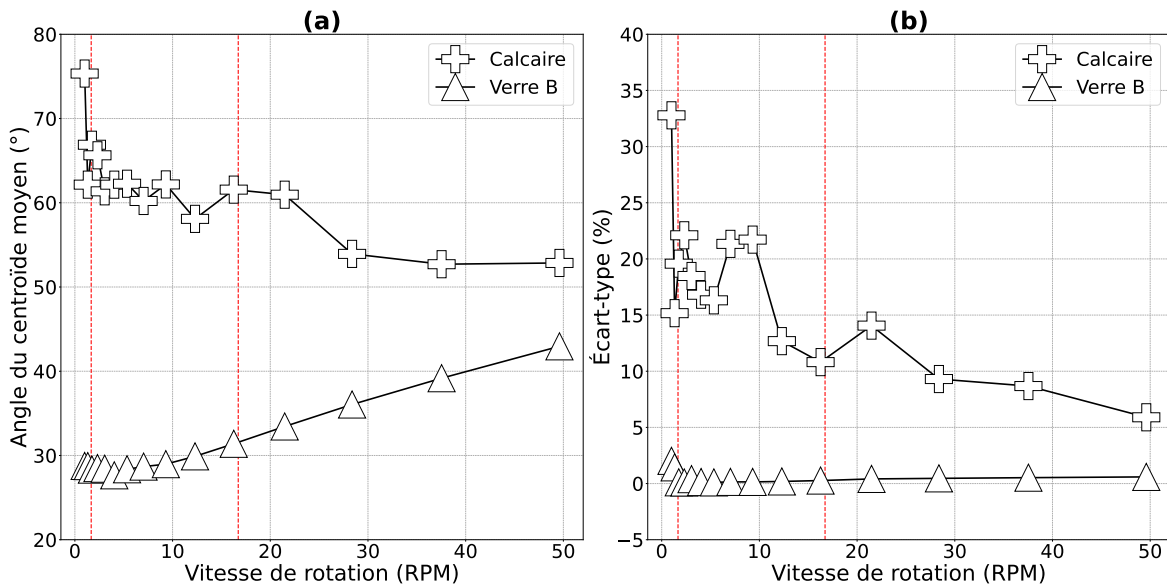


FIGURE 3.5 – Évolution de l'angle moyen de la surface d'écoulement de la poudre dans le tambour tournant (a) et de l'écart-type associé (b) en fonction de la vitesse de rotation pour les poudres de référence, à température ambiante. La zone délimitée par les lignes en pointillés rouges correspond à la gamme de vitesses de rotation explorée dans la suite de l'étude.

Des premières constatations évidentes peuvent être réalisées concernant ces résultats, en

traitant dans un premier temps les deux échantillons de manière séparée. Il est assez évident ici que la poudre de Verre B, qui n'est pas du tout cohésive, adopte un comportement attendu et prévisible, dans un premier temps dans le cadre de l'évolution de l'angle moyen de la surface d'écoulement avec la vitesse de rotation. Nous pouvons en effet voir que pour les faibles vitesses, l'angle semble diminuer légèrement alors que la vitesse augmente, mais ce comportement est normal car il s'agit d'une transition entre un régime d'avalanches à faible vitesse (*slumping*), où l'angle peut varier entre deux valeurs plus extrêmes (ce qui donne un angle moyen globalement plus élevé), vers un régime plus continu où la surface est beaucoup plus stable, et l'angle moins élevé au départ. Ce phénomène est visible sur l'évolution de l'écart-type, qui montre des valeurs plus élevées pour les vitesses réduites, signe que la surface d'écoulement présente dans ces régimes des angles beaucoup plus variables. Cependant, une fois la poudre entrée dans le régime de *rolling*, puis *cascading*, l'angle moyen augmente de manière presque continue avec la vitesse de rotation. L'écart-type, lui, reste globalement stable, à de très faibles valeurs.

L'analyse de la poudre de calcaire, très cohésive, donne des résultats très différents, comme cela était espéré. Les angles moyens sont globalement plus élevés, présentent beaucoup plus de variations avec la vitesse de rotation (ce qui est peut-être dû à la difficulté d'analyse supplémentaire que représentent ces poudres, qui forment des blocs parfois compliqués à analyser avec notre algorithme simple d'estimation des pentes), et ont tendance à diminuer lorsque la vitesse augmente, pour s'approcher, pour les plus hautes vitesses, des valeurs d'angles adoptées par la poudre non cohésive. La même tendance est visible pour l'écart-type, qui montre une diminution marquée vers les plus hautes vitesses. Cette diminution à la fois de l'angle et de l'écart-type indique que la poudre devient plus fluide et s'écoule mieux lorsqu'elle est soumise à de plus hautes vitesses et donc de plus hautes énergies, phénomène qui avait déjà été introduit et explicité par [Castellanos et al. \[1999\]](#). Il est cependant très clair que, dans la gamme de vitesses que nous considérerons dans la suite de cette étude, marquée par les pointillés rouges sur la Figure 3.5, les deux types de poudres sont clairement distinguables, avec la poudre cohésive qui présente toujours un angle de la surface d'écoulement et un écart-type associé plus élevés que pour les poudres non cohésives. Cela confirme que le système du tambour tournant que nous avons développé, dans la gamme de nombres de Froude considérée, est pertinente pour la distinction du degré de cohésion des poudres car nous retrouvons les résultats de la littérature [[Castellanos et al., 1999](#); [Lumay et al., 2012](#)]. Cette propriété doit cependant être vérifiée lors de situations à très basse température.

3.2.1.2 Étude à basse température

Afin de poursuivre la vérification du fonctionnement de notre dispositif expérimental du tambour tournant, nous avons réalisé des mesures préliminaires sur nos poudres de référence à très basse température, pour déterminer si le dispositif était toujours pertinent pour la discrimination des poudres dans ces conditions expérimentales particulières. Pour cela, nous avons appliqué notre protocole expérimental pratiquement complet, décrit en Section 2.3.5, à l'exception de la phase de préparation qui n'est pas nécessaire pour des échantillons qui ne sont pas de la glace. En effet, pour nos échantillons de référence nous pouvons charger la poudre au préalable dans le tambour, et le refroidir seulement ensuite. Le reste du protocole, lui, est similaire en tout point à ce qui sera réalisé pour les échantillons glacés par la suite, y

3.2. ÉTUDE DYNAMIQUE EN TAMBOUR TOURNANT

compris pour les vitesses de rotation analysées (voir Tableau 2.5).

Nous avons ainsi réalisé des acquisitions sur nos trois échantillons de référence, la poudre de calcaire, la poudre de Verre A et la poudre de Verre B, à des températures comprises entre 92 K et 185 K environ, mais nous ne présenterons que deux températures différentes ici. En effet, de par le système de refroidissement que nous utilisons et la forte inertie de notre tambour, si nous sommes capables d'atteindre des températures très basses, il est en revanche relativement compliqué de sélectionner des températures précises, essentiellement car les paramètres de débit d'azote liquide et de chauffage du dispositif, bien qu'identiques entre les mesures, ne donnent quasiment jamais accès à la même température entre chaque acquisition. De fortes variabilités existent au niveau des températures atteignables entre chaque échantillon qui ne sont pas dues à ce dernier mais plutôt au dispositif en lui-même. En revanche, les températures atteintes sont stables lors des acquisitions. Ainsi, nous n'avons pu sélectionner que deux températures autour desquelles nous avons des acquisitions simultanées pour nos trois poudres de référence, à environ 96 K et 139 K. En réalité, les températures exactes de la mesure pour les courbes à 96 K étaient de 95,5 K pour la poudre de calcaire, 98,0 K pour le Verre A et 95,3 K pour le Verre B, et pour les courbes à 139 K les températures étaient de 136,5 K pour le Calcaire, 141,0 K pour le Verre A et 139,0 K pour le Verre B. Les résultats de ces mesures sont disponibles en Figure 3.6.

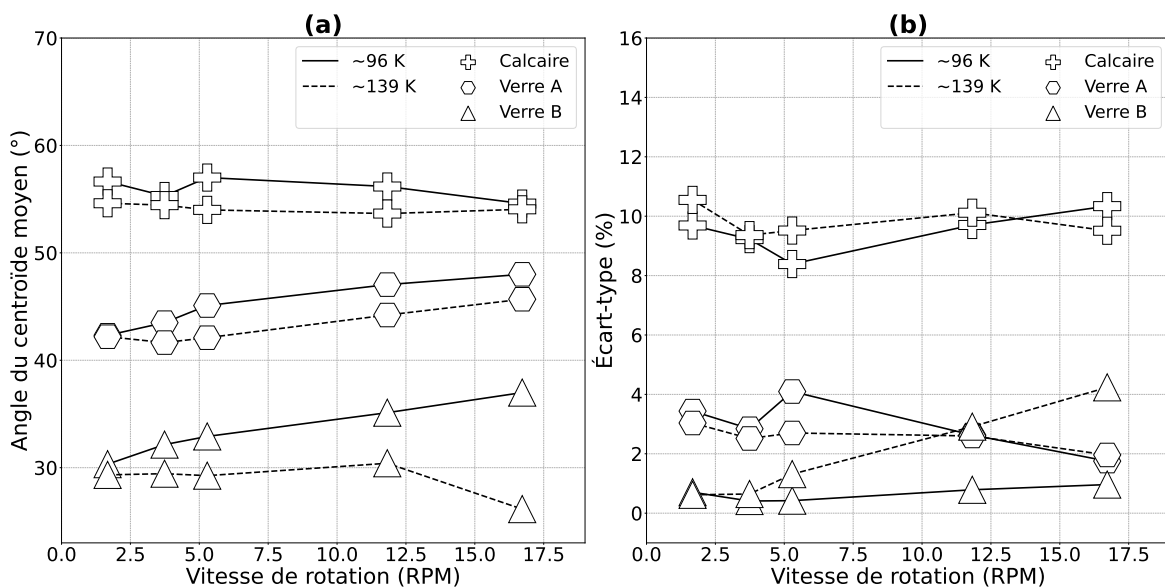


FIGURE 3.6 – Évolution de l'angle moyen de la surface d'écoulement de la poudre dans le tambour tournant (a) et de l'écart-type associé (b) en fonction de la vitesse de rotation pour les poudres de référence, autour de deux températures différentes, 96 et 139 K.

Cette figure montre plusieurs phénomènes intéressants, si nous prenons les échantillons individuellement dans un premier temps. Les deux échantillons de poudre de verre montrent globalement la même tendance, avec une augmentation de l'angle moyen de la surface d'écoulement avec la vitesse de rotation, même si la gamme de vitesses considérée est ici bien plus réduite que pour l'étude précédente, ce qui se traduit par une augmentation moins marquée. Dans cette gamme de vitesses, il ne semble également pas y avoir de variation significative de l'angle moyen pour la poudre de calcaire. Le même constat peut être fait pour

les trois échantillons au regard de l'écart-type, qui semble relativement stable avec la vitesse de rotation sur cette gamme de vitesses. Les choses deviennent en revanche plus intéressantes lorsque nous comparons les échantillons entre eux, car les distinctions faites précédemment se retrouvent ici encore. Nous pouvons en effet constater que les trois échantillons se séparent clairement sur le graphe concernant l'angle moyen de la surface d'écoulement, elles se rangent naturellement par degré de cohésion, avec la poudre la plus cohésive (le Calcaire) présentant les angles les plus élevés, peu importe la vitesse, et la poudre la moins cohésive (le Verre B, avec les particules les plus grosses) présentant les angles les moins élevés, encore une fois pour toutes les vitesses. Ces tendances sont toujours visibles concernant l'écart-type, mais la distinction est moins aisée entre les deux poudres de verre, qui présentent toutes deux de faibles écarts-types, car même si la poudre de Verre A est légèrement plus cohésive que la B, cette différence reste faible, et les deux poudres restent fluides, même si à 139 K la poudre de Verre B a un comportement relativement atypique au regard de l'écart-type autour de l'angle moyen, qui augmente avec la vitesse de rotation, ce qui n'a pas été observé pour les autres poudres et que nous n'expliquons pas. En revanche, la différence est très marquée avec la poudre de calcaire, qui présente des écarts-types bien plus élevés.

Il est également important, pour cette étude préliminaire, de constater s'il existe un éventuel effet de la température sur l'angle de la surface d'écoulement et son écart-type associé, pour des poudres classiquement manipulées à température ambiante. Si un tel effet existe bel et bien, il est nécessaire de le prendre en compte lors de l'analyse du comportement de nos poudres de glace au sein du tambour tournant. Pour réaliser ces constatations, au lieu d'observer l'évolution de l'angle et de l'écart-type avec la vitesse de rotation du tambour, nous étudions l'effet de la température sur ces deux paramètres, à une vitesse de rotation intermédiaire $\omega = 5,29$ RPM. Les résultats de cette investigation sont disponibles en Figure 3.7.

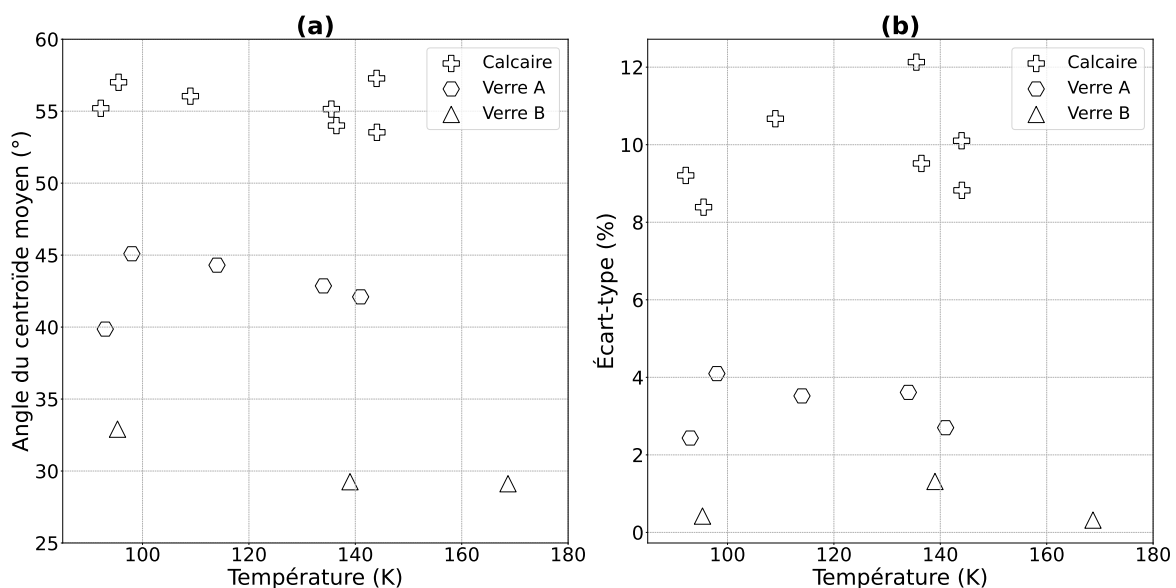


FIGURE 3.7 – Évolution de l'angle moyen de la surface d'écoulement de la poudre dans le tambour tournant (a) et de l'écart-type associé (b) en fonction de la température pour les poudres de référence, à une vitesse de rotation intermédiaire $\omega = 5,29$ RPM.

3.2. ÉTUDE DYNAMIQUE EN TAMBOUR TOURNANT

Cette figure montre quelques éléments intéressants dans le cadre de la validation de notre dispositif. Si les constatations ne sont pas aussi évidentes que pour l'effet de la vitesse de rotation, surtout à cause du faible nombre de points que nous avons ici, elles en restent tout de même importantes car elles montrent que, de manière très globale, il n'y a pas ou peu de variation de l'angle de la surface d'écoulement avec la température pour nos échantillons de référence. La même observation peut être faite concernant l'écart-type qui, s'il montre une certaine dispersion tout comme l'angle moyen, montre également une certaine constance avec la température. Ces observations sont cruciales pour le reste de l'étude, même s'il faudrait bien évidemment les renforcer par la répétition des mesures et l'étoffement de la base de données. Ainsi, si des changements avec la température sur l'angle moyen de la surface d'écoulement et/ou l'écart-type associé, pour les poudres de glace, cela signifie qu'ils sont certainement dus à un changement des propriétés intrinsèques de ce matériau. De plus, les valeurs d'angle et d'écart-type mesurées pour les poudres de référence serviront de base de comparaison pour nos matériaux glacés.

3.2.2 Poudres de glace

La suite de la campagne expérimentale en tambour tournant s'est portée vers les analogues aux régolithes glacés, les poudres de glace que nous avons produites grâce aux différentes méthodes de synthèse. Il est cependant important de préciser ici les échantillons exacts que nous avons pu analyser au cours de cette étude, car nous avons été limités à la fois en termes de contraintes techniques, propriétés des matériaux, et aussi en termes temporels. Aussi, si toutes les méthodes de synthèse développées au cours de cette étude ont été explicitées dans le Chapitre 2, seuls les résultats concernant la poudre de glace formée par pulvérisation PG-A et PG-B, ainsi que la poudre formée grâce au dispositif SPIPA-B seront présentés ici. Les poudres formées par broyage n'ont pas été analysées en tambour tournant, essentiellement car la méthode nécessaire à leur obtention est longue, fastidieuse, et ne permet pas pour le moment de produire des échantillons en des quantités exploitables en des temps raisonnables. Cette méthode permettant d'obtenir des grains anguleux et irréguliers (par opposition aux grains sphériques des autres méthodes), ils seraient donc utiles pour étudier l'effet de la forme des grains sur l'écoulement au sein d'un tambour tournant, mais il est très difficile d'obtenir des grains de taille comparable à nos échantillons sphériques avec cette méthode de broyage. Ainsi, comme nous étions incapables de séparer l'effet simultané de la taille et de la forme des grains dans ce cas, nous avons décidé d'écarter ces échantillons de la campagne expérimentale. Le protocole de tamisage développé (tardivement) pour la méthode SPIPA-B peut constituer une bonne piste d'amélioration pour contraindre la taille des grains broyés.

Nous avons également mis de côté les grains formés par pulvérisation avec la buse de si-phonnage SR2010SS, mais pour d'autres raisons qui sont plutôt liées aux propriétés des particules en elles-mêmes. En effet, si nous avons voulu réaliser des mesures sur ces poudres, identifiées par l'appellation PG-C, nous avons rapidement réalisé que le tambour tournant n'était pas adapté à leur étude. Les particules de ces échantillons sont en effet très petites, et donc fortement sujettes aux forces de cohésion, ce qui implique qu'elles ont tendance à former un agrégat massif dans le tambour, une « boule de neige » à n'importe quelle température ou vitesse de rotation. La présence de cet agrégat, et donc l'absence d'écoulement et

de surface associée, ne permet pas une analyse à l'aide de ce dispositif, c'est pourquoi cet échantillon a été écarté d'office de cette campagne.

Pour réaliser cette étude expérimentale en tambour tournant sur les poudres de glace, nous avons appliqué scrupuleusement le protocole explicité en Section 2.3.5, en suivant cette fois-ci toutes les étapes détaillées, afin de garantir de ne pas perturber thermiquement notre échantillon à mesurer avant le lancement des acquisitions. Comme expliqué précédemment en Section 3.2.1, il est relativement difficile de réaliser des acquisitions à des températures reproductibles, étant donné l'inertie thermique du système complet et la difficulté à réguler le débit d'azote liquide nécessaire pour le refroidissement. Ainsi, pour la suite des résultats, il est normal de trouver des températures différentes pour les trois échantillons, même si elles restent relativement proches les unes des autres.

3.2.2.1 Effet de la vitesse de rotation

De la même manière que pour les poudres de référence, il existe plusieurs manières d'étudier les résultats issus de cette campagne expérimentale. Une première analyse consiste à étudier le comportement de la poudre de glace à plusieurs vitesses de rotation différentes, afin de comparer ces comportements à ceux de nos échantillons de référence non glacés. Pour cela, nous avons sélectionné trois températures pour lesquelles nous disposons de points relativement proches pour les trois échantillons, autour de 96 K (97 K pour la poudre PG-A, 94,4 K pour la poudre PG-B et 96,2 K pour la poudre SPIPA-B), autour de 114 K (113 K pour la poudre PG-A, 113,7 K pour la poudre PG-B et 115,4 K pour la poudre SPIPA-B) et une dernière température autour de 135 K (qui correspond à 135,5 K pour la poudre PG-A, 133,8 K pour la poudre PG-B et 135,6 K pour la poudre SPIPA-B). Nous avons ensuite observé l'évolution de l'angle moyen de la surface d'écoulement et celle de son écart-type associé en fonction de la vitesse de rotation pour ces trois échantillons et températures, présentées en Figure 3.8.

Plusieurs informations intéressantes peuvent être tirées de ces deux graphes, la première étant le comportement général de nos échantillons glacés, que ce soit au regard de l'angle moyen de la surface ou de sa dispersion. En effet, pour les trois échantillons le comportement semble suivre une même tendance, même si des disparités peuvent exister entre eux, et ce peu importe la température. Au-delà d'une certaine vitesse, indiquée par les pointillés rouges sur la figure, l'angle et l'écart-type ne semblent plus afficher de tendance claire avec la vitesse de rotation, et ne semblent plus dépendre de ce paramètre, ce qui correspond au comportement observé pour la poudre de référence cohésive, le Calcaire. Ainsi, la poudre de glace semble adopter le même comportement qu'une poudre cohésive, mais ce point reste à vérifier avec une comparaison directe, qui sera effectuée par la suite. Pour des vitesses plus faibles, en revanche, le comportement semble assez atypique, avec un angle moyen et un écart-type qui augmentent lorsque la vitesse de rotation diminue, et ce pour toutes les températures, et tous les échantillons. Le phénomène est particulièrement marqué pour l'échantillon SPIPA-B, mais il n'est pas visible sur les échantillons de référence, ce qui nous a amené à penser qu'il s'agissait possiblement de comportements à écarter, possiblement dus à un effet de la préparation initiale ou à la manipulation de nos échantillons glacés.

Pour ces raisons, et même si cette variation observée avec la vitesse de rotation reste

3.2. ÉTUDE DYNAMIQUE EN TAMBOUR TOURNANT

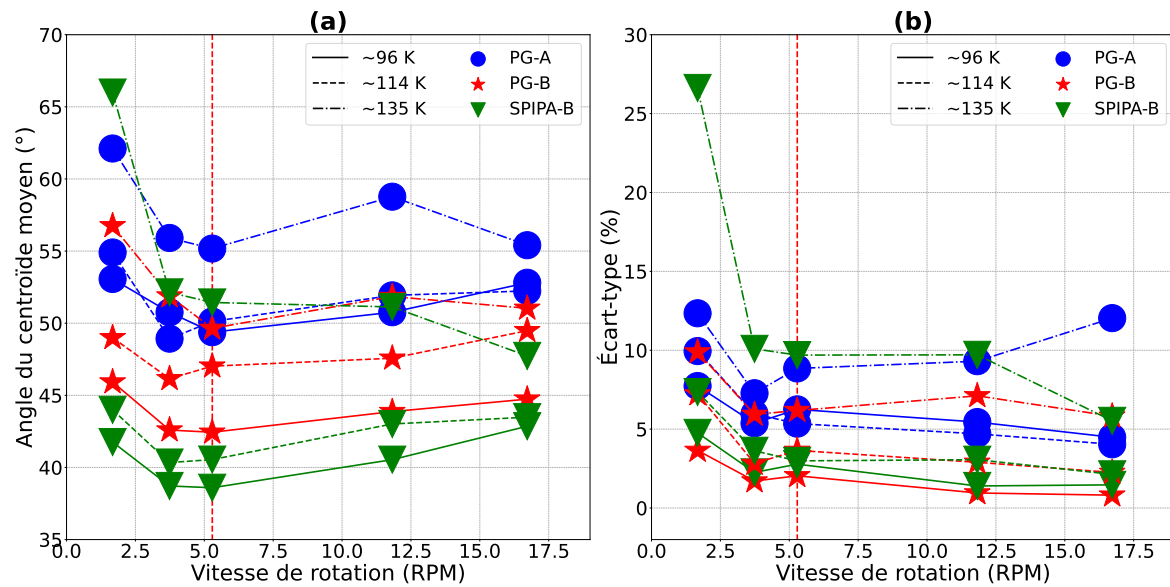


FIGURE 3.8 – Évolution de l’angle moyen de la surface d’écoulement de la poudre dans le tambour tournant (a) et de l’écart-type associé (b) en fonction de la vitesse de rotation pour les poudres de glace PG-A, PG-B et SPIPA-B, autour de trois températures différentes, 96, 114 et 135 K.

relativement faible, nous avons décidé d’ignorer les vitesses de rotation les plus faibles lors de l’interprétation de nos données, dont la variabilité est possiblement due à des effets de la géométrie de notre dispositif, pour nous concentrer sur les vitesses les plus élevées. De plus, constatant la constance à la fois du paramètre d’angle et d’écart-type avec la vitesse au-dessus de cette limite, nous avons décidé de ne présenter les résultats que pour une seule vitesse intermédiaire dans la suite de cette étude, à savoir $Fr = 10^{-3}$ ou $\omega = 5,29$ RPM.

3.2.2.2 Effet de la température

Nous avons étudié la dépendance à la température des différents paramètres géométriques extraits du tambour tournant, concernant nos échantillons de glace. Nous savons en effet de par les analyses préliminaires, notamment pour les observations de nos échantillons au microscope, que la glace est fortement sensible aux variations de température, même si dans le cadre des observations cette sensibilité était surtout présente pour des températures élevées, proches du point de fusion. Cependant, [Choukroun et al. \[2020\]](#) ont montré que la poudre de glace, de par sa nature très volatile, est fortement soumise à des phénomènes de frittage, qui ne sont d’ailleurs pas de la même intensité selon la température à laquelle les échantillons sont placés. Pour rappel, le frittage consiste en la formation de ponts solides au contact entre les grains d’un matériau poudreux, phénomène qui semble extrêmement présent pour la glace, d’autant plus sur Terre où l’humidité atmosphérique peut se condenser sur les grains, préférentiellement au contact entre ces derniers, ce qui participe à la formation des ponts. Il existe également plusieurs études qui suggèrent que la cohésion de la glace semble dépendre de la température [[Musiolik et Wurm, 2019](#); [Haack et al., 2020](#)], ce qui est un autre argument en faveur de l’étude d’une dépendance à la température dans notre dispositif.

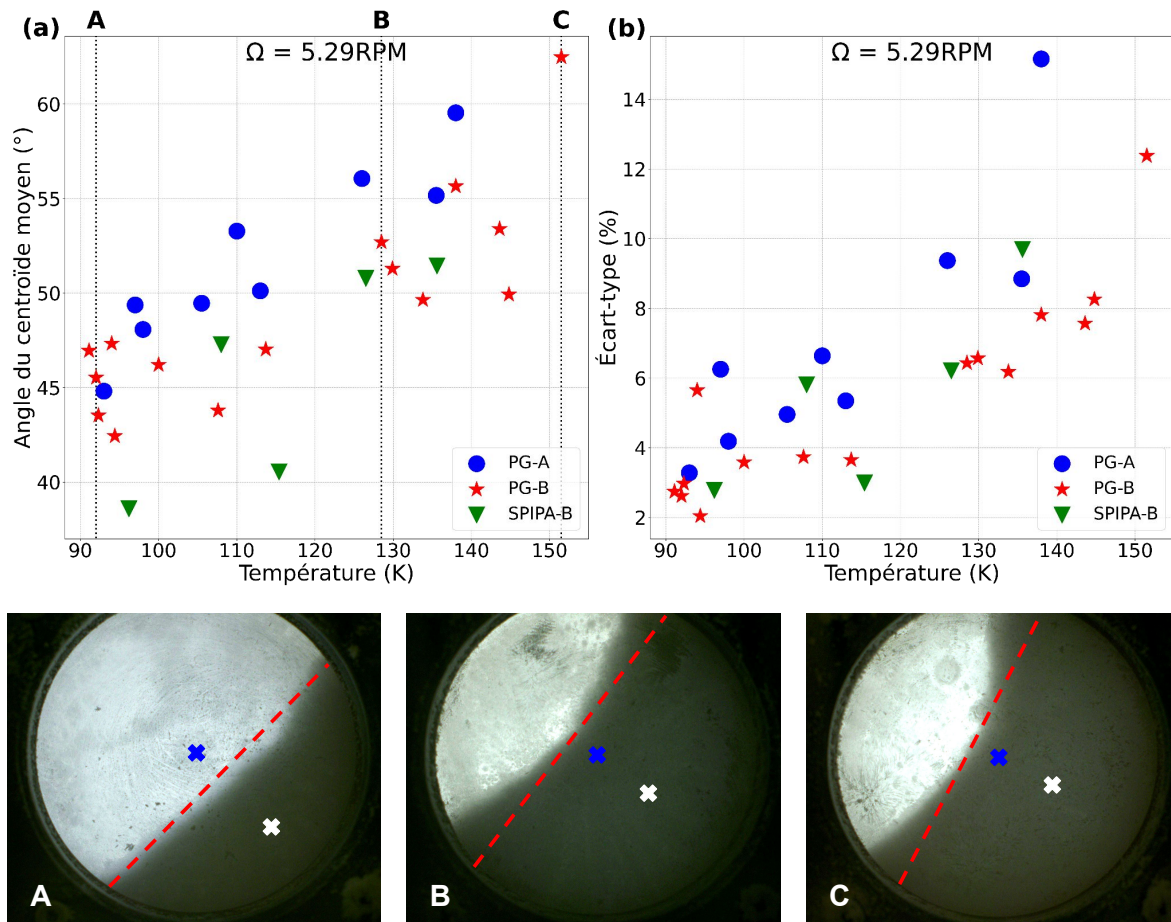


FIGURE 3.9 – Évolution de l’angle moyen de la surface d’écoulement de la poudre dans le tambour tournant (a) et de l’écart-type associé (b) en fonction de température pour les poudres de glace PG-A, PG-B et SPIPA-B, à une vitesse intermédiaire $\omega = 5,29 \text{ RPM}$. Les lignes verticales en pointillés avec les lettres A, B et C servent d’indication pour les illustrations de la poudre PG-B dans le tambour tournant, situées sous les graphes. Sur ces images, le centre de masse du tambour est indiqué en bleu, celui de la poudre en blanc, et le profil moyen est tracé en rouge.

La Figure 3.9 décrit cette campagne expérimentale réalisée sur nos poudres de glace, et montre l’évolution de l’angle moyen de la surface d’écoulement, et son écart-type associé, en fonction de la température, pour nos trois échantillons glacés PG-A, PG-B et SPIPA-B. Cependant, la première analyse que nous pouvons réaliser est simplement une analyse visuelle, afin d’observer de manière qualitative le comportement de ces échantillons lorsqu’ils sont mis en rotation. Cette première inspection a révélé un comportement proche des poudres cohésives, avec un écoulement qui se fait sous forme d’avalanches successives et non pas sous forme d’un écoulement continu, rapprochant plus nos échantillons de la poudre de calcaire que des différentes poudres de Verre, et ce peu importe la température. La surface de la poudre de glace, en revanche, si elle est relativement irrégulière, l’est beaucoup moins que celle de la poudre de calcaire, ce qui indique que son comportement se situe entre celui d’une poudre très cohésive, et celui d’une poudre très peu voire pas cohésive. De plus, au-

3.2. ÉTUDE DYNAMIQUE EN TAMBOUR TOURNANT

cun des régimes d'écoulement décrits pour un matériau non cohésif n'a été reconnu lors de l'inspection des échantillons de poudre de glace.

Plusieurs phénomènes très intéressants sont visibles sur la Figure 3.9, le premier étant l'augmentation de l'angle de la surface lorsque la température augmente. Nous pouvons en effet voir que pour des températures très basses, autour de 90 K, pour tous les échantillons les angles exhibent des valeurs relativement basses, autour de 45°. En revanche, pour des températures plus élevées, vers 140 K, les angles sont plus élevés également, autour de 55°. Ce phénomène est illustré par les images A, B et C sur la figure, identifiées par les lignes verticales discontinues sur le graphe. Ces images ont été extraites d'acquisitions réalisées sur la poudre PG-B, à une température de 92 K pour l'image A, 128,5 K pour l'image B et 151,5 K pour l'image C (à noter que les trois images n'ont pas été extraites de la même séquence d'acquisition, comme en témoigne le degré de remplissage différent du tambour). La ligne en pointillés rouges sur chaque image représente le profil moyen de la surface d'écoulement comme identifié par notre méthode d'analyse, et la comparaison entre les images montre bien une pente plus élevée pour la température la plus haute.

De la même manière, l'étude de l'écart-type (Figure 3.9b) montre une augmentation de ce dernier lorsque la température augmente, par analogie avec l'angle de la surface d'écoulement, et ce pour les trois échantillons de glace. Ce résultat signifie que plus la température est élevée, plus la surface exhibe des variations marquées autour de sa valeur moyenne. Or, d'après les résultats présentés pour les poudres de référence, des angles plus élevés dans le tambour se traduiraient par une cohésion plus importante (Figure 3.7). La même chose est valable pour les écarts-types, qui sont plus importants lorsque la cohésion augmente, notamment à cause des phénomènes d'avalanches qui existent pour des poudres suffisamment cohésives. Ainsi, si la poudre de glace voit son angle de la surface d'écoulement et son écart-type augmenter avec la température, cela signifierait que la cohésion de ces échantillons augmente avec ce paramètre. En réalité, nous supposons que c'est réellement l'augmentation de la cohésion qui est à l'origine du changement de ces paramètres géométriques extraits du tambour, car nous avons constaté que la poudre de glace, lorsque la température était trop importante, au-delà de 155 K, se comportait de manière si cohésive qu'elle formait une « boule de neige », un agrégat massif qui ne présentait plus d'écoulement, et qui était donc impossible à analyser avec notre dispositif du tambour tournant et notre méthode (de la même manière que l'échantillon PG-C), ce qui explique l'absence de points de mesure au-delà d'environ 150 K.

Nous constatons également grâce à cette figure que si les trois échantillons présentent des tendances générales similaires, des différences subtiles semblent exister entre eux, notamment entre les échantillons présentant des tailles de grains différentes. Les poudres PG-B et SPIPA-B semblent exhiber les mêmes angles, à l'exception des températures les plus basses, mais cette différence est possiblement due au manque de points de mesure pour l'échantillon SPIPA-B qui n'a été analysé que lors d'une seule mesure. La répétition des analyses sur cet échantillon permettra possiblement de rendre compte d'une dispersion des mesures, et de quantifier plus précisément les éventuelles différences ou similarités entre les deux échantillons qui, de par les tailles de grains similaires qu'ils présentent, devraient également présenter des propriétés cohésives similaires. Si ces différences au niveau de l'angle moyen à basse température se confirment avec des mesures plus nombreuses, cependant, il s'agirait possiblement d'un effet de la forme des grains, différente à cause du protocole de synthèse,

mais les images en microscopie (Figure 3.1b,c) ne semblent pas donner de poids à cet argument. À noter que cette distinction entre les échantillons PG-B et SPIPA-B n'est plus visible au regard de l'écart-type.

Les différences sont néanmoins plus marquées entre l'échantillon PG-A et PG-B, ou en tout cas plus robustes étant donné que ces échantillons ont été analysés lors de multiples séries de mesure. En effet, la poudre PG-A semble montrer, sur toute la gamme de températures étudiées qui s'étend de 90 à 150 K, des angles qui sont toujours plus élevés que la poudre PG-B. Le même phénomène est visible au regard des écarts-types, qui sont toujours plus élevés de manière générale pour la poudre PG-A. Cette différence de comportement semble montrer que la poudre PG-A, qui possède les grains les plus petits, possède le comportement le plus cohésif de nos trois échantillons glacés, ce qui est en accord avec la théorie décrite en Section 1.1.2, qui stipule que des grains plus petits sont plus sensibles aux forces cohésives, ce qui est possiblement le cas de nos échantillons ici.

Un autre phénomène intéressant concernant le comportement de ces poudres glacées est la forme qu'adoptent nos échantillons lorsqu'ils sont mis en rotation dans le tambour, et qui est clairement visible sur les images d'illustration de la Figure 3.9. Nous pouvons en effet observer sur ces images, et plus particulièrement les images B et C qui correspondent à des températures relativement élevées et donc, d'après nos résultats précédents, à une cohésion plus importante, que la surface de la poudre de glace montre non pas une seule pente caractéristique, mais plutôt deux pentes, en un phénomène qui sera qualifié par la suite de « double pente ». Cette forme particulière n'est pas visible pour nos échantillons de référence, qu'ils soient cohésifs ou non, et semble propre à la glace. Nous exploiterons par la suite cette particularité pour tenter d'estimer la valeur de l'énergie de surface de nos échantillons glacés.

3.2.2.3 Réversibilité

Les résultats précédents, s'ils semblent prometteurs, doivent être pris avec une certaine précaution et vérifiés, afin de nous assurer de leur validité. En effet, connaissant la sensibilité des grains de glace à la température, et notamment au métamorphisme thermique qui peut causer des effets de sublimation des grains les plus petits et de condensation de la vapeur d'eau induite par cette sublimation sur les grains de glace les plus gros, il est possible qu'un changement de température affecte de manière irréversible la distribution granulométrique de nos échantillons, en faisant disparaître les petits grains et en changeant la forme des plus gros. Les processus de condensation peuvent également contribuer à la formation de ponts solides entre les grains de glace restants, pour les souder de manière presque définitive, participant ainsi au phénomène de frittage (qui est normalement principalement dû à la diffusion de molécules d'eau depuis les grains vers le contact entre deux grains pour développer un joint solide entre eux, [Molaro et al. \[2019\]](#); [Choukroun et al. \[2020\]](#)). Ces phénomènes, s'ils ont véritablement lieu dans notre tambour, peuvent expliquer le comportement observé lors de l'augmentation de température, qui ne serait ainsi pas dû à la variation de la cohésion de nos grains de glace mais plutôt à des changements physiques de nos échantillons. Or, si tel est le cas, ces changements physiques seraient irréversibles (notamment la disparition par sublimation des petits grains de glace, qui ne peuvent pas spontanément réapparaître), les énergies d'agitation des grains dans le tambour étant insuffisantes pour briser les éventuels

3.2. ÉTUDE DYNAMIQUE EN TAMBOUR TOURNANT

ponts solides entre les particules. Cela signifierait que le comportement observé à haute température serait figé, ce qui n'est pas le cas s'il s'agit plutôt d'une évolution de la cohésion intrinsèque de la glace.

Une manière de vérifier que ces changements ne sont pas à l'origine de l'augmentation d'angle et d'écart-type constaté avec la température serait de réaliser différents « chemins » de température. En effet, de par le protocole de mesure que nous utilisons, nous commençons habituellement les acquisitions à la température la plus basse possible, et nous l'augmentons progressivement jusqu'à la plus haute température, en acquérant des points de mesure lors de cette augmentation, ce qui ne permet pas de constater un éventuel changement physique de nos grains de glace. Réaliser un autre chemin permettrait de vérifier si le comportement plus cohésif de la poudre à haute température est figé ou non, ce qui donnerait des indices sur le phénomène à l'origine de ce changement de comportement.

Pour réaliser ces vérifications, nous avons mené l'expérience suivante :

- Une première série d'acquisitions a été menée suivant la procédure habituelle, depuis les températures les plus basses jusqu'aux températures les plus hautes.
- Une deuxième série d'acquisitions a ensuite été menée, toujours sur le même échantillon qui avait ainsi déjà subi une augmentation de température, mais cette fois-ci en partant des températures les plus hautes atteintes, pour redescendre aux températures les plus basses.

Ainsi, grâce à cet aller-retour en température, nous pourrions constater si l'angle moyen et l'écart-type restent stables lors de la descente en température, ou s'ils diminuent en suivant le même chemin que lors de la montée en température. Les résultats de cette expérience, effectuée sur un échantillon de poudre de glace PG-B, sont disponibles en Figure 3.10.

Cette figure est très intéressante pour notre étude car elle montre les différences concernant les points de mesure obtenus lors d'une montée en température (entre 94,4 et 143,6 K) et ceux obtenus lors d'une descente en température faisant suite à cette montée (de 143,6 à 91,1 K). Qu'il s'agisse de l'angle moyen de la surface d'écoulement ou de l'écart-type associé, nous pouvons voir que lors de la descente en température ces deux grandeurs diminuent également, de la même manière qu'elles augmentent lors de l'augmentation de température. Même si les valeurs d'angle et d'écart-type ne sont pas exactement identiques entre les deux parties de l'expérience, elles sont suffisamment proches pour être considérées comme faisant partie de la dispersion des données. Ainsi, à partir de cette expérience, nous pouvons déduire que l'augmentation du comportement cohésif observé dans le tambour est un phénomène réversible, qui n'est certainement pas dû à une modification physique de nos grains de glace, mais bel et bien à la variation de la cohésion intrinsèque du matériau.

Un autre argument en faveur de cette absence de changement physique de nos poudres est l'observation d'un échantillon avant et après une expérience en tambour tournant, afin de vérifier si des modifications de nos grains ont eu lieu ou non. Si les images d'une telle vérification n'ont malheureusement pas été sauvegardées, l'observation des grains n'a montré aucun changement de morphologie. Pour s'en assurer et éliminer définitivement les doutes concernant ce phénomène, la caractérisation de la granulométrie après expérience en tambour tournant sera néanmoins toujours nécessaire lors de futures expérimentations.

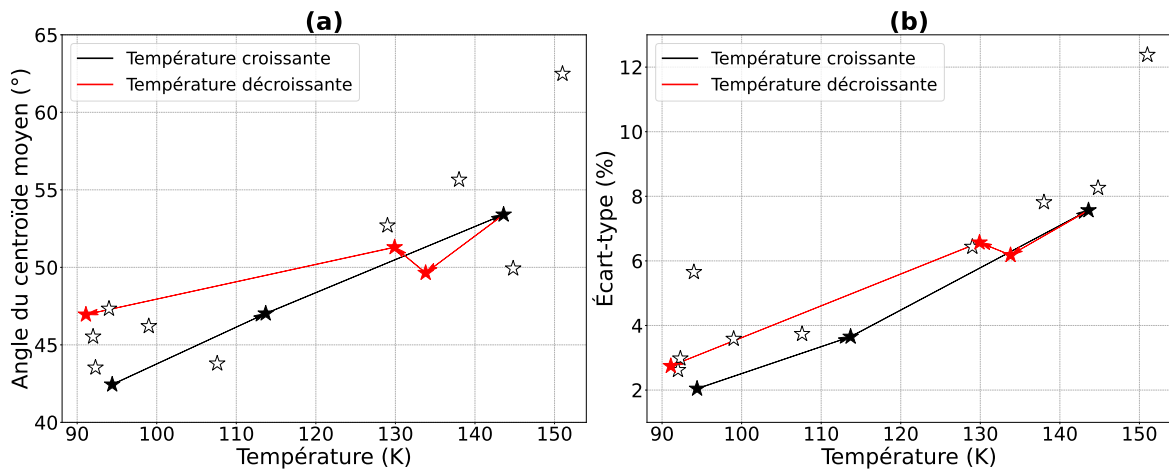


FIGURE 3.10 – Résultats d’une campagne d’acquisition en tambour tournant sur la poudre PG-B pour une montée puis une descente en température, à une vitesse intermédiaire $\omega = 5,29$ RPM. (a) Évolution de l’angle moyen de la surface d’écoulement avec la température. (b) Évolution de l’écart-type autour de l’angle moyen avec la température. Les symboles blancs indiquent les mesures classiquement réalisées avec seulement une montée en température, et les symboles colorés indiquent l’expérience impliquant un aller-retour. La couleur noire correspond à des acquisitions réalisées en température croissante, reliées par des flèches de même couleur, et les symboles et flèches rouges correspondent à des acquisitions réalisées en température décroissante.

3.2.2.4 Comparaison avec les références

Si nous avons dans un premier temps quantifié l’évolution générale du comportement cohésif de nos poudres de glace avec la température, il est possible et nécessaire de comparer les valeurs des grandeurs géométriques issues du tambour tournant pour la glace avec celles obtenues pour les poudres de référence, afin de pouvoir quantifier la cohésion de nos échantillons de manière relative. Cette comparaison est rendue possible par la Figure 3.11.

Cette figure permet de mettre en perspective les résultats que nous avons obtenus concernant les différents échantillons de poudres de glace par rapport à des poudres dont les comportements sont clairs et faciles à analyser de par les extrêmes qu’ils représentent. Nous pouvons ainsi très facilement voir que la poudre de glace, même à des températures très basses de l’ordre de 95 K, n’atteint jamais les valeurs d’angles ou d’écart-types de l’ordre de celles d’une poudre qui ne présente aucune cohésion comme le Verre B, signe que même à ces températures nos analogues aux régolithes glacés se comportent de manière cohésive, même légèrement. Ils sont d’ailleurs comparables, à ces températures, à la poudre de Verre A qui est légèrement cohésive. Pour des températures plus élevées, en revanche, comme le comportement cohésif de la glace semble plus marqué, les valeurs d’angles et d’écart-types deviennent comparables à celles d’une poudre très cohésive comme la poudre de calcaire, aux alentours de 140 – 150 K. Une comparaison peut également être effectuée au niveau de la taille des grains. Par exemple, la poudre de Verre B et la poudre de glace PG-B exhibent quasiment les mêmes tailles de grains, respectivement 122, 0 et 132, 1 μm , mais le verre possède une densité bien supérieure à celle de la glace (voir Tableau 3.1). Ainsi, il est assez

3.3. ESTIMATION DE L'ÉNERGIE DE SURFACE DE LA POUDRE DE GLACE

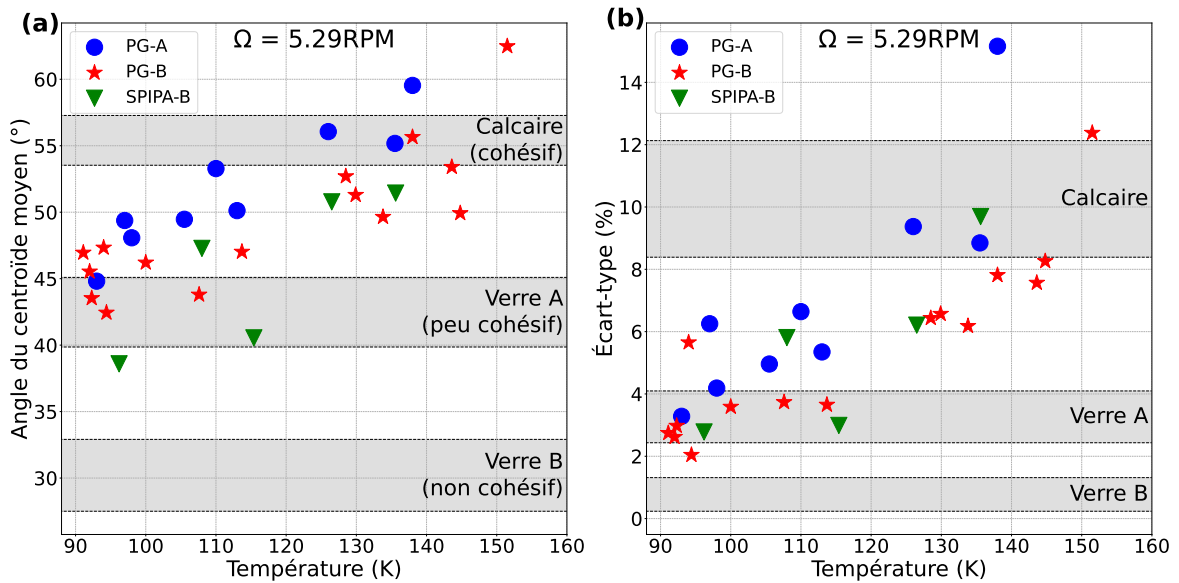


FIGURE 3.11 – Comparaison des données expérimentales acquises en tambour tournant sur nos poudres de glace avec celles obtenues sur les poudres de référence. Il s’agit de la même figure que la Figure 3.9, sur laquelle ont été indiquées par des zones grisées les gammes de valeurs observées pour les poudres de référence Calcaire, Verre A et Verre B, à la fois pour l’angle moyen de la surface d’écoulement (a) et pour l’écart-type associé (b) en fonction de la température (mêmes données que pour la Figure 3.7).

complexe d’évaluer l’origine des différences de comportements observées, s’il s’agit d’un effet de la taille des grains, de la densité, ou de l’énergie de surface γ , c’est pourquoi nous tenterons par la suite d’analyser nos résultats à l’aide d’un modèle, pour tenter d’estimer la valeur d’énergie de surface de nos échantillons et de déterminer si ce paramètre joue bel et bien un rôle (Section 3.3).

Cela met bien en évidence le fait que le caractère cohésif de la poudre de glace devient plus marqué alors que la température augmente, simplement en comparant les données de manière relative. Cependant, ces comparaisons ne donnent pas accès à une valeur de la cohésion intrinsèque de nos poudres de glace, ce qui constitue une donnée intéressante et nécessaire pour la calibration d’éventuels modèles de ce matériau glacé, ainsi que pour la comparaison avec d’autres études concernant la cohésion de la glace. Pour réaliser cette opération, nous avons besoin d’étudier les avalanches avec plus de détails, comme explicité dans les prochaines sections.

3.3 Estimation de l’énergie de surface de la poudre de glace

Si la comparaison relative des résultats obtenus en tambour tournant pour nos échantillons de poudre de glace avec ceux obtenus pour nos échantillons de poudres de référence, aux comportements connus, est utile pour une première approche de la quantification de la cohésion, elle ne donne pas réellement un accès direct à la valeur de ce paramètre (aussi appelé énergie de surface dans la suite du développement). Nous ne savons donc pas si la

différence de cohésion observée entre les poudres de référence et les poudres de glace est due à la taille des grains, leur densité ou l'énergie de surface. Pour aller plus loin et parvenir à estimer l'énergie de surface, ainsi que sa dépendance à la température, car une loi semble bel et bien exister entre ces deux paramètres pour la glace, il est nécessaire de développer un modèle qui explique les écoulements visibles dans le tambour tournant. Un tel modèle permettra d'estimer la cohésion de nos grains de glace, mais aussi d'extrapoler cette cohésion à de plus larges gammes de températures et de tailles de particules. Cette section s'intéresse à la description d'un tel modèle ainsi qu'à sa résolution.

3.3.1 Modèle d'écoulement dans le tambour tournant

Le meilleur moyen d'avoir accès à la cohésion des grains, ou l'énergie de surface, est d'analyser les forces agissant sur le matériau, à l'aide d'une analyse dimensionnelle simple comme cela est régulièrement réalisé dans le milieu des matériaux granulaires [Castellanos, 2005]. Il faut ainsi parvenir à relier le comportement macroscopique d'un matériau à ses propriétés microscopiques, à l'échelle du grain et des contacts. La première grandeur utile est un nombre sans dimension, le nombre de Bond Bo , qui correspond au rapport entre les forces cohésives et le poids d'un grain :

$$Bo = \frac{\|\vec{F}_{cohésion}\|}{\|\vec{F}_{gravité}\|} \propto \frac{\gamma}{\rho_p g d_p^2}, \quad (3.1)$$

avec γ la cohésion ou l'énergie de surface, ρ_p la densité intrinsèque du matériau, g l'accélération de la pesanteur, d_p le diamètre des grains. Pour ce nombre sans dimension, le cas $Bo = 1$ correspond à la combinaison de paramètres permettant à la cohésion de soutenir le poids d'un grain. Ce nombre est défini à l'échelle microscopique, mais il est souvent plus utile de le définir à une échelle macroscopique, en considérant non pas un seul grain individuel, mais une collection de grains soumis à une force de cohésion et à la gravité. Nous ne considérons plus dans ce cas les forces à l'échelle des grains, mais plutôt une contrainte dans un milieu, due aux forces s'appliquant quant à elles à l'échelle microscopique. Ainsi, il est possible de considérer, à la place de la force cohésive agissant sur un seul grain, une contrainte cohésive globale σ_c qui s'applique sur la totalité du matériau considéré. Cette contrainte cohésive est ainsi à comparer à un ensemble de grains formant un assemblage de taille h , au lieu d'un seul grain, ce qui permet d'introduire une variante du nombre de Bond que nous appelons le nombre de Bond macroscopique Bo_M :

$$Bo_M = \frac{\sigma_c}{\rho g h} \propto \frac{\gamma}{\rho_p g h d_p}, \quad (3.2)$$

avec $\rho = \rho_p \phi$ la densité globale du matériau (où ϕ est la fraction volumique, à savoir le pourcentage du volume réellement occupé par les grains au sein de l'assemblage). Nous avons utilisé ici la relation reliant la contrainte cohésive à la taille des grains fournie par Mandal et al. [2020], à savoir $\sigma_c \sim \phi \frac{\gamma}{d_p}$. L'Équation 3.2 comprend l'ensemble des variables qui jouent un rôle sur la cohésion apparente d'un matériau, par exemple diminuer la taille des grains, leur densité ou la gravité revient à donner plus d'importance à la force de cohésion, ce qui est en accord avec ce qui avait déjà été explicité. Aucun de ces paramètres ne dépend

3.3. ESTIMATION DE L'ÉNERGIE DE SURFACE DE LA POUDRE DE GLACE

de la température, cependant, aussi les changements d'angles observés dans les expériences en tambour sont supposés être directement liés à l'énergie de surface du matériau.

Pour essayer de faire le lien entre l'énergie de surface et la température, nous avons tenté de mettre à l'échelle nos résultats expérimentaux en les expliquant grâce à un modèle simple d'avalanches au sein d'un tambour tournant. L'objectif à terme est de pouvoir déduire une expression de l'énergie de surface de la glace qui ne dépende ni de la taille du système, de la gravité, ou de toute autre force extérieure s'appliquant sur nos grains, mais qui dépend uniquement des paramètres géométriques que nous extrayons de nos expériences en tambour tournant. Pour cela, nous devons modéliser les avalanches qui ont lieu dans notre dispositif à l'aide d'équations et de relations relativement simples.

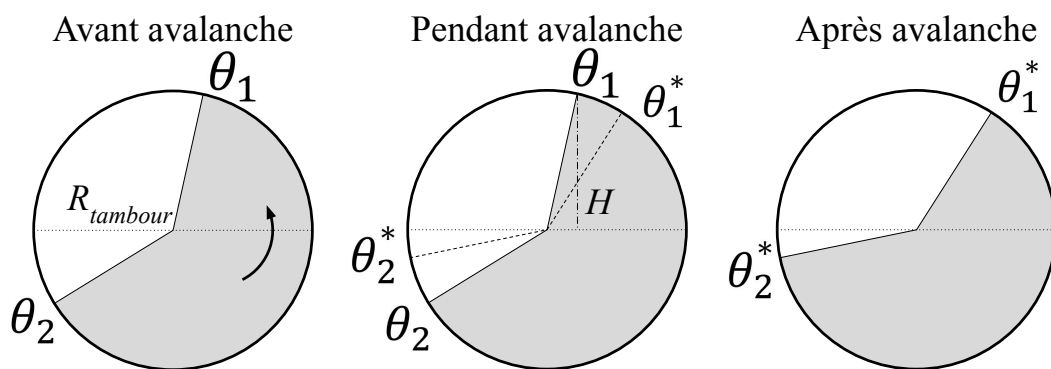


FIGURE 3.12 – Modèle simple d'une avalanche ayant lieu dans un tambour tournant, inspiré des théories classiques de la stabilité des pentes.

La Figure 3.9 fournit des images typiques de la poudre de glace en écoulement dans un tambour tournant, qui montre un phénomène particulier déjà décrit précédemment qui est celui d'une double pente. Nous nous sommes donc basés sur cette géométrie pour expliciter notre modèle simple de tambour tournant, décrit par la Figure 3.12. La géométrie de la double pente est décrite par deux angles, θ_1 l'angle de la pente supérieure et θ_2 l'angle de la pente inférieure. Lors de la rotation du tambour, l'avalanche se produit lorsque θ_1 atteint un angle critique, et la rupture se produit approximativement le long d'un plan caractérisé par un angle θ_1^* , qui est plus petit que θ_1 . Après la rupture, le matériau compris dans le triangle défini par θ_1 et θ_1^* s'écoule pour venir se déposer au pied de la pente, et former un nouveau triangle défini par θ_2 et θ_2^* , qui représente la pente d'arrêt de l'avalanche. Ainsi, après l'avalanche la double pente est définie par une nouvelle paire d'angles, θ_1^* qui représente la nouvelle pente supérieure, et θ_2^* qui représente la nouvelle pente inférieure (la conservation de masse stipule également que $\theta_1 - \theta_1^* \approx \theta_2 - \theta_2^*$). À partir de ce modèle et de la phénoménologie impliquée, nous avons analysé cette problématique en utilisant des outils classiques fournis par la mécanique des sols, concernant la stabilité des pentes. Le système d'équations est fourni par la suite, ainsi que sa résolution.

3.3.2 Système d'équations et résolution

D'après le modèle précédemment décrit, il est possible de déterminer un système d'équations pertinent qui permet de relier les différents paramètres géométriques extraits du tambour tournant aux propriétés intrinsèques du matériau considéré. Pour cela, nous pouvons dans un premier temps nous baser sur des résultats de la littérature qui permettent de relier les deux surfaces avant et après avalanche grâce à une relation simple, que nous pouvons appliquer dans notre cas au vu de la nature planaire de notre surface de rupture [Nedderman, 1992] :

$$\theta_1^* = \frac{\theta_1 + \delta}{2}, \quad (3.3)$$

avec δ l'angle de frottement interne du matériau, ce qui donne une première relation entre un paramètre interne de la poudre et des paramètres externes purement géométriques. De plus, Nedderman [1992] donne un autre résultat qui permet de relier le critère de la contrainte de rupture cohésive τ_c à la pente supérieure maximale, atteignable dans le tambour au moment de l'avalanche, θ_1 :

$$\frac{\tau_c}{\rho g H} = \frac{1 - \cos(\theta_1 - \delta)}{4 \cos \delta \sin \theta_1}, \quad (3.4)$$

où H est la hauteur caractéristique de la poudre au niveau de la pente supérieure, comme illustré par la Figure 3.12. En première approximation, pour un tambour rempli de moitié, nous avons $H \approx R_{tambour} \sin \theta_1$, où $R_{tambour}$ correspond au rayon du tambour tournant considéré. Certains auteurs donnent des prédictions théoriques qui permettent d'obtenir une expression de τ_c en fonction de la taille des grains considérés, et des paramètres plus macroscopiques [Richefeu et al., 2006] :

$$\tau_c = \frac{3\mu\phi Z F_c}{2\pi d_p^2}, \quad (3.5)$$

où $\mu = \tan \delta$ représente le coefficient de frottement interne, Z est appelé le nombre de coordination, qui correspond au nombre moyen de contacts par grain dans notre système granulaire, et F_c est la force de cohésion. Pour cette dernière grandeur, plusieurs modèles existent, qui seront évoqués dans le Chapitre 4 en Section 4.1.2, et ils impliquent généralement l'intervention de l'énergie de surface γ . Par exemple, le modèle JKR décrit par Johnson et al. [1971] stipule que la force nécessaire pour séparer deux grains cohésifs en contact de même diamètre d_p s'écrit :

$$F_c = \frac{3}{8}\pi\gamma d_p, \quad (3.6)$$

ce qui mène, combinée à l'Équation 3.5, à l'expression suivante :

$$\tau_c = \frac{9}{16}\mu\phi Z \frac{\gamma}{d_p}. \quad (3.7)$$

Il faut noter cependant ici que différents modèles de cohésion, s'ils mènent à une expression ressemblante à celle explicitée précédemment pour τ_c , peuvent mener à un pré-facteur différent de celui présenté dans notre cas. Par exemple, le modèle DMT décrit par Derjaguin et al. [1975] mènerait à la même expression, avec un pré-facteur égal à 1/2 dans l'Équation 3.6. Nous pouvons facilement voir avec l'Équation 3.7 que la contrainte cohésive τ_c

3.3. ESTIMATION DE L'ÉNERGIE DE SURFACE DE LA POUDRE DE GLACE

augmente lorsque la taille des grains diminue. À partir des différentes expressions présentées précédemment, nous pouvons combiner l'Équation 3.4 et l'Équation 3.7 pour obtenir une première expression de l'énergie de surface γ :

$$\gamma = \frac{4}{9} \frac{\rho_p g d_p R_{tambour}}{Z \sin \delta} [1 - \cos(\theta_1 - \delta)]. \quad (3.8)$$

Cette première estimation de l'énergie de surface du matériau donne une expression qui dépend de l'angle maximal de la surface de la poudre dans le tambour, ainsi que de quelques propriétés du matériau que nous ne connaissons pas. En effet, dans notre cas les seuls éléments auxquels nous pouvons avoir accès sont l'angle moyen de la surface d'écoulement, noté $\bar{\theta}$, et l'écart-type autour de cet angle moyen, noté σ_θ . Pour les poudres cohésives, comme l'écoulement n'est pas continu mais s'apparente plutôt à des avalanches successives, entre chacune d'entre elles le mouvement de la poudre est celui d'un corps solide en rotation à la même vitesse que le tambour. Ainsi, la distribution de l'angle moyen de la surface d'écoulement devrait suivre une loi quasiment uniforme, avec un angle maximal qui correspond à la rupture et l'initiation de l'avalanche, et un angle minimal qui correspond à la fin de l'avalanche, avec tous les angles possibles entre ces deux extrêmes qui sont représentés par la rotation solide de la poudre. Pour une telle distribution, il existe une expression de l'écart-type associé σ_θ :

$$\sigma_\theta = \sqrt{\frac{(\theta_{max} - \theta_{min})^2}{12}}, \quad (3.9)$$

avec $\theta_{max} = \frac{\theta_1 + \theta_2}{2}$ et $\theta_{min} = \frac{\theta_1^* + \theta_2^*}{2}$ qui sont respectivement l'angle moyen maximal et minimal de la poudre au sein du tambour. En définissant $\Delta\theta = \theta_{max} - \theta_{min}$, et en utilisant la propriété explicitée précédemment $\theta_1 - \theta_1^* \approx \theta_2 - \theta_2^*$, il est assez simple de conclure que $\theta_1 - \theta_1^* = \Delta\theta$. En combinant cette relation avec l'Équation 3.3, nous pouvons déterminer :

$$\theta_1 = 2\Delta\theta + \delta = 4\sqrt{3}\sigma_\theta + \delta. \quad (3.10)$$

En injectant l'équation précédente dans l'Équation 3.8, nous pouvons estimer une expression de l'énergie de surface γ qui prend en considération un paramètre géométrique extrait des expériences du tambour tournant, à savoir l'écart-type autour de l'angle moyen de la surface d'écoulement σ_θ :

$$\gamma = \frac{4}{9} \frac{\rho_p g d_p R_{tambour}}{Z \sin \delta} \left[1 - \cos\left(4\sqrt{3}\sigma_\theta\right) \right]. \quad (3.11)$$

Cette formule, si elle semble simple et efficace au premier abord, nécessite de connaître le nombre de coordination Z et l'angle de frottement interne du matériau δ , deux paramètres qui nous sont encore inconnus. Heureusement, l'angle de frottement interne varie peu d'un matériau à l'autre, et se trouve généralement autour de 30° [Metcalf, 1966]. Les premiers essais réalisés en cellule de cisaillement grâce au rhéomètre à poudre sur la poudre de glace (non présentés dans ce document de par leur caractère encore très exploratoire et le fait qu'ils soient encore au stade d'essais préliminaires à des fins de validation des premiers prototypes de développement), qui permettent d'accéder à ce paramètre, semblent indiquer une valeur $\delta_{glace} \approx 30^\circ$, nous prendrons donc cette valeur pour la suite de notre étude. Selon le degré

de compaction du matériau considéré, le nombre de coordination Z peut varier normalement entre 3 et 6, car plus les grains sont densément organisés, plus le nombre de contacts est grand [Oda, 1977]. Pour notre application nous considérerons une valeur moyenne de $Z = 5$.

Cette expression de l'énergie de surface permet de relier ce paramètre intrinsèque de la poudre de glace à un paramètre géométrique que nous mesurons dans nos expériences en tambour tournant. Elle prend en considération à la fois la taille des grains et la gravité, ce qui permet de l'appliquer à des populations granulométriques différentes et des corps planétaires différents. La température ne rentre pas en jeu dans cette expression cependant, car une étape supplémentaire est nécessaire pour déduire une éventuelle dépendance à la température de ce paramètre de cohésion, qui sera décrite dans la Section 3.3.3. Il peut être intéressant de noter en revanche qu'une simple réorganisation de l'Équation 3.11 permet d'exprimer le paramètre géométrique σ_θ en fonction d'un nombre sans dimension de la forme $\gamma / (\rho_p g d_p R_{tambour})$, qui ressemble fortement au nombre de Bond macroscopique (Équation 3.2).

Il est également important de noter que le développement présenté précédemment reste un exercice de mise à l'échelle, et que nous ne prétendons pas avec cette formule déduite par l'Équation 3.11 obtenir des valeurs précises de l'énergie de surface γ . Ici, nous pouvons simplement séparer l'effet de chaque paramètre, et ainsi donner une estimation, un ordre de grandeur de cette énergie de surface pour une première idée de son effet.

3.3.3 Mise à l'échelle des résultats expérimentaux

À partir de l'Équation 3.11, il est possible de calculer l'énergie de surface de chaque point de mesure acquis grâce au système du tambour tournant, pour les poudres de référence comme pour les poudres de glace, et de regarder l'évolution de cette énergie de surface estimée avec la température pour s'assurer qu'il existe bel et bien une dépendance entre ces deux paramètres. Pour cela, pour chaque échantillon de poudre nous considérons que le diamètre des grains d_p correspond au diamètre médian dans la distribution granulométrique correspondante, et nous utilisons les valeurs de densité fournies par le Tableau 3.1. Pour rappel, à des fins de simplifications nous considérons $Z = 5$ et $\delta_{glace} = 30^\circ$ les échantillons de glace. Pour la poudre de calcaire, nous estimerons $\delta_{calcaire} = 30^\circ$ [Shi et al., 2016]. Pour les poudres de verre, en revanche, nous prendrons $\delta_{verre} = 20^\circ$ [Macho et al., 2020]. La Figure 3.13 montre les résultats de l'estimation de l'énergie de surface de nos échantillons, glacés ou de référence, en nous basant sur les résultats extraits pour la vitesse intermédiaire $\omega = 5,29$ RPM.

Plusieurs choses intéressantes ressortent de cette figure, la première étant la conservation de la tendance précédemment décrite avec la seule observation des paramètres géométriques extraits du tambour tournant. En effet, il est assez clair ici que pour les poudres de référence l'énergie de surface estimée grâce à notre méthode ne semble pas adopter de tendance claire suivant la température, ce qui nous conforte dans l'idée que les poudres de référence ne sont pas sensibles à la température, en tout cas sur la gamme étudiée, entre 90 et 170 K pour ces échantillons. Nous distinguons toujours une différence entre les poudres de référence, qui adoptent des valeurs différentes, même si la distinction semble beaucoup moins marquée que lors de l'observation du comportement d'écoulement seul. La poudre de calcaire montre une énergie de surface légèrement plus élevée, mais tout de même relativement faible par

3.3. ESTIMATION DE L'ÉNERGIE DE SURFACE DE LA POUDRE DE GLACE

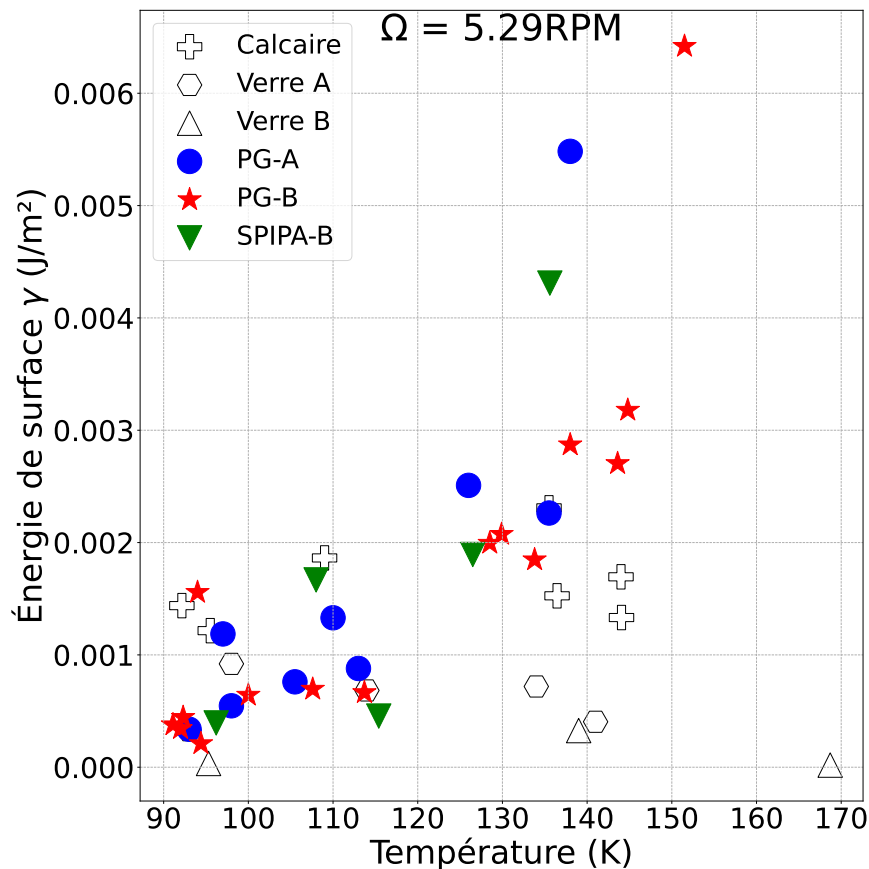


FIGURE 3.13 – Évolution de l'énergie de surface estimée, calculée à partir de l'Équation 3.11, en fonction de la température pour tous nos échantillons, de poudres de glace ou de poudres de référence.

rapport à ce qui était attendu, ce qui montre que ce paramètre de la poudre de calcaire n'est finalement peut-être pas si élevé, et que le comportement très cohésif observé pour cet échantillon est principalement dû à la taille des grains, qui sont très réduits par rapport au reste de nos échantillons. S'affranchir, au moins en partie, de la taille des grains grâce à notre mise à l'échelle que nous avons déduite pour γ permet de remettre en perspective les poudres les unes par rapport aux autres. En revanche, nous voyons que si les valeurs d'énergie de surface estimées sont proches pour les deux échantillons de verre et plus faibles que pour la poudre de calcaire, elles ne sont pas absolument identiques. Or, comme nous avons ici deux poudres formées du même matériau, du verre, elles devraient avoir des valeurs d'énergie de surface identiques. Cette différence vient possiblement du fait que le traitement de poudres non cohésives par notre méthode d'estimation est délicat, car pour cette estimation nous nous sommes basés sur le comportement de poudres cohésives uniquement et l'apparition d'une double pente dans le tambour. Ainsi, il est possible que le traitement de poudres non cohésives par cette méthode ne soit pas pertinent. Malgré tout, les estimations obtenues pour ces poudres de verre semblent indiquer une très faible énergie de surface qui semble cohérente avec le comportement non cohésif observé.

Il est cependant important et intéressant de comparer les valeurs d'énergie de surface que nous avons estimées pour ces matériaux, avec celles qui ont été mesurées par de précédentes

études. Pour les billes de verre par exemple, plusieurs études se recoupent pour donner une énergie de surface comprise entre $\gamma_{verre} = 0,0094 \text{ J.m}^{-2}$ et $\gamma_{verre} = 0,025 \text{ J.m}^{-2}$ [Kendall et al., 1987; Heim et al., 1999; Gundlach et al., 2011; Haack et al., 2020]. Ces valeurs sont dans tous les cas bien plus élevées que celles que nous avons estimées grâce à notre dispositif. Pour la poudre de Calcaire, il existe assez peu d'études du paramètre de cohésion spécifiquement, mais Deng et al. [2021] fournit une valeur de l'ordre de $\gamma_{calcaire} = 0,054 \text{ J.m}^{-2}$, ce qui est encore une fois bien plus élevé que notre valeur estimée, mais correspond également à une énergie de surface plus importante que pour la poudre de Verre, en accord avec nos propres résultats. Les différences que nous observons ici sont possiblement dues à la nature peu cohésive des poudres de Verre, qui rend certainement peu pertinente notre analyse grâce à un modèle d'avalanche, ce qui ne permet ainsi pas de donner des estimations correctes de l'énergie de surface. Pour la poudre de Calcaire, en revanche, nous pourrions penser qu'au vu de sa nature très cohésive, notre modèle serait pertinent, mais la différence observée entre notre estimation et la littérature nous montre possiblement que notre analyse mérite à être raffinée, afin de donner des estimations plus précises de cette énergie de surface.

Les informations tirées de cette estimation sont également très intéressantes concernant les poudres de glace. En effet, nous distinguons ici la tendance précédemment observée au regard du seul angle moyen ou de l'écart-type, qui est une augmentation significative de l'énergie de surface estimée avec la température. Ainsi, à basse température, autour de 90 K, l'énergie de surface estimée pour les poudres de glace est proche de celle estimée pour le verre, très peu cohésif, alors qu'à plus haute température, autour de 140 – 150 K, l'énergie de surface estimée dépasse largement celle de la poudre de calcaire, ce qui signifie que ce paramètre intervient de manière bien plus marquée dans le comportement cohésif global de la poudre de glace. De plus, nous pouvons remarquer que si nous observions des différences entre les différentes poudres de glace précédemment, celles-ci ne sont plus autant visibles sur la Figure 3.13, signe que nous avons réussi, au moins en partie, à éliminer l'effet de la taille des grains dans le comportement observé de nos échantillons glacés. Les trois échantillons de poudres de glace semblent suivre une même tendance avec la température.

Ces données, si elles permettent de fournir une première estimation de l'énergie de surface de nos matériaux de manière assez simplifiée, peuvent également nous aider à déterminer une relation simple entre la cohésion de nos échantillons de glace et la température. Une telle relation pourrait également permettre d'extrapoler nos résultats, et de déterminer la valeur de l'énergie de surface de la glace pour des températures qui s'écartent de notre gamme expérimentale, afin de pouvoir comparer nos estimations à celles de précédentes études, mais également pour nous placer dans des conditions de température applicables à différents objets du Système Solaire. Pour réaliser cet exercice, nous avons remarqué que nos points de données sur la Figure 3.13 semblaient suivre une évolution de type exponentielle avec la température, nous avons donc décidé d'explorer cette piste pour tenter de déterminer une relation entre ces deux grandeurs.

En nous inspirant du travail de Choukroun et al. [2020], nous avons tenté d'exprimer l'estimation de l'énergie de surface que nous avons déduite en fonction de la température en utilisant une relation de type loi d'Arrhenius, qui se présente comme suit :

$$\gamma = Ae^{\frac{-Q}{RT}}, \quad (3.12)$$

avec A un pré-facteur, Q une énergie d'activation qui correspond théoriquement au processus

3.3. ESTIMATION DE L'ÉNERGIE DE SURFACE DE LA POUDRE DE GLACE

chimique impliqué dans le changement de cohésion de nos grains, $R = 8,314 \text{ J}/(\text{mol}\cdot\text{K})$ la constante des gaz parfaits et T la température (en Kelvins). Réorganiser cette équation permet d'obtenir une relation linéaire :

$$\ln \gamma = \ln \left(A e^{-\frac{Q}{RT}} \right) = \ln A - \frac{Q}{RT}. \quad (3.13)$$

Ainsi, pour nos échantillons de glace, tracer l'évolution de $\ln \gamma$ en fonction de l'inverse de la température $1/T$ devrait nous fournir une droite de pente $-Q/R$ et d'ordonnée à l'origine égale à $\ln A$, ce qui permettrait d'estimer facilement ces paramètres. La Figure 3.14 montre le résultats d'une telle estimation.

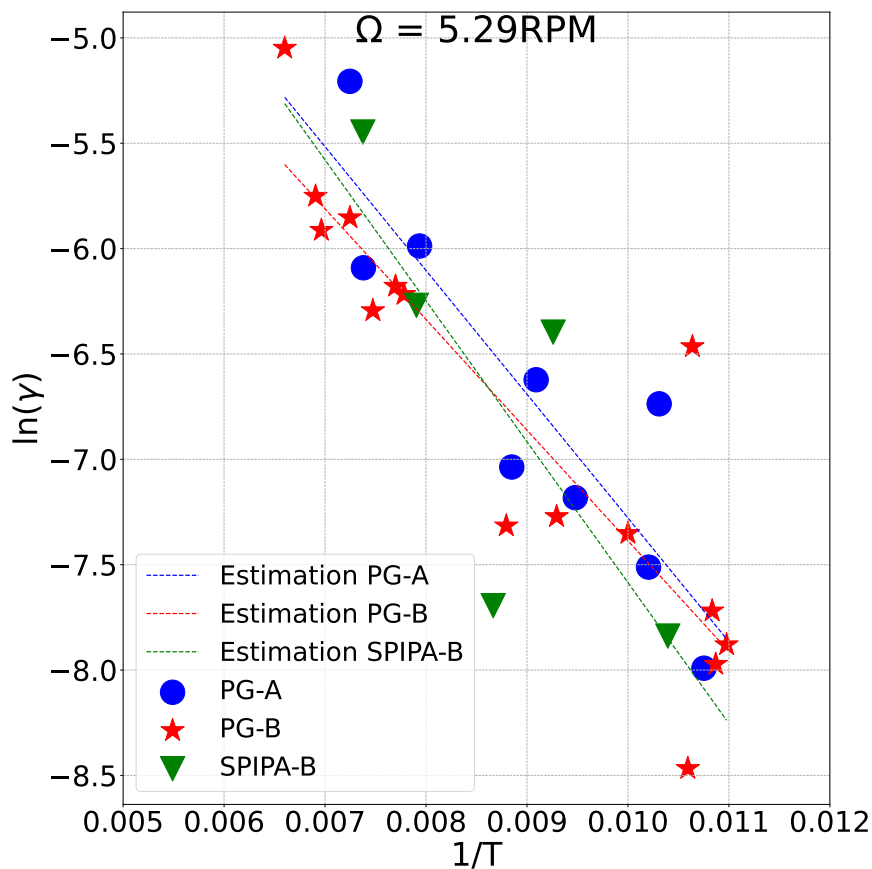


FIGURE 3.14 – Estimation de la correspondance de nos énergies de surface calculées à une loi de type Arrhenius, pour nos trois échantillons de poudres de glace.

Cette figure montre clairement qu'en effet, dans la plupart des cas l'approximation grâce à une loi exponentielle semble cohérente, nos points étant globalement alignés dans un graphe de $\ln \gamma$ en fonction de $1/T$, comme le montrent les corrélations linéaires effectuées sur nos points de données. Les estimations entre nos différents échantillons sont proches, surtout concernant les deux échantillons PG-A et PG-B qui montrent des pentes relativement proches, comme indiqué dans le Tableau 3.2. L'échantillon SPIPA-B, lui, diffère quelque peu des deux autres échantillons, mais cet écart est très certainement lié au peu de points que nous avons mesurés pour cette poudre, qui augmente l'imprécision de nos estimations.

Finalement, nous avons pu déduire une relation simple entre l'énergie de surface γ et la température T :

$$\gamma = 0,26e^{\frac{-4,94}{RT}}. \quad (3.14)$$

TABLE 3.2 – Tableau récapitulatif des paramètres obtenus grâce à la corrélation avec une loi de type Arrhenius pour nos trois échantillons de poudres de glace.

Poudre	A	Q (kJ.mol ⁻¹)
PG-A	0,25	4,88
PG-B	0,12	4,37
SPIPA-B	0,41	5,56
Moyenne	0,26	4,94

En considérant la moyenne de nos trois échantillons, nous trouvons une énergie d'activation $Q = 4,94 \pm 0,35$ kJ.mol⁻¹. [Choukroun et al. \[2020\]](#) ont étudié l'effet du frittage sur des poudres de glace, placées dans des conditions de température contrôlée pendant un temps défini pour étudier l'augmentation de résistance du matériau avec le temps, dû à la formation naturelle de ponts solides entre les grains. Dans leur étude, ils ont également calculé une énergie d'activation liée à ce phénomène, qu'ils ont estimée à $Q = 24,3 \pm 3,3$ kJ.mol⁻¹, soit bien plus élevée que celle que nous avons déduite ici. Même si notre estimation de l'énergie de surface et donc de l'énergie d'activation reste très simplifiée, cette différence marquée joue en faveur de l'élimination définitive du phénomène de frittage pour expliquer cette augmentation de la cohésion de la glace dans notre cas.

Plusieurs autres études ont tenté de donner des estimations de l'énergie de surface de la glace, comme par exemple [Gundlach et al. \[2011\]](#) qui ont réalisé des expériences de collage ou d'érosion de grains de glace, et qui ont déduit une valeur $\gamma = 0,19$ J.m⁻² (pour des mesures effectuées entre 189 et 226 K), soit largement supérieure aux estimations que nous avons fournies. Cette valeur d'énergie de surface a cependant été nuancée par d'autres études, notamment une menée par les précédents auteurs eux-mêmes [[Gundlach et al., 2018](#)] qui considèrent, après des expériences de rupture d'échantillons de poudres de glace en tension, que sous 150 K, que l'énergie de surface précédente a été largement surestimée, et que cette grandeur est en réalité bien moins élevée, proche des 0,02 J.m⁻². Les auteurs ne donnent cependant pas d'indication précise de la valeur de cohésion selon la température, stipulant simplement que cette dernière doit fortement augmenter avec la température, en se basant sur l'ordre de grandeur de différence d'énergie de surface qu'ils ont estimé entre des températures < 150 K ($\gamma = 0,02$ J.m⁻²) et > 150 K ($\gamma = 0,19$ J.m⁻²).

Ce comportement mesuré d'augmentation de la cohésion avec la température est cohérent avec celui que nous observons grâce à nos expériences, mais d'autres études plus précises nous permettent de confirmer en partie nos résultats. [Musiolik et Wurm \[2019\]](#), par exemple, grâce à des expériences d'adhésion de billes de glace sur une surface glacée, ont pu démontrer qu'il existait bel et bien une relation entre la cohésion de la glace et la température, cette grandeur atteignant un plateau à environ $\gamma = 0,50$ J.m⁻² aux alentours de 200 K, mais diminuant fortement sous cette température pour atteindre $\gamma = 0,0079$ J.m⁻² à 175 K. De la

3.3. ESTIMATION DE L'ÉNERGIE DE SURFACE DE LA POUDRE DE GLACE

même manière, [Haack et al. \[2020\]](#) donne une estimation de γ pour la glace poudreuse à $0,0026 \text{ J}\cdot\text{m}^{-2}$ sous la température de 150 K, sans pour autant préciser la température exacte.

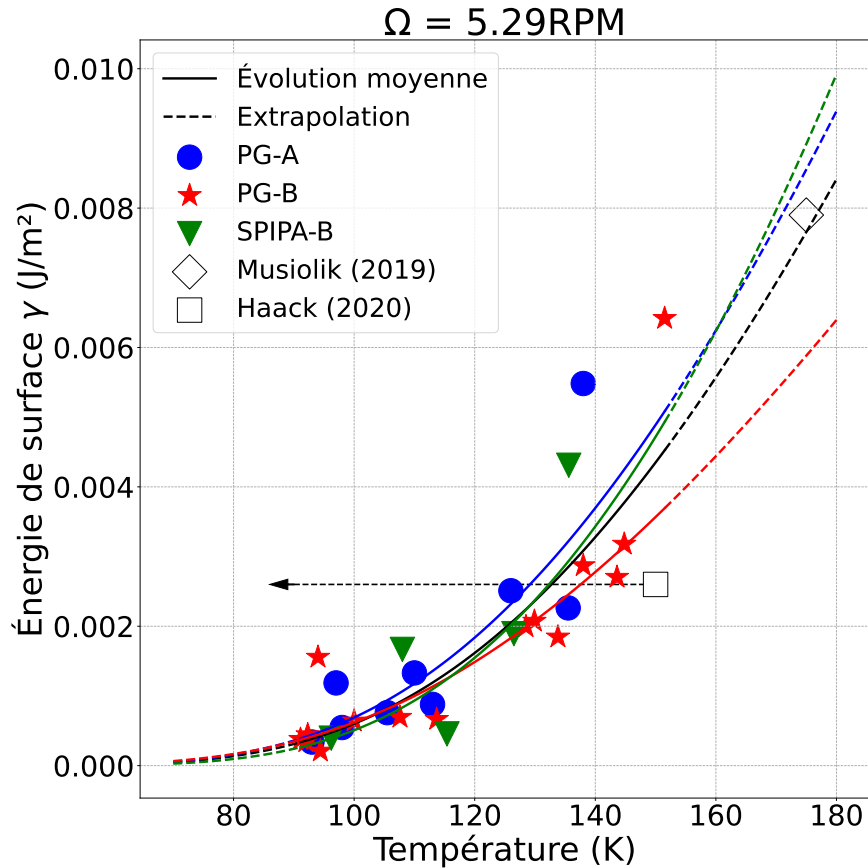


FIGURE 3.15 – Comparaison de nos estimations de l'énergie de surface de la poudre de glace avec les estimations issues de la littérature. Les formules déduites grâce à l'interpolation par une loi d'Arrhenius sont tracées en courbes pointillées, et les valeurs de [Musiolik et Wurm \[2019\]](#) et [Haack et al. \[2020\]](#) sont également indiquées.

Ces estimations d'énergie de surface à très basse température, pratiquement comparable avec la gamme que nous avons étudiée, montrent un accord entre les différentes théories, qui stipulent que la cohésion de la glace granulaire est bien dépendante de la température. De plus, les valeurs estimées par ces autres études sont comparables à celles que nous avons estimées grâce à nos expériences en tambour tournant. La Figure 3.15 met en lumière une telle comparaison, appuyée par nos extrapolations à différentes températures, rendues possibles grâce à la correspondance de nos données à une loi de type Arrhenius développée précédemment. Les courbes en traits pleins mettent en évidence la correspondance à la loi d'Arrhenius, chaque couleur correspondant à nos différents échantillons de glace (la courbe en noir correspond à la moyenne de nos trois échantillons). Les parties en traits pointillés correspondent à une extrapolation hors de notre gamme de températures étudiée. Nous constatons bel et bien grâce à cette figure que nous reproduisons avec un accord correct les données tirées de la littérature en utilisant notre modèle simple d'avalanche au sein du tambour tournant. Un modèle tel que celui présenté ici pourra ainsi permettre d'extrapoler les propriétés de cohésion

à de nouvelles gammes de températures et de tailles de grains, afin d'étudier les gammes correspondant aux différentes lunes de glace.

3.3.4 Origine de la cohésion de la glace

Il existe de nombreuses raisons qui peuvent expliquer la cohésion d'un matériau granulaire, qui interviennent toutes à l'échelle microscopique ou du contact entre les grains. Dans le Chapitre 1, et plus particulièrement dans la Section 1.1.2, certaines de ces interactions adhésives ont été explicitées et décrites, et concernent notamment, pour les plus importantes, les forces électrostatiques entre les grains, les interactions atomiques de type van der Waals, dipolaires, covalentes ou hydrogènes, les forces de capillarité dans le cas de la présence de liquide, ou encore les phénomènes de frittage, ou la formation de ponts solides au contact entre les grains par diffusion moléculaire ou re-cristallisation.

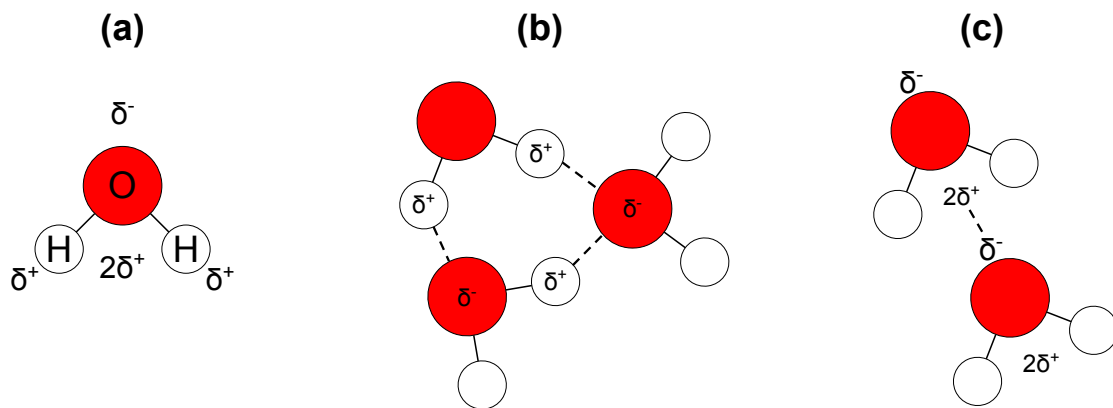


FIGURE 3.16 – Illustration des forces inter-moléculaires adhésives avec l'exemple de la molécule d'eau. (a) Illustration de la polarité de la molécule d'eau. (b) Schématisation des liaisons hydrogènes. (c) Schématisation des interactions de van der Waals.

La force électrostatique ne joue certainement pas un rôle majeur dans nos écoulements en tambour tournant, en tout cas au moins dans le cas de la glace, compte tenu des faibles vitesses d'écoulement et des collisions assez peu énergétiques que nous générons dans notre montage. En revanche, les autres forces peuvent jouer un rôle décisif, et ce de par la nature même du matériau que nous considérons. En effet, la molécule d'eau H₂O étant coudée, et de par la nature des atomes qui la constituent, elle est polaire, ce qui signifie qu'elle possède un pôle de charge positive, du côté des atomes d'hydrogène, et un pôle de charge négative, du côté de l'atome d'oxygène (voir Figure 3.16a). Cette particularité lui permet d'acquérir des propriétés intéressantes qui peuvent potentiellement expliquer les propriétés cohésives que nous observons en étudiant les particules de glace.

Les liaisons hydrogènes sont présentes, comme leur nom l'indique, lorsque la molécule considérée contient un ou plusieurs atomes d'hydrogène, qui constituent un pôle de charge positive. Ces pôles peuvent ainsi interagir avec des atomes présentant une importante électro-négativité, comme les atomes d'oxygène dans notre cas, ce qui crée une interaction attractive entre les molécules (Figure 3.16b). Dans le cas des molécules d'eau, qui constituent

3.3. ESTIMATION DE L'ÉNERGIE DE SURFACE DE LA POUDRE DE GLACE

nos grains de glace, ces effets sont potentiellement très importants, de par les atomes qui constituent les molécules (Figure 3.16a). La polarité de la molécule d'eau lui permet aussi de donner naissance à des interactions de type van der Waals, légèrement différentes des liaisons hydrogènes. Elles consistent en une attraction entre le pôle positif global d'une molécule, avec le pôle négatif global d'une autre molécule, comme illustré par la Figure 3.16c. De par les propriétés moléculaires requises pour son apparition, cette interaction est plus rare que les liaisons hydrogènes, mais très présente dans le cas de l'eau de par la polarité des molécules. En revanche, les interactions de van der Waals sont généralement de plus faible intensité que les liaisons hydrogènes.

Qu'il s'agisse de l'une ou l'autre de ces interactions, elles doivent toutes les deux intervenir à un certain niveau dans l'adhésion des grains de glace, mais il est en revanche difficile de déterminer une dépendance de l'intensité de ces interactions avec la température. Il est possible que l'intensité de ces interactions décroisse avec la température, ce qui peut revenir à diminuer la cohésion globale du matériau granulaire. Cette propriété, si elle s'avère véritablement exister, peut expliquer pourquoi la cohésion de la glace augmente avec la température, mais aussi pourquoi ce phénomène est réversible, car il n'impliquerait ainsi aucun changement morphologique des grains de glace.

Une autre explication peut être à creuser du côté de la cohésion capillaire, et ce même si nous sommes en conditions sèches à l'intérieur du tambour, à des températures où aucun liquide ne devrait être présent (nous prenons soin de ne pas avoir de condensation d'oxygène pour les températures les plus basses). En effet, la glace est un matériau très particulier qui possède, même à des températures bien plus basses que le point de solidification à 0 °C, une couche dite « quasi-liquide » à sa surface [Rosenberg, 2005]. Cette couche à la surface de la glace, dont l'épaisseur est située autour de quelques dizaines de nanomètres, est habituellement utilisée pour expliquer le comportement glissant de la glace dans des processus très macroscopiques, mais dans notre cas elle pourrait être impliquée dans des effets d'adhésion capillaire entre nos grains de glace lorsque la température augmente. En effet, d'après Döppenschmidt et Butt [2000], l'épaisseur de cette couche diminue lorsque la température diminue, et inversement. Cela pourrait signifier que l'intensité de l'adhésion capillaire diminue lorsque l'épaisseur de cette couche quasi-liquide diminue également, ce qui pourrait expliquer les variations de cohésion observées. Cette hypothèse est cependant délicate à vérifier, car d'après Döppenschmidt et al. [1998] cette couche existe de manière certaine autour de 240 K, soit une température bien plus élevée que la gamme que nous explorons dans nos expériences. Leur étude portait cependant sur de la glace massive, qui n'est possiblement pas affectée par cette couche de la même manière que les grains microscopiques que nous étudions.

S'il semble nécessaire de considérer ces hypothèses pertinentes, elles sont à l'heure actuelle très difficiles à discriminer les unes des autres, et nous ne pouvons pas trancher sur le mécanisme à l'origine de la cohésion de nos poudres de glace. Des études supplémentaires et relativement lourdes sont nécessaires pour étudier ces différents effets, notamment de la spectroscopie infrarouge fine pour étudier d'éventuels changements dans les liens moléculaires ou les vibrations des molécules, qui pourraient expliquer ces changements de cohésion. D'après Kahan et al. [2007], il serait également possible d'étudier les propriétés de cette couche quasi-liquide à la surface des grains de glace grâce à la spectroscopie RAMAN, mais ces investigations nécessitent des protocoles lourds et des outils spéciaux, et donc une

ou plusieurs études à part entière.

3.4 Comportement cohésif des poudres de glace à la surface des lunes glacées

À partir de notre modèle d'écoulement de poudres cohésives dans le tambour tournant, nous avons pu déduire une formule permettant d'estimer l'énergie de surface en fonction de la température, décrite par l'Équation 3.14. Cette formule est utile pour extrapoler la valeur de cohésion de la poudre à des températures que nous n'avons pas exploré dans notre campagne expérimentale, mais elle ne permet pas de quantifier le comportement cohésif de poudres présentant des tailles de grains différentes, ou à la surface de corps planétaires ne présentant pas la même gravité que la Terre. Pour cela, il faut considérer un autre nombre, déjà évoqué précédemment, qui est le nombre de Bond (Équation 3.1).

Comme cela a déjà été explicité, ce nombre permet de quantifier l'importance de la force de cohésion par rapport à la force de gravité dans un matériau granulaire, et donc de déduire si la poudre considérée aura un comportement plutôt cohésif ou non. Ainsi, un nombre de Bond de 1 correspond au cas où la cohésion permet de supporter le poids d'un grain. Ce nombre sans dimension fait intervenir la gravité des objets planétaires considérés, ainsi que le diamètre des particules, ce qui permet d'estimer le comportement cohésif qu'adoptera une poudre possédant une certaine énergie de surface si ses grains sont plus imposants ou plus petits, ou si elle est placée à la surface d'une autre planète ou lune que la Terre.

Ce nombre est donc extrêmement utile dans notre cas puisqu'il nous permet ainsi d'extrapoler les résultats déduits pour les poudres de glace, obtenus sur Terre et dans une gamme de tailles de grains limitée, à des cas plus exotiques comme les lunes de glace. Pour cette extrapolation, nous nous limiterons aux lunes de glace les plus étudiées, mais surtout celles qui présentent la glace la plus pure à leur surface, car nous n'avons pour le moment réalisé nos expériences qu'avec de la glace d'eau pure et nous ne savons pas très bien ce que l'ajout d'un contaminant a comme implications sur le comportement d'un matériau granulaire glacé (quelques explorations sur ce sujet seront fournies en Chapitre 5). Ainsi, pour pouvoir fournir des hypothèses réalistes sur l'état de surface des lunes de glace, nous nous limiterons dans un premier temps à Europe et Encelade (voir Chapitre 1 et Section 1.2.2 pour une description détaillée des connaissances de la surface de ces objets).

3.4.1 Application à Europe

3.4.1.1 Nombre de Bond à la surface

Europe, même si elle fait partie des plus grosses lunes du Système Solaire, est petite en comparaison à la Terre, et beaucoup moins massive, ce qui rend sa gravité relativement faible, de l'ordre de $g_{eur} = 1,31 \text{ m.s}^{-2}$ contre $g_{terre} = 9,81 \text{ m.s}^{-2}$. À partir de cette gravité, il est possible de calculer une carte du nombre de Bond à la fois en fonction de la température (grâce à la dépendance en température de γ que nous avons estimée) et de la taille des grains

3.4. COMPORTEMENT COHÉSIF DES POUDRES DE GLACE À LA SURFACE DES LUNES GLACÉES

(Figure 3.17). Sur cette figure, la gamme de températures que nous avons explorée au cours de nos expériences est mise en évidence par une zone en couleurs plus vives. La valeur du nombre de Bond est indiquée par une couleur, et les valeurs extrêmes que nous avons déduites de nos expériences sont indiquées par les courbes rouges, correspondant à $Bo_{min} = 12,1$ et $Bo_{max} = 427,3$.

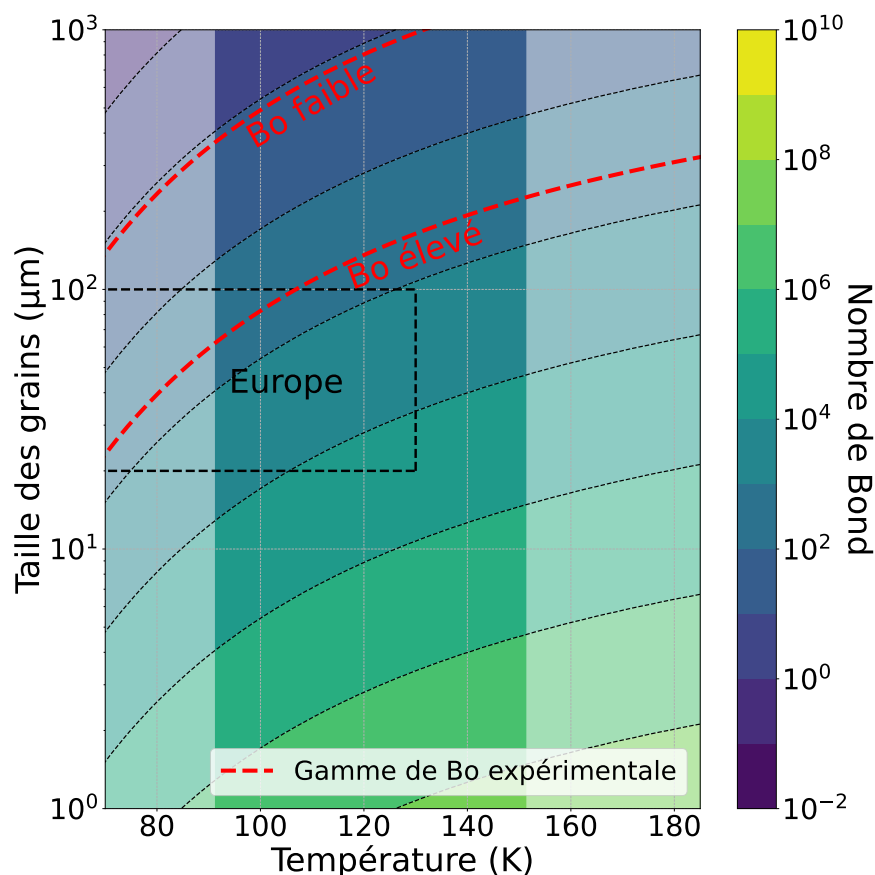


FIGURE 3.17 – Carte du nombre de Bond calculé pour la gravité d’Europe, en fonction de la température et de la taille des grains. La gamme de températures attendues sur Europe est indiquée par les lignes pointillées verticales, tandis que la gamme de températures explorées au cours de notre étude est mise en valeur par la zone de couleurs plus vives. Les courbes en pointillés rouges délimitent la gamme de nombres de Bond obtenus pour la poudre de glace au cours de notre campagne expérimentale.

Comme cela a été évoquée en Section 1.2.2, les températures à la surface d’Europe varient entre environ 70 K la nuit aux pôles et 130 K le jour à l’équateur, avec une température moyenne de 100 K. Les tailles de grains estimées par spectroscopie infrarouge à la surface placent des contraintes entre 20 et 100 μm (voir Section 1.2.2). Ces indications de tailles et de températures ont été indiquées sur cette carte du nombre de Bond par un rectangle en pointillés noirs. Comme cela était attendu, cette carte présentée en Figure 3.17 montre que lorsque la taille des grains augmente, le nombre de Bond diminue, ce qui signifie d’après l’Équation 3.1 que l’importance de la force cohésive diminue fortement également. À l’inverse, lorsque la température augmente, le nombre de Bond augmente également, ce qui

signifie dans ce cas que la force de cohésion de la glace devient plus importante, ce qui avait déjà été estimé grâce à la résolution de notre modèle d'écoulement.

3.4.1.2 Implications pour les morphologies de surface

Les résultats déduits sur l'énergie de surface qui dépend de la température impliquent donc que les propriétés mécaniques des dépôts frais à la surface d'Europe peuvent varier de manière significative, à la fois dans le temps et l'espace, et ce avant que les processus de frittage n'interviennent ([Choukroun et al. \[2020\]](#) ont calculé que sous la température de 150 K, une poudre de glace deviendrait consolidée après environ 10 000 ans, donc la plupart des dépôts pourrait conserver un comportement non consolidé pendant plusieurs milliers d'années et être ainsi sensibles aux fluctuations journalières de température). Considérant la gamme de températures rencontrées sur Europe, de 70 à 130 K, ce qui correspond en grande partie à notre gamme de températures expérimentales, la cohésion de la glace sur Europe devrait dépendre fortement de la température (Figure 3.17). Or, dans cette gamme de températures et aux tailles de grains estimées sur Europe, cette figure montre que la poudre devrait toujours adopter des nombres de Bond proches de notre estimation expérimentale la plus élevée, voire largement supérieurs, ce qui signifie que les dépôts frais à la surface d'Europe devraient toujours se comporter de manière très cohésive.

Cette interprétation est à nuancer cependant, car les températures tout comme la taille des grains varie avec la position sur laquelle nous nous trouvons à la surface de la lune. Ainsi, proche de l'équateur, la poudre est plus chaude, mais présente aussi les tailles de grains les plus petites, entre 20 et 40 μm , et les deux effets s'ajoutant pour augmenter le caractère cohésif de la poudre, cela signifie qu'un échantillon situé à cet endroit est certainement très cohésif. Vers les pôles, c'est l'inverse qui se produirait, avec les températures les plus faibles mais aussi les tailles les plus grosses, ce qui signifie que la poudre est certainement beaucoup moins cohésive. Ces contrastes sont importants à prendre en considération pour bien comprendre l'état de surface actuel des lunes de glace, mais aussi pour aider à identifier les éventuels dépôts les plus frais pour les futures missions d'échantillonnage. Une autre composante importante est également la composante temporelle car, en effet, les températures changent énormément à la surface entre le jour et la nuit. Par exemple à l'équateur, la température maximale le jour est de 130 K, et la température minimale la nuit se trouve autour de 80 K. Si nous estimons que la taille des grains ne change pas au cours d'un cycle jour/nuit, cela signifie que le régolithe n'exhibe pas le même degré de cohésion le jour (où il devient plus cohésif du fait de la température plus élevée) et la nuit (où il est de fait moins cohésif).

Cette différence cyclique de degré de cohésion entre le jour et la nuit peut avoir des implications majeures pour l'état de surface de la lune. En effet, durant le jour, où les grains sont les plus cohésifs, ils seront capables de former des structures très lâches, avec une porosité élevée [[Capece et al., 2014](#)] et des pentes fortes [[Lumay et al., 2012](#)]. En revanche, lorsque la zone de dépôt passe dans la nuit et que les températures diminuent, le degré de cohésion de ces mêmes dépôts diminue fortement, ce qui peut éventuellement déstabiliser les structures formées lors du dépôt, même avec une perturbation relativement faible. Ces déstabilisations peuvent mener à des écoulements de matériaux granulaires à la surface. Il existe notamment des séismes induits par les déformations de marée à la surface d'Europe, qui pourraient être

3.4. COMPORTEMENT COHÉSIF DES POUDRES DE GLACE À LA SURFACE DES LUNES GLACÉES

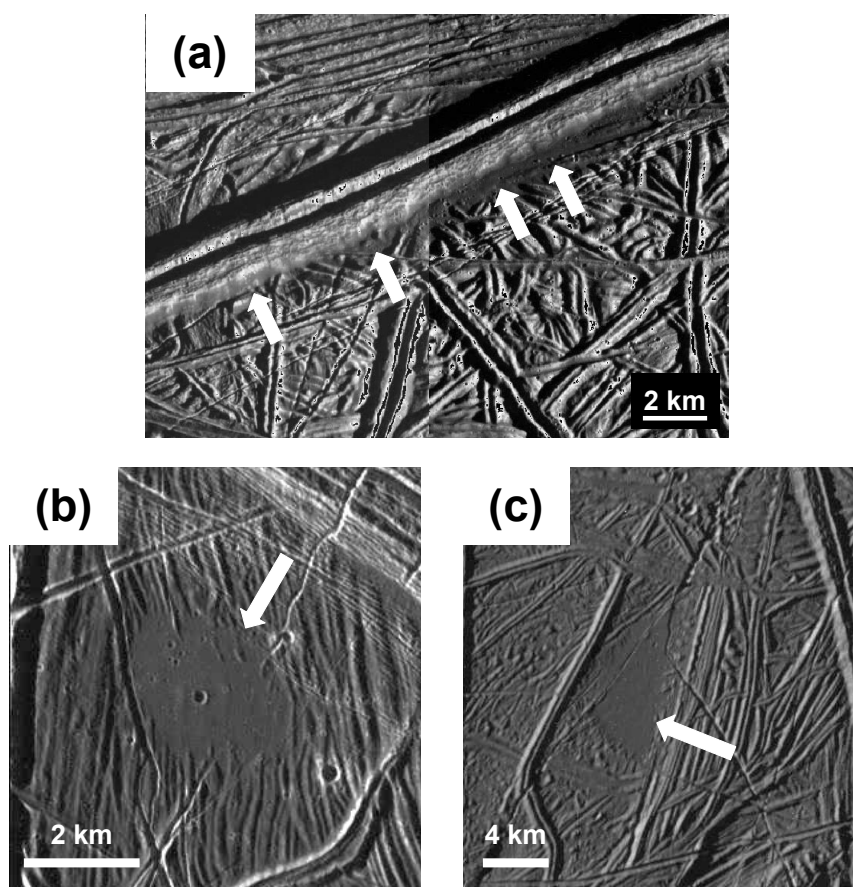


FIGURE 3.18 – Exemples de glissements de terrain supposés sur les bords d’une imposante ride (a), et de remplissage des creux topographiques par un matériau lisse (b, c) [Lesage et al., 2021].

à l’origine de ces perturbations et des écoulements granulaires potentiellement observés sur la lune, comme étudié par Mills et al. [2023] (la Figure 3.18a montre de potentiels indices de glissements de terrain). Des séismes de magnitude 4, 0–7, 9 ont été déduits, ce qui serait suffisant pour déstabiliser les pentes constituées de matériaux granulaires, et donc de créer des éboulements, glissements de terrain ou avalanches, surtout considérant que la cohésion du matériau peut varier d’un endroit à l’autre. Ce comportement particulier pourrait expliquer les observations de matériel lisse et plat remplissant des creux topographiques (Figure 3.18b, c, Prockter et Patterson [2009]; Lesage et al. [2021]), ou même des structures lobées identifiées comme des sites cryo-volcaniques [Lesage et al., 2021]. Ces écoulements granulaires pourraient également avoir des implications importantes concernant l’érosion des pentes les plus fortes, aplanies par les déstabilisations successives.

Une diminution du caractère cohésif des grains quand la température diminue pourrait aider à l’écoulement d’un matériau granulaire à la surface d’Europe, et pourrait ainsi expliquer les nombreuses structures d’écoulement observées sur cette lune, qui impliquent très souvent la présence de glace partiellement fondue, de très faible viscosité, pour être expliqués [Miyamoto et al., 2005]. De par la température régnant à la surface, de tels fluides partiellement fondus devraient rapidement geler cependant, ce qui limiterait l’extension possible

de ces écoulements. Ce n'est pas le cas avec la poudre de glace, qui devrait conserver une bonne mobilité, d'autant plus lorsque la température diminue, contrairement à n'importe quel fluide visqueux. Il reste cependant un travail supplémentaire à réaliser pour étudier cet effet, comprendre les possibilités d'écoulements avec la poudre de glace, et estimer les quantités nécessaires pour expliquer les écoulements observés à la surface.

3.4.2 Application à Encelade

3.4.2.1 Nombre de Bond à la surface

Encelade est une petite lune, de seulement 504 km de diamètre, ce qui fait que sa gravité est bien plus faible encore que pour Europe, avec $g_{encel} = 0,11 \text{ m.s}^{-2}$. Cela signifie que, si nous réalisons le même exercice que pour Europe en calculant une carte du nombre de Bond, la force de gravité pour des températures et tailles de grains similaires à Europe aura beaucoup moins d'importance (Figure 3.19). Encore une fois ici, la gamme de températures explorées au cours de notre campagne expérimentale est indiquée en couleurs plus vives, tout comme les valeurs extrêmes de nombres de Bond déterminées à partir de nos expériences afin de remettre les choses en perspective.

Sur cette figure ont également été indiquées les gammes de températures et de tailles de grains attendues pour Encelade, et ce pour deux zones différentes. La température à la surface de la lune varie en moyenne entre 50 et 80 K, mais le cas d'Encelade est très particulier de par la présence des terrains du pôle Sud et des *tiger stripes*, qui représentent des anomalies thermiques avec des températures pouvant grimper jusqu'à environ 180 – 190 K [Abramov et Spencer, 2009; Spencer et al., 2011; Goguen et al., 2013]. Les données fournies par *Cassini* ont également pu amener à une estimation de la taille des grains, qui sont situés entre quelques microns et quelques dizaines de microns [Jaumann et al., 2008; Taffin et al., 2012], d'où une limite supérieure placée à environ 20 μm sur notre carte.

Les mêmes tendances en fonction de la température et de la taille des grains observées pour Europe sont visibles sur cette seconde carte, concernant l'évolution du nombre de Bond en fonction de la température ou de la taille des grains. Seulement, la gravité d'Encelade étant bien plus faible, pour une même taille de grain et une même température que sur Europe, le nombre de Bond sera toujours plus élevé sur Encelade, signe que la cohésion du régolithe glacé joue un rôle encore plus important que sur la lune de Jupiter. Par exemple, pour une taille de grains de 20 μm et une température de 100 K, le nombre de Bond sur Encelade serait d'environ $Bo \approx 8,7 \times 10^4$, alors que pour Europe il serait estimé à $Bo \approx 7,5 \times 10^3$, soit approximativement un ordre de grandeur de différence.

3.4.2.2 Implications pour les morphologies de surface

La Figure 3.19 montre globalement que pour les tailles de grains attendues sur Encelade, même à des températures extrêmement basses, la cohésion sera toujours beaucoup plus importante que celle de la poudre la plus cohésive que nous ayons mesuré grâce à notre dispositif du tambour tournant. Pour atteindre des comportements cohésifs similaires il faut

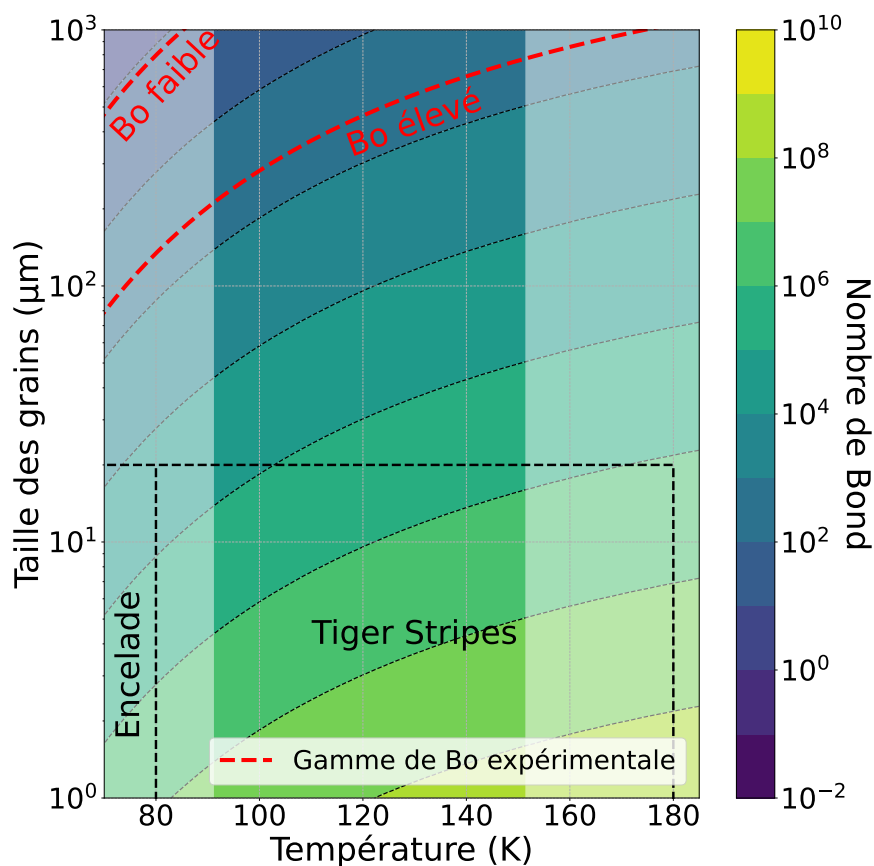


FIGURE 3.19 – Carte du nombre de Bond calculé pour la gravité d’Encelade, en fonction de la température et de la taille des grains. La gamme de températures attendues sur Encelade est indiquée par les lignes pointillées verticales, avec la gamme attendue pour les *tiger stripes*, tandis que la gamme de températures explorées au cours de notre étude est mise en valeur par la zone de couleurs plus vives. Les courbes en pointillés rouges délimitent la gamme de nombres de Bond obtenus pour la poudre de glace au cours de notre campagne expérimentale.

draît une taille de grains de 100 μm , ce qui est très peu probable à la surface d’Encelade, certainement même pas par les processus de frittage qui seraient beaucoup trop longs à des températures aussi basses que la moyenne de la lune [Choukroun et al., 2020].

Ces constatations signifient que partout à la surface d’Encelade les grains qui se déposent ont un comportement très cohésif, et peuvent créer des structures très poreuses et lâches, avec une très faible densité apparente. Une telle propriété pourrait permettre de déposer un régolithe très épais, mais également très poreux. Martin et al. [2023] ont pu estimer l’épaisseur du régolithe à environ 700 m à certains endroits, qui peut être expliquée par un dépôt plus important dans certaines zones (ce qui avait déjà été déduit des modèles d’éjection de grains depuis les *tiger stripes*, notamment par Southworth et al. [2019]), mais aussi par une porosité relativement élevée, ce qui a très certainement un lien avec la cohésion très élevée du matériau considéré.

Les cartes de dépôts de grains estimées par Kempf et al. [2010] ou Southworth et al.

[2019] stipulent que le taux de dépôt n'est pas le même selon l'endroit où nous nous situons sur Encelade, notamment en fonction de la distance aux *tiger stripes*. En effet, comme explicité dans le Chapitre 1, l'activité des fractures du pôle Sud éjecte des grains de glace de tailles différentes, qui n'ont pas la même vitesse et ne retombent donc pas sur la surface à la même distance de ces fractures. Ainsi, les plus gros grains retombent proches de leur point d'éjection, alors que les plus petits grains peuvent se déposer à une distance bien plus importante. Cela amène à un phénomène de ségrégation, et une compétition entre le phénomène de la température et de la taille des grains concernant la cohésion de ce matériau déposé. Les grains les plus gros, moins sensibles à la cohésion, sont déposés proches des *tiger stripes*, donc dans des environnements plus chauds, ce qui contribue à augmenter leur cohésion. Au contraire, les grains plus petits et donc plus sensibles à la cohésion sont éjectés et se déposent plus loin, dans des zones plus froides, ce qui contribue à diminuer leur cohésion globale. Il est ainsi possible, d'après la Figure 3.19, que ces effets de température et de tailles de grains se contrent mutuellement, et que le nombre de Bond à la surface d'Encelade soit relativement similaire selon les régions. Une variation possible du nombre de Bond, cependant, viendrait du cycle diurne sur Encelade, de la même manière que pour Europe, mais dans une moindre mesure car les variations de température sont tout de même moins intenses sur la lune de Saturne. Dans tous les cas, le nombre de Bond estimé pour Encelade semble toujours plus élevé que pour Europe, signifiant que le comportement du régolithe frais est toujours plus cohésif.

Un autre phénomène très important, spécifique à Encelade jusqu'à la détection de processus similaires sur d'autres corps, est justement cette retombée de grains éjectés par les *tiger stripes*. En effet, il faut avoir en tête que ces grains ne sont pas comme de la neige qui tomberait doucement à la surface, il s'agit d'une pluie intense et à haute vitesse. Les vitesses d'éjection des grains ont été estimées à environ 200 m.s^{-1} , et en l'absence d'atmosphère ces grains ne sont pas freinés et retombent à la surface avec la même vitesse. S'il est encore difficile d'estimer l'effet d'une collision d'un grain sur la surface poudreuse avec autant d'énergie, il est envisageable que cette vitesse soit suffisante pour casser les liens cohésifs entre les grains. Cela causerait, à termes, une réorganisation des grains à cause des impacts très énergétiques continus, ce qui pourrait diminuer progressivement la porosité du régolithe et donc causerait une compaction dynamique de ce milieu poudreux. Ces hypothèses ne sont cependant encore que des spéculations, et un travail supplémentaire de modélisation est requis pour comprendre l'effet de telles collisions sur la cohésion macroscopique d'un tel milieu.

3.5 Conclusion

Les résultats expérimentaux présentés dans ce chapitre constituent la première étude des avalanches d'un matériau glacé dans un tambour tournant à des températures approchant celles qui règnent à la surface des lunes de glace du Système Solaire, en particulier Europe et Encelade. L'extraction de paramètres géométriques simples de poudres de glace, comme analogues aux régolithes observables en surface de ces corps, a permis d'obtenir des données intéressantes que nous avons pu relier, à l'aide d'un modèle simple d'avalanches dans un tel dispositif, à des propriétés physiques de la poudre de glace, notamment la cohésion. Si

3.5. CONCLUSION

les analyses réalisées restent relativement simples au premier abord, elles permettent d'estimer des valeurs d'énergie de surface qui sont du même ordre de grandeur que les études précédentes réalisées à des températures plus élevées, et qui peuvent être raccrochées à ces dernières pour les compléter. Malgré les limites de cette étude, il s'agit du premier travail d'investigation de ce type qui balaye une gamme de températures aussi basse, pertinente pour les lunes de glace, et qui met en évidence la forte dépendance de l'énergie de surface de la glace à la température. Ce paramètre de cohésion a des implications très importantes pour la surface des lunes de glace, car il permet de déterminer l'état de compaction, l'adhésion des grains, mais aussi de comprendre les structures observées et leur éventuelle modification au cours de l'histoire géologique de ces corps.

Les régolithes glacés et la poudre de glace de manière générale, puisqu'ils sont présents sur des objets soumis à des températures très basses et qui sont généralement de dimension réduite, de la taille de lunes, exhibent d'après nos résultats des comportements très cohésifs. Cette forte cohésion pourrait ainsi impliquer des structures de surface très lâches, très poreuses, stables dès lors qu'elles sont uniquement soumises à la gravité, mais avec très peu de résistance à la moindre force extérieure exercée sur elles. C'est notamment ce qui a été constaté lors de l'étude de la comète 67P/Churyumov-Gerasimenko, sur laquelle était censé se poser l'atterrisseur *Philae* pour en étudier sa surface. Malheureusement, suite à un problème de déploiement des pieux d'ancrage pour se maintenir à la surface, la sonde a rebondi à plusieurs reprises, ce qui a perturbé le déroulement de sa mission. En revanche, l'étude approfondie de ses rebonds, et notamment des points d'impacts successifs et des empreintes que la sonde a laissé dans la surface de la comète, a permis de déterminer que la surface était extrêmement poreuse et très peu résistante à ces impacts, de l'ordre de 12 Pa, ce qui signifie que sa porosité est supérieure à 75 % [O'Rourke et al., 2020]. Ces données, combinées à la forte proportion de glace qui est supposée dans la plupart des comètes, peuvent potentiellement s'expliquer par le caractère fortement cohésif d'un tel matériau, soumis à une gravité presque inexistante, qui peuvent donc former des agrégats très poreux. Cette propriété des régolithes glacés peut constituer un défi pour les futures missions d'atterrissage ou d'échantillonnage, qui peuvent ainsi nécessiter des méthodes d'atterrissage ou de forage/échantillonnage particulières, afin de garantir l'intégrité des sondes et le bon fonctionnement des différents instruments.

Bien évidemment, cette étude s'applique pour le moment à un nombre très limité d'objets du Système Solaire, de par la nature du matériau analysé qui consiste uniquement en de la glace d'eau pure. Or, il n'y a que peu de corps dans notre système planétaire qui exhibent une surface aussi pure, comme Encelade. Même Europe possède une fraction non négligeable de sels déposés à sa surface. La planète Mars, par exemple, si elle possède des glaciers et montre des avalanches et glissements de terrain au niveau de ses pôles, est loin de posséder une glace pure et dépourvue de toute impureté, de par la couche importante de poussière qui recouvre sa surface. La même chose est valable pour Cérès, qui ne montre de la glace très pure qu'en de très rares endroits. Même les autres lunes de glace du Système Solaire comme Ganymède, Callisto ou Titan, présentent des régolithes qui sont constitués d'un mélange de glace d'eau et d'autres contaminants. En l'état actuel des choses, l'effet de la présence d'un autre type de poudre sur l'écoulement d'un régolithe glacé est encore peu clair, et d'autres campagnes expérimentales sur des mélanges impliquant de la poudre de glace et des poudres de roche ou des sels sont nécessaires pour étudier tout le spectre d'objets présents dans le Système

Solaire, et pouvoir fournir un catalogue plus exhaustif des comportements attendus des surfaces glacées de notre système planétaire. Nous nous intéresserons brièvement à l'initiation d'une telle campagne expérimentale dans la suite de ce présent document (Chapitre 5), et y développerons plusieurs pistes pour de futurs développements.

3.5. CONCLUSION

Chapitre 4

Méthodes et résultats numériques

Ce chapitre est dédié à la description des méthodes numériques utilisées au cours de cette étude, leur but, les modèles de force utilisés, les simulations réalisées, ainsi que les différents résultats obtenus grâce à ces simulations. L'idée première était de pouvoir calibrer les différents paramètres de notre modèle numérique de matériau granulaire pour que son comportement d'écoulement et ses propriétés se rapprochent au maximum de celui de la poudre de glace caractérisée expérimentalement, et ce afin de pouvoir utiliser ce matériau modèle pour différentes applications numériques difficiles à mettre en œuvre expérimentalement. Cependant, il s'est rapidement avéré que les poudres simulées numériquement exhibaient une variété importante de comportements, et qu'il était assez difficile de distinguer l'effet individuel de chaque paramètre, et encore plus de les calibrer par rapport à nos expériences.

Ainsi, ce chapitre décrit dans un premier temps des généralités sur le principe des simulations, les méthodes utilisées et les différents paramètres microscopiques du matériau simulé qui rentrent en jeu dans le comportement d'un écoulement granulaire. Une seconde partie traite les différents résultats obtenus, avec dans un premier temps une analyse basique de l'effet observé de chacun des paramètres décrits en Section 4.1.4. Ensuite, une section sera dédiée à une étude plus macroscopique, avec une description des régimes d'écoulement observés au sein du tambour modélisé numériquement, ainsi qu'une cartographie paramétrique de ces régimes. Enfin, quelques éléments de calibration ont été réalisés pour tenter de déterminer la valeur de certains paramètres. Ils seront présentés dans une dernière section.

4.1 Méthodes numériques

Dans le cadre d'une caractérisation exhaustive du matériau d'étude qu'est la poudre de glace, et afin de potentiellement pouvoir déduire l'ordre de grandeur de paramètres autres que la cohésion du matériau (par exemple la valeur du coefficient de frottement et du frottement de roulement), nous avons mené des simulations numériques en support de nos travaux expérimentaux. L'idée derrière ces simulations est de pouvoir reproduire numériquement les résultats expérimentaux obtenus en tambour tournant, ce qui permettrait d'obtenir une poudre numérique cohésive modèle pouvant être utilisée pour diverses applications en s'affranchissant ainsi des contraintes expérimentales, tout en garantissant un comportement similaire à

celui de la poudre de glace.

Sachant que nous nous intéressons à des forces qui s'appliquent aux points de contact entre les grains et que nous travaillons avec un matériau de type granulaire, nous avons décidé d'utiliser la méthode des éléments discrets afin de réaliser nos simulations (voir Section 4.1.1). Cette section du chapitre est dédiée à la description du modèle utilisé, de manière générale d'abord en explicitant les principes de base, puis de manière plus précise en détaillant le modèle de contact et les formulations des forces que nous avons utilisées. Une sous-section traitera des aspects plus géométriques, à savoir les volumes reproduits numériquement et les protocoles de simulation, et enfin une dernière sous-section présentera les paramètres que nous avons fait varier, ainsi que leurs gammes de variation.

4.1.1 Présentation du modèle

Cette sous-section est dédiée à la présentation générale de la méthode des éléments discrets, ainsi que des ressources que nous avons utilisées afin de mettre en place les simulations numériques.

4.1.1.1 Généralités sur la méthode des éléments discrets

La méthode des éléments discrets (*Discrete Element Method* en anglais, ou DEM, [Cundall et Strack \[1979\]](#)) est une méthode qui a été développée afin d'étudier le comportement de matériaux constitués de particules individuelles liées entre elles par des lois de contact. Chaque particule ou grain est traitée tel un corps distinct, avec ses propres degrés de liberté. Un exemple de simulation numérique discrète, où les grains individuels sont visibles, est donné en Figure 4.1. L'un des intérêts d'une telle méthode est de pouvoir reproduire très efficacement des matériaux granulaires en écoulement, ce qui correspond parfaitement à notre cas d'étude, tout en permettant une analyse microscopique fine des interactions entre les grains individualisés, chose qui est pratiquement impossible à déterminer grâce des expériences, en particulier pour le cas de la glace qui nécessite des protocoles expérimentaux lourds. Ainsi, lors d'une simulation discrète chaque particule existe individuellement et interagit avec ses voisines à l'aide de lois qui s'appliquent au contact entre les grains, ce qui permet un suivi précis et détaillé des différentes grandeurs et contraintes au sein de notre matériau. La méthode des éléments discrets se base sur la résolution des équations classiques de la dynamique au niveau du point de contact entre les grains. Dans un premier temps, il faut résoudre la seconde loi de Newton, ou principe fondamental de la dynamique,

$$\sum \vec{F}_i = m_i \vec{a}, \quad (4.1)$$

où \vec{F}_i correspond aux forces appliquées sur une particule i et m_i représente la masse de cette même particule. Cette seconde loi de Newton peut être développée pour en obtenir une expression plus précise,

$$m_i \frac{d^2 \vec{x}_i}{dt^2} = F_i^{\text{tot}} = \sum_{j \neq i} \vec{F}_{ij}^c + \vec{F}_i^b, \quad (4.2)$$

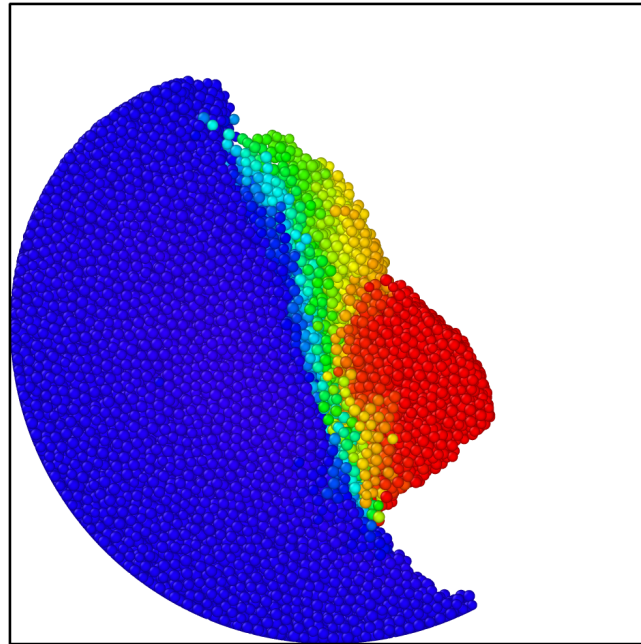


FIGURE 4.1 – Image d’exemple tirée d’une simulation numérique discrète représentant des grains en rotation dans un tambour tournant. L’échelle de couleur représente, de manière arbitraire, la vitesse des particules, le bleu correspondant aux plus faibles vitesses.

où \vec{x}_i correspond à la position de la particule i , $F_i^{\vec{tot}}$ au total des forces exercées sur cette particule, $F_{ij}^{\vec{c}}$ représente les forces exercées par la particule j sur i , et $F_i^{\vec{b}}$ correspond aux autres forces exercées sur i , par exemple les forces de volume.

La seconde équation importante concerne la conservation du moment angulaire, définie par la relation suivante :

$$I_i \frac{d\vec{\omega}_i}{dt} = \sum_{j \neq i} \vec{\tau}_{ij} = \sum_{j \neq i} \left(- (R_i \vec{n}) \times (F_t \vec{t}) \right), \quad (4.3)$$

avec I_i le moment d’inertie de la particule i , τ_{ij} les couples appliqués sur i par j par les forces tangentielles, dont la norme est donnée par F_t . R_i représente le rayon de la particule i , et \vec{n} et \vec{t} sont les vecteurs unitaires normaux et tangents à i . Un schéma d’un contact entre deux grains est représenté en Figure 4.2.

En résolvant ces deux équations fondamentales au contact entre deux particules, il est possible de déterminer les forces en jeu et de les actualiser à chaque pas de temps de la simulation, afin de mettre à jour les mouvements des particules et les contraintes associées. Un tel exercice de résolution ne sera pas présenté ici, mais le modèle de forces utilisé est détaillé en Section 4.1.2.

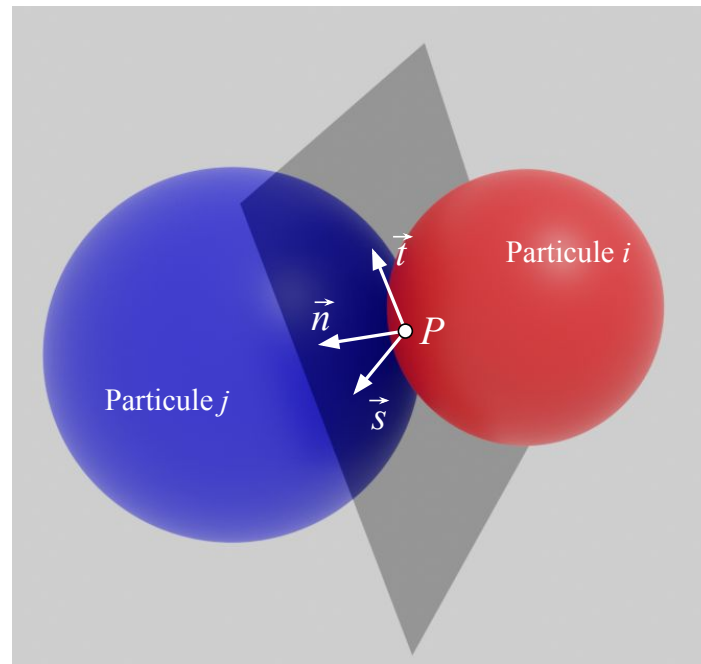


FIGURE 4.2 – Schéma d'un contact au point noté P entre deux particules i et j . Le plan grisé entre les deux corps représente le plan de référence local, tangent aux surfaces des deux particules, et il s'agit du plan où s'exercent les forces entre les deux particules.

4.1.1.2 Code numérique et environnement de calcul

De par la nature même des simulations numériques discrètes, d'importantes ressources de calcul sont nécessaires pour la réalisation d'une seule simulation, qui peut dès lors prendre plusieurs heures voire plusieurs jours pour les plus longues. En effet, les grains individuels existent dans ces simulations, ce qui signifie que les forces, l'actualisation des positions et des vitesses doivent être calculées pour chaque contact entre deux particules, et à chaque pas de temps. Multiplier le nombre d'éléments dans la simulation (à savoir dans notre cas le nombre de particules) augmente donc exponentiellement les temps de calculs.

Afin de réaliser nos simulations discrètes, nous avons utilisé l'algorithme LAMMPS¹ (*Large-scale Atomic/Molecular Massively Parallel Simulator*), un code de dynamique moléculaire classique qui permet de modéliser un ensemble de particules dans différents états possibles (liquide, solide ou gazeux). Il peut modéliser différents types de systèmes, des atomes aux systèmes macroscopiques en passant par les matériaux granulaires, en 2-D ou 3-D, et intègre, dans notre cas d'un matériau granulaire, différents modèles de forces au contact entre deux grains. LAMMPS a été spécifiquement conçu pour fonctionner en calcul dit « parallèle », à l'aide de plusieurs processeurs travaillant de concert à la même tâche, au sein de serveurs ou de *cluster*, afin d'augmenter la puissance de calcul [Thompson et al., 2022]. Le code se base sur le principe de la résolution des équations du mouvement de Newton pour un ensemble de particules (qui peuvent être des atomes, des molécules, particules élémentaires, des grains physiques ou des ensembles macroscopiques), et inclut principalement des interactions entre les particules à courte portée, même si quelques modèles d'interactions à

1. <https://www.lammps.org/>

longue portée sont également inclus.

Couplé à ce logiciel, nous avons effectué nos simulations numériques grâce au Centre de Calcul Intensif des Pays de la Loire, ou CCIPL² (en passe de devenir GLiCID³, le Groupement Ligérien pour le Calcul Intensif Distribué), un *cluster* destiné à mettre à disposition de différents laboratoires et centres nationaux d'importantes ressources de calcul numérique. Le CCIPL intègre le code LAMMPS, ce qui permet d'effectuer nos simulations en calcul parallèle, réduisant ainsi drastiquement les temps de calcul. Généralement, selon la complexité des simulations effectuées, le CCIPL nous a permis d'utiliser plusieurs dizaines de cœurs dédiés à la réalisation de nos simulations, pour des durées allant jusqu'à dix jours consécutifs.

4.1.2 Modèle de forces

Cette sous-section est dédiée à expliciter les modèles de forces au contact entre deux particules qui ont été utilisés lors des simulations numériques. Sachant que nous n'avons pas nous-mêmes développé ces résultats, aucune démonstration mathématique ne sera fournie ici, seulement l'expression de ces forces et la signification des termes et grandeurs qui les composent.

4.1.2.1 Force normale

Cette force repose sur un principe simple : lorsque deux particules entrent en contact, elles peuvent légèrement s'interpénétrer, et sont en conséquence repoussées par une force élastique qui va dépendre de cette interpénétration. La loi de Hertz explicite cette relation comme suit, pour une force appliquée sur la particule i à cause du contact avec une particule j :

$$\vec{F}_{n,Hertz} = \frac{4}{3} E_{eff} R_{eff}^{1/2} \delta_{ij}^{3/2} \vec{n}, \quad (4.4)$$

avec $E_{eff} = \left(\frac{1-\nu_i^2}{E_i} + \frac{1-\nu_j^2}{E_j} \right)^{-1}$ le module de Young effectif, E correspondant au module de Young des particules i et j , ν représentant leur coefficient de Poisson. R_{eff} correspond au rayon réduit des deux particules en contact, $R_{eff} = \frac{R_i R_j}{R_i + R_j}$ avec R le rayon réel des particules. $\delta_{ij} = R_i + R_j - \|\vec{r}_{ij}\|$ représente l'interpénétration entre les particules au contact, avec $\vec{r}_{ij} = \vec{r}_i - \vec{r}_j$ le vecteur séparant les deux centres des particules. À noter ici l'ordre avec la particule i d'abord, et j ensuite, afin d'avoir \vec{F}_n positive pour le phénomène de répulsion. Enfin, nous avons $\vec{n} = \frac{\vec{r}_{ij}}{\|\vec{r}_{ij}\|}$.

Cette Équation 4.4 montre que la force de répulsion au contact entre deux corps n'évolue pas linéairement avec l'interpénétration. De plus, \vec{n} correspondant au vecteur unitaire normal au contact, reliant les centres des deux particules et dirigé de j vers i , cela signifie que \vec{F}_n est bien une force qui tend à éloigner les deux particules les unes des autres lors d'un contact.

2. <https://ccipl.univ-nantes.fr/>

3. <https://www.glicid.fr/>

4.1. MÉTHODES NUMÉRIQUES

4.1.2.2 Amortissement

La loi de Hertz seule décrite précédemment ne permet pas de dissiper de l'énergie lors d'une collision, ainsi en l'absence de toute autre force l'intégralité de l'énergie de collision est restituée aux particules en contact. Dans le cas de particules suffisamment molles, la dissipation de l'énergie de collision est une variable importante pour permettre d'expliquer les phénomènes observés, d'où l'intérêt d'introduire dans notre modèle un terme dissipatif, une force d'amortissement qui va dépendre de la rigidité de nos grains. Cette force est exprimée comme tel :

$$\vec{F}_{n,damp} = -\eta_n \vec{v}_{n,rel}, \quad (4.5)$$

avec $\vec{v}_{n,rel} = [(\vec{v}_j - \vec{v}_i) \cdot \vec{n}] \vec{n}$ la vitesse relative des particules le long du vecteur \vec{n} .

Le facteur η_n représente un coefficient d'amortissement. Dans le cas du modèle de Tsuji, décrit par [Tsuji et al. \[1992\]](#), ce coefficient est modélisé comme suit,

$$\eta_n = \alpha (m_{eff} k_n)^{1/2}, \quad (4.6)$$

avec $m_{eff} = \frac{m_i m_j}{m_i + m_j}$ la masse effective du système, $k_n = \frac{4}{3} E_{eff} a$ la constante de raideur, a le rayon de la zone de contact, donné par $a = \sqrt{R_{eff} \delta}$ pour le modèle de Hertz et le modèle cohésif de Derjaguin, Muller et Toporov [[Derjaguin et al., 1975](#)]. D'autres modèles cohésifs possèdent une autre formulation de cette grandeur, comme le modèle de Johnson, Kendall et Roberts [[Johnson et al., 1971](#)] qui spécifie $\delta = a^2 / R_{eff} - 2\sqrt{\pi \gamma a / E_{eff}}$. Le paramètre α dépend du coefficient de restitution e , qui correspond à un rapport entre la vitesse d'une particule après et avant une collision,

$$e = \frac{\|\vec{v}_{après\ collision}\|}{\|\vec{v}_{avant\ collision}\|}. \quad (4.7)$$

Ainsi, ce paramètre détermine la proportion d'énergie restituée à une particule lorsqu'elle entre en contact avec un autre grain. Le modèle de Tsuji permet d'avoir un coefficient de restitution constant lorsque la partie élastique de la force normale est modélisée avec la loi de Hertz, ce qui est notre cas. En revanche, lorsque de la cohésion est introduite dans le modèle, il faut prendre en compte un coefficient de restitution effectif cette fois-ci, qui dépend à la fois de la valeur de la cohésion et de la vitesse de collision. En effet, rajouter de la cohésion dans nos simulations revient à rendre les grains plus « collants », ce qui permet de définir une vitesse de collision critique sous laquelle les grains restent collés, et au-dessus de laquelle ils peuvent rebondir. Le coefficient de restitution effectif n'est égal au coefficient réel que pour des vitesses de collision suffisamment élevées, et constitue ainsi une limite à la restitution d'énergie. À partir de ce coefficient de restitution e , le paramètre α est calculé comme suit :

$$\alpha = 1,2728 - 4,2783e + 11,087e^2 - 22,348e^3 + 27,467e^4 - 18,022e^5 + 4,8218e^6. \quad (4.8)$$

Ainsi cette force d'amortissement, qui est négative suivant \vec{n} , va s'opposer à la répulsion due à la force normale du modèle de Hertz, et représente donc bien une dissipation d'énergie.

4.1.2.3 Force de cohésion

Compte tenu que le matériau d'étude, la poudre de glace, possède une cohésion non négligeable (voir Section 3.2), nous devons introduire un modèle de force cohésive dans notre modèle numérique. Plusieurs théories ont été proposées, selon le type de particules que nous souhaitons simuler. Pour des sphères relativement larges et « molles », la théorie décrite par Johnson, Kendall et Roberts (appelée par la suite la théorie JKR, [Johnson et al. \[1971\]](#), voir Équation 4.11) est la plus pertinente, et considère que l'adhésion n'agit que sur la zone de contact réelle. D'après cette théorie, la zone de contact peut se déformer, et son évolution est calculée explicitement en considérant l'énergie de surface adhésive γ . Cela génère un modèle force-déplacement hystérétique, ce qui signifie que nous pouvons maintenir de la cohésion entre deux grains i et j même si la distance entre eux est plus importante que $R_i + R_j$, car la zone de contact se déforme pour accommoder la cohésion. D'un autre côté, la théorie explicitée par Derjaguin, Muller et Toporov (dénommée théorie DMT dans la suite, [Derjaguin et al. \[1975\]](#)) est valable pour des sphères de plus petites dimensions, et relativement rigides. Cette théorie considère que la force d'adhésion qui s'ajoute au bilan des forces s'applique uniquement autour de la zone de contact, et ne s'applique plus dès que le contact est rompu.

Il existe un paramètre μ , appelé paramètre de Tabor [[Tabor, 1977](#); [Krijt et al., 2013](#)], qui permet, à l'aide de la valeur d'énergie de surface du matériau considéré, de déterminer quelle théorie est la plus pertinente pour décrire la cohésion au sein de nos simulations,

$$\mu \equiv \left(\frac{\gamma^2 R_{eff}}{E_{eff}^2 z_0^3} \right)^{1/3}. \quad (4.9)$$

Ici z_0 représente l'espacement inter-atomique. Considérant un diamètre médian variant de $d = 83,0 \mu\text{m}$ à $d = 132,1 \mu\text{m}$ (voir Section 3.1.1), un module de Young de la glace $E_{glace} = 9,33 \text{ GPa}$ [[Hobbs, 1974](#)], un coefficient de Poisson $\nu = 0,33$ [[Hobbs, 1974](#)], une distance inter-atomique $z_0 = 0,2 \sim 0,4 \text{ nm}$ [[Krijt et al., 2013](#)], et une énergie de surface $\gamma = 2,1 \times 10^{-4} \sim 6,4 \times 10^{-3} \text{ J.m}^{-2}$ tirée de nos résultats expérimentaux (voir Section 3.3.3), nous obtenons un coefficient de Tabor variant entre les valeurs extrêmes $\mu = 0,035 \sim 0,799$. D'après [Johnson et Greenwood \[1997\]](#), si $\mu < 0,1$, la théorie DMT est celle qui prime pour la cohésion, alors que la théorie JKR est utilisée pour $\mu > 5$. Ainsi, même si la gamme de μ que nous obtenons avec nos valeurs expérimentales ne correspond pas exactement à ces seuils, la théorie DMT semble acceptable pour nos modélisations numériques cohésives.

Maintenant que nous connaissons le modèle de force cohésive pertinent pour nos simulations, nous pouvons l'ajouter à notre bilan des forces global. Comme mentionné précédemment, la cohésion est une force qui va s'opposer à la séparation des particules en contact, avec une action contraire donc à la force normale basée sur la loi de Hertz. Ainsi, dans le cadre du modèle DMT, la force de cohésion s'exprime comme suit :

$$\vec{F}_{n,DMT} = -4\pi\gamma R_{eff}\vec{n}. \quad (4.10)$$

Pour comparaison, la force de cohésion dans le cadre du modèle JKR s'exprime ainsi :

$$\vec{F}_{n,JKR} = -2\pi a^2 \sqrt{\frac{4\gamma E_{eff}}{\pi a}} \vec{n}, \quad (4.11)$$

4.1. MÉTHODES NUMÉRIQUES

avec a le rayon de la zone de contact, relié à l'interpénétration δ par la relation suivante :

$$\delta = a^2/R_{eff} - 2\sqrt{\pi\gamma a/E_{eff}}. \quad (4.12)$$

Nous pouvons ainsi exprimer le bilan des forces normales en fonction de toutes les composantes normales, à savoir la composante normale principale (loi de Hertz), l'amortissement (modèle de Tsuji) et la cohésion (modèle DMT),

$$\vec{F}_n = \left(\frac{4}{3}E_{eff}R_{eff}^{1/2}\delta_{ij}^{3/2} - \alpha \left(\frac{4}{3}E_{eff}m_{eff}\sqrt{R_{eff}\delta} \right)^{1/2} v_{n,rel} - 4\pi\gamma R_{eff} \right) \vec{n}. \quad (4.13)$$

Cependant, les forces normales seules ne suffisent pas à décrire l'ensemble du système, il faut également prendre en considération les forces tangentielles et les différents frottements.

4.1.2.4 Force de contact tangential

Les grains, lorsqu'ils sont en contact, n'expérimentent pas entre eux que des déplacements normaux, il existe également une composante tangentielle au mouvement relatif des grains. Ce mouvement tangential donne naissance à des forces qui s'opposent au déplacement relatif des grains. Généralement, la façon dont est implémentée la force tangentielle dans les modèles se base sur un seuil de force. Si la force induite par le mouvement des particules dépasse une certaine valeur, alors le mouvement a bel et bien lieu, avec une résistance due aux propriétés des particules. Si ce seuil n'est pas dépassé, le mouvement tangential n'a pas lieu.

Le modèle de Mindlin se base sur ce principe pour établir un seuil de force, ainsi que la valeur de la force tangentielle une fois ce seuil dépassé et le mouvement établi [Mindlin, 1949]. Il définit la force tangentielle comme suit :

$$\vec{F}_t = -\min(\mu_t F_{n0}, k_t a \xi) \vec{t}, \quad (4.14)$$

avec μ_t le coefficient de frottement tangential, $k_t = 8G_{eff}$ le coefficient de rigidité tangentielle où $G_{eff} = \left(\frac{2-\nu_i}{G_i} + \frac{2-\nu_j}{G_j} \right)$ représente le module de cisaillement effectif (avec $G = E/(2(1+\nu))$ le module de cisaillement des matériaux en contact). La direction d'application de la force tangentielle est donnée par $\vec{t} = \frac{\vec{v}_{t,rel}}{\|\vec{v}_{t,rel}\|}$.

Dans l'Équation 4.14, le terme $\mu_t F_{n0}$ représente la force critique. Le terme F_{n0} correspond à une valeur de force normale dimensionnée selon les composantes de la force normale réelle. Dans notre cas, sachant que nous avons de la cohésion dans notre système grâce au modèle DMT,

$$F_{n0} = \|\vec{F}_{n,Hertz} + 8\pi\gamma R_{eff}\|. \quad (4.15)$$

Tant que cette valeur de force tangentielle critique n'est pas dépassée (c'est à dire $\mu_t F_{n0} > k_t a \xi$), le mouvement est composé seulement d'une déformation élastique réversible, et la

force tangentielle prend la forme $\vec{F}_t = -k_t a \xi \vec{t}$. Dans cette expression, ξ représente le déplacement tangentiel accumulé pendant toute la durée du contact,

$$\xi = \int_{t_0}^t \vec{v}_{t,rel}(\tau) d\tau. \quad (4.16)$$

Dans le modèle utilisé, cette valeur de déplacement tangentiel est ré-ajustée à chaque pas de temps pour prendre en considération le déchargement du contact dû au mouvement des particules, c'est-à-dire si $a_{t_n} < a_{t_{n-1}}$:

$$\xi_{t_n} = \xi_{t_{n-1}} \frac{a_{t_n}}{a_{t_{n-1}}}, \quad (4.17)$$

avec t_{n-1} représentant la valeur des paramètres au pas de temps précédent. Ce redimensionnement est nécessaire car la réduction de la zone de contact entre les grains va entraîner une incapacité de ce dernier à supporter la charge tangentielle calculée au précédent pas de temps. Ce phénomène, sans le dimensionnement associé, va créer des erreurs dans l'énergie associée aux contacts. Quand $k_t a \xi > \mu_t F_{n0}$, alors il y a glissement et $\vec{F}_t = -\mu_t F_{n0} \vec{t}$.

La Figure 4.3 montre un schéma récapitulatif des différentes forces en jeu lors d'un contact entre deux particules dans notre modèle numérique.

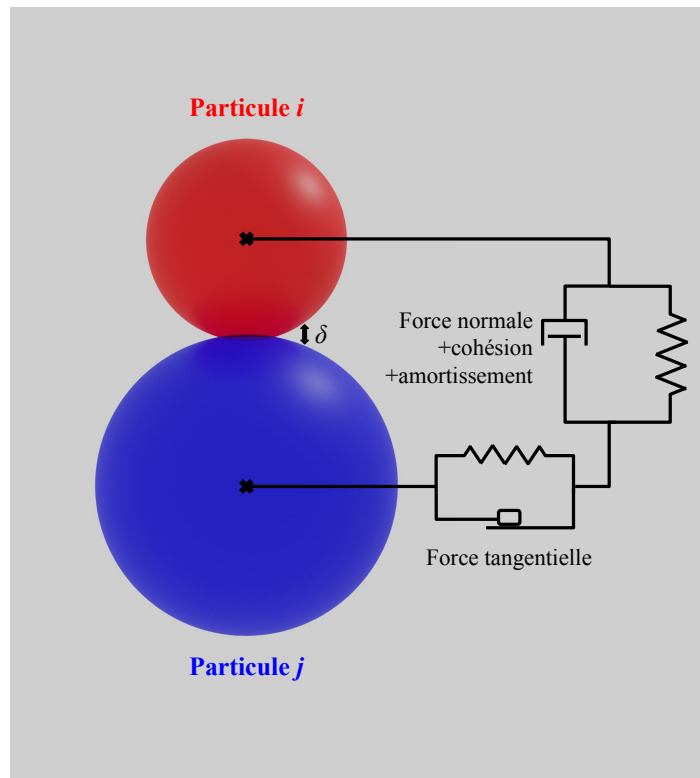


FIGURE 4.3 – Représentation schématique du modèle de forces de contact entre deux particules utilisé dans notre modèle numérique.

4.1.2.5 Frottement de roulement

Considérant que les particules simulées sont sphériques, de par la simplicité de cette géométrie qui peut être décrite uniquement par un paramètre, à savoir le rayon, elles sont capables de rouler les unes sur les autres. Cependant, dans la réalité les grains ne sont pas sphériques et ils roulent donc moins bien que des sphères parfaites. Pour modéliser ce phénomène deux choix s'offrent à nous, soit nous reproduisons la véritable géométrie des grains, ce qui pose problème pour une reproduction fidèle ou même la détermination d'une forme modèle, sans compter le coût calculatoire très élevé, soit nous utilisons un modèle qui tente de reproduire cette « frustration » des rotations. De par sa simplicité de mise en place, la seconde option est généralement privilégiée, ce qui sera le cas dans notre étude. Il est possible d'introduire dans notre modèle numérique un autre type de frottement qui est le frottement de roulement.

Pour des sphères parfaites, il n'y a pas de frottement de roulement, ce qui les autorise à rouler librement les unes sur les autres sans résistance. Pour des particules imparfaites cependant, l'introduction du frottement de roulement permet d'ajouter une force qui va s'opposer au roulement des particules les unes par rapport aux autres. Ajouter ce type de frottement revient à simuler des particules plus ou moins sphériques : plus la valeur du frottement de roulement est élevée, plus les particules simulées reproduisent le comportement de particules anguleuses et irrégulières, tout en gardant une géométrie simple de sphère, ce qui représente un gain de temps et de ressources numériques non négligeable.

Dans le modèle que nous utilisons, le frottement de roulement est calculé selon une « pseudo-force », formulée par [Luding \[2008\]](#), de la même manière que pour la force tangentielle,

$$\vec{F}_{roll} = \min \left(\mu_{roll} F_{n0}, \|\vec{F}_{roll,0}\| \right) \vec{k}, \quad (4.18)$$

avec $\vec{k} = \frac{\vec{v}_{roll}}{\|\vec{v}_{roll}\|}$ la direction de la pseudo-force et $\vec{v}_{roll} = -R_{eff} \left(\vec{\Omega}_i - \vec{\Omega}_j \right) \times \vec{n}$ la vitesse de roulement relative entre les particules.

Dans cette formulation, le terme $\mu_{roll} F_{n0}$ correspond ici encore à un critère de frottement, avec μ_{roll} le coefficient de frottement de roulement. Si la force dépasse ce seuil, alors le roulement est possible, et la force qui s'oppose à ce déplacement est égale au terme $\|\vec{F}_{roll,0}\| \vec{k}$. Dans ce cas, la pseudo-force $\vec{F}_{roll,0}$ vaut :

$$\vec{F}_{roll,0} = k_{roll} \xi_{roll}, \quad (4.19)$$

avec k_{roll} la constante de raideur pour le ressort représentant le roulement.

Le déplacement dû au roulement est donné par le terme ξ_{roll} ,

$$\xi_{roll} = \int_{t_0}^t \vec{v}_{roll}(\tau) d\tau. \quad (4.20)$$

Le coefficient k_{roll} , lui, a été initialement défini grâce à une approximation simple afin de réduire la complexité du modèle. Pour la majorité des simulations, il a été calculé comme suit,

$$k_{roll} = \alpha ER, \quad (4.21)$$

avec α un coefficient arbitraire, fixé ici à $\alpha = 0,13$.

En revanche, lors des exercices visant à tenter de calibrer les différents paramètres de la simulation (voir Section 4.4.2), nous avons décidé de nous baser sur une expression plus précise de ce paramètre k_{roll} . Ainsi, nous avons pris comme exemple le travail de Luding [2008], qui considère $k_{roll} = 0,2k_n$, avec k_n qui se base cette fois-ci sur la loi de Hertz pour la force normale :

$$\vec{F}_n = k_n \delta \vec{n} = \frac{4}{3} E_{eff} R_{eff}^{1/2} \delta_{ij}^{3/2} \vec{n}, \quad (4.22)$$

ainsi, nous pouvons en déduire une expression de k_n en fonction de $F_n = \|\vec{F}_n\|$,

$$k_n = \frac{F_n}{\delta} = \frac{4}{3} E_{eff} \sqrt{R_{eff}} \sqrt{\delta}. \quad (4.23)$$

Afin d'estimer la valeur de k_{roll} , il nous faut obtenir une expression caractéristique du coefficient k_n , et il est ainsi nécessaire de déterminer une expression d'une interpénétration caractéristique des grains δ_{car} :

$$F_{car} = \frac{4}{3} E_{eff} \sqrt{R_{eff}} \delta_{car}^{3/2}, \quad (4.24)$$

avec F_{car} la norme de la force normale caractéristique. En considérant un tambour à moitié rempli, la force normale caractéristique que peuvent expérimenter deux grains en contact correspond à la situation où les deux grains se situent au fond du tambour, là où la masse située au-dessus d'eux est maximale. Ainsi, la valeur de la force normale caractéristique est équivalente à $F_{car} \sim P\pi R^2$, avec P la pression exercée sur le grain considéré par la masse de matériau située au-dessus de lui, R le rayon de la particule considérée. Ainsi, il est possible de reprendre l'Équation 4.24 pour en tirer une expression de δ_{car} :

$$\delta_{car} \sim \left(\frac{3F_{car}}{4E_{eff}\sqrt{R_{eff}}} \right)^{2/3}. \quad (4.25)$$

En considérant que le module de Young, le coefficient de Poisson et le rayon des particules en contact sont les mêmes, à des fins de simplifications, alors $E_{eff} = \frac{E}{2(1-\nu^2)}$ et $R_{eff} = \frac{R}{2}$. En utilisant ces expressions, il est possible d'obtenir une nouvelle formulation pour δ_{car} :

$$\delta_{car} = \left(\frac{3\pi(1-\nu^2)P}{E\sqrt{2}} \right)^{2/3} R. \quad (4.26)$$

En réinjectant cette Équation 4.26 dans l'expression de k_n , il est possible d'obtenir une expression de la constante de raideur normale caractéristique :

$$k_{n,car} = \frac{4}{3} \frac{E}{2(1-\nu^2)} \sqrt{\frac{R}{2}} \sqrt{\left(\frac{3\pi(1-\nu^2)P}{E\sqrt{2}} \right)^{2/3}} R, \quad (4.27)$$

ce qui donne, après simplification des différents termes :

$$k_{n,car} = \frac{\sqrt{2}}{3} \left(\frac{3\pi}{\sqrt{2}} \right)^{1/3} R P^{1/3} \left(\frac{E}{1-\nu^2} \right)^{2/3}. \quad (4.28)$$

4.1. MÉTHODES NUMÉRIQUES

En considérant $P \approx \rho g R_{tambour}$ la pression hydrostatique au fond du tambour, et $\rho = \rho_p \phi$ avec ρ la densité du milieu, ρ_p la densité intrinsèque des particules et ϕ la fraction volumique, fixée arbitrairement à $\phi = 0,5$ dans notre cas, il est finalement possible d'obtenir une expression de k_{roll} en fonction des paramètres de la simulation :

$$k_{roll} = 0, 2k_n = 0, 2 \frac{\sqrt{2}}{3} \left(\frac{3\pi}{\sqrt{2}} \right)^{1/3} R (\rho_p \eta g R_{tambour})^{1/3} \left(\frac{E}{1 - \nu^2} \right)^{2/3}. \quad (4.29)$$

$$k_{roll} \approx 0, 14 R (\rho_p g R_{tambour})^{1/3} \left(\frac{E}{1 - \nu^2} \right)^{2/3}. \quad (4.30)$$

Cette pseudo-force de roulement n'ajoute aucune contribution sur le bilan global des forces de chacune des particules en contact, d'où son appellation de « pseudo-force ». Elle ajoute uniquement un couple égal et opposé sur chaque particule, selon la formulation suivante :

$$\tau_{roll,i} = R_{eff} \vec{n} \times \vec{F}_{roll}, \quad (4.31)$$

$$\tau_{roll,j} = -\tau_{roll,i}. \quad (4.32)$$

4.1.3 Géométrie et protocoles

Dans l'optique de calibrer notre modèle numérique de poudre de glace et pour que son comportement se rapproche au maximum de celui du matériau expérimental, nous avons décidé de reproduire notre principale situation expérimentale à l'aide des simulations numériques, à savoir le système du tambour tournant.

Nous nous sommes ainsi basés sur les dimensions réelles du tambour expérimental pour créer une région cylindrique grâce aux outils de LAMMPS, un tambour de 64 mm de diamètre pour 16,4 mm d'épaisseur. Il est placé à l'horizontale, et centré en $(0; 0; \frac{R_{tambour}}{2})$. La Figure 4.4 illustre la géométrie du tambour simulé. Entre les parois du tambour et les particules, les mêmes forces normales et tangentielles qu'entre deux grains sont appliquées, à l'exception de la cohésion et du frottement de roulement, afin de se rapprocher au maximum de la réalité (même si le frottement entre le laiton et la glace, qui correspond à notre situation expérimentale, n'a pas été quantifié dans cette étude).

Afin de se rapprocher au maximum des expériences en tambour tournant, nous réalisons les mêmes protocoles, bien évidemment adaptés à nos simulations. Les particules sont générées à l'aide d'un code Python, qui définit la position des particules dans la région du tambour numérique ainsi que leur rayon. Le rayon des particules suit une distribution uniforme, centrée autour d'une valeur médiane spécifiée en amont, et chaque rayon correspond à une valeur comprise entre $\pm 10\%$ de cette valeur médiane. Nous avons plusieurs méthodes pour construire cette génération initiale de particules :

- Utiliser un diamètre médian connu, et calculer le nombre de particules à générer correspondant.
- Utiliser un nombre de particules à générer connu, et calculer le diamètre médian correspondant.

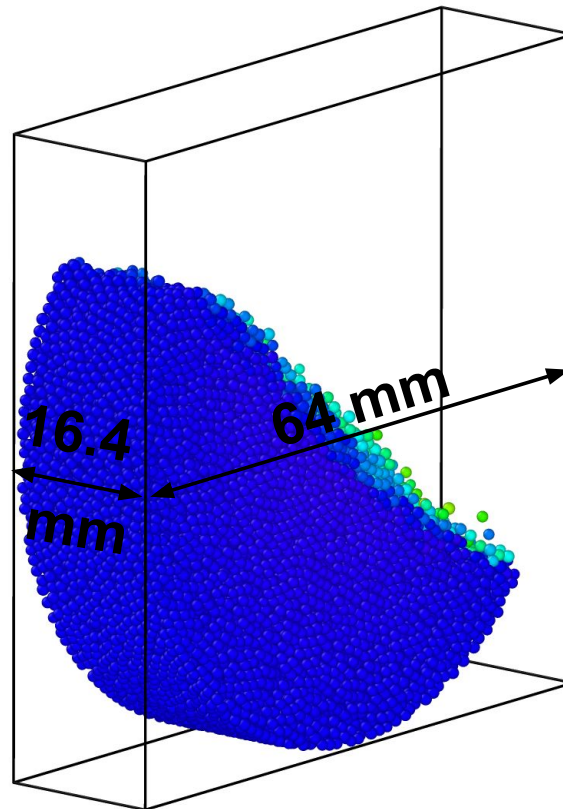


FIGURE 4.4 – Image d'exemple tirée d'un rendu de simulation montrant le tambour simulé rempli de particules en écoulement. Les parois du tambour elles-mêmes ne sont pas dessinées, mais sont mises en évidence par les particules qui adoptent la forme du cylindre dans lequel elles sont placées. L'échelle de couleur représente la vitesse des grains, de manière arbitraire.

Dans les deux cas, nous cherchons à atteindre un taux de remplissage théorique de 45 %, avec une fraction volumique $\phi = 0,6$ (à noter que dans ces calculs, la cohésion n'est pas prise en compte même si elle peut changer le volume occupé par les grains). Nous pouvons ainsi lier le volume d'un grain au volume rempli dans le tambour avec une formule simple, que nous pouvons utiliser pour calculer soit le nombre de grains requis, soit le rayon médian nécessaire,

$$N_{grains} V_{grain} = 0,45 \times 0,6 \times V_{tambour}, \quad (4.33)$$

avec N_{grains} le nombre de grains, V_{grain} le volume d'une particule individuelle, $V_{tambour}$ le volume total du tambour. En développant cette expression, nous obtenons :

$$\frac{4}{3}\pi N_{grains} R_{grain}^3 = 0,45 \times 0,6 \times \pi R_{tambour}^2 H_{tambour}, \quad (4.34)$$

avec R_{grain} le rayon médian des grains, $H_{tambour}$ l'épaisseur du tambour tournant. Ainsi, selon la méthode utilisée, il est possible d'isoler le rayon médian ou le nombre de grains souhaité dans la simulation numérique considérée :

$$R_{grain} = \left(\frac{3 \times 0,45 \times 0,6 \times R_{tambour}^2 H_{tambour}}{4 N_{grains}} \right)^{1/3}, \quad (4.35)$$

4.1. MÉTHODES NUMÉRIQUES

$$N_{grains} = \frac{3 \times 0,45 \times 0,6 \times \pi R_{tambour}^2 H_{tambour}}{4R_{grain}^3}. \quad (4.36)$$

Les coordonnées des particules sont définies à des positions aléatoires suivant une loi de distribution uniforme sur leurs coordonnées (X ; Y ; Z). Elles sont dans un premier temps placées de manière uniforme dans un parallélépipède de la même épaisseur et largeur que le tambour (Figure 4.5a). Lors de cette étape, les particules sont simplement représentées par des points, aucune force n'entre en jeu. Elles sont ensuite triées par position, en calculant dans le plan (X ; Z) la distance de chacune d'entre elles par rapport au centre du tambour : seules les particules dont la distance est inférieure au rayon du tambour soustrait du rayon de la particule considérée sont sélectionnées (Figure 4.5b). Enfin, une dernière étape consiste à retirer les particules en surnombre, afin de ne garder que le nombre de particules spécifié ou calculé selon le rayon médian souhaité (Figure 4.5c).

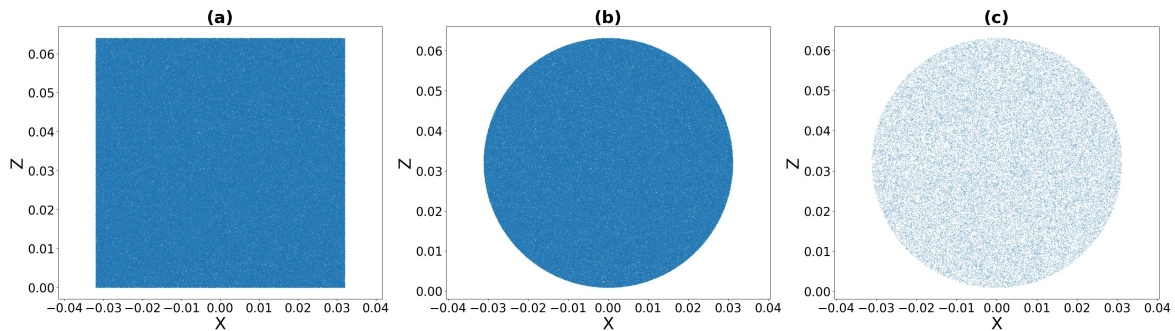


FIGURE 4.5 – Séquence d’illustration du protocole de génération de particules dans le tambour numérique (seule une tranche dans le plan (X ; Z) est représentée ici, et les particules sont symbolisées par des points et non par des sphères correspondant à leurs dimensions réelles). Les particules sont générées d’abord dans un parallélépipède de même dimension que le tambour (a), puis sélectionnées selon la région du tambour (b) et enfin leur nombre est réduit pour atteindre un taux de remplissage d’environ 50 % (c).

Lors de la génération des particules, comme elles sont réparties de manière aléatoire dans l’enceinte du tambour numérique, il est très fréquent que les particules à l’état initial se touchent, voire s’interpénètrent énormément. Sachant que la loi de Hertz dépend de l’interpénétration des particules (voir Section 4.1.2), dès les premiers pas de temps de la simulation les particules sont violemment repoussées et séparées, et ce même si elles sont introduites dans la simulation sans vitesse initiale, mais il suffit d’un petit nombre de pas de temps pour que les particules retrouvent un état plus calme, ce qui ne pose aucun problème pour la suite de la simulation.

Dès le début de la simulation, le tambour est mis en rotation à une vitesse correspondant à une vitesse angulaire intermédiaire que nous utilisons dans nos expériences en tambour tournant. Cette situation correspond à un nombre de Froude $Fr = 1,0 \times 10^{-3}$, ce qui implique une vitesse de rotation $\Omega = 5,29$ RPM. Le tambour est mis en rotation pendant généralement environ 113 s, ce qui correspond à une dizaine de rotations, mais il est possible, selon la configuration de la simulation, que ce temps soit sur-estimé ou sous-estimé.

Le modèle calcule à chaque pas de temps les forces entre les particules en contact, ainsi

que les nouvelles positions des grains en se basant sur les forces qui étaient appliquées sur les particules. Le pas de temps est déterminé manuellement, car il doit être fixé pour être suffisamment petit pour bien décrire la collision entre deux grains. Il existe en effet pour le modèle de contact de Hertz un temps caractéristique de collision, décrit par [Shäfer et al. \[1996\]](#) :

$$t_{coll} = 3,21 \left(\frac{3}{4} \frac{m_{eff}}{\sqrt{R_{eff} E_{eff}}} \right)^{2/5} v_{car}^{-1/5}, \quad (4.37)$$

avec v_{car} la vitesse caractéristique des grains. Cette vitesse est une inconnue que nous devons déterminer. La vitesse maximale que peut atteindre une particule au sein du tambour est celle d'une particule qui aurait subi une chute libre depuis le point le plus haut, jusqu'au point le plus bas, soit un différentiel de hauteur $h = D_{tambour} = 0,064$ m. En prenant la formule qui nous indique la vitesse de chute libre, $v_c = \sqrt{2hg}$ avec $g = 9,81 \text{ m.s}^{-2}$ l'accélération de la pesanteur terrestre, nous obtenons une estimation de $v_{car} \approx 1,12 \text{ m.s}^{-1}$. Afin de prendre une marge de manœuvre suffisamment large, nous avons ainsi décidé de prendre comme valeur finale $v_{car} = 2 \text{ m.s}^{-1}$.

Le temps caractéristique de collision est dépendant du module de Young et de la taille des particules, deux paramètres qui sont susceptibles de changer entre chaque simulation. Ainsi, à chaque simulation, le temps caractéristique de collision est recalculé, et nous basons notre pas de temps dt selon la formule suivante :

$$dt = 0,01t_{coll}, \quad (4.38)$$

ce qui nous donne des pas de temps suffisamment petits pour résoudre de manière détaillée les collisions entre particules, et évite ainsi des erreurs de calcul dans la simulation dus à des pas de temps trop larges. Généralement, les pas de temps déduits de ces temps de collision sont de l'ordre de $dt \approx 10^{-7} \sim 10^{-8}$ s.

Nous n'avons en revanche pas nécessité à enregistrer les caractéristiques des particules à chaque pas de temps, car cela prendrait une place mémoire gigantesque compte tenu que nous avons plusieurs milliers voire dizaines de milliers de grains à chaque simulation. En réalité, enregistrer ces informations tous les 100 000 pas de temps suffit pour obtenir une simulation complète et détaillée, sachant que le modèle, lui, réalise toujours ses calculs à chaque pas de temps. Ainsi, sur une simulation de 2 000 000 000 de pas de temps, seuls 20 000 fichiers seront enregistrés. Dans chacun de ces fichiers sont sauvegardées plusieurs informations concernant les grains, à savoir leur identifiant (un numéro unique attribué à chaque particule), leur type (dans le cas d'une simulation avec différents types de grains, ce qui n'est pas notre cas), leur rayon, les coordonnées dans le repère ($X ; Y ; Z$), et les composantes de leur vitesse projetée sur les axes de ce même repère.

À partir de ces informations stockées dans nos différents fichiers de résultats, il est possible de reconstruire l'entièreté de la simulation, de manière précise et détaillée, et d'en faire une vidéo complète. Un tel exercice est réalisé grâce au logiciel OVITO⁴ (The Open Visualization Tool) qui est capable de lire les fichiers de résultats fournis par LAMMPS, pour les remettre dans l'ordre chronologique, afin de correctement visualiser l'ensemble de nos

4. <https://www.ovito.org>

4.1. MÉTHODES NUMÉRIQUES

simulations. Grâce à cet outil, il est également possible de mettre en évidence certaines propriétés des grains, en indiquant par exemple leur vitesse de déplacement selon une échelle de couleurs. Les Figures 4.1 et 4.4 ont été réalisées grâce à ce logiciel.

Assez intuitivement, le fait d'avoir de nombreux fichiers correspondant à des temps précis extraits des simulations permet de regarder finement l'évolution de certains paramètres au sein de notre tambour numérique au cours du temps. La première analyse que nous pouvons réaliser est simplement l'application de notre protocole expérimental de mesure des angles (voir Section 2.3.5). D'après la position des grains il est très facile d'extraire le centre de masse du matériau simulé, et de le comparer avec celui du tambour, pour pouvoir extraire les angles d'écoulement de la même manière que dans notre tambour expérimental, afin de comparer efficacement les expériences et les simulations. Il est également possible d'extraire des paramètres plus raffinés, notamment la compacité, afin de mieux comprendre l'effet des paramètres internes de notre modèle numérique. Enfin, de manière plus macroscopique, la simple détermination des régimes d'écoulement dans notre tambour simulé permet de voir l'effet surprenant de certains paramètres précis, mais ces aspects seront abordés dans la Section 4.3.

4.1.4 Espace des paramètres

Considérant les forces en jeu au contact entre deux particules, décrites dans la Section 4.1.2, de nombreux paramètres peuvent influencer l'écoulement d'un matériau granulaire. Afin de calibrer notre modèle numérique de poudre de glace, il est nécessaire de comprendre l'effet de chacun de ces paramètres sur l'écoulement au sein du tambour, et donc de les faire varier dans des gammes pertinentes pour notre cas d'étude qu'est la poudre de glace. L'ensemble des paramètres considérés lors de nos simulations, ainsi que leurs gammes de variations, sont consignés dans le Tableau 4.1 ci-dessous.

TABLE 4.1 – Tableau récapitulatif des paramètres étudiés lors de nos simulations, avec leurs gammes de variation.

Symbole	Unité	Signification	Gamme de variation
d_p	m	Diamètre moyen	0,449 ~ 2,532 mm
E	Pa - $\text{kg.m}^{-1}.\text{s}^{-2}$	Rigidité	5 MPa ~ 50 GPa
γ	J.m^{-2}	Énergie de surface (cohésion)	0 ~ 0,334 J.m^{-2}
μ	-	Coef. de frottement	0,3 ~ 1
μ_{roll}	-	Coef. de frottement de roulement	0 ~ 0,25
e	-	Coef. de restitution	0,5 ~ 0,9

Ainsi, les paramètres qui influent sur l'écoulement d'un matériau granulaire dans un tambour sont, dans notre cas :

- **Le diamètre des grains** (d_p , en m) : ce paramètre représente le diamètre moyen des grains introduits dans notre simulation. Compte tenu des calculs lourds à réaliser pour chaque simulation, puisque les forces entre chaque grain sont calculées à chaque pas de temps, multiplier le nombre de grains revient à multiplier les contacts, et donc

les calculs à effectuer. Plus les grains sont nombreux, plus les calculs des simulations sont longs, or l'Équation 4.36 nous montre que le nombre de grains évolue selon $N_{grains} \propto 1/R_{grain}^3$. Aussi, il nous est impossible de simuler des grains aussi petits que nos grains expérimentaux pour des raisons de temps de calcul, mais sachant que nous simulons une situation correspondant à notre tambour expérimental réel, il nous a paru nécessaire d'investiguer l'effet de la taille des grains pour, dans un premier temps, vérifier qu'ils étaient suffisamment petits pour ne pas être influencés par les parois relativement proches de notre tambour (par la création de chaîne de forces entre les parois grâce aux grains, qui pourraient stabiliser des écoulements avec des pentes plus importantes). La taille des grains a également une influence sur la cohésion globale du matériau, les plus petits grains sont plus sensibles à la cohésion, et des comportements différents devraient être visibles en faisant varier la taille de nos particules. Ainsi, le fait de simuler des grains plus gros que la réalité nécessite d'adapter les autres paramètres de contact (comme la cohésion), opération qui est appelée *upscaling*.

- **La rigidité des grains ou module de Young** (E , en $\text{kg.m}^{-1}.\text{s}^{-2}$) : ce paramètre correspond à la capacité des grains à se déformer, ou à s'interpénétrer lors d'une collision. Généralement dans les simulations, ce paramètre est fixé à une valeur assez basse, car il influe fortement sur le pas de temps. Prendre une valeur élevée du module de Young revient à augmenter énormément le temps de calcul. Cependant, certaines études suggèrent que pour un écoulement granulaire cohésif, le module de Young peut avoir une influence importante sur les angles d'initiation et de fin d'avalanche [Mandal et al., 2020], ce qui rend l'étude de ce paramètre fondamentale pour notre étude.
- **L'énergie de surface** (γ , en J.m^{-2}) : ce paramètre correspond à la cohésion du matériau, et devrait assez naturellement fortement influencer l'écoulement dans le tambour. Afin d'avoir une base de référence pour le calcul de la cohésion, nous avons choisi de nous appuyer sur le nombre de Bond, qui pourrait nous permettre de nous affranchir de l'effet de la taille des particules,

$$Bo = \frac{\|\vec{F}_{cohésion}\|}{\|\vec{F}_{gravité}\|} \propto \frac{\gamma}{\rho_p g d_p^2}. \quad (4.39)$$

Ce nombre sans dimension compare la norme de la force de cohésion à celle de la force de gravité. Si nous dimensionnons les paramètres de notre simulation pour avoir un nombre de Bond constant, la cohésion devrait avoir toujours le même effet sur l'écoulement. Comme référence, nous avons pris $Bo = 1$ dans chacune de nos simulations, ce qui correspond au cas où la cohésion est capable de soutenir le poids d'une particule. Cette situation nous donne une valeur de référence pour l'énergie de surface, γ_{ref} , et pour changer la valeur de la cohésion dans nos simulations, nous appliquons simplement un coefficient multiplicateur β à cette valeur de référence, $\gamma = \beta\gamma_{ref}$. Nous verrons en Section 4.4.3 que ce nombre sans dimension n'est pas le plus indiqué pour la mise à l'échelle de la cohésion, il sera donc difficile de comparer des simulations effectuées avec le même coefficient β . Cependant, cela nous permet de varier la cohésion par rapport à une référence claire.

- **Le coefficient de frottement entre particules** (μ , sans unité) : ce paramètre contrôle l'intensité du frottement entre les particules. Pour plus de simplicité, sachant que les lois de contact entre les parois du tambour et les grains sont quasiment les mêmes

qu'entre deux grains, le frottement entre les particules et les murs du tambour a été fixé pour être égal à celui entre deux grains.

- **Le coefficient de frottement de roulement** (μ_{roll} , sans unité) : ce paramètre contrôle la facilité avec laquelle les grains vont pouvoir rouler les uns sur les autres, et permet de simuler des sphères imparfaites (pour de faibles valeurs de μ_{roll}) jusqu'à des grains très anguleux (pour de grandes valeurs de μ_{roll}), tout en conservant une géométrie sphérique simple pour décrire nos grains.
- **Le coefficient de restitution** (e , sans unité) : ce paramètre intervient dans le calcul de la force d'amortissement, et contrôle la quantité d'énergie restituée lors d'une collision entre deux particules et d'un rebond, si rebond il y a. Une valeur de $e = 0,5$ signifie que lors d'un rebond, 50 % de l'énergie est dissipée, mais également que 50 % de l'énergie est restituée à la particule considérée. À noter que dans le cas de particules cohésives cette définition simple n'est plus valable, et qu'il faut plutôt considérer un coefficient de restitution effectif qui va dépendre de la cohésion et de la vitesse de collision. Le coefficient e correspond au paramètre donné dans le modèle de Tsuji, et donc à la limite théorique à haute vitesse du coefficient effectif.

4.2 Étude paramétrique

L'objectif de départ qui était celui d'une meilleure compréhension du comportement de notre matériau en tambour tournant grâce aux simulations a rapidement été modifié face à la richesse des comportements d'écoulement observés au sein de nos simulations. De ce fait, cette section du chapitre est essentiellement dédiée à la compréhension et l'explication de l'effet des différents paramètres de la simulation sur un écoulement en tambour tournant.

Pour ces analyses simples, les données numériques seront traitées de la même manière que pour le tambour tournant expérimental (Section 2.3.5). Chaque simulation comprend plusieurs centaines voire milliers de fichiers correspondant à chaque fois à la position des grains au sein du tambour, à des intervalles de temps réguliers tout au long de la simulation. Depuis ces positions, il est facile d'extraire la valeur de l'angle de la surface d'écoulement par la même méthode que pour notre tambour expérimental, et nous pouvons ainsi suivre l'évolution de cet angle au cours de la simulation. Comme pour les expériences, nous pouvons alors déterminer l'angle d'écoulement moyen correspondant à la simulation considérée, ainsi que son écart-type représentant la variation de cet angle autour de cette valeur moyenne.

4.2.1 Effet de la taille des grains

Cette propriété des grains est décrite par le diamètre moyen d_p des particules insérées dans le tambour (voir Section 4.1.4). La dimension des grains est une variable importante à considérer dans les simulations numériques, car presque toutes les forces agissant sur le grain dépendent de ce paramètre, notamment la force normale principale (loi de Hertz), l'amortissement (d'après le modèle de Tsuji), la cohésion décrite par le modèle DMT, et même les forces tangentielles (voir la Section 4.1.2). Cela signifie que ce paramètre devrait significativement influencer l'écoulement d'un matériau dans un système de tambour tournant. Il est

par exemple établi que, dans le cas de grains cohésifs, les plus petites particules sont celles qui ressentent le plus fortement l'effet de la cohésion. Cette propriété est visible si nous regardons le nombre de Bond décrit par l'Équation 4.39 (qui, pour rappel, décrit le rapport entre la force de cohésion et la gravité), qui montre que si d_p diminue, la force de gravité devient plus faible devant la force de cohésion, signifiant ainsi que la cohésion devient de plus en plus importante dans le système considéré.

Malgré l'importance manifeste de ce paramètre concernant l'écoulement de grains, notre idée première en faisant varier le diamètre de nos particules était essentiellement de vérifier si les parois de notre système n'avaient pas un effet significatif sur notre écoulement. En effet, comme mentionné dans la Section 4.1.4, nous avons choisi de simuler un tambour de mêmes dimensions que le tambour expérimental pour aider à la comparaison des deux cas de figure, mais il est impossible de simuler des grains aussi petits que ceux que nous synthétisons pour nos expériences, par limitations de temps et de puissance de calcul. Ainsi, nous sommes obligés d'introduire dans notre espace de tambour numérique des grains significativement plus gros que les grains expérimentaux. Certaines études suggèrent que dans un environnement contraint par des parois relativement proches, un écoulement peut générer des chaînes de force entre les parois par l'intermédiaire des grains et des contacts, si le nombre de grains entre deux murs est suffisamment petit [Taberlet et al., 2003]. Ces chaînes de force ont pour effet de stabiliser les écoulements, et les grains ont donc plus de difficultés à s'écouler librement, ce qui peut avoir d'un point de vue macroscopique le même effet que la cohésion qui a tendance à augmenter les angles d'écoulement.

Compte tenu du cas de figure que nous souhaitons simuler, nous nous retrouvons avec des parois rapprochées (correspondant aux dimensions réelles du tambour expérimental), avec des grains relativement gros, dont le diamètre moyen varie entre 0,449 et 2,371 mm. Cela signifie que dans ces gammes de diamètres, il peut y avoir entre 36,5 et 6,5 grains sur la largeur totale du tambour, chiffres relativement faibles et illustrés par la Figure 4.6. Il existe donc un risque que des chaînes de force se créent effectivement dans notre système, phénomène que nous devons vérifier. Pour cela, nous avons réalisé une campagne visant à déterminer l'évolution de l'angle d'écoulement de la poudre simulée en fonction du diamètre moyen des grains, en réalisant plusieurs séries de simulations à nombre de Bond constant.

Nous avons réalisé plusieurs séries de simulations, en gardant à chaque fois un module de Young constant $E = 5 \times 10^6$ Pa, mais en variant la valeur de la cohésion des particules. Pour chaque valeur de cohésion, nous avons réalisé plusieurs simulations en changeant la taille des grains. Les autres paramètres de la simulation ont été gardés constants, avec le coefficient de frottement $\mu = 0,5$, le coefficient de frottement de roulement $\mu_{roll} = 0,25$ et le coefficient de restitution $e = 0,7$. La Figure 4.7 regroupe les résultats obtenus pour cette campagne de simulations.

Plusieurs phénomènes intéressants sont à noter par rapport à ces premiers résultats. Premièrement, de manière évidente, pour n'importe quelle valeur de cohésion, la valeur de l'angle moyen de la surface d'écoulement semble augmenter lorsque les grains deviennent plus gros (Figure 4.7a). De la même manière, un phénomène similaire est observé pour l'écart-type (Figure 4.7b), mais seulement pour les valeurs de cohésion les plus élevées, la tendance pour les matériaux les moins cohésifs étant assez peu claire à déterminer. Globalement, cela signifierait au premier abord qu'effectivement, les parois de notre tambour ont un

4.2. ÉTUDE PARAMÉTRIQUE

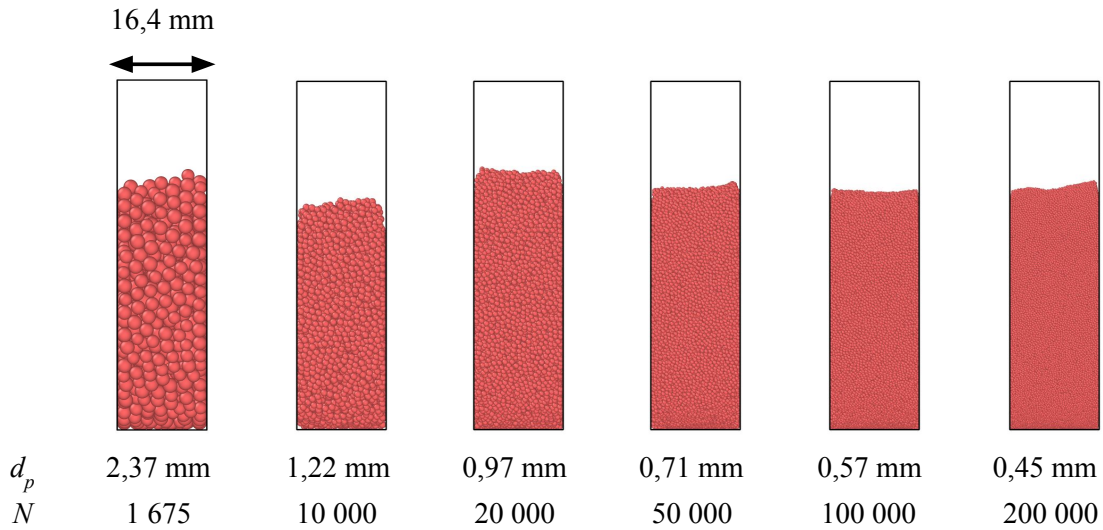


FIGURE 4.6 – Comparaison de certaines tailles de grains simulées par rapport à la largeur du tambour, copiée sur la largeur réelle du tambour expérimental. Le paramètre d_p indique le diamètre moyen des particules dans chaque simulation. Le paramètre N indique le nombre de grains correspondant dans chaque cas. Les images sont des vues de la tranche du tambour tournant simulé, avec les grains en écoulement.

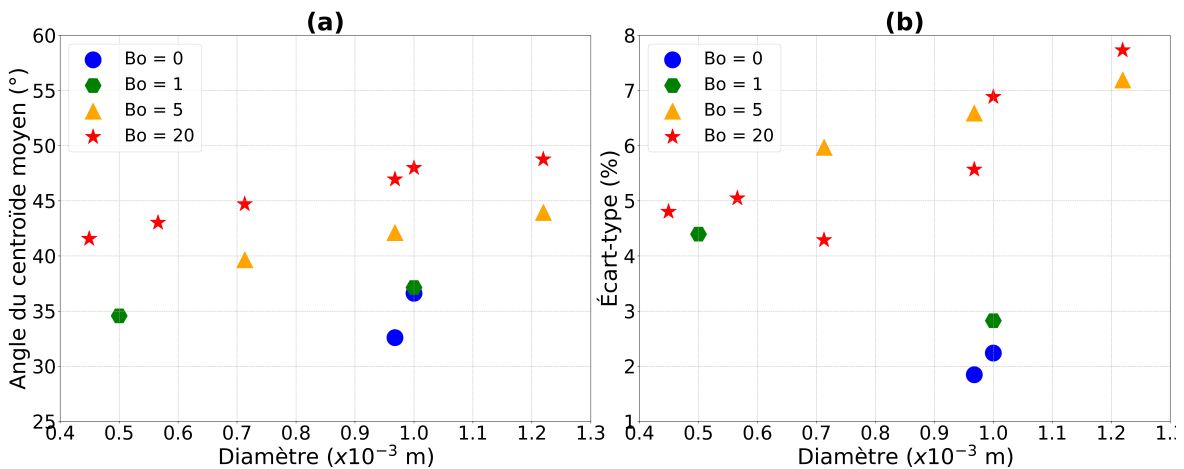


FIGURE 4.7 – Évolution de l'angle moyen de la surface d'écoulement (a) et de l'écart-type associé (b) en fonction de la taille de grains pour des simulations réalisées à différents niveaux de cohésion, représentés par les différentes couleurs et symboles.

effet non-négligeable sur le comportement du matériau à l'intérieur, et il est possible que les parois rapprochées du tambour jouent le rôle de stabilisateur de l'écoulement, et permettent des angles plus élevés. Deuxièmement, il est assez facile de voir que plus le nombre de Bond augmente, plus les valeurs d'angle sont élevées. Cette augmentation est moins évidente pour l'évolution de l'écart-type, mais ces premiers indices donnent des idées concernant l'effet de la cohésion elle-même, qui sera discuté plus en détail dans la Section 4.2.3.

Ces résultats sont cependant à prendre avec précautions, car comme indiqué sur le graphe,

c'est l'intensité de la cohésion qui est constante, représentée par un nombre de Bond constant. Or, comme l'indique l'Équation 4.39, si tous les autres paramètres sont constants, garder un nombre de Bond égal tout en changeant la taille des grains revient à changer la valeur de γ , à savoir la cohésion, pour accommoder le changement de diamètre. Ainsi, les simulations présentées en Figure 4.7 n'ont pas été réalisées à cohésion constante, mais plutôt à nombre de Bond constant, ce qui peut introduire des effets non désirés dans l'évolution de l'angle moyen ou de l'écart-type selon la taille des grains seule. En particulier nous verrons en Section 4.4.3 que le nombre de Bond microscopique n'est pas le meilleur choix pour ajuster la cohésion, ce qui peut expliquer pourquoi l'angle ne se stabilise pas avec d_p quand N est grand.

En faisant varier la taille de nos grains, nous avons certes anticipé un éventuel effet des parois du tambour, mais nous avons également espéré voir une stabilisation de l'angle moyen dans nos données, ce qui aurait signifié qu'il existe une taille de grains en-dessous de laquelle les parois n'ont plus de réelle influence sur l'écoulement dans le tambour simulé. Malheureusement, comme le montre la Figure 4.7, une telle stabilisation n'est pas atteinte, mais à cause des éventuels effets combinés de la taille des grains, de la cohésion et de la rigidité (voir Section 4.3.4 pour une discussion plus détaillée de la combinaison de ces trois paramètres, à l'aide de nombres sans dimension), conclure sur l'effet des parois reste difficile, et nous avons choisi dans la plupart des autres simulations de nous placer à un diamètre intermédiaire $d_p = 0,968$ mm (soit 20 000 grains), de façon arbitraire, afin de garder des temps de calculs raisonnables, tout en gardant un rapport de taille d'environ 17 entre la largeur du tambour et le diamètre moyen des grains.

4.2.2 Effet de la rigidité des grains

La rigidité des grains est une variable très importante dans le cadre de notre étude, car elle va déterminer la façon dont les grains peuvent interagir entre eux lors d'une collision. En effet, plus les grains sont mous, et plus ils vont expérimenter des collisions lentes, et ils vont être capables de s'interpénétrer plus profondément également, car des particules plus tendres vont pouvoir se déformer bien plus facilement que des particules rigides. Sachant que certaines forces vont dépendre de l'interpénétration des particules (notamment la force normale principale décrite par la loi de Hertz, voir la Section 4.1.2), ou du rayon de la zone de contact qui va justement dépendre de cette capacité des grains à se déformer aux contacts, la rigidité des grains joue potentiellement un rôle prépondérant dans la dynamique des contacts. Mandal et al. [2020] ont même suggéré dans leur étude que la rigidité seule pouvait avoir un effet sur le comportement cohésif global d'un matériau granulaire, mais cet aspect sera plutôt détaillé dans la Section 4.3.3.

Afin d'étudier l'effet de la rigidité des grains sur l'écoulement d'un matériau granulaire en tambour tournant, nous avons effectué quatre séries de simulations afin de varier le module de Young en ayant à chaque fois un nombre de Bond fixe pour chaque série. Nous avons ainsi réalisé des séries à $Bo = 5; 10; 20$ et 50 , en gardant pour chaque série $d_p = 0,968$ mm, $\mu = 0,5$, $\mu_{roll} = 0,25$ et $e = 0,7$. Le module de Young a été varié entre $E = 5 \times 10^6$ Pa et $E = 5 \times 10^9$ Pa, soit une valeur proche du module de Young réel de la glace $E_{glace} = 9,33 \times 10^9$ Pa. Les résultats de ces séries de simulations sont regroupés dans la Figure 4.8.

4.2. ÉTUDE PARAMÉTRIQUE

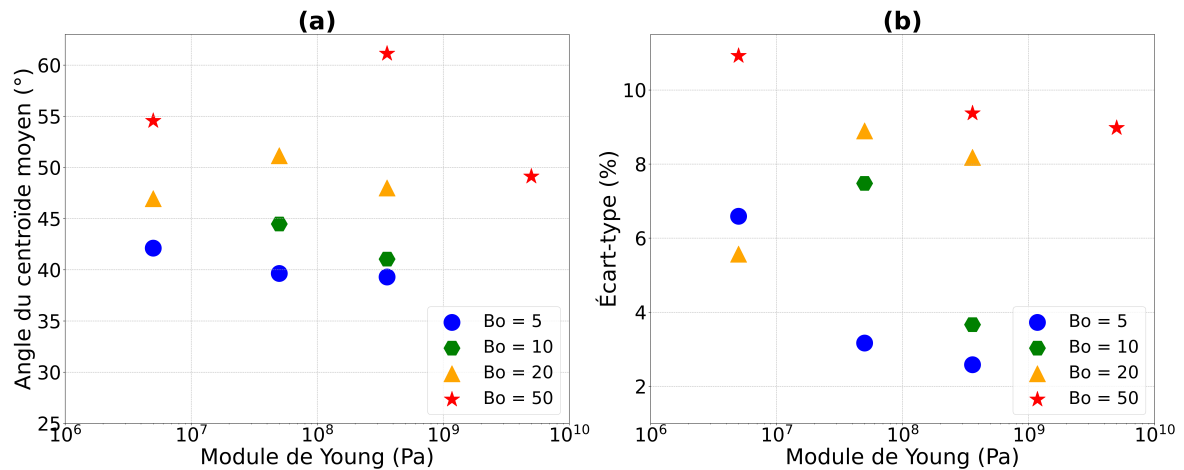


FIGURE 4.8 – Évolution de l’angle moyen de la surface d’écoulement (a) et de l’écart-type associé (b) en fonction de la rigidité des grains pour des simulations réalisées à différents niveaux de cohésion, représentés par les différentes couleurs et symboles.

Cette figure montre un phénomène intéressant : à nombre de Bond constant et diamètre fixé, l’angle moyen de la surface d’écoulement semble diminuer lorsque la rigidité augmente, de manière assez évidente pour la plupart des cas, même à faible cohésion. Cela signifierait que lorsque le module de Young augmente, le comportement global de notre matériau devient moins cohésif de manière macroscopique, même si la cohésion microscopique, elle, reste la même. Cette tendance est également visible au regard de l’évolution de l’écart-type avec la rigidité (Figure 4.8b), pour la majorité des cas l’écart-type diminue alors que la rigidité augmente, ce qui montre encore une fois que le comportement global de l’échantillon numérique semble être de moins en moins cohésif. Seul le cas pour $Bo = 20$ semble montrer des différences, tant pour l’angle de la surface d’écoulement que pour l’écart-type, alors que le cas $Bo = 50$ montre un comportement atypique pour l’angle d’écoulement, mais pour le moment nous ne pouvons pas fournir d’explication claire à ce propos. Cela est probablement lié au développement de différents régimes d’écoulement au sein de nos simulations numériques (voir Section 4.3). Un autre phénomène intéressant, déjà vu dans les résultats présentés en Section 4.2.1, est l’augmentation de l’angle et de l’écart-type lorsque le nombre de Bond augmente, mais cet aspect sera mis en lumière avec une plus grande précision dans la Section 4.2.3.

Ces premières tendances semblent montrer qu’effectivement, la rigidité des grains a une influence non-négligeable sur l’écoulement de grains en tambour tournant, mais son influence semble être plus marquée à de faibles valeurs de cohésion, notamment concernant son effet sur l’écart-type de l’angle moyen d’écoulement. Cela laisse présager que ces deux paramètres influent mutuellement sur l’écoulement du matériau numérique, et une étude plus poussée à une échelle très macroscopique est proposée en Section 4.3.3, montrant la richesse des comportements d’écoulement au sein du tambour tournant, richesse qui ne peut être décrite avec la simple extraction de l’angle moyen et de son écart-type.

4.2.3 Effet de la cohésion

Au regard de notre cas d'étude expérimental qu'est la poudre de glace, et des propriétés cohésives que nous essayons d'en tirer et de comprendre, ce paramètre est certainement le plus important et intéressant à étudier numériquement, et ce pour plusieurs raisons. La première, c'est qu'il nous est possible, grâce aux simulations, de confirmer les comportements observés expérimentalement en termes de variation de cohésion, de comparer des poudres avec des niveaux précis de cohésion, qui sont dès lors quantifiés car nous rentrons nous-mêmes la valeur de l'énergie de surface dans nos simulations. Cela nous permet également de confirmer notre méthode d'analyse des résultats expérimentaux par l'extraction des angles d'écoulement moyens et de leur écart-type. Une seconde raison, c'est la possibilité d'estimer la précision de la mise à l'échelle que nous utilisons pour extraire la valeur expérimentale de l'énergie de surface (voir Section 3.3). En effet, si nous connaissons la valeur réelle de cohésion introduite dans la simulation, réaliser la mise à l'échelle de l'énergie de surface sur nos simulations nous permettra d'avoir une estimation de la cohésion d'après notre méthode expérimentale. Comparer cette estimation avec une valeur réelle d'énergie de surface nous permettra ensuite d'éventuellement corriger les écarts d'estimation auxquels nous pourrions faire face. Cet exercice sera réalisé *a posteriori*, dans la Section 4.4.3.

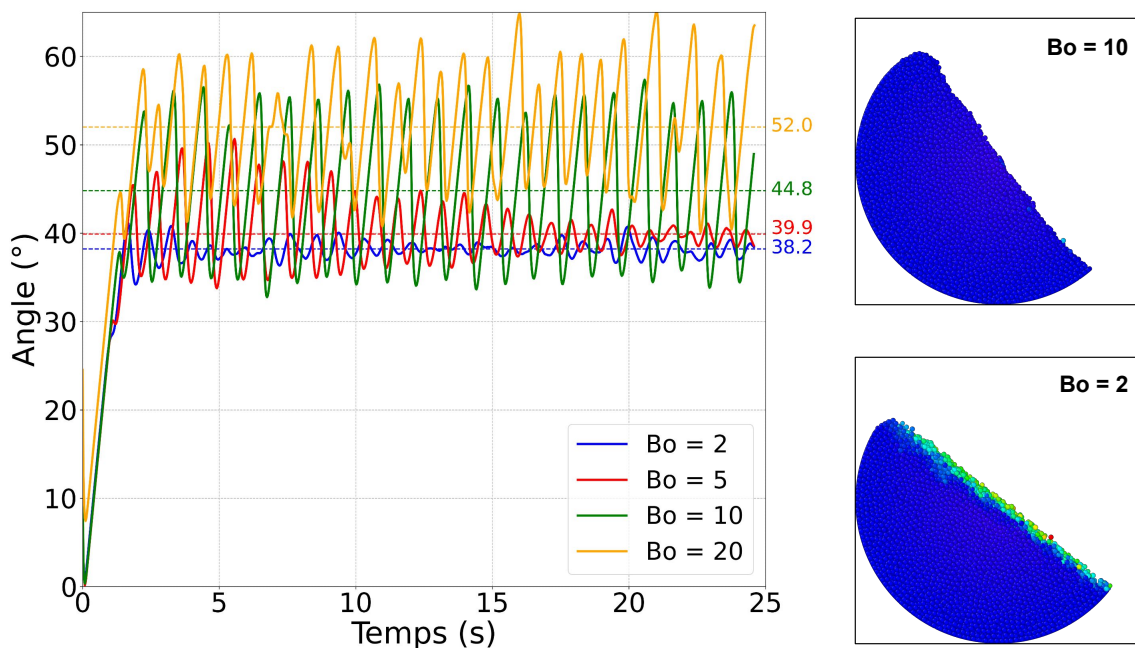


FIGURE 4.9 – Évolution de l'angle de la surface d'écoulement en fonction du temps pour trois simulations réalisées à différentes valeurs de cohésion reportées en légende en relation au nombre de Bond. Les lignes horizontales tiretées représentent la moyenne de cet angle après stabilisation de l'écoulement, à savoir lorsque l'angle oscille autour d'une valeur moyenne stable, et que les variations autour de cette moyennes sont relativement constantes. Les images à droite sont des vues du tambour simulé, correspondant à différents nombres de Bond, qui illustrent la différence d'angle observée. L'échelle de couleur sur ces images est arbitraire, et correspond à la vitesse des grains.

4.2. ÉTUDE PARAMÉTRIQUE

Une première analyse simple à réaliser concernant le paramètre de cohésion est celle de l'évolution de l'angle de la surface d'écoulement en fonction du temps pour des simulations types. La Figure 4.9 représente un graphe d'une telle analyse, avec différents niveaux de cohésion représentés par différentes couleurs, et tous les autres paramètres fixés, c'est-à-dire $d_p = 0,968$ mm, $E = 5 \times 10^7$ Pa, $\mu = 0,5$, $\mu_{roll} = 0,25$ et $e = 0,7$. Il ressort clairement de cette figure que la cohésion a plusieurs effets, le premier étant une augmentation significative de l'angle de la surface d'écoulement lorsque la valeur de la cohésion augmente. En effet, cet angle passe de $\alpha = 38,2^\circ$ pour $Bo = 2$, à $\alpha = 52,0^\circ$ pour $Bo = 20$, soit une cohésion dix fois plus importante. Cette première analyse montre bien une première propriété de la cohésion, pressentie dans la littérature et dans nos expériences, à savoir que plus la cohésion est élevée, plus l'angle d'écoulement va être grand.

Une autre propriété que nous pouvons déjà voir sur ce premier graphe est l'évolution de l'amplitude de la variation d'angle au cours du temps, qui correspond à l'écart-type autour de la moyenne de l'angle d'écoulement. Sur la Figure 4.9, les variations d'angle observées sont dus à l'écoulement de type avalanche qu'expérimentent les grains cohésifs. En effet, habituellement lorsque des particules non-cohésives sont placées dans un tambour et mises en rotation, si les vitesses de rotation sont suffisamment élevées elles vont adopter un mouvement continu avec un écoulement des grains en surface, ce qui va se traduire par un angle stable et peu variable [Mellmann, 2001]. En revanche, pour des particules cohésives le mouvement est différent, car l'écoulement ne s'effectue pas en continu, mais plutôt sous forme d'avalanches. Cela signifie que la plupart du temps le mouvement des grains s'effectue suivant une rotation solide, ils tournent à la même vitesse que le tambour, ce qui augmente progressivement la pente de la surface du matériau. Dès que cette pente est suffisamment élevée, les grains se déstabilisent et s'effondrent en une avalanche, ce qui diminue brutalement l'angle de la surface de la poudre. Ce sont ces variations brutales, ressemblant vaguement à un signal sinusoïdal, qui sont observées sur la Figure 4.9 pour les cas les plus cohésifs.

Il est assez facile de voir qu'entre le cas le moins cohésif, en bleu, et le cas le plus cohésif, en orange, l'amplitude de cette variation d'angle augmente fortement. Cela signifie que la cohésion stabilise fortement les écoulements, et là où l'écoulement est continu pour le cas peu cohésif, il s'effectue uniquement sous forme d'avalanches pour le cas très cohésif. Plus la cohésion est forte, plus l'angle maximal atteint par le matériau avant le déclenchement de l'avalanche est élevé. Cela devrait se traduire par une augmentation de l'écart-type autour de l'angle moyen d'écoulement lorsque la cohésion augmente.

Les variations selon la cohésion décrites précédemment sont clairement illustrées sur la Figure 4.10. Sur cette figure sont visibles l'évolution de l'angle moyen et de l'écart-type associé en fonction de l'énergie de surface des particules, pour quatre valeurs de module de Young différentes. Les autres paramètres ont été fixés à $d_p = 0,968$ mm, $\mu = 0,5$, $\mu_{roll} = 0,25$ et $e = 0,7$. Sur cette figure, les points verts représentent le cas $E = 5 \times 10^7$ Pa décrit par la Figure 4.9. Ces deux graphes illustrent parfaitement ce qui avait été décrit précédemment : plus la cohésion est importante, plus les angles d'écoulement seront élevés, de même pour l'écart-type qui, globalement, augmente lui aussi avec l'énergie de surface. Il est également intéressant de noter ici que le module de Young ne semble pas avoir d'influence significative sur l'angle d'écoulement, du moins pour de faibles valeurs de cohésion. Pour des valeurs d'énergie de surface plus élevées, une dispersion importante des valeurs d'angle semble apparaître et même s'il est difficile de conclure sur un quelconque

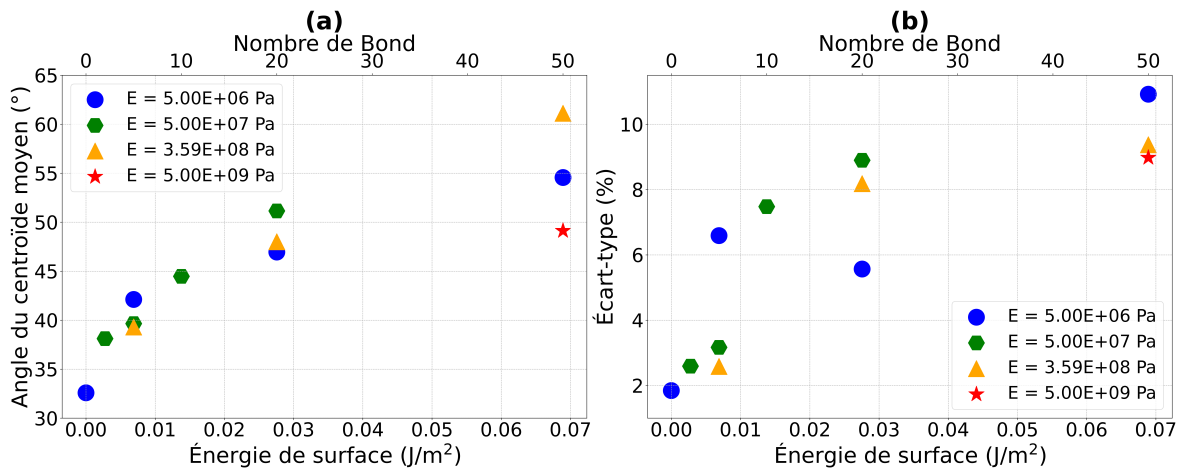


FIGURE 4.10 – Évolution de l’angle moyen de la surface d’écoulement (a) et de l’écart-type associé (b) en fonction de l’énergie de surface des grains pour des simulations réalisées à différents modules de Young, représentés par les différentes couleurs et symboles.

effet de la rigidité sur ces graphes, il semble apparaître une légère baisse des angles pour les valeurs les plus élevées de rigidité.

Ces résultats concernant l’influence de la cohésion montrent un comportement connu et attendu, en accord avec nos observations expérimentales : plus la cohésion est importante, plus l’angle moyen de la surface d’écoulement et l’écart-type associé sont élevés. Cette analyse numérique conforte notre idée que la méthode d’analyse expérimentale est pertinente pour l’estimation de la cohésion, car nous contrôlons précisément la valeur de l’énergie de surface que nous introduisons dans nos simulations et nous sommes donc capables d’en déduire exactement son influence sur l’angle moyen et l’écart-type, influence qui va dans le sens que nous avons précédemment évoqué pour nos expériences en tambour tournant. Cependant, au regard de l’influence de la taille des grains ou de la rigidité du matériau, il semble que ces trois paramètres soient liés et interagissent entre eux, ce qui pose un cadre d’étude relativement complexe, qui sera explicité en Section 4.3.4.

4.2.4 Effet du coefficient de frottement

Le frottement entre les grains joue un rôle important, notamment dans la détermination de la force tangentielle au contact entre deux particules. Plus le frottement est important, et plus les particules vont avoir du mal à créer un mouvement tangentiel entre elles lors d’un écoulement, ce qui signifie que ce coefficient de frottement peut stabiliser des écoulements, et agir de la même manière que la cohésion en augmentant la valeur de l’angle moyen de la surface d’écoulement. Ce coefficient est généralement compris entre 0 et 1.

Afin de déterminer l’effet de ce paramètre sur l’écoulement au sein du tambour, nous avons réalisé une série de trois simulations à paramètres constants, avec $d_p = 2,371$ mm, $E = 5 \times 10^8$ Pa, $\mu_{roll} = 0$, $e = 0,7$ et une cohésion nulle, $B_o = 0$. Nous avons fait ces choix afin de ne pas voir l’influence mutuelle de plusieurs paramètres de frottement, notamment le frottement de roulement μ_{roll} qui sera décrit en Section 4.2.5, et qui peut potentiellement

4.2. ÉTUDE PARAMÉTRIQUE

prendre le pas sur le coefficient de frottement. Nous avons également fait le choix de simuler des cas sans cohésion, toujours dans l'optique d'uniquement voir l'effet du coefficient de frottement qui est possiblement assez peu marqué, et qui pourrait rapidement être effacé par des forces plus importantes telles que la cohésion. Pour cette série de simulations, le diamètre choisi est également plus important afin d'aider à la comparaison avec une expérience en tambour tournant particulière, réalisée avec des billes de glace millimétriques. Les tenants et les aboutissants d'une telle expérience et comparaison entre tambour réel et simulé seront décrits en Section 4.4.2.

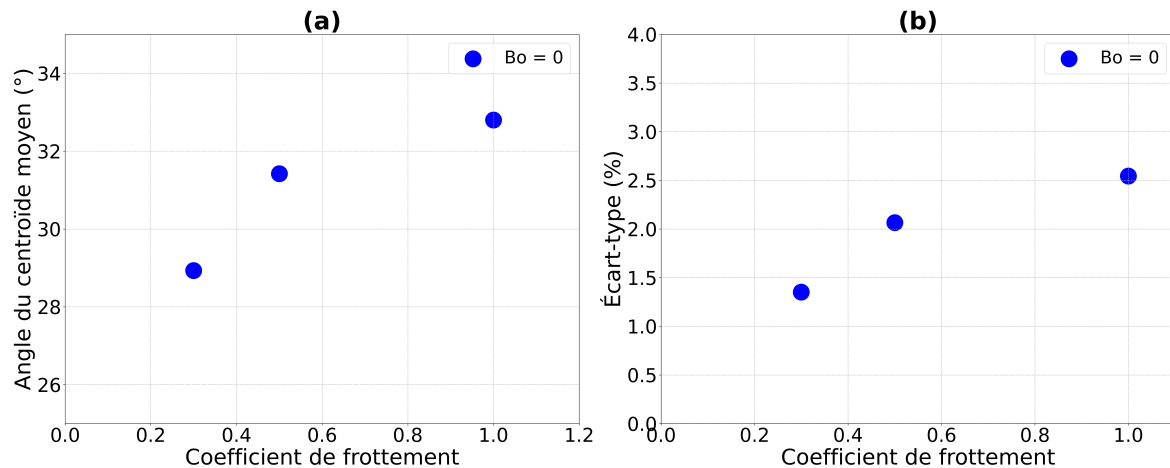


FIGURE 4.11 – Évolution de l'angle moyen de la surface d'écoulement (a) et de l'écart-type associé (b) en fonction du coefficient de frottement entre les grains.

Les résultats de cette série de simulations sont décrits par la Figure 4.11. Trois points ont été réalisés, à $\mu = 0, 3; 0, 5$ et 1. Les résultats montrent une augmentation claire de l'angle moyen de la surface d'écoulement avec le coefficient de frottement, ce qui était attendu. Plus les grains frottent les uns sur les autres, moins ils ont de facilité à s'écouler. Cette constatation peut également être observée sur l'évolution de l'écart-type, qui augmente aussi avec le coefficient de frottement. Cela signifie que le frottement entre les grains, par l'analyse de l'angle moyen et de l'écart-type associé, a le même effet que la cohésion pure des particules sur l'écoulement d'un matériau granulaire. Cet effet est à nuancer cependant, car il reste plutôt faible pour un cas non cohésif comme celui que nous considérons ici. Cette conclusion nous montre qu'une analyse supplémentaire est possiblement nécessaire afin de mieux comprendre l'effet de chaque paramètre sur l'écoulement en tambour tournant.

4.2.5 Effet du coefficient de frottement de roulement

Pour rappel, ce coefficient a pour effet de pouvoir simuler des grains non-sphériques tout en gardant en réalité une géométrie simple de sphère. Il sert à rajouter une résistance au roulement des grains les uns sur les autres, afin de simuler les facettes de grains anguleux, et plus ce coefficient est élevé, plus les particules sont virtuellement anguleuses.

Nous avons réalisé une nouvelle série de simulations afin d'étudier l'effet de ce paramètre sur l'écoulement en tambour tournant. Les autres paramètres ont été fixés à $d_p = 2, 371$ mm,

$E = 5 \times 10^8$ Pa, $\mu = 0,5$ et $e = 0,7$. Nous avons fait le choix ici de garder le frottement entre les grains, car le frottement de roulement devrait être bien plus important dans la dynamique de l'écoulement. Nous avons en revanche fixé la cohésion à $Bo = 0$, car contrairement au frottement tangentiel, l'énergie de surface joue un rôle majeur qui peut éclipser en grande partie l'effet du frottement de roulement sur l'écoulement d'un matériau granulaire.

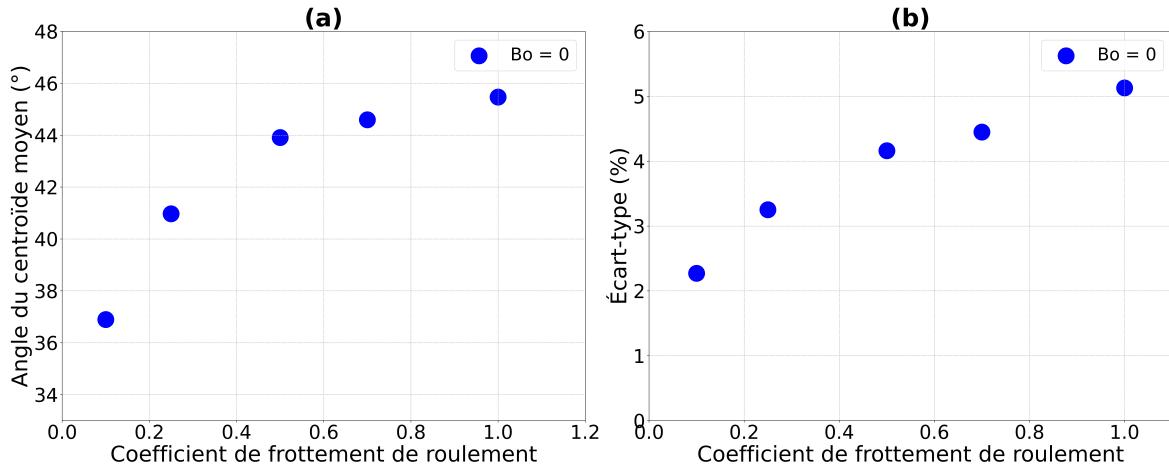


FIGURE 4.12 – Évolution de l'angle moyen de la surface d'écoulement (a) et de l'écart-type associé (b) en fonction du coefficient de frottement de roulement.

La Figure 4.12 regroupe les résultats obtenus pour ces simulations, réalisées entre $\mu_{roll} = 0,1$ et $\mu_{roll} = 1$. L'analyse de ces quelques points montre un comportement relativement simple à étudier, à savoir une augmentation significative de l'angle d'écoulement avec le coefficient de frottement de roulement. Ce phénomène était attendu, car les grains ayant plus de mal à rouler pour des coefficients μ_{roll} élevés, ils sont capables de former des structures plus stables, avec des angles plus élevés. La résistance au roulement permet de retarder le déclenchement de l'avalanche des grains, ou de la mise en mouvement de ces derniers, ce qui explique qu'il faille des angles plus élevés pour que les contraintes soient suffisantes pour déplacer les grains. Cette tendance est également visible au regard de l'écart-type, qui augmente également avec le frottement de roulement. Au regard de ces deux seules grandeurs que sont l'angle moyen et son écart-type, il est clairement visible que ce paramètre de frottement de roulement agit sur l'écoulement de la même manière que l'énergie de surface par exemple, même si c'est dans une moindre mesure.

Un effet important du frottement de roulement, cependant, est la stabilisation des écoulements à des angles plus élevés que le frottement tangentiel seul, ce qui signifie qu'une combinaison de ces deux paramètres sera sûrement nécessaire pour atteindre les angles de la surface d'écoulement observés expérimentalement.

4.2.6 Effet du coefficient de restitution

Le coefficient de restitution contrôle la quantité d'énergie restituée à la particule incidente lors d'une collision entre deux grains. Sa valeur est comprise entre 0 (pas d'énergie restituée,

4.3. ÉTUDE DES RÉGIMES D'ÉCOULEMENT

la totalité de l'énergie de collision est amortie) et 1 (pas d'amortissement de la collision, la totalité de l'énergie est restituée).

Trois simulations ont été réalisées afin de connaître l'effet de ce coefficient dans la dynamique d'écoulement du tambour. Les autres paramètres ont été fixés à $d_p = 2,371$ mm, $E = 5 \times 10^8$ Pa, $\mu = 0,5$, $\mu_{roll} = 0$, et $Bo = 0$, pour nous placer dans le même cas d'étude que dans la Section 4.2.4. En effet, en première intuition, le coefficient de restitution ne devrait pas jouer un rôle majeur dans l'écoulement, car le tambour simulé est petit, sa vitesse de rotation est relativement faible, et les énergies de collision mises en jeu devraient être peu importantes. Ainsi, afin de ne pas masquer l'effet du coefficient de restitution, les paramètres les plus importants dans la dynamique de l'écoulement comme le coefficient de frottement de roulement ou l'énergie de surface, ont été fixés à des valeurs nulles. Encore une fois, le diamètre relativement important des particules sera explicité dans la Section 4.4.2.

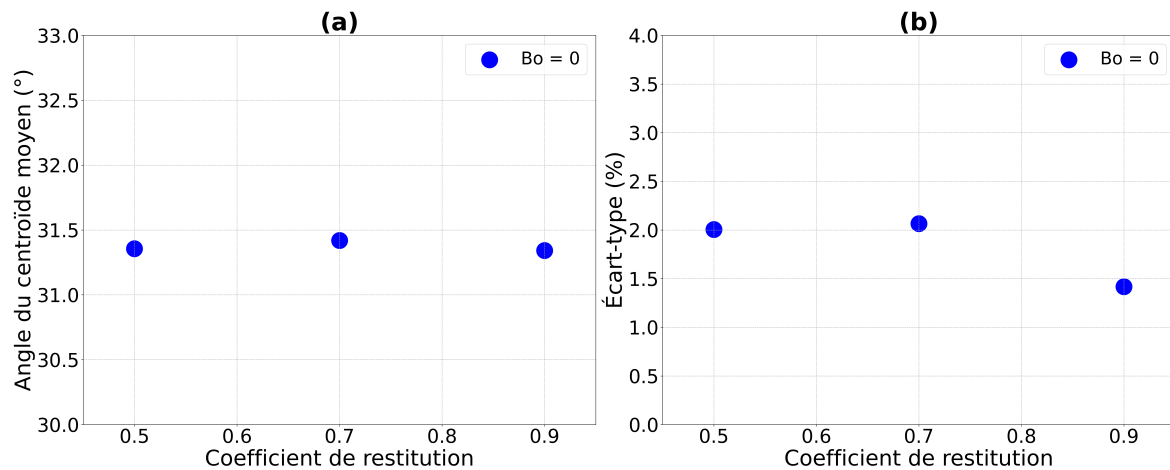


FIGURE 4.13 – Évolution de l'angle moyen de la surface d'écoulement (a) et de l'écart-type associé (b) en fonction du coefficient de restitution.

La Figure 4.13 montre le peu d'effet qu'a ce coefficient sur l'écoulement. En effet, les trois simulations ont été réalisées entre $e = 0,5$ et $e = 0,9$, soit une gamme assez large, mais aucune variation de l'angle moyen de la surface d'écoulement n'est visible avec le coefficient de restitution, ce qui semble confirmer notre hypothèse que les énergies de collision impliquées dans notre géométrie de tambour tournant sont relativement faibles. De même pour la variation de l'écart-type, pour de faibles valeurs de coefficient de restitution, il n'y a aucune variation visible, seule une valeur de $e = 0,9$ semble diminuer l'écart-type de la distribution des angles, ce qui pourrait se traduire par un écoulement plus stable. Dans tous les cas, l'angle moyen et l'écart-type restent à des valeurs faibles, l'écoulement n'étant pas du tout cohésif.

4.3 Étude des régimes d'écoulement

Malgré une étude exhaustive de l'effet de chaque paramètre injecté dans nos simulations sur l'écoulement au sein du tambour tournant, certains indices suggèrent que le proto-

cole d'analyse par comparaison des centres de masse que nous utilisons (voir Section 2.3.5) n'est peut-être pas suffisamment précis et fin pour distinguer individuellement ces effets. Par exemple, la variation de certains paramètres comme l'énergie de surface ou le coefficient de frottement semblent avoir des effets similaires, à savoir une augmentation globale de la pente de la surface d'écoulement. À l'inverse, augmenter la rigidité des grains semble diminuer le caractère cohésif du matériau selon certains auteurs [Mandal et al., 2020]. Nous pouvons ainsi nous demander s'il est réellement possible, lors d'un cas où tous ces paramètres agissent en même temps, de distinguer la contribution de chacun d'entre eux sur l'écoulement dans le tambour tournant.

Nous avons constaté lors de l'analyse de nos simulations qu'une manière d'analyser l'écoulement était de le quantifier de façon très macroscopique. En effet, nous avons remarqué qu'il existait au sein de notre jeu complet de simulations différents régimes d'écoulement, c'est-à-dire différentes manières pour les grains de s'écouler dans le tambour. Ces régimes permettent de qualifier le caractère cohésif ou non du matériau considéré dans la simulation, mais ne dépendent pas uniquement de la cohésion intrinsèque de la poudre étudiée.

Cette section permet de décrire les régimes d'écoulement rencontrés dans nos simulations, et permet également de les quantifier pour essayer de cartographier ces régimes en fonction des différents paramètres, afin de voir quand ils apparaissent. Cet exercice est utile pour tenter de déterminer les gammes de paramètres dans lesquelles nous devons évoluer afin de reproduire les comportements ou régimes observés dans notre tambour expérimental.

4.3.1 Description macroscopique

La première étape de ce travail consiste à décrire la manière dont se comporte la poudre dans le tambour tournant numérique, avec des critères visuels, et ce d'une façon très macroscopique en regardant l'ensemble des grains en rotation dans le système. Pour cela, nous avons simplement réalisé des rendus vidéos de nos simulations grâce au logiciel OVITO, et nous avons analysé leur comportement après quelques rotations, afin d'observer un écoulement stable.

Nous avons ainsi pu distinguer trois régimes d'écoulement principaux, décrits comme suit :

- **Régime d'écoulement continu** : ce régime est certainement le plus simple à imaginer, il s'agit d'un écoulement des grains qui a lieu sur toute la durée de la simulation, sans interruption. Il s'agit généralement d'un écoulement de particules très peu cohésives, qui s'effectue uniquement en surface du matériau, sur une épaisseur relativement faible, et qui peut adopter différentes formes selon la vitesse de rotation (ce régime d'écoulement est classique en tambour tournant, et est très bien décrit par Mellmann [2001]). Le reste du mouvement des grains, quand ils ne s'écoulent pas en surface, s'effectue selon un mouvement solide de rotation, à la même vitesse que la rotation du tambour. Ce régime d'écoulement est illustré par la Figure 4.14a.
- **Régime d'avalanches** : ce comportement est celui qui se rapproche le plus d'un écoulement cohésif, où le mouvement des particules ne s'effectue plus en continu, mais

4.3. ÉTUDE DES RÉGIMES D'ÉCOULEMENT

suivant des effondrements périodiques, soit des avalanches de grains. Il ne s'agit plus d'un écoulement selon une faible épaisseur uniquement en surface de la poudre, mais des blocs entiers de grains qui tombent d'un seul ensemble dès que la pente, augmentée progressivement par la rotation du tambour, devient suffisamment importante. Les vitesses de grains dans ce régime d'écoulement sont plus élevées que pour le régime continu, mais le mouvement a lieu de manière plus sporadique également. Il est possible, dans certains cas, de voir une situation de double-pente comme dans notre tambour expérimental (voir Section 3.2.2, Figure 3.9). Ce régime d'écoulement est illustré par la Figure 4.14b.

- **Régime « boule de neige »** : ce régime est particulier car il est caractérisé par une absence d'écoulement. En effet, à ce stade le matériau simulé est si cohésif que les grains ne s'écoulent plus véritablement, ils forment un ensemble compact qui roule sur le fond du tambour avec la rotation qui lui est appliquée, pour former une boule, d'où l'appellation de « boule de neige ». Cet assemblage n'est pas non plus solide, les grains peuvent toujours se déplacer légèrement les uns par rapport aux autres, d'où la forme légèrement écrasée visible en illustration sur la Figure 4.14c.

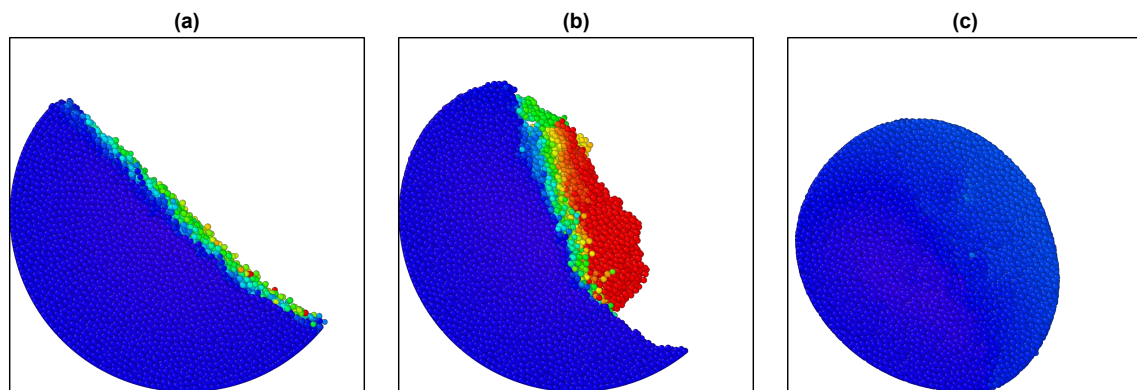


FIGURE 4.14 – Images d'exemple tirées de simulations numériques afin d'illustrer les différents régimes d'écoulement observés dans notre tambour simulé. (a) Écoulement Continu, (b) Avalanches et (c) Boule de neige. L'échelle de couleur représente la vitesse des particules et est la même pour les trois images, le bleu représentant les vitesses les plus faibles, le rouge les plus élevées.

Ces trois régimes décrits précédemment sont les principaux observés au sein de notre tambour simulé, et correspondent à différents comportements cohésifs : le régime continu correspond au cas le moins cohésif, là où la boule de neige est associé au cas le plus cohésif, mais c'est une situation extrême. Les avalanches correspondent à un cas intermédiaire, mais c'est un régime qui est toujours considéré comme cohésif.

Il faut également noter que ces régimes ne sont pas séparés par des limites nettes et précises. En effet, il existe des régimes de transition entre chaque cas type, par exemple des écoulements qui se font sous forme de petites avalanches avec des grains très mobiles, qui peuvent, durant un court laps de temps, s'écouler de manière continue entre deux avalanches. Ce régime correspond donc à une transition régime continu/avalanches. De la même manière, une transition existe entre le régime d'avalanches et la boule de neige, lorsque les

grains peuvent toujours s’effondrer en blocs, mais qui ont tendance à conserver leurs formes pour former des blocs plus consolidés, comme des agglomérats de plus petite échelle. Ces transitions sont importantes à prendre en considération, pour une étude exhaustive et une cartographie précise des régimes d’écoulement.

4.3.2 Cartographie des régimes dans nos simulations

D’après [Mandal et al. \[2020\]](#), la rigidité aurait un effet particulier sur l’écoulement de grains en tambour tournant. Plus elle est élevée, et moins le comportement global de la poudre simulée serait cohésif. Il s’agit donc d’un paramètre majeur pour nos simulations, au même titre que l’énergie de surface qui contrôle la cohésion intrinsèque du matériau, là où le module de Young a plutôt une influence sur le comportement macroscopique.

Partant de ces différentes constatations, nous avons voulu mieux comprendre la relation qui lie ces deux paramètres, en tentant de réaliser une cartographie des régimes d’écoulement au sein du tambour tournant en fonction de ces deux grandeurs. Concrètement, nous avons réalisé une série de vingt simulations où seules la rigidité et la cohésion des grains ont été variées. Les autres paramètres ont été fixés à $d_p = 0,968$ mm, $\mu = 0,5$, $\mu_{roll} = 0,25$ et $e = 0,7$. Nous avons étudié la cohésion dans la gamme $\gamma \simeq 3,33 \times 10^{-3}$ J.m⁻² à $\gamma \simeq 3,33 \times 10^{-1}$ J.m⁻² afin d’avoir une gamme de variations allant d’une cohésion faible à une cohésion relativement forte. La rigidité, elle, a été explorée dans une gamme allant de $E = 5 \times 10^6$ Pa, soit des grains très mous et habituellement faciles à simuler, à $E = 5 \times 10^9$ Pa, soit une valeur du module de Young proche de la valeur réelle pour la glace.

Pour chaque simulation effectuée, nous avons réalisé le rendu vidéo du tambour en rotation afin de simplement déterminer le régime d’écoulement de la poudre numérique, pour pouvoir placer le point correspondant sur un graphique dépendant de l’énergie de surface γ et du module de Young E . Ce graphique est présenté en Figure 4.15, qui explicite cette cartographie réalisée.

Comme attendu, cette carte montre que le comportement plus ou moins cohésif au sein du tambour ne dépend pas que de la cohésion intrinsèque du matériau, mais aussi de la rigidité des grains, dont le rôle est mis en valeur ici sur la Figure 4.15. En effet, de manière prévisible à module de Young fixé, lorsque l’énergie de surface augmente, le matériau devient plus cohésif, ce qui est logique. En revanche, pour une valeur de cohésion fixe, faire varier le module de Young revient également à changer le comportement des grains, phénomène déjà en partie visualisé dans la Section 4.2.2, explicité ici. Il est assez clair sur cette figure qu’à cohésion fixe, augmenter le module de Young revient à diminuer la cohésion globale du matériau, qui peut passer d’un régime d’écoulement en avalanches pour $E = 5 \times 10^6$ Pa, à un régime d’écoulement continu pour $E = 5 \times 10^9$ Pa. La Figure 4.16 montre cette différence de régime d’écoulement pour une cohésion fixée à $\gamma = 8,83 \times 10^{-2}$ J.m⁻². Il est clairement visible ici que l’écoulement passe d’un régime de transition entre avalanches et « boule de neige » pour $E = 5 \times 10^6$ Pa, avec un effondrement qui conserve une forme plus ou moins sphérique et reconnaissable, à un régime quasiment continu pour $E = 5 \times 10^9$ Pa, avec un écoulement en surface et visible. Le cas intermédiaire, pour $E = 3,6 \times 10^8$ Pa, montre clairement la situation de double-pente visible dans nos tambours expérimentaux.

4.3. ÉTUDE DES RÉGIMES D'ÉCOULEMENT

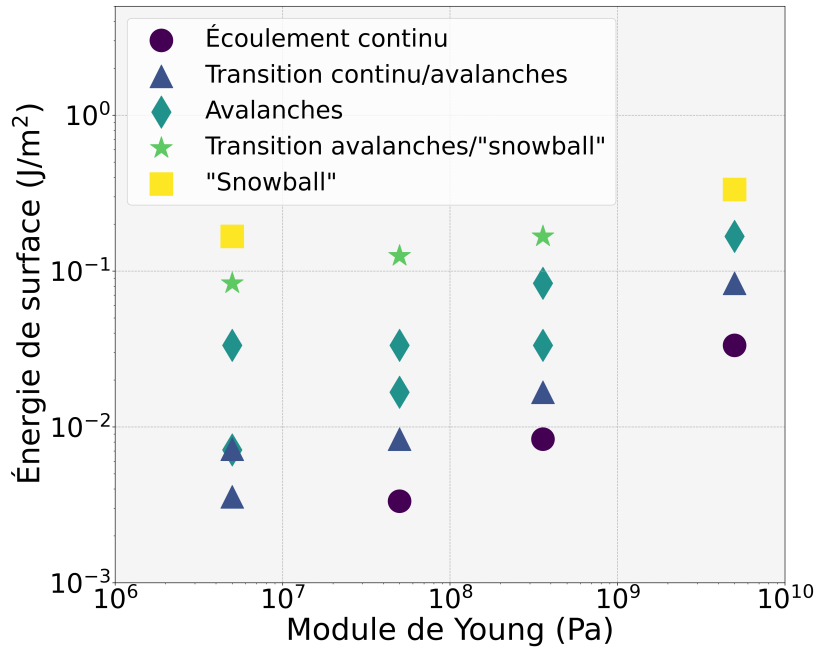


FIGURE 4.15 – Cartographie des régimes d'écoulement en fonction de l'énergie de surface et du module de Young introduits dans nos simulations. Les couleurs représentent un régime d'écoulement différent.

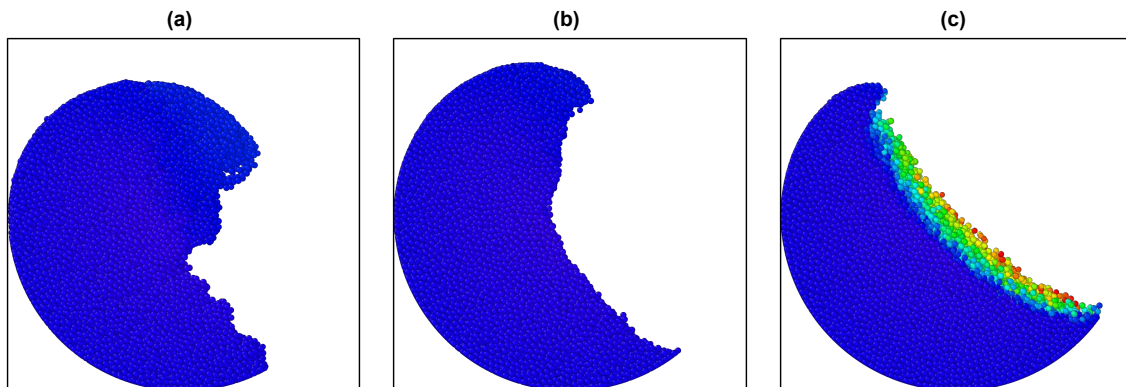


FIGURE 4.16 – Images d'exemples tirées de simulations réalisées à cohésion fixe ($\gamma = 8,83 \times 10^{-2} \text{ J.m}^{-2}$), pour différentes valeurs de module de Young : (a) $E = 5 \times 10^6 \text{ Pa}$, (b) $E = 3,6 \times 10^8 \text{ Pa}$, (c) $E = 5 \times 10^9 \text{ Pa}$. Chaque image est une photographie de l'état de la simulation après une même durée de rotation, soit environ 20 s. L'échelle de couleur est la même pour les trois images, et représente la vitesse des particules.

Un autre phénomène très intéressant visible sur la Figure 4.15 est le fait que plus le module de Young est élevé, plus la gamme d'énergie de surface nécessaire pour couvrir l'ensemble des régimes d'écoulement est resserrée. Cela signifie que nous imposons une contrainte supplémentaire sur la valeur de la cohésion nécessaire pour reproduire les comportements observés expérimentalement, une fois que la rigidité des grains aura été calibrée. Il est également important de noter que le module de Young a un effet bien plus visible au regard des régimes d'écoulement que sur les paramètres géométriques extraits du tambour

tournant que sont l'angle moyen de la surface d'écoulement et son écart-type associé. Cette constatation constitue une motivation supplémentaire pour tenter d'étudier plus en détail l'effet de ce paramètre sur le comportement global de notre matériau granulaire, afin de pouvoir affiner les méthodes d'analyse expérimentales par la suite.

4.3.3 Rôle de la rigidité

Cet effet de la rigidité des grains décrit précédemment est assez peu intuitif, les données numériques suggèrent que ce paramètre joue effectivement un rôle important sur la dynamique d'un écoulement. [Mandal et al. \[2020\]](#) ont réalisé pour leur étude des écoulements continus de grains cohésifs sur un plan incliné rugueux. Ils ont analysé différentes grandeurs, notamment le déclenchement de l'écoulement selon l'inclinaison du plan, la stabilisation de ce dernier, ainsi que les vitesses des particules en fonction des différents paramètres de leurs simulations, notamment la rigidité de leurs grains. Ils en ont conclu que des rigidités plus importantes menaient à des écoulements plus fluides, moins cohésifs, et ce sans changer aucun des autres paramètres du matériau simulé. C'est exactement ce que nous avons constaté dans nos propres simulations. En allant même plus loin, ils ont déduit que la rigidité ne contrôlait pas la globalité de la dynamique d'écoulement, mais plutôt certaines étapes de l'avalanche des grains. Ainsi, grâce à des analyses plus fines, ils ont déterminé que la rigidité n'avait pas d'influence sur l'angle de déclenchement de l'écoulement ou des avalanches, qui va dépendre de la cohésion, mais que l'angle d'arrêt d'avalanche, lui, doit dépendre du module de Young.

Cette dernière propriété peut être intuitée qualitativement par l'utilisation de la vitesse critique d'adhésion. En effet, de par les modèles d'amortissement et de cohésion que nous utilisons, si la vitesse de collision entre deux particules est suffisamment faible, les deux grains vont pouvoir se coller ensemble de par les forces d'adhésion entre eux, et il n'y a dans ce cas pas de restitution d'énergie. En revanche, lorsque les vitesses sont suffisamment élevées, au-delà de ce qui est appelée la vitesse critique d'adhésion, il est possible pour les particules de ne plus se coller entre elles et de rebondir, il y a dans ce cas une restitution d'énergie, qui peut au maximum correspondre au coefficient de restitution. Cette vitesse critique de collision va changer avec la rigidité des grains, plus la rigidité est grande, et plus la vitesse critique va être faible, comme illustré par la [Figure 4.17](#), et inversement. Une vitesse critique plus faible signifie que les grains vont pouvoir rebondir pour des vitesses plus faibles, et donc le matériau sera globalement moins cohésif car l'adhésion entre particules sera moins aisée.

Inversement, comme décrit par la [Figure 4.17](#), augmenter la cohésion intrinsèque du matériau revient à augmenter la vitesse critique de collision V_c , car il est plus simple pour les particules de coller les unes aux autres. Cela signifie que les grains peuvent adhérer les uns aux autres à des vitesses d'impact plus élevées, et que le comportement global du matériau est logiquement plus cohésif. Une étude plus précise de cette dynamique de collision sera décrite en [Section 4.3.4](#).

Ces premiers éléments d'explication concernent la vitesse de collision entre les grains, grandeurs qui est caractéristique d'un écoulement granulaire en cours. Au regard de ces éléments, il paraît donc pertinent de ne considérer la rigidité des grains que pour les phénomènes

4.3. ÉTUDE DES RÉGIMES D'ÉCOULEMENT

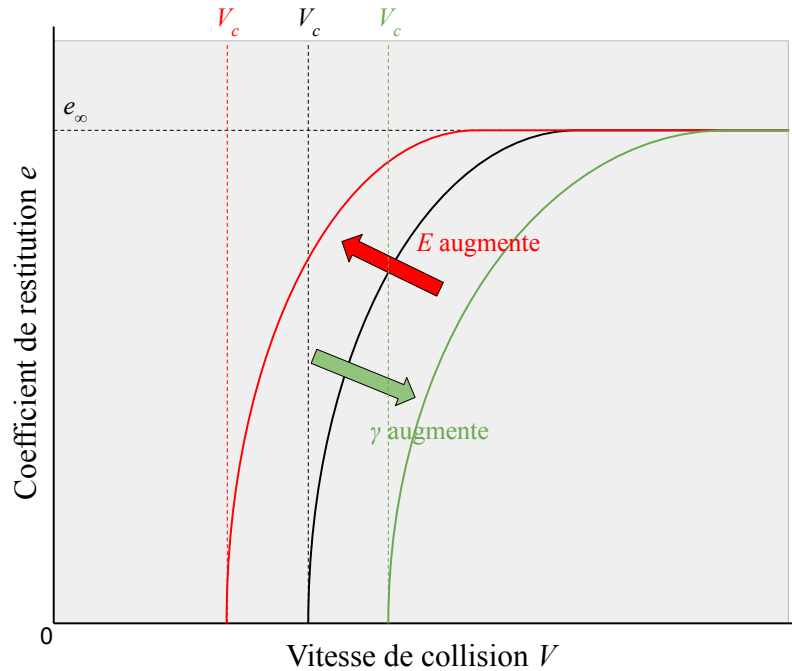


FIGURE 4.17 – Illustration de la vitesse de collision critique V_c , à partir de laquelle le coefficient de restitution devient non-nul (et donc que de l'énergie est restituée à la particule incidente, qui peut rebondir, cas représenté par la courbe noire). Cette vitesse critique diminue lorsque la rigidité des grains augmente (cas représenté par la courbe rouge), et augmente lorsque la cohésion des particules augmente également (cas représenté par la courbe verte). Ces courbes ne sont qu'illustratives, et ont été inspirées du travail de [Krijt et al. \[2013\]](#).

ayant lieu durant ou à la fin d'un écoulement, et pas au niveau d'un déclenchement d'avalanche. Le module de Young semble donc effectivement pertinent pour la géométrie d'arrêt de l'avalanche et pas pour sa géométrie de départ, comme le suggèrent [Mandal et al. \[2020\]](#).

4.3.4 Nombres sans dimension et régimes d'écoulement

Si nous avons dégagé au travers de nos simulations des régimes d'écoulement typiques, qui correspondent à des comportements cohésifs radicalement différents, il semble nécessaire de déterminer quels paramètres contrôlent exactement l'apparition de ces régimes. En effet, si intuitivement ce qui semble lié de près ou de loin au comportement cohésif est relié à l'énergie de surface du matériau, nous avons vu dans les précédentes sous-sections que d'autres paramètres, beaucoup moins évidents, semblent contrôler ces régimes. D'après [Mandal et al. \[2020\]](#), la rigidité des grains est en effet impliquée dans la dynamique d'un écoulement, et impacterait surtout l'arrêt d'une avalanche et pas son initiation, à cause notamment des collisions entre les grains qui sont ainsi plus ou moins rigides. Il faut noter cependant que leur cas d'étude s'intéressait à un écoulement continu sur un plan incliné, avec des parois périodiques. Dans le cas d'un tambour tournant comme le nôtre, les choses sont différentes car même si la rigidité joue effectivement un plus grand rôle dans l'arrêt de l'avalanche, l'état atteint par les grains après l'avalanche aura également une influence sur

l'avalanche suivante, et donc notre système entier est influencé, au moins indirectement, par la rigidité des grains.

Ainsi, il peut être pertinent et intéressant de déterminer les nombres sans dimension qui sont pertinents pour la description de ces régimes d'écoulement. Ces nombres permettent de mettre en relation les différentes grandeurs évoquées qui semblent impliquées dans la dynamique d'un écoulement en tambour tournant. Ainsi, en réalisant le même exercice que celui présenté précédemment, avec la Figure 4.15, en traçant cette fois-ci les différents régimes en fonction non plus de valeurs uniques mais de nombres sans dimension, il sera possible de voir l'influence mutuelle de chacun de ces paramètres sur les régimes d'écoulement.

D'après Mandal et al. [2020], la dynamique de l'écoulement est très probablement contrôlée en partie par la rigidité, qui elle-même a une influence sur les collisions entre les grains, d'où le fait que la rigidité influe principalement sur l'angle d'arrêt de l'avalanche et pas sur son angle de déclenchement. En partant de cette idée, il semble relativement pertinent d'aller chercher des informations sur les collisions entre les grains pour tenter d'expliquer les régimes observés dans notre tambour tournant numérique. Pour cela, nous nous basons sur les travaux de Krijt et al. [2013], qui décrivent la restitution d'énergie au travers du coefficient de restitution e dans le cas de modèles du modèle cohésif JKR (en s'inspirant de Johnson [1987] et Thornton et Ning [1998]) :

$$e_{JKR} = \sqrt{1 - \left(\frac{V_c}{V_i}\right)^2}, \quad (4.40)$$

avec V_c la vitesse critique de collision, en-dessous de laquelle la cohésion permet de coller les particules entre elles, V_i est la vitesse incidente de la particule impliquée dans la collision. Krijt et al. [2013] fournissent également une expression de cette vitesse critique :

$$V_c = \left(\frac{14, 18}{m^*}\right)^{1/2} \left(\frac{\gamma^5 R^{*4}}{E^{*2}}\right)^{1/6}, \quad (4.41)$$

où m^* est la masse réduite des particules, γ est l'énergie de surface, R^* est le rayon réduit des grains, E^* est le module de Young réduit. Nous pouvons modifier cette expression dans le cas simple d'une collision entre deux particules identiques en termes de masse m , de rayon R , ou de module de Young E , ce qui donne pour ces grandeurs réduites :

$$m^* = \frac{m}{2} = \frac{4}{6}\pi\rho_p R^3, \quad (4.42)$$

$$R^* = \frac{R}{2}, \quad (4.43)$$

$$E^* = \frac{E}{2(1-\nu^2)}, \quad (4.44)$$

avec ρ_p la densité des particules, ν le coefficient de Poisson des particules impliquées dans la collision, encore une fois identiques. En injectant ces différentes expressions dans l'Équation 4.41 nous obtenons ainsi une formule pour la vitesse critique qui dépend uniquement de γ , ρ_p , R et E :

$$V_c = \left(\frac{14, 18}{\frac{4}{6}\pi\rho_p R^3}\right)^{1/2} \left(\frac{\gamma^5 \left(\frac{R}{2}\right)^4}{\left(\frac{E}{2(1-\nu^2)}\right)^2}\right)^{1/6}. \quad (4.45)$$

4.3. ÉTUDE DES RÉGIMES D'ÉCOULEMENT

Il est possible de simplifier cette équation pour séparer les constantes des variables, et obtenir une expression plus lisible. Il est également possible, sachant que nous préférons considérer le diamètre d_p des particules plutôt que leur rayon R , de substituer ces deux grandeurs grâce à la relation $R = d_p/2$. Le détail d'une telle simplification n'est pas fourni ici, mais cette opération aboutit à l'expression suivante :

$$V_c = A \frac{\gamma^{5/6}}{\rho_p^{1/2} d_p^{5/6} E^{1/3}}, \quad (4.46)$$

avec A un terme regroupant toutes les constantes. Sachant que nous considérons, pour obtenir des nombres sans dimension, un rapport de vitesse V_c/V_i , il nous faut déterminer une expression pertinente de la vitesse incidente. Nous nous basons pour cela sur une vitesse caractéristique des particules, du même type que celui qui avait été explicité en Section 4.1.3, et qui repose sur la vitesse acquise par les grains lors d'une chute libre au sein d'un tambour de rayon $R_{tambour}$. Ainsi, nous avons la relation :

$$V_i \propto \sqrt{g R_{tambour}}, \quad (4.47)$$

avec g l'accélération de la pesanteur. Finalement, le rapport de ces deux expressions nous donne la formule finale suivante :

$$\frac{V_c}{V_i} \propto \frac{\gamma^{5/6}}{\rho_p^{1/2} d_p^{5/6} E^{1/3} g^{1/2} R_{tambour}^{1/2}}. \quad (4.48)$$

Encore une fois, il est possible de d'arranger l'expression précédente pour obtenir une expression simplifiée et pertinente pour nos analyses :

$$\frac{V_c}{V_i} \propto \left(\frac{\gamma}{\rho_p g R_{tambour} d_p} \right)^{1/2} \left(\frac{\gamma}{E d_p} \right)^{1/3}. \quad (4.49)$$

Cette expression finale est extrêmement intéressante pour notre cas d'étude, car elle fait apparaître deux membres qui sont deux nombres sans dimension. Le premier membre, celui de gauche, n'est autre que le nombre de Bond macroscopique :

$$Bo_{macro} = \frac{\gamma}{\rho_p g R_{tambour} d_p}. \quad (4.50)$$

Ce nombre permet de décrire l'importance de l'énergie de surface par rapport à la gravité, en considérant un ensemble de grains plutôt qu'un contact entre seulement deux particules (ce qui constitue plutôt le nombre de Bond microscopique), et indique, comme nous l'avions initialement supposé pour notre modèle d'avalanches au sein d'un tambour tournant (voir Section 3.3.1), que ce nombre de Bond macroscopique semble être bien plus pertinent pour la description des écoulements dans un tambour.

Le second nombre sans dimension qui se dégage de cette analyse, $\gamma/(E d_p)$, permet de comparer l'importance relative de l'énergie de surface et de la rigidité des grains combinée à la taille de ces derniers, ce qui est très intéressant dans notre cas d'après les effets de la rigidité que nous avons constaté dans nos simulations. Ce nombre semble indiquer qu'effectivement, la rigidité des grains joue un rôle important dans la dynamique des collisions,

et donc de l'écoulement. Nous pouvons ainsi réaliser le même exercice que précédemment présenté en Figure 4.15, à savoir une cartographie des régimes d'écoulement, mais cette fois non pas en fonction de paramètres simples comme l'énergie de surface et la rigidité, mais en fonction des nombres sans dimension présentés dans cette sous-section. Une telle cartographie est présentée en Figure 4.18.

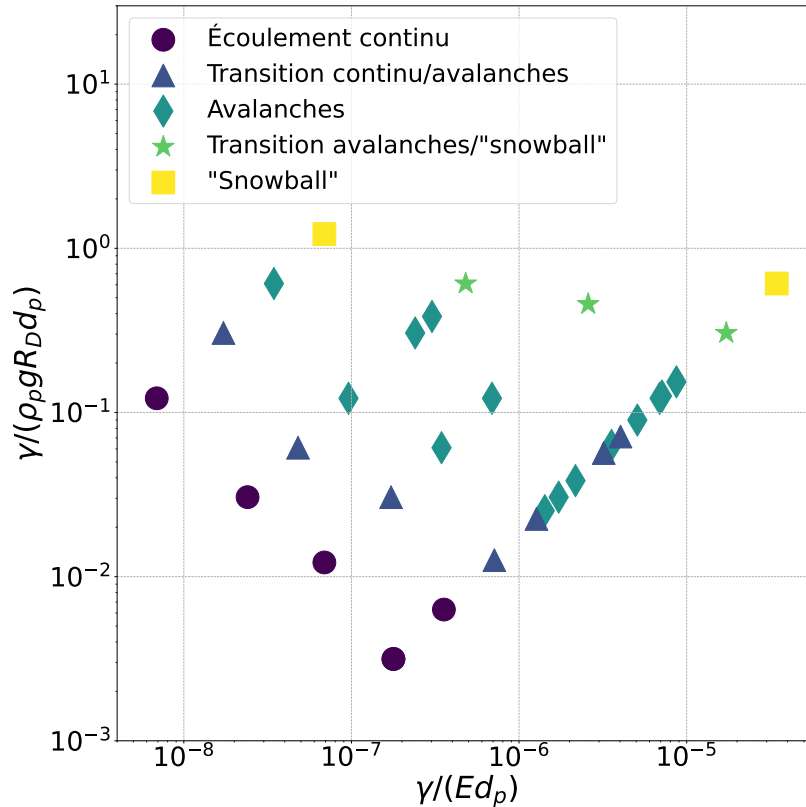


FIGURE 4.18 – Cartographie des régimes d'écoulement en fonction de deux nombres sans dimension pertinents, dont le nombre de Bond macroscopique. Les couleurs représentent différents régimes d'écoulement.

Cette carte des régimes permet d'intégrer un plus grand nombre de simulations, car là où pour la Figure 4.15 nous étions limitées aux simulations où seules l'énergie de surface et la rigidité variaient, nous forçant à garder tous les autres paramètres fixes, ici les expressions des nombres sans dimension nous permettent d'intégrer également l'effet de la taille des grains. Ainsi, γ , E et d_p sont variables ici, tandis que μ , μ_{roll} et e sont fixés respectivement à $\mu = 0,5$, $\mu_{roll} = 0,25$ et $e = 0,7$. La prise en considération de ces nombres sans dimension permet de réaliser des délimitations bien plus claires en termes de régimes d'écoulement, et de dégager des tendances également plus évidentes. Par exemple, augmenter la taille des grains permet de diminuer simultanément la valeur de ces deux nombres, ce qui nous tire, d'après la Figure 4.18, vers les régimes d'écoulement moins cohésif, en accord avec la théorie qui stipule que les gros grains sont moins soumis aux forces adhésives. Augmenter l'énergie de surface, en revanche, augmente significativement ces deux nombres, ce qui nous rapproche des comportements plus cohésifs. En ce qui concerne la rigidité des grains, ce dernier n'agit que sur un des deux nombres, et diminuer cette grandeur revient à

augmenter ce nombre, et donc à nous rapprocher des comportements cohésifs, comme nous l'avons déjà constaté dans l'analyse macroscopique des simulations.

Cette carte est très utile car elle permet de délimiter des régions correspondant à des types d'écoulement, et ces régions peuvent être reliées à des combinaisons des paramètres γ , E et d_p qui permettent toutes d'obtenir le même type d'écoulement. Sachant que nous sommes intéressés par les écoulements de type avalanches, cette carte pourrait nous aider à contraindre la gamme de ces différents paramètres, afin de reproduire au mieux les résultats expérimentaux que nous avons obtenus, pour une meilleure calibration.

4.4 Calibration et comparaison expérimentale

Cette section a pour objectif de décrire certaines expériences particulières réfléchies spécifiquement pour permettre une comparaison aisée avec des simulations numériques discrètes, et s'intéresse également à donner les premiers éléments de comparaison entre les aspects expérimentaux et numériques afin de tenter de calibrer certains paramètres de notre modèle numérique pour reproduire le comportement des poudres de glace.

4.4.1 Principe de l'opération

Pour rappel, un des objectifs principaux des simulations numériques est de pouvoir reproduire numériquement le comportement d'une poudre de glace cohésive expérimentale. Pour cela, étudier séparément l'effet de chaque paramètre comme présenté en Section 4.2 est utile pour bien comprendre l'influence de chaque grandeur physique sur l'écoulement en tambour tournant, mais il est souhaitable d'effectuer une comparaison directe entre des résultats expérimentaux contrôlés et nos simulations numériques. Cependant, la poudre de glace étant un matériau réel complexe, il est très difficile de décorrélérer dans nos expériences l'influence de tous nos paramètres physiques, qui agissent tous en même temps sur l'écoulement au sein du tambour. La cohésion, en particulier, est un paramètre très important qui prend le pas sur quasiment tous les autres effets visibles, signifiant que la dynamique du tambour est contrôlée majoritairement par l'énergie de surface des grains. Dans nos expériences, nous ne pouvons malheureusement pas étudier finement l'effet des autres paramètres sur l'écoulement.

Le module de Young des grains est déjà « calibré », signifiant par là qu'au vu de l'influence de ce paramètre sur les régimes d'écoulement, nous avons décidé d'imposer à nos simulations une valeur proche du module de Young réel de la glace, qui est $E_{glace} = 9,33$ GPa. Ainsi, comme mentionné dans la Section 4.3.2, fixer une valeur de la rigidité de nos grains aidera par la suite à déterminer une valeur de cohésion sur une gamme de possibilités plus réduite. Cette calibration du module de Young pose donc des contraintes sur certains paramètres, mais aussi sur les dimensionnements matériels de nos simulations, car comme explicité en Section 4.1.3, le pas de temps nécessaire pour les expériences numériques dépend fortement de la rigidité, et imposer un module de Young élevé revient à effectuer des simulations lourdes en termes de temps de calcul.

Il est cependant important de parvenir à calibrer les autres paramètres, notamment les coefficients de frottement, afin d'avoir un comportement le plus fidèle possible de notre échantillon numérique. Pour cela, il faut trouver un moyen de réduire l'importance de la cohésion dans nos expériences. Un des premiers résultats que nous pouvons utiliser est celui de l'évolution de la cohésion avec la température. En effet, la Section 3.3 décrit une augmentation de l'énergie de surface de la glace avec la température, ce qui montre qu'en nous plaçant à basse température la cohésion aura moins d'importance dans l'écoulement des grains. Une autre propriété est que la taille des grains joue un rôle très important dans le comportement cohésif de la poudre. En effet, comme cela a déjà été mentionné, les grains les plus petits ressentent plus l'effet de la cohésion que les grains les plus gros, et deux poudres à des valeurs d'énergie de surface similaires mais des tailles de particules différentes vont montrer des comportements cohésifs différents. Ainsi, augmenter la taille des grains est un moyen efficace de réduire l'importance de la cohésion, et de mettre en avant les effets de frottement.

C'est sur ces deux principes précédemment décrits que nous nous sommes basés pour réaliser une expérience en tambour tournant sur des billes de glace où l'énergie de surface a le moins d'importance possible. Pour cela, nous nous sommes basés sur le protocole de synthèse par goutte-à-goutte décrit en Section 2.1.2, qui permet de synthétiser des grains sphériques millimétriques, soit bien plus gros que les grains habituellement utilisés en tambour tournant et fabriqués avec les autres protocoles, mais comparables aux tailles accessibles en simulation numérique. Cette taille de grains devrait être suffisante pour réduire drastiquement l'importance de la cohésion dans nos expériences, mais facilitera également la réalisation des simulations, car augmenter la taille des grains revient à réduire leur nombre au sein du tambour, et permet donc des calculs numériques bien moins coûteux en temps et en ressources.

4.4.2 Calibration des coefficients de frottement

Cette sous-section vise à décrire les essais de calibration des coefficients de frottement et de frottement de roulement. Malheureusement, dans nos expériences en tambour tournant il est très difficile de séparer ces deux paramètres car la dynamique de l'expérience ne se prête pas à un tel exercice. C'est pourquoi nous tenterons de déterminer une valeur de ces deux paramètres simultanément.

4.4.2.1 Expériences sans cohésion

Comme décrit précédemment, nous avons réalisé des expériences en essayant de réduire au maximum l'influence de la cohésion sur l'écoulement en tambour tournant expérimental. Pour cela, nous avons utilisé le protocole de synthèse des grains par goutte-à-goutte. Il est à noter ici que la plupart des grains fabriqués sont relativement sphériques, mais sachant que les gouttes qui tombent dans l'azote liquide sont bien plus grosses que les gouttelettes formées par pulvérisation, elles mettent également plus longtemps à geler et à se refroidir, et peuvent ainsi flotter durant quelques instants à la surface de l'azote liquide, percutant parfois d'autres gouttes en cours de refroidissement pour former des agrégats. La plupart de ces paquets solides de billes de glace ont été éliminés avant stockage de l'échantillon, mais

4.4. CALIBRATION ET COMPARAISON EXPÉRIMENTALE

certaines subsistent malgré tout, et sont présents dans nos expériences finales.

La taille de ces billes de glace a été mesurée manuellement en chambre froide à $-25\text{ }^{\circ}\text{C}$, en prélevant une fraction de l'échantillon pour le disposer sur une feuille de papier millimétré afin d'avoir une échelle de référence. Environ 400 particules ont été mesurées, et le diamètre médian des grains a été estimé à $d_p = 2,371\text{ mm}$, une taille qui peut facilement être exactement reproduite dans nos simulations pour une comparaison directe.

Ces grains sont ensuite préparés de la même manière que les poudres de glace classiques pour le chargement en tambour tournant, en suivant le protocole décrit en Section 2.3.5. L'acquisition et le traitement des données s'effectue de la même manière, afin d'être sûrs d'avoir des résultats comparables à nos expériences précédemment réalisées. Les résultats de ces expériences sur ces billes de glace millimétriques sont regroupés sur la Figure 4.19, où ils sont comparés avec les résultats des autres campagnes expérimentales sur les poudres de glace.

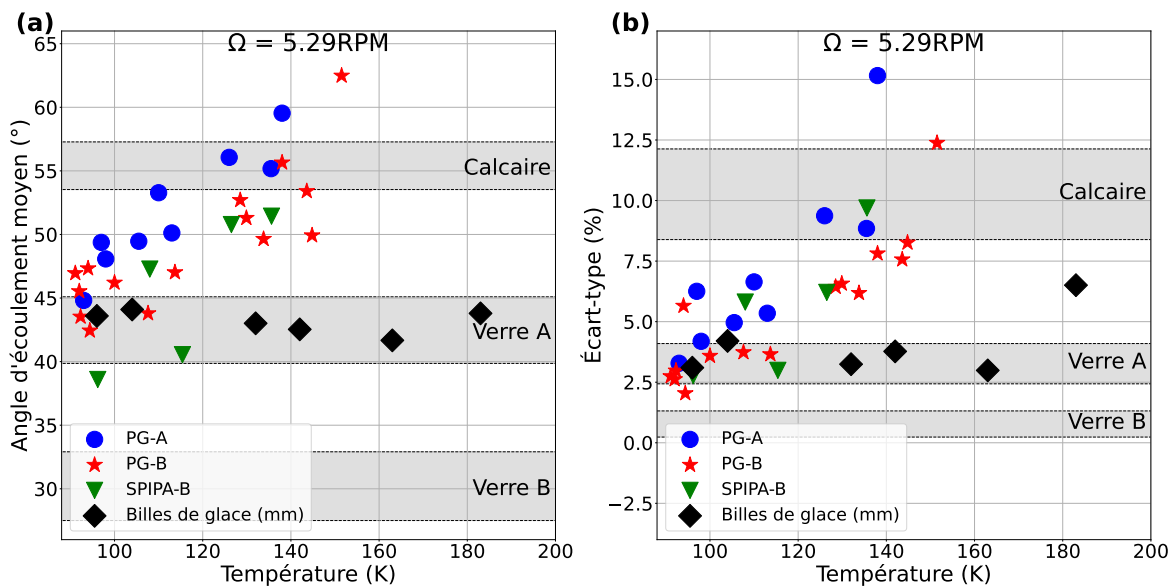


FIGURE 4.19 – Comparaison expérimentale entre le comportement des poudres de glace classiques et des billes de glace millimétriques (losanges noirs) en tambour tournant. (a) Évolution de l'angle moyen de la surface d'écoulement avec la température pour tous les échantillons testés. (b) Évolution de l'écart-type autour de cet angle moyen en fonction de la température pour ces mêmes échantillons.

Plusieurs phénomènes très intéressants sont visibles ici, le premier étant les faibles valeurs d'angle et d'écart-type adoptées par l'échantillon aux grains plus imposants. En effet, comparativement aux autres échantillons, les billes de glace d'environ 2 mm présentent, sur toute la gamme de température étudiée, des angles similaires aux poudres les moins cohésives, à savoir les billes de verre ou la poudre de glace aux températures les plus basses. Les mêmes constatations peuvent être faites concernant l'écart-type, dont pratiquement toutes les valeurs tombent entre les limites définies par les billes de verre très peu cohésives. Cela illustre parfaitement qu'à première vue, cet échantillon particulier de glace est effectivement soumis à des forces de cohésion relativement faibles, de par leur taille.

Une autre constatation qui peut être faite est la stabilité en température de cet échantillon. En effet, malgré une augmentation significative de la température, au-delà même du maximum exploré pour les poudres de glace classiques où la cohésion était si forte qu'aucun écoulement n'était plus visible, ici aucune variation significative de l'angle moyen d'écoulement n'est mise en évidence. La même chose est observée pour la variation d'écart-type, qui reste relativement stable avec la température, à l'exception du point réalisé à la température la plus élevée, qui est peut-être témoin du déclenchement du phénomène d'augmentation de cohésion avec la température, qui interviendrait ici à un seuil bien plus élevé que la poudre de glace fine.

Ce qui ressort de ces expériences en tambour tournant sur cet échantillon particulier de matériau granulaire glacé, c'est qu'il s'agit d'un matériau idéal pour des comparaisons avec des simulations numériques, car il est simple à reproduire géométriquement par rapport à la taille de ses particules, mais aussi car son comportement se rapproche de celui d'un matériau modèle très peu cohésif. Ainsi, il est possible de réaliser des simulations où l'importance de la cohésion est fortement réduite voire absente, afin de pouvoir comparer facilement nos résultats et tenter de calibrer les paramètres de frottement.

4.4.2.2 Description des simulations

Afin de reproduire au mieux la situation expérimentale décrite précédemment, nous avons lancé des simulations avec des grains de même dimension, à savoir $d_p = 2,371$ mm. Nous avons également fait l'hypothèse, au vu des résultats expérimentaux obtenus, que la cohésion jouait un rôle minime voire inexistant, et nous avons donc mis la valeur d'énergie de surface à zéro dans nos simulations, afin de n'avoir les effets que des différents frottements sans que l'écoulement ne soit perturbé par l'effet de la cohésion, même faible.

Nous avons lancé plusieurs séries de simulations afin d'explorer les variations d'angle d'écoulement et d'écart-type associées à chaque frottement, à savoir le frottement tangentiel simple et le frottement de roulement. Pour chaque campagne, les valeurs de tous les paramètres étaient fixées, et seul le frottement considéré a été varié. Pour le frottement tangentiel μ , le frottement de roulement a été fixé à $\mu_{roll} = 0$. À l'inverse, si nous fixons le frottement tangentiel à 0 en faisant uniquement varier μ_{roll} , nous obtenons un cas où le frottement est trop faible pour soutenir l'écoulement des grains, qui ne font que glisser sur le fond du tambour. Afin de résoudre ce problème, pour la campagne exploratoire de μ_{roll} , le coefficient de frottement tangentiel a été fixé à $\mu = 0,5$. Pour toutes nos simulations la valeur du frottement entre les grains et les parois a été fixée à 0,5. Il faut noter ici que nous avons utilisé pour ces simulations l'expression précise du coefficient k_{roll} explicitée en Section 4.1.2, Équation 4.30, car sachant que nous voulons calibrer les paramètres, nous voulions nous baser sur une expression juste et précise des différentes grandeurs. Les paramètres sélectionnés pour cette campagne numérique ont été rassemblés dans le Tableau 4.2.

Pour chaque simulation, et pour pouvoir comparer facilement nos résultats numériques avec les résultats expérimentaux, nous avons appliqué le même protocole de traitement des données que celui utilisé pour traiter les images réelles acquises en tambour tournant (voir Section 2.3.5). Ainsi, de nos simulations nous extrayons les mêmes paramètres que dans nos expériences, à savoir l'angle moyen de la surface d'écoulement et l'écart-type associé, ce qui

4.4. CALIBRATION ET COMPARAISON EXPÉRIMENTALE

TABLE 4.2 – Tableau récapitulatif des paramètres sélectionnés pour réaliser nos simulations de comparaison avec les expériences.

Paramètre étudié	d_p (mm)	E (Pa)	γ (J.m ⁻²)	e	μ	μ_{roll}
Frottement tangentiel μ	2,371	5×10^8	0	0,7	0,3 ~ 1	0
Frottement de roulement μ_{roll}					0,5	0,1 ~ 1

permet une comparaison directe entre nos résultats.

4.4.2.3 Comparaison entre expériences et simulations

Pour cette sous-section, les données numériques seront uniquement comparées aux résultats obtenus pour les billes de glace millimétriques qui représentent le seul échantillon pertinent pour ces comparaisons.

La Figure 4.20 montre les résultats des simulations s’intéressant au coefficient de frottement tangentiel μ (déjà présentés en Figure 4.11 sans comparaison expérimentale) comparés aux résultats obtenus avec les billes de glace réelles en tambour tournant, afin de mettre en perspective les différences existant entre ces deux cas. Dans un premier temps, au regard de l’évolution de l’angle moyen de la surface d’écoulement (Figure 4.20a) pour les deux cas de figure, il est assez facile de constater qu’il existe une différence flagrante entre les expériences et les simulations. Les angles pour les billes de glace réelles sont plus élevés que pour les simulations, et même si une augmentation de l’angle est notable lorsque le coefficient de frottement augmente (voir Section 4.2.4), même pour des valeurs élevées de μ les deux cas ne semblent pas se ressembler.

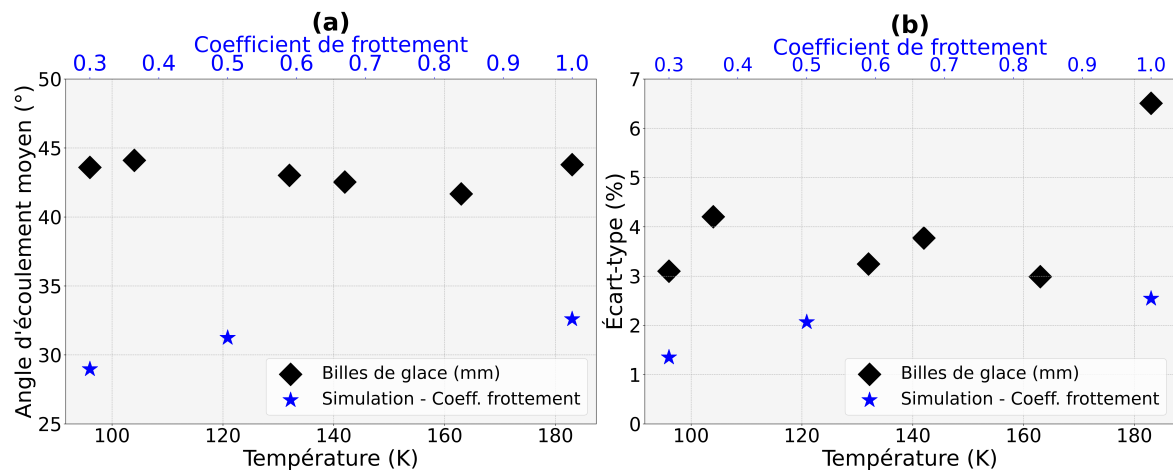


FIGURE 4.20 – Évolution de l’angle moyen de la surface d’écoulement (a) et de l’écart-type associé (b) en fonction de la température pour les billes de glace expérimentales (losanges noirs) et du coefficient de frottement pour les grains expérimentaux (losanges bleus).

La même chose vaut pour l’évolution de l’écart-type associé à cet angle moyen (Figure 4.20b), même si les valeurs ici sont plus proches entre les expériences et les simulations,

pour des valeurs importantes du coefficient de frottement. Néanmoins, ces deux comparaisons nous permettent de conclure que le frottement tangentiel seul ne permet pas de suffisamment stabiliser les écoulements en tambour tournant pour parvenir à des angles et des écarts-types aussi élevés que ceux observés expérimentalement. Cela signifie que d'autres paramètres sont nécessaires afin de reproduire les observations expérimentales, notamment le frottement de roulement.

Pour continuer en ce sens, nous avons donc réalisé une seconde campagne décrite dans la section précédente, qui cherche à estimer si la variation du frottement de roulement permet d'atteindre des angles et des écarts-types comparables aux expériences. Une campagne de variation de ce paramètre avait déjà été effectuée (voir Section 4.2.5), mais les autres paramètres choisis pour la simulation n'étaient pas adaptés à une comparaison avec les données réelles sur les billes de glace millimétriques.

La Figure 4.21 explicite les résultats d'une telle comparaison. Les résultats obtenus ici montrent clairement une augmentation significative de l'angle moyen et de l'écart-type lorsque le frottement de roulement augmente dans les simulations, ce qui avait déjà été observé précédemment (voir Section 4.2.5). La comparaison directe avec les expériences, cependant, permet de mettre en évidence que les angles atteints dans nos simulations sont comparables aux angles expérimentaux, et ce même à des valeurs relativement faibles du coefficient de frottement de roulement, à savoir $\mu_{roll} = 0,4$. Le même comportement est visible pour l'écart-type, qui atteint des valeurs comparables à nos expériences pour des valeurs relativement faibles du frottement de roulement. Ces résultats montrent qu'effectivement, là où le frottement tangentiel seul n'était pas suffisant pour expliquer les angles expérimentaux observés, une faible quantité de frottement de roulement semble suffisante pour s'approcher de ces résultats. Cela signifie que, dans l'hypothèse où la cohésion serait effectivement nulle dans nos expériences, les grains de glace ne sont pas parfaitement sphériques et leurs surfaces ne sont pas parfaitement lisses, ce qui n'est pas une supposition dénuée de sens au regard des images de nos grains prises au microscope (voir Section 2.2.2), ce qui crée une résistance au roulement se traduisant par une augmentation des angles d'écoulement par rapport au cas des sphères parfaites.

Malgré les expériences encourageantes que nous avons effectuées sur ces billes de glace millimétriques et les efforts que nous avons réalisés, nous nous sommes basés sur l'hypothèse très forte que le matériau expérimental ne subit que très peu l'influence de la cohésion. Or, il n'est pas exclu que ce matériau soit toujours légèrement cohésif, et ce malgré les tailles de particules que nous considérons ici. Si tel est effectivement le cas, nous pouvons difficilement le mesurer avec notre système de tambour tournant expérimental, et il faudrait prendre en considération également une légère cohésion dans nos simulations, en plus des différents coefficients de frottement. Nous pouvons cependant affirmer, au vu des résultats indiqués avec la Figure 4.20 et la Figure 4.21, que nous pouvons doré et déjà fixer la valeur du coefficient de frottement μ et du coefficient de frottement de roulement μ_{roll} dans nos simulations, à des valeurs respectives de $\mu = 0,5$ et $\mu_{roll} = 0,4$, afin de reproduire relativement fidèlement le comportement d'un matériau glacé peu cohésif. Au regard des résultats sus-mentionnés, nous pouvons également confirmer que la valeur de $\mu_{roll} = 0,25$ que nous avons choisie dans la plupart de nos simulations étudiant l'effet des différents paramètres reste relativement peu éloignée de cette valeur calibrée.

4.4. CALIBRATION ET COMPARAISON EXPÉRIMENTALE

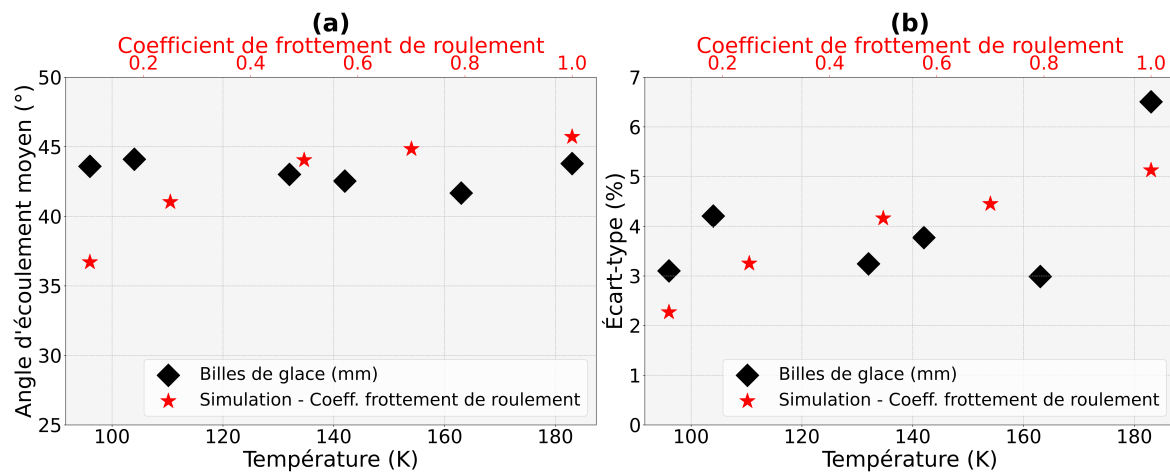


FIGURE 4.21 – Évolution de l'angle moyen de la surface d'écoulement (a) et de l'écart-type associé (b) en fonction de la température pour les billes de glace expérimentales (losanges noirs) et du coefficient de frottement de roulement pour les grains expérimentaux (losanges rouges).

4.4.3 Mise à l'échelle de la cohésion

Un des énormes avantages de la simulation sur l'expérimental est la capacité à connaître exactement et *a priori* les valeurs précises de chaque paramètre que nous y introduisons. C'est une force que nous pouvons exploiter afin de mieux interpréter les résultats expérimentaux que nous avons obtenus. Un de nos résultats majeurs est l'estimation de l'énergie de surface de la poudre de glace en fonction de la température, à partir d'un modèle simple d'avalanches décrit en Section 3.3.1. Si les résultats bruts issus du tambour tournant semblent suffisamment précis, une estimation à partir d'un tel modèle requiert nécessairement des approximations et hypothèses fortes dont nous ne pouvons nous détacher, et qui peuvent introduire des erreurs concernant la valeur réelle de l'énergie de surface de nos échantillons.

Il est possible cependant d'utiliser les simulations numériques pour tenter de déterminer à quel point le modèle d'avalanches que nous avons utilisé pour réaliser les estimations de l'énergie de surface est juste, et si nous pouvons l'appliquer à nos simulations numériques. En effet, nous nous sommes basés sur le nombre de Bond macroscopique pour décrire notre écoulement au sein du tambour tournant, ce qui, comme nous l'avons vu en Section 4.3.4, semble constituer une bonne piste pour effectivement décrire les écoulements dans le tambour tournant. Pour aller plus loin dans cette vérification, nous pouvons comparer la pertinence de ce nombre sans dimension par rapport au nombre de Bond microscopique pour décrire les paramètres géométriques que nous extrayons habituellement du tambour pour nos analyses du comportement cohésif.

Nous avons ainsi dans un premier temps réalisé l'exercice d'analyse de nos données expérimentales à partir des protocoles d'analyses expérimentaux décrits en Section 2.3.5, à savoir la mesure de l'angle du centroïde, et ce sur les simulations pertinentes qui sont celles qui ont déjà utilisées pour réaliser la carte des régimes disponible en Figure 4.18. Nous avons donc extrait de ces simulations l'angle moyen de la surface d'écoulement et son écart-type associé. Nous avons ensuite observé l'évolution de ces deux paramètres en fonction soit du

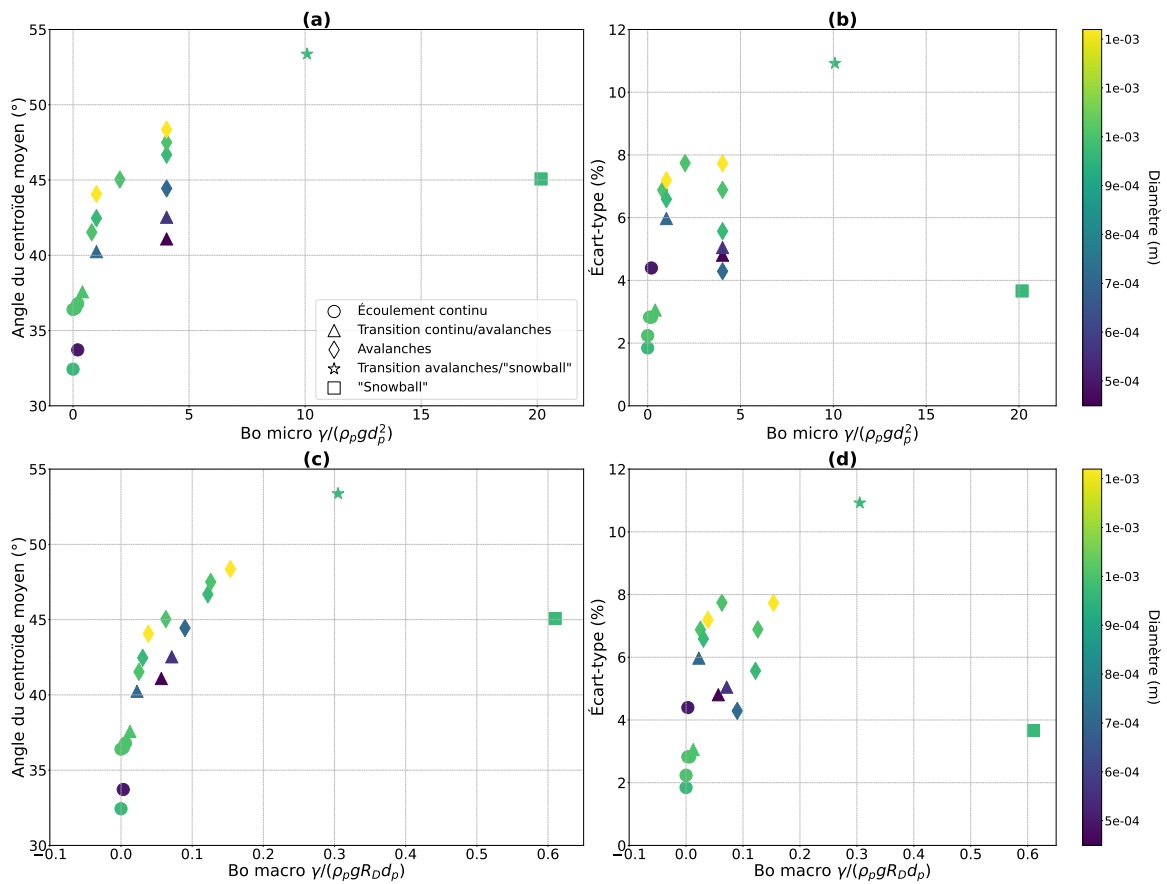


FIGURE 4.22 – Comparaison de l'évolution des paramètres géométriques analysés dans le tambour tournant par la méthode du centroïde, à savoir l'angle moyen de la surface d'écoulement et son écart-type associé, en fonction du nombre de Bond microscopique (a et b) ou macroscopique (c et d). Les symboles représentent ici les différents régimes d'écoulement, tandis que les couleurs sont associées au diamètre des particules d_p .

nombre de Bond microscopique, soit du nombre de Bond macroscopique, pour déceler une éventuelle dépendance entre les paramètres géométriques et ces nombres sans dimension. La Figure 4.22 montre une telle comparaison de ces nombres par rapport à l'évolution de l'angle moyen et de son écart-type, pour les simulations concernées.

Plusieurs choses intéressantes sont notables concernant cette figure, dans un premier temps la comparaison directe entre les deux nombres sans dimension montre une tendance bien plus claire pour le nombre de Bond macroscopique (Figure 4.22c et d), avec des données numériques qui semblent pratiquement toutes retomber sur une même tendance, en tout cas pour les régimes d'écoulement les moins cohésifs. Ce phénomène semble visible pour l'angle moyen et l'écart-type. Cette dépendance n'est pas aussi claire au regard du nombre de Bond microscopique, qui montre une dispersion des données bien plus importante. Cette première analyse semble indiquer que le nombre de Bond macroscopique semble être bien plus pertinent pour la description des paramètres géométriques extraits du tambour, ce qui conforte notre idée que l'analyse relativement simple que nous avons effectuée pour l'estimation de l'énergie de surface expérimentale semble plutôt pertinente. Il est en revanche relativement clair, qu'il s'agisse du nombre de Bond microscopique ou macroscopique, que

4.4. CALIBRATION ET COMPARAISON EXPÉRIMENTALE

les données d'écart-type sont moins bien décrites par l'un ou l'autre de ces nombres, par rapport aux données d'angle moyen, même si encore une fois le nombre de Bond macroscopique semble ici plus pertinent. Il faut également noter ici que la dépendance au nombre de Bond ne semble pertinente que pour certains régimes d'écoulement, notamment les régimes les moins cohésifs. En effet, les régimes où l'écoulement est limité, notamment dans le cas d'un régime « boule de neige » ou d'une transition vers ce régime, les données semblent assez mal décrites par le nombre de Bond. Il s'agit cependant ici d'une possible limitation de la méthode que nous employons pour déterminer l'angle de la surface d'écoulement, car ces régimes ne possèdent pas à proprement parler de surface d'écoulement. En revanche, il est très encourageant de voir que le régime d'avalanches, celui que nous cherchons à reproduire avec les simulations et que nous cherchons à analyser avec nos modèles d'écoulement, est très bien décrit par le nombre de Bond macroscopique. Il ne semble pas se dégager ici de tendance claire avec le diamètre des grains d_p , représenté par les couleurs des points sur la Figure 4.22.

Afin d'observer plus en détail l'effet de la rigidité, nous avons ensuite repris ces données présentées en Figure 4.22, et nous avons uniquement sélectionné les cas avec des grains de même diamètre, et seules l'énergie de surface γ et la rigidité E ont été variées. Encore une fois, nous avons tracé l'évolution de l'angle moyen de la surface d'écoulement et de son écart-type associé, pour toutes les simulations présentant $d_p = 0,968$ mm, $\mu = 0,5$, $\mu_{roll} = 0,25$ et $e = 0,7$, en fonction du nombre de Bond macroscopique, le plus pertinent selon nos analyses précédentes (Figure 4.23). L'objectif est d'observer un éventuel effet de la rigidité sur les dépendances de l'angle moyen ou de l'écart-type avec le nombre de Bond macroscopique.

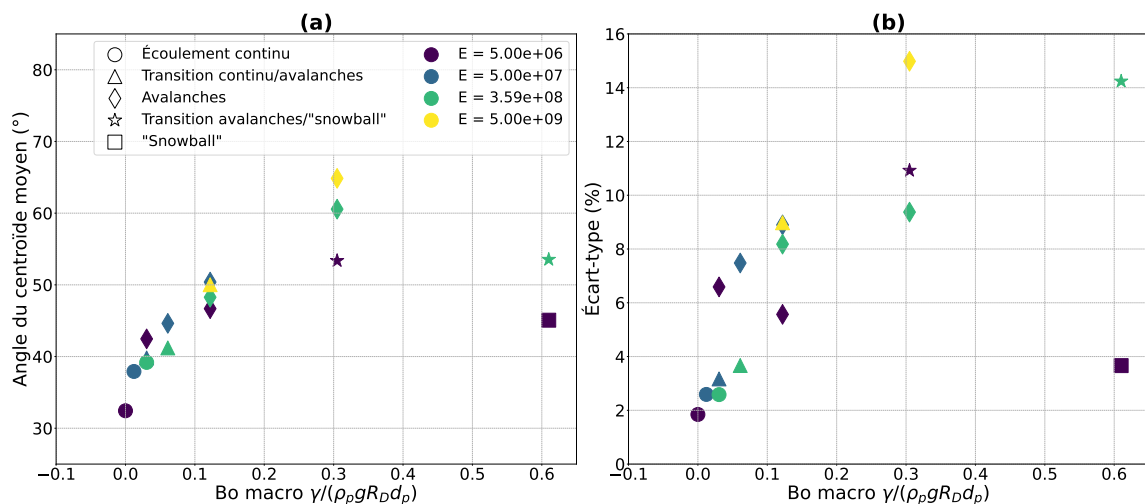


FIGURE 4.23 – Évolution de l'angle moyen de la surface d'écoulement (a) et de l'écart-type associé (b) en fonction du nombre de Bond macroscopique, pour des simulations à $d_p = 0,968$ mm constant. Sur cette figure, les symboles correspondent aux régimes d'écoulement, et les couleurs correspondent à différentes valeurs de rigidité des grains.

La Figure 4.23 montre encore une fois que le nombre de Bond macroscopique semble être pertinent pour décrire les grandeurs géométriques et les comportements observés dans le tambour tournant, avec des points de mesure qui semblent suivre une même tendance,

à l'exception des régimes d'écoulement les plus cohésifs de type « boule de neige ». Nous retrouvons les régimes avec le comportement le moins cohésif pour de faibles nombres de Bond, et des angles et écart-types relativement faibles également, ce qui est en accord avec les données expérimentales que nous avons obtenues grâce à notre dispositif du tambour tournant. L'écart-type semble être moins bien décrit par ce nombre de Bond, comme cela avait déjà été observé sur la Figure 4.22. Il est cependant relativement difficile de déduire un réel effet de la rigidité sur ces graphes, et nous ne pouvons pas dégager une quelconque tendance, ce qui signifie que le nombre de Bond macroscopique, à lui seul, ne permet peut-être pas de déduire l'ensemble des comportements cohésifs observés dans le tambour tournant simulé. L'intégration du deuxième nombre sans dimension que nous avons déterminé précédemment, $\gamma / (Ed_p)$ (voir Équation 4.3.4), pourrait apporter plus de précisions sur l'effet de la rigidité des grains, et pourrait permettre d'affiner nos estimations de l'énergie de surface de nos grains de glace réels avec un modèle plus précis.

Afin de donner des premiers éléments de vérification de cette hypothèse, nous avons voulu appliquer les méthodes d'estimation de l'énergie de surface à nos résultats de simulation. En effet, comme nous connaissons l'énergie de surface réelle que nous avons introduite dans les simulations numériques, car elle fait partie des paramètres renseignés pour le calcul de ces dernières, nous avons un moyen direct de comparer les estimations que nous sommes capables de fournir grâce à notre méthode d'analyse avec la valeur réelle d'énergie de surface. Pour réaliser cet exercice, nous avons sélectionné les simulations utilisées dans la cartographie des régimes d'écoulement. À partir de ces simulations et de la formule de l'estimation de l'énergie de surface γ , donnée en Équation 3.11, nous avons extrait l'écart-type autour de l'angle moyen de la surface d'écoulement pour ces données numériques, et nous avons estimé l'énergie de surface correspondante. Ces résultats sont disponibles en Figure 4.24, qui compare l'énergie de surface réelle introduite dans les simulations, et les estimations obtenues grâce à notre modèle.

Cette figure montre qu'il semble exister une relation entre les estimations et les valeurs réelles de γ , mais cette dernière n'est pas claire. Cette constatation appuie sur le fait que l'analyse des résultats par les nombres sans dimension comme nous l'avons menée semble pertinente pour l'estimation de l'énergie de surface de notre matériau, en particulier le nombre de Bond macroscopique qui décrit relativement correctement nos résultats. Cependant, au vu de la tendance peu claire entre les estimations et la réalité, il est fort probable que ce nombre seul ne soit pas suffisant pour décrire un modèle d'écoulement sous forme d'avalanches au sein d'un tambour tournant, au moins pour les simulations numériques qui sont présentées ici. Il est en réalité visible ici la même dispersion que celle que nous avons déjà constatée lors de la description de l'écart-type de nos simulations en fonction du nombre de Bond macroscopique. Il est en revanche très clair que les régimes les moins cohésifs, correspondant à l'écoulement continu, sont tous regroupés au niveau des faibles énergies de surface. Nous constatons également ici que pour des régimes d'écoulement qui s'écartent des comportements continus ou d'avalanches, à savoir le régime « boule de neige », notre modèle d'écoulement ne permet plus de décrire ces comportements, ni d'estimer convenablement l'énergie de surface du matériau, dont l'estimation s'écarte fortement de la tendance. Pour tenter de commencer à affiner nos analyses, nous avons également représenté sur cette figure l'effet du second nombre sans dimension déterminé grâce à nos analyses, mais aucune tendance ne semble se dégager au regard de cette grandeur. Cela signifie que la combinaison

4.4. CALIBRATION ET COMPARAISON EXPÉRIMENTALE

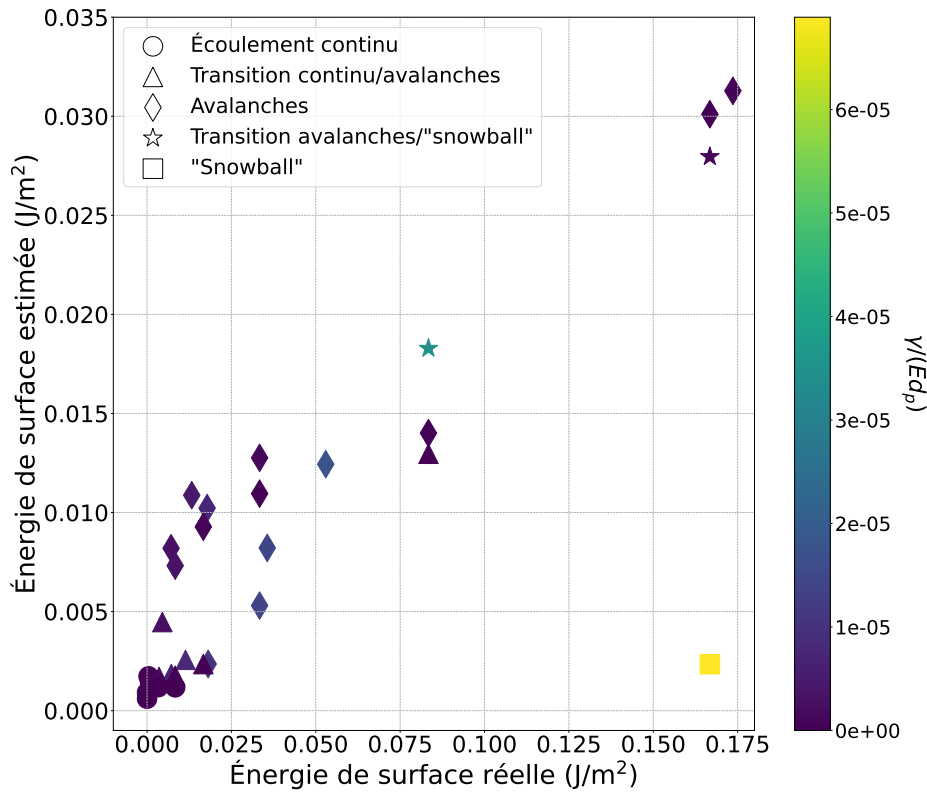


FIGURE 4.24 – Comparaison entre les valeurs d'énergie de surface réelles avec les valeurs estimées par la méthode utilisée expérimentalement (Section 3.3), pour des simulations représentant différents régimes d'écoulement (indiqués par des symboles). Les couleurs représentent ici les variations du nombre sans dimension $\gamma/(Ed_p)$.

de ces deux nombres sans dimension (avec le nombre de Bond macroscopique) est relativement subtile et nécessite des analyses supplémentaires, en cours à l'heure de l'écriture de ces lignes.

Il est en revanche suffisamment clair au regard de cette figure que les estimations de l'énergie de surface de notre matériau simulé sont légèrement sous-estimées par rapport à la réalité, ce qui indiquerait encore une fois que notre modèle et son analyse mériteraient à être raffinés. Cependant, le modèle que nous avons utilisé semble toujours être pertinent pour de premières estimations, qui devraient donner des idées correctes de l'énergie de surface de nos matériaux, qu'il s'agisse des expériences ou des simulations. L'analyse plus fine de nos simulations numériques permettra possiblement d'affiner ces estimations, et d'appliquer ensuite une correction à nos résultats expérimentaux.

La calibration d'un modèle numérique cohésif complet passe nécessairement par l'estimation des paramètres E , γ et d_p . Compte tenu de la sensibilité des écoulements à la rigidité des grains, comme explicité en Section 4.3, il semble difficile de choisir arbitrairement une valeur différente de la rigidité réelle de la glace, égale à $E_{glace} = 9,33 \times 10^9$ Pa. Cela signifie, en considérant les nombres sans dimension précédemment évoqués (Équation 4.49), que le rapport important dans notre cas est le rapport γ/d_p . C'est en changeant ce rapport de la cohésion et du diamètre des grains dans nos simulations que nous sommes ainsi capables de

reproduire numériquement le comportement d'avalanches, à rigidité fixe et égale à la rigidité réelle de la glace d'eau. Ainsi, afin de calibrer notre modèle numérique de poudre cohésive, il est nécessaire de comparer les angles d'écoulement obtenus dans nos simulations à ceux que nous mesurons dans nos expériences, pour une large gamme de rapports γ/d_p , tout en nous assurant de reproduire un comportement d'avalanches avec ces simulations. Cette étape de calibration nécessite donc une nouvelle campagne de simulations avec une rigidité égale à E_{glace} qui explore différentes valeurs de rapports γ/d_p . Nous pouvons, pour cette campagne numérique, également nous baser sur la gamme de nombres de Bond macroscopiques déduite de nos expériences en tambour tournant (à partir de la Figure 3.15), qui s'étend de $Bo_{macro} = 0,005$ et $Bo_{macro} = 0,224$, et qui nous donne potentiellement une première idée des rapports à explorer pour nos futures simulations.

4.5 Conclusion

Nous avons effectué au total plus d'une quarantaine de simulations afin de faire varier dans des gammes pertinentes les nombreux paramètres intrinsèques dont dépend l'écoulement de grains en tambour tournant. Dans un premier temps, l'étude brute de l'influence de ces paramètres a montré pour certains d'entre eux un effet non-négligeable sur les angles moyens d'écoulement, ainsi que sur l'écart-type associé, qui peut s'apparenter à une augmentation de cohésion. C'est le cas notamment pour l'énergie de surface des particules, de manière assez logique puisque c'est ce paramètre en particulier qui contrôle la cohésion intrinsèque. Il faut cependant distinguer cette cohésion intrinsèque de la cohésion apparente qui va, elle, dépendre de nombreux paramètres. Nous avons pu montrer dans un premier temps que l'angle d'écoulement moyen semblait évoluer à l'inverse du module de Young des grains, plus ce dernier est élevé, moins le comportement du matériau considéré est cohésif, alors que la cohésion intrinsèque reste identique. C'est l'opposé qui se produit lorsque nous considérons le frottement, plus ce dernier est élevé, plus l'angle et son écart-type sont élevés également, qu'il s'agisse du frottement tangentiel ou du frottement de roulement. Cela signifie que ces deux paramètres ont tendance à rendre le matériau plus cohésif, de manière apparente seulement, lorsqu'ils augmentent.

Cette étude numérique a également permis de mettre en évidence des subtilités qui sont difficilement visibles avec la simple étude de l'angle moyen et de son écart-type, notamment en termes de régimes d'écoulement. En effet, plusieurs régimes ont été identifiés au sein de notre tambour numérique, allant du régime d'écoulement continu à la « boule de neige », en passant par un écoulement sous forme d'avalanches. L'identification de tels régimes, ainsi que les gammes de paramètres pour lesquels ils apparaissent, est un exercice très utile pour tenter de reproduire les comportements observés au sein du tambour tournant expérimental. Ces régimes permettent de mieux contraindre les gammes de paramètres à explorer pour calibrer convenablement notre modèle numérique de poudre de glace. Il faut cependant garder à l'esprit que, pour des calculs numériques efficaces et relativement peu coûteux en temps de calcul, nous avons habituellement tendance à privilégier les grains de diamètre imposants (ce qui réduit le nombre total de grains dans la simulation), mais aussi présentant une rigidité peu élevée, ce qui permet d'allonger les temps de collision entre deux particules, et donc d'augmenter le pas de temps minimal nécessaire pour la description correcte de ces

4.5. CONCLUSION

collisions. Ces arguments doivent donc être également considérés dans le choix de la valeur de ces différents paramètres.

Enfin, nous avons pu explorer les premiers éléments de calibration de notre modèle numérique de poudre, en passant par des expériences sur des matériaux granulaires glacés spécifiquement conçues pour réduire au maximum l'influence de la cohésion, afin de mieux rendre compte des effets des différents paramètres, notamment le frottement. Nous avons ainsi pu comparer efficacement les résultats obtenus en tambour tournant expérimental avec nos simulations numériques, afin de tenter de calibrer nos différents paramètres de frottement, qui nous ont permis de déterminer que des valeurs acceptables de coefficient de frottement se trouvaient autour de $\mu = 0,5$ et $\mu_{roll} = 0,4$. Des exercices de calibration plus poussés ont également permis de donner une valeur pertinente concernant la rigidité des grains, et nous n'avons d'autre choix que de la fixer à la valeur réelle de la glace d'eau $E_{glace} = 9,33 \times 10^9 = \text{Pa}$. Nous avons également pu obtenir quelques éléments de calibration pour l'énergie de surface et le diamètre des particules, qui doivent être choisis de concert afin de respecter des critères nécessaires à la reproduction du régime d'avalanches dans nos simulations. Cela permet également de choisir des diamètres pertinents pour des simulations numériques rapides, mais qui subissent toujours la cohésion de la même manière que des grains plus petits comme ceux que nous manipulons dans nos expériences.

Nous avons également pu dégager des nombres sans dimension pertinents pour la description d'un écoulement granulaire au sein d'un tambour tournant. Ces deux nombres permettront certainement, dans des études ultérieures, de raffiner les analyses effectuées en tambour tournant, et de donner des estimations plus précises de l'énergie de surface de nos matériaux. Nous avons également pu appliquer sur nos simulations le même protocole de mise à l'échelle de l'énergie de surface utilisé dans nos expériences, afin de comparer les valeurs de cohésion estimées aux valeurs réelles. Cet exercice nous a montré que notre protocole de mise à l'échelle nous donnait des estimations correctes de l'énergie de surface réelle, même si nous constatons une dispersion significative des résultats, possiblement due à des imprécisions sur le modèle d'avalanche que nous utilisons, qui ne se base que sur un nombre sans dimension unique, le nombre de Bond macroscopique. Les analyses que nous avons réalisées ont été évidemment simplifiées, et afin de mieux comprendre la mécanique fine d'un tel écoulement, il sera à l'avenir nécessaire de considérer d'autres paramètres plus précis, comme la compacité du matériau au sein du tambour simulé, l'état de contrainte, qui sont autant de paramètres difficilement accessibles dans nos expériences, mais aisément atteignables dans nos simulations.

Chapitre 5

Études préliminaires sur les mélanges complexes et perspectives

Ce chapitre est, comme son nom le laisse supposer, un chapitre d'ouverture, destiné à expliciter les questions laissées en suspens par l'étude que nous avons réalisée au cours de cette thèse, et décrite dans le présent manuscrit. En effet, si les méthodes que nous avons développées et les résultats que nous avons obtenus sont intéressants et pertinents pour la problématique des mondes glacés, ils ne sont pas complets et méritent à être explorés plus profondément, complétés par d'autres campagnes expérimentales, numériques, ou une combinaison des deux. Particulièrement, et parce que notre étude se place dans le contexte des missions spatiales passées et futures, faire le lien entre les données obtenues en laboratoire et celles obtenues en orbite autour des lunes est crucial, pour mieux interpréter les résultats déjà analysés, ou pour mieux comprendre les données qui seront récoltées à l'avenir. Ainsi, la mise en relation des méthodes de caractérisation classiquement utilisées pour les matériaux granulaires terrestres, dont certaines ont été adaptées dans le cadre de notre étude, avec les méthodes usuelles de caractérisation des surfaces planétaires à distance ou *in situ*, permettra d'améliorer la compréhension de ces surfaces. Plusieurs points liés à cet aspect seront mentionnés dans ce chapitre, notamment une campagne d'analyse spectrale destinée à relier les propriétés mécaniques des poudres de glace à leur réponse spectrale infrarouge.

D'autres points concernent la complétion directe de nos données expérimentales, par le biais de nouvelles acquisitions, de finalisation des expériences en cours de développement, mais surtout de caractérisation de nouveaux types de matériaux. En effet, la poudre utilisée jusqu'à présent représente un cas relativement simple, et des éléments de complexification seront fournis dans ce chapitre. Enfin, d'autres points concernant des études complètes et plus exploratoires, nécessitant des outils qui n'ont pas été développés dans le cadre de cette étude, ou qui ne sont pas disponibles actuellement, seront présentées afin de fournir des pistes d'exploration pour une meilleure compréhension des régolithes glacés du Système Solaire.

5.1 Motivations et principaux intérêts

Cette section explicite les raisons qui expliquent la nécessité de conduire d'autres études, afin de compléter les résultats que nous avons acquis au cours de cette thèse en utilisant les méthodes que nous avons développées, ou en adaptant de nouvelles méthodes pour obtenir des données supplémentaires qu'il nous sera possible de relier à celles que nous possédons déjà.

5.1.1 Les régolithes complexes

Si la majorité du travail décrit dans ce manuscrit s'est concentré sur les régolithes constitués de glace granulaire relativement pure, afin de mener dans un premier temps une étude simple pour caractériser un échantillon constitué d'une seule espèce, cette poudre est surtout représentative d'une minorité d'objets du Système Solaire. C'est le cas notamment d'Encelade ou d'Europe, les deux lunes qui constituent notre principal sujet d'étude, et qui ont été décrites en Chapitre 1, Section 1.2.2.

Cependant, même ces objets, à la surface très jeune et majoritairement composée de glace d'eau pure, présentent des variations de composition, et notamment pour ces deux cas particuliers la présence de sels. Sachant que des processus d'activité de geysers sont à l'œuvre sur Encelade [Porco et al., 2006; Hansen et al., 2006; Spencer et al., 2006], et fortement supposés sur Europe [Roth et al., 2014; Sparks et al., 2016, 2017; Jia et al., 2018], et que le matériel éjecté est supposé provenir directement de l'océan interne de ces deux objets, avec une composition du liquide riche en sels divers, il n'est ainsi pas surprenant que le matériel qui se dépose à la surface possède une composition proche de celle de l'océan sous-glaciaire. Ainsi, dans les grains éjectés depuis la surface d'Encelade et échantillonnés par *Cassini*, une proportion non négligeable de ces derniers contenait du sel. Il a été estimé que $> 99\%$ des grains échantillonnés étaient dominés par la glace d'eau [Hillier et al., 2007], mais qu'environ 10% d'entre eux étaient fortement enrichis en sel, surtout en sodium et potassium [Postberg et al., 2008, 2009, 2018b]. Sur Europe, les analyses de surface ont permis de mettre en évidence de possibles hydrates de sels [McCord et al., 1998, 1999] à proximité des grandes structures géologiques, signe qu'ils sont possiblement injectés à la surface depuis les profondeurs, et potentiellement depuis l'océan d'eau salée. Ainsi, de par cette composition et le lien très probable avec l'océan interne de ces lunes, le matériau glacé salé représente un enjeu majeur pour l'exploration spatiale, car il constitue possiblement un échantillon direct de cet océan, qui peut ainsi contenir de potentielles signatures d'activités biologiques. Face à ces différents aspects, c'est donc assez naturellement que nous nous sommes tournés vers la reproduction en laboratoire et la caractérisation de ces échantillons, afin de complexifier notre cas d'étude, mais aussi de nous approcher d'une représentation plus réaliste de la surface de ces lunes.

Comme cela a déjà été mentionné en Section 1.2.2, les autres lunes de glace, si la majorité de leur surface est dominée par de la glace d'eau sous forme de poudre, sont loin de présenter des couches superficielles pures. Dans le cas de Ganymède ou de Callisto, l'aspect sombre de la surface est dû à un contaminant qu'il est difficile d'analyser et de déterminer clairement avec les méthodes embarquées sur les sondes passées. Dans le cas de Ganymède,

il s'agirait possiblement d'un matériau hydraté comme sur Europe, avec un degré d'hydratation moindre [McCord et al., 2001]. Pour Callisto en revanche, les hypothèses se portent plutôt vers un contaminant rocheux [Ostro et al., 1992], compatible avec son plus faible degré de différenciation, et des indices en faveur de la présence de silicates ont effectivement été identifiés dans les régions sombres de la surface [Greeley et al., 2000]. Titan est un cas à part parmi les lunes de glace, de par son épaisse atmosphère qui permet la production de molécules et de particules organiques, qui viennent se déposer à la surface en une épaisse couche. Ainsi, le régolithe de Titan est dominé par du sable organique, qui peut former de grands champs de dunes [Radebaugh et al., 2008], mais ce régolithe possède également une faible fraction de grains de glace [Griffith et al., 2019; Le Mouélic et al., 2019]. Afin de pouvoir anticiper convenablement le comportement mécanique d'un tel matériau, surtout dans le contexte de la mission *Dragonfly*, il est nécessaire de l'étudier au préalable en laboratoire. Heureusement, il existe déjà des analogues aux poussières et particules produites sur Titan, qu'il est possible de synthétiser en laboratoire, avec cependant des processus relativement longs. Ces analogues sont appelés des tholins, et l'étude de leurs propriétés physiques et mécaniques, de leur capacité d'écoulement et leur cohésion, purs ou mélangés à une faible proportion de glace, permettra de mieux comprendre la formation de diverses structures éoliennes et d'écoulements à la surface de Titan.

Nous avons présenté dans le Chapitre 1 d'autres corps du Système Solaire qui ne sont pas des lunes de glace, mais qui possèdent tout de même des proportions non négligeables de glace à leur surface. Ces objets présentent donc des régolithes constitués d'un mélange de roche et de glace d'eau, qui constitue souvent le composé minoritaire dans un tel mélange. C'est le cas notamment de Mars, dont le régolithe est dominé par des sables et des poussières ayant une minéralogie mal contrainte, ou Cérès, qui possède un régolithe contenant une large fraction de silicates et de carbonates, avec une proportion en glace en surface qui peut atteindre 3 à 19 % [Chilton et al., 2019]. Les comètes constituent également une catégorie d'objets qui possèdent une structure granulaire, un matériau constitué en grande partie de glace d'eau, mélangée à des poussières et blocs rocheux de différentes tailles et de la matière organique qui leur donne cet aspect extrêmement sombre. Dans le cas de Mars également, la glace d'eau est mélangée avec la glace carbonique, très présente à la surface de la planète, et les éboulements au niveau des calottes polaires impliquent bien souvent les deux types de matériaux. Des études récentes se sont intéressées aux interactions granulaires entre ces deux types de grains de glace, et ont montré des comportements très différents entre ces deux matériaux, malgré des propriétés *a priori* ressemblantes [Arakawa et Krijt, 2021].

Tous les éléments mentionnés précédemment montrent que beaucoup de régolithes glacés sont loin d'être aussi simples que la poudre de glace seule que nous avons étudiée au cours de cette thèse. Si nous avons pu étudier le comportement d'écoulement de la poudre de glace pure, ainsi que déduire certaines propriétés mécaniques comme la cohésion, il y a fort à parier que ces caractéristiques changent dès lors que la poudre est mélangée à d'autres constituants, car les propriétés physiques et chimiques des grains constituant le matériau changent aussi. Considérant le lien entre les propriétés microscopiques d'une poudre et son comportement macroscopique, il semble nécessaire d'étudier de tels analogues à des régolithes plus complexes, afin d'élargir notre domaine de connaissances, et pouvoir mieux comprendre une plus large gamme de surfaces planétaires glacées.

5.1.2 Comment relier les poudres terrestres à l'exploration spatiale ?

Une problématique majeure de l'étude des régolithes de manière générale est la limitation des techniques de caractérisation mécanique disponibles *in situ*. En effet, dans le cadre de l'exploration des lunes de glace, le seul exemple d'atterrisseur est le module *Huygens* qui s'est posé à la surface de Titan et qui n'a pu récolter que des informations limitées sur les propriétés mécaniques de la surface sur laquelle il s'est posé. Dans un avenir relativement proche, la mission *Dragonfly* doit à nouveau se poser sur Titan et réaliser des analyses directes du régolithe, mais qui concernent surtout sa composition et non ses propriétés mécaniques. Se pose néanmoins la question de ces propriétés lors de cette phase d'échantillonnage. D'autres missions d'atterrissage pourraient suivre sur Europe (*Europa Lander*), Encelade (*Enceladus Orbilander*), ou même sur Titan à nouveau.

Généralement, les caractérisations des surfaces se font à distance, depuis les survols ou les orbites des sondes spatiales, grâce à des techniques d'imagerie dans le domaine du visible, de l'infrarouge ou de l'UV, ou de manière plus répandue grâce à la spectroscopie, surtout infrarouge. Ces différentes méthodes ont été brièvement décrites en Section 1.2.1, et la spectroscopie infrarouge avec plus de détails en Section 2.2.3. S'il a été possible d'estimer, à partir de cette technique d'analyse, la taille des grains de glace qui composent les régolithes des lunes de glace, notamment Europe et Encelade qui ont été très largement étudiées [Hansen et McCord, 2004; Kempf et al., 2010; Southworth et al., 2019], ces estimations des propriétés physiques du régolithe se font généralement à partir de spectres infrarouge synthétiques et modélisés, rarement à partir d'un matériau de laboratoire analogue.

Ainsi, le lien n'est pas toujours évident entre les propriétés de ces matériaux granulaires et leur analyse depuis l'orbite, mais il est possible (et nécessaire) d'utiliser ces mêmes techniques d'analyse des surfaces planétaires embarquées sur les sondes spatiales pour étudier des matériaux disponibles sur Terre, en laboratoire, nos analogues aux régolithes glacés. Ainsi, il est possible de caractériser la réponse de ces matériaux analogues aux méthodes d'analyse classiquement utilisées pour l'exploration planétaire, afin de les comparer avec les véritables données issues des sondes spatiales. Sachant que nous analysons et contrôlons les propriétés physiques, rhéologiques et macroscopiques de ces échantillons granulaires, il est par exemple possible de déduire l'effet de ces paramètres sur la réponse spectrale infrarouge, ainsi que sur la morphologie des surfaces planétaires (glissements de terrain, écoulements, topographie, etc.). Une étude détaillée des structures de surface pourrait ainsi permettre de faire le lien avec les propriétés mécaniques du régolithe et aider dans la sélection de futurs sites d'atterrissage. Quantifier de tels effets peut ainsi permettre de déduire de nouvelles manières de caractériser l'état physique des surfaces planétaires granulaires à partir de techniques d'analyse pré-existantes, sans nécessairement avoir besoin d'échantillonner et de caractériser *in situ* cette même surface. Ce lien n'est cependant pas trivial, et nous fournirons dans ce chapitre quelques éléments expérimentaux afin de quantifier l'effet de certains paramètres, notamment sur l'étude en spectroscopie infrarouge d'analogues au régolithe glacé.

5.2 Mélanges solides glacés, comme analogues du régolithe de Cérès

Cette section présente les développements expérimentaux et les résultats obtenus lors d'une campagne de mesure à l'aide du dispositif du tambour tournant, sur les premiers mélanges réalisés entre la poudre de glace et un autre type de poudre, en l'occurrence des billes de verre. Cette campagne expérimentale a été menée dans le cadre du stage de M2 de Noé LE BECQ que j'ai co-encadré et qui, pour rappel, s'intitule *Rheology of mixed ice-sand powders in cold conditions - applications to dwarf planet Ceres*, et qui porte donc sur l'étude à la fois expérimentale et cartographique du régolithe de Cérès.

5.2.1 Objectifs

Comme explicité juste avant, cette campagne expérimentale s'inscrit dans le cadre plus global du stage de M2 de Noé, qui a eu lieu de Mars à Juillet 2023. Son objectif initial était l'étude de la rhéologie du régolithe de Cérès, avec dans un premier temps une étude des glissements de terrain visibles à la surface de la planète naine. Quelques éléments concernant ces glissements de terrain ont déjà été donnés en Chapitre 1, Section 1.2.3, et pointent l'importance de l'étude de la morphologie de ces structures particulières pour déduire des informations sur la composition et le comportement mécanique du régolithe. Ainsi, Noé a réalisé une cartographie de ces dépôts à la surface de Cérès, ainsi qu'une étude morphologique afin d'extraire notamment l'angle de repos de ces écoulements granulaires.

Pour compléter cette première étude, nous avons voulu déterminer les propriétés mécaniques du régolithe en utilisant un analogue constitué d'un mélange de poudres de glace et de verre. Ainsi, sachant que nous disposons de l'outil qu'est le tambour tournant, l'objectif était de pouvoir caractériser ces analogues à basse température par cette méthode, afin de pouvoir éventuellement corrélérer les données obtenues par cartographie et celles obtenues expérimentalement. Cela constitue une première approche pour tenter de faire le lien entre les propriétés mécaniques déduites des expériences, et les données acquises depuis l'orbite par les sondes spatiales.

Il existe des incertitudes relativement élevées concernant la composition exacte du régolithe de Cérès, surtout en termes de proportions des différents constituants d'un tel matériau granulaire. Ainsi, l'un des objectifs de cette étude était également de confirmer ou non notre capacité à produire des mélanges de poudres avec des proportions de chaque matériau qui soient contrôlées et relativement précises, tout en étant facilement reproductibles. À partir de ces mélanges, nous avons pu mener une campagne d'acquisition en tambour tournant à très basse température, afin de quantifier à la fois l'effet d'un contaminant ajouté à la poudre de glace (qui constitue ainsi notre matériau de référence dont le comportement est connu, grâce aux résultats présentés précédemment en Chapitre 3), mais aussi l'effet de la proportion de glace au sein du mélange, dans les gammes de proportions estimées pour Cérès. Les résultats concernant les mélanges que nous avons synthétisés, la caractérisation des proportions de chaque membre de ce mélange, ainsi que les mesures réalisées grâce au tambour tournant, sont présentés dans cette section.

5.2.2 Préparation de poudres de glace et de verre

Pour réaliser les mélanges précédemment évoqués, nous avons besoin d'importantes quantités de poudre de glace. Pour cela, nous avons utilisé le protocole SPIPA-B (décrit en Section 2.1.2), qui permet de synthétiser la poudre de glace nécessaire à la production de tels mélanges, en des délais très raisonnables (plusieurs centaines de grammes par heure). Pour rappel, ce dispositif de synthèse permet de fabriquer des particules sphériques avec une distribution granulométrique médiane de 134,3 μm (voir Section 2.2.2).

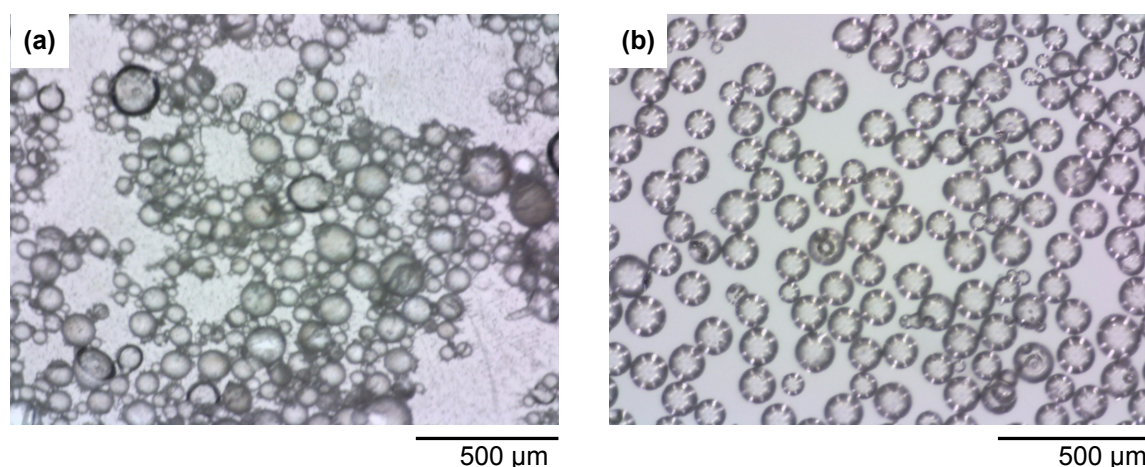


FIGURE 5.1 – Comparaison microscopique de (a) notre échantillon SPIPA-B avec (b) l'échantillon Verre B.

Comme mentionné précédemment, afin de produire des analogues au régolithe de Cérès, nous devons mélanger cette glace granulaire avec une fraction non glacée représentant la partie rocheuse du régolithe. De nombreuses options s'offraient alors à nous, du sable de Fontainebleau à l'olivine broyée en passant par des billes de verre, mais en considérant que cette étude était la première que nous réalisions, nous avons opté pour la solution la plus simple. En effet, si le sable de Fontainebleau et l'olivine semblaient plus réalistes en termes de composition de surfaces planétaires, leurs propriétés morphologiques les rendaient difficilement comparables avec nos grains de glace. Les grains d'olivine, de par le processus de broyage à leur origine, sont très anguleux et irréguliers, leur forme est donc éloignée de nos particules glacées. Le sable de Fontainebleau, quant à lui, est composé de grains pratiquement sphériques, mais bien plus gros que ceux composant nos poudres de glace. Ainsi, les billes de verre semblaient être la seule option viable pour cette première étude, de par leur forme parfaitement sphérique. De plus, comme indiquée dans la Section 2.2.2, nous possédons un échantillon de poudre de verre qui exhibe une distribution granulométrique proche de celle que nous avons déterminée pour l'échantillon SPIPA-B, il s'agit de l'échantillon Verre B, dont les grains ont une distribution granulométrique médiane de 122,0 μm . L'objectif est ainsi de tester l'influence de la composition des poudres tout en gardant des échantillons dont la granulométrie est proche, et la forme des grains similaires. En réalité, les grains silicatés des régolithes ont des formes plus complexes et variées, comme l'ont montré les échantillons de régolithe lunaire, mais avant d'effectuer des mesures avec des mélanges complexes plus réalistes, il est pertinent de réaliser des essais sur des mélanges modèles qui

permettent d'identifier les processus physiques à l'œuvre et de les comparer quantitativement avec des simulations numériques. La Figure 5.1 montre une comparaison de ces deux poudres, grâce aux images prises en microscopie optique qui ont déjà été séparément présentées. Les particules de l'échantillon Verre B sont évidemment bien plus régulières et leur taille est moins variable, mais les deux échantillons sont clairement comparables.

Afin de bien comprendre les effets d'un tel mélange sur les propriétés mécaniques et la rhéologie de notre matériau global, nous avons réalisé plusieurs compositions à différentes concentrations volumiques en glace. Certains mélanges sont plus proches des fractions déduites à la surface de Cérès (estimée entre 3 et 40 % de glace) afin de se rapprocher au mieux du cas d'étude, mais d'autres concentrations sont plus élevées afin d'étudier une gamme aussi large que possible. Les mélanges réalisés sont répertoriés dans le Tableau 5.1. À noter ici que les proportions volumiques sont calculées après réalisation des expériences, car même si le protocole utilisé essaie de limiter les pertes de matériaux, ces dernières existent toujours. Or, afin de caractériser la proportion de glace, nous réchauffons notre échantillon dans une étuve à 60 °C pour éliminer la fraction aqueuse et ne garder que les billes de verre, dont nous pouvons mesurer la quantité. Ainsi, connaissant la quantité totale initiale d'échantillon et la quantité de poudre de verre résiduelle, nous pouvons quantifier avec précision la proportion initiale de glace, mais cette opération, de par son caractère complètement destructif, ne peut être réalisée qu'après les caractérisations mécaniques en tambour tournant.

TABLE 5.1 – Tableau récapitulatif des mélanges solides effectués dans le cadre du stage de Noé LE BECQ. Les lignes en gras correspondent aux échantillons analysés en tambour tournant.

Échantillon	Prop. massique visée	Prop. massique mesurée	Prop. volumique correspondante
	Glace(%)/Verre(%)	Glace(%)/Verre(%)	Glace(%)/Verre(%)
Verre B	0/100	0/100	0/100
SPIPA-B	100/0	100/0	100/0
Mel. 1	50/50	58,9/41,1	80,6/19,4
Mel. 2	30/70	28,5/71,5	53,5/46,5
Mel. 3	70/30	71,2/28,8	87,7/12,3
Mel. 4	16/84	13,1/86,9	30,4/69,6
Mel. 5	12/88	11,3/88,7	26,9/73,1
Mel. 6	6/94	4,4/95,6	11,7/88,3

Pour des raisons pratiques, seuls les échantillons de Verre B, SPIPA-B, Mel. 1, Mel. 2 et Mel. 5 ont été analysés dans le tambour tournant. En effet, une panne du système de refroidissement de la chambre froide au début du mois de Juillet 2023, dans laquelle sont réalisées ces analyses, nous a obligés à stopper prématurément les mesures en tambour tournant, et donc à sacrifier certains échantillons contre notre volonté. Nous avons tout de même pu analyser les proportions de glace sans réaliser les mesures dynamiques, ce qui nous a permis de vérifier que le protocole de mélange est relativement fiable et reproductible. Seul l'échantillon Mel. 1 montre des proportions massiques très différentes de celles qui étaient visées, mais cela est dû à une évaporation soudaine d'azote liquide lors de l'introduction (trop brutale)

5.2. MÉLANGES SOLIDES GLACÉS, COMME ANALOGUES DU RÉGOLITHE DE CÉRÈS

de la poudre de verre dans le mélange, qui a éjecté une partie de cette fraction non glacée, ainsi perdue lors du mélange. Les mesures réalisées sur les échantillons SPIPA-B et Verre B sont les mêmes que celles présentées en Chapitre 3, elles ne sont rappelées ici qu'à des fins de comparaison, pour les mettre en face du comportement des mélanges que nous avons pu analyser.

5.2.3 Résultats préliminaires

La campagne expérimentale en tambour tournant que nous avons menée sur les échantillons de mélange glace-roche est similaire à celles déjà menées pour les poudres de glace pures ou les poudres de références, présentées en Chapitre 3. L'idée derrière cette campagne est d'étudier l'effet d'un contaminant solide dans la poudre de glace sur les écoulements de cette dernière, et d'essayer de relier ces comportements à des écoulements réels observés et quantifiés (même si la simplicité de nos analogues reste à considérer pour une telle comparaison). Nous avons ainsi analysé les angles moyens de la surface d'écoulement de nos divers matériaux, et leur variation autour de cette valeur moyenne, de la même manière que cela a été présenté en Section 2.3.5. Les résultats pour les pôles purs, à savoir la poudre de verre et la poudre de glace SPIPA-B, ont déjà été mentionnés précédemment, mais ils seront rappelés ici.

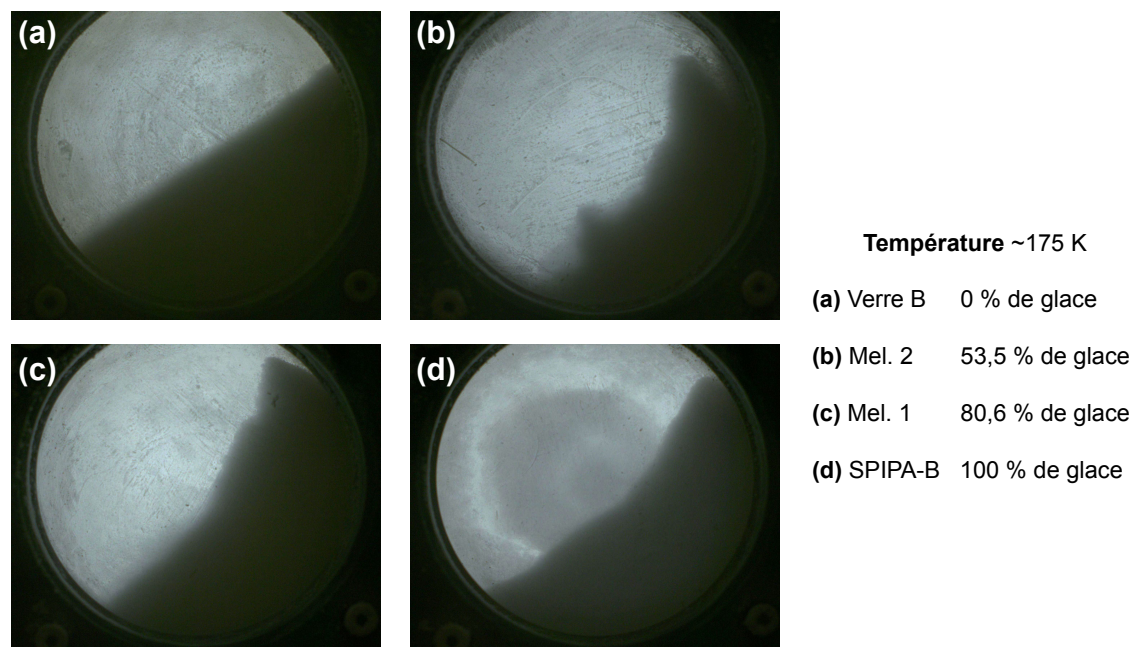


FIGURE 5.2 – Comparaison des comportements d'écoulement au sein du tambour tournant pour quatre échantillons présentant des concentrations en glace différentes, à savoir un échantillon de verre pur Verre B (a), un échantillon à 53,5 % de glace (b), 80,6 % de glace (c), et un échantillon de poudre de glace pure SPIPA-B (d). Les images ont été tirées d'expériences réalisées à environ 175 K, à une vitesse de rotation et une durée d'expérience similaires.

Les résultats de cette campagne ont montré plusieurs comportements inattendus de la poudre en écoulement au sein du tambour. D'un point de vue purement observationnel, premièrement, nous avons constaté les comportements relativement classiques pour nos deux pôles purs. La poudre de verre ne montre aucun comportement cohésif, même à très basse température, et s'écoule de manière extrêmement fluide, avec une surface lisse, plane, et très peu de variations d'angles d'écoulement. La poudre de glace pure, elle, de par la taille de ses grains proche de l'échantillon PG-B, montre un comportement similaire aux autres échantillons glacés, avec un écoulement par avalanches successives, l'apparition de discontinuités de pente, et une surface très rugueuse et irrégulière. Les angles d'écoulement semblent également toujours plus élevés que la poudre de verre, ce qui n'est pas surprenant au regard du caractère cohésif de cet échantillon.

Les résultats les plus surprenants sont cependant visibles pour les mélanges de glace et de verre présentés précédemment. En effet, là où nous attendions un comportement intermédiaire entre les deux pôles purs considérés, nous obtenons des écoulements radicalement différents. Ces échantillons, malgré une proportion fatalement plus faible de glace que l'échantillon SPIPA-B et l'ajout d'un matériau non cohésif, semblent montrer une cohésion beaucoup plus élevée qu'attendue. Ces mélanges forment, même à très basse température, des agrégats clairement distinguables, des écoulements sous formes d'avalanches de blocs conséquents, et une capacité d'écoulement qui semble encore plus faible que la poudre de glace pure, affichant même des angles plus élevés que cette dernière. Ces différences sont visibles sur la Figure 5.2, qui montre une comparaison entre quatre échantillons à différentes concentrations volumiques en glace, à une température d'environ 175 K, une même vitesse de rotation, ainsi qu'une même durée de rotation.

De manière plus détaillée, l'analyse précise de l'angle moyen de la surface d'écoulement ainsi que de ses variations autour de cette moyenne, en fonction de la température, montre toujours ces comportements particuliers et inattendus qui semblent difficilement prédictibles au premier abord. La Figure 5.3 explicite ces analyses, en représentant l'évolution de l'angle moyen et de son écart-type en fonction de la température pour tous les échantillons analysés. Cette figure montre dans un premier temps que nous retrouvons les comportements attendus pour nos deux pôles purs, comme déjà explicité dans le Chapitre 3, avec un angle faible et constant pour la poudre de verre non cohésive, ainsi que de très faibles variations de la surface d'écoulement, et ce peu importe la température. Pour la poudre de glace pure, la même tendance à l'augmentation de l'angle moyen avec la température que pour les autres échantillons glacés est visible aussi, tout comme une augmentation significative de l'écart-type, ce qui signifie que la cohésion de l'échantillon augmente avec la température.

En revanche, pour les autres échantillons correspondant aux mélanges, les tendances précédemment observées semblent être très différentes, avec un comportement relativement atypique. En effet, même à des concentrations relativement faibles de glace dans le mélange, les angles semblent fortement augmenter par rapport à la poudre de verre seule, mais également par rapport à la poudre de glace aux températures les plus basses. Ces comportements inattendus sont plutôt visibles à basse température, en-dessous d'environ 130 K, au-dessus de cette température les comportements observés semblent cohérents avec nos précédents résultats. Ainsi, à basse température un mélange de billes de verre et de particules de glace apparaît plus cohésif que la poudre de glace pure. Pour des concentrations faibles de glace, de l'ordre de 27 % en volume, la tendance observée sur l'échantillon SPIPA-B semble être

5.2. MÉLANGES SOLIDES GLACÉS, COMME ANALOGUES DU RÉGOLITHE DE CÉRÈS

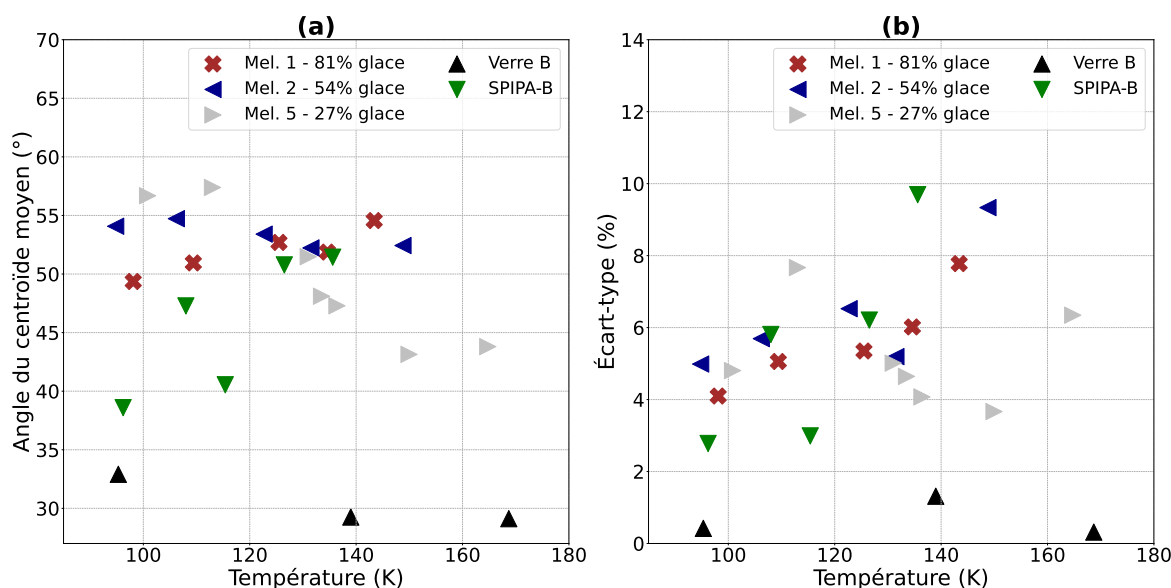


FIGURE 5.3 – Évolution de l'angle moyen de la surface d'écoulement (a) et de l'écart-type associé (b) en fonction de la température pour les pôles purs et les mélanges de poudre de glace et de billes de verre étudiés au cours de cette campagne expérimentale en tambour tournant.

totalément inversée, avec un angle qui diminue fortement avec la température, tandis que l'écart-type, lui, semble évoluer de manière assez anarchique. Augmenter la concentration en glace semble effacer totalement cette tendance, et à une concentration de 53,5 % de glace nous semblons retrouver la même constance de l'angle avec la température que pour les billes de verre seules, à des angles bien plus élevés cependant, ce qui signifierait que la cohésion de cet échantillon serait constante avec la température, mais à un niveau plus élevé que les billes de verre pures. En réalité, le comportement de cet échantillon se rapproche de celui de la poudre de calcaire très cohésive, et ce malgré la présence d'une fraction importante de glace. À noter cependant que cette constance n'est plus visible au regard de l'évolution de l'écart-type, qui semble augmenter avec la température mais avec une pente plus faible que la poudre de glace pure, signe que la cohésion doit très certainement tout de même augmenter légèrement, suffisamment peu cependant pour que l'angle n'en soit pas significativement affecté.

Lorsque cette quantité de glace augmente encore, jusqu'à 80,6 %, le comportement change à nouveau, et nous retrouvons cette même tendance à l'augmentation des angles et de l'écart-type avec la température que nous observons pour la glace pure, signe que le comportement l'échantillon commence, à ce moment-là, par être dominé par la fraction glacée. Cette augmentation de l'angle d'écoulement avec la température est cependant moins rapide que pour les échantillons purs, et à très basse température les mélanges présentent toujours des angles plus élevés que les pôles purs, ce qui signifierait que la cohésion est toujours plus importante pour ces échantillons.

5.2.4 Interprétations et futures mesures

Ces comportements particuliers des mélanges restent assez obscurs et difficiles à comprendre pour le moment, car il ne s'agit que de premières mesures qui doivent encore être confirmées ou infirmées. Il est possible que la glace et le verre interagissent de manière assez particulière, avec une adhésion inhabituellement forte entre ces deux matériaux qui change drastiquement les propriétés d'un mélange réalisé avec ces deux membres, même si cet effet devrait être présent seulement à basse température (voir Figure 5.3). En effet, nous avons déjà observé, au cours de notre développement expérimental du tambour tournant, une adhésion particulièrement forte de nos échantillons de poudre de glace aux vitres du tambour, initialement en verre, ce qui nous avait orienté vers un changement de ces dernières pour un matériau moins adhésif, du polycarbonate. Certaines études, comme celle de [Makkonen \[2012\]](#), suggèrent effectivement une adhésion relativement forte entre ces deux matériaux, ce qui pourrait être à l'origine des comportements inattendus observés dans nos expériences avec des mélanges de poudre de glace et de poudre de verre.

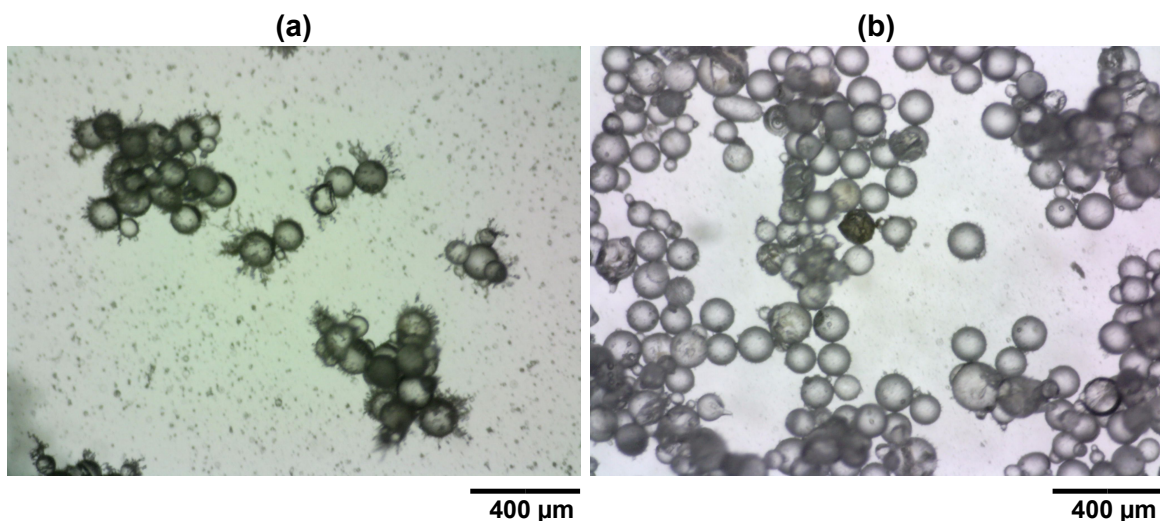


FIGURE 5.4 – Comparaison microscopique de l'apparence des grains au sein d'un mélange glace-verre (Mel. 2) avant (a) et après (b) passage en tambour tournant. L'image acquise avant passage en tambour tournant est issue d'une fraction de l'échantillon qui n'a pas été utilisée par la suite pour la mesure en tambour, la présence de givre visible sur les grains (et due à une observation en chambre froide relativement longue) n'impacte donc pas les mesures en tambour tournant.

Une autre possibilité, suggérée par Antonio POL, chercheur en post-doctorat au laboratoire GPEM, serait un effet de broyage de la glace par les grains de verre, ce qui aurait pour effet de diminuer la taille des grains de glace. Comme nous l'avons vu lors de la description des résultats (voir Section 3.2.2), mais aussi lors de la description des forces adhésives (voir Section 1.1.2), les plus petits grains étant plus sensibles à la cohésion, il serait possible qu'une diminution de la taille des grains par broyage augmente artificiellement la cohésion apparente du mélange. Cette propriété pourrait être vérifiée à partir d'images de nos grains en microscopie prises avant et après une expérience en tambour tournant pour constater ou

5.2. MÉLANGES SOLIDES GLACÉS, COMME ANALOGUES DU RÉGOLITHE DE CÉRÈS

non un phénomène de broyage incontrôlé. La Figure 5.4 montre une telle comparaison, sur l'échantillon Mel. 2 qui contient environ 70 % en masse de grains de verre. Ces images mettent en évidence plusieurs choses, d'une part la difficulté de distinguer les grains de glace et de verre avec la seule utilisation de la microscopie, et d'autre part le caractère inchangé de nos grains avant ou après passage en tambour tournant, signe que le phénomène de broyage n'a certainement pas lieu dans nos échantillons.

À la lumière de ces premières constatations, cependant, il apparaît que l'effet de la glace dans un matériau granulaire semble suivre un schéma plus complexe qu'une augmentation linéaire de la cohésion avec le contenu en glace. Cela rend difficile l'interprétation des glissements de terrain, qui ne peuvent ainsi être directement reliés avec le contenu en glace du régolithe. Il semble toutefois exister un seuil de concentration en glace, situé entre 53,5 et 80,6 % de glace, à partir de laquelle le comportement global du matériau est dominé par la présence de la glace, et la cohésion augmente avec la température. Plus cette concentration est élevée, plus la pente de cette augmentation semble être raide.

Il faut cependant remettre ces mesures dans leur contexte. Les mélanges que nous avons effectués ont été fait avec la poudre de Verre B, qui présente une morphologie de grains (très sphériques) et une composition qui ne sont certainement pas représentatives du régolithe de Cérès, mais qui nous permettaient de mélanger deux matériaux qui se ressemblent, au moins au niveau de la géométrie de leurs grains. Il est très probable que le comportement observé dans nos expériences diffère fortement de celui d'un régolithe réel, où les tailles et les formes des grains seront beaucoup plus hétérogènes, mais cette étude constitue néanmoins un point de départ crucial pour l'étude de matériaux granulaires complexes et des interactions entre des particules aux propriétés radicalement différentes.

Il est possible de réaliser un exercice simple pour tenter de comprendre, au moins intuitivement, l'effet observé à basse température sur nos échantillons de mélange de glace et de verre. Pour cela, nous pouvons considérer en première approximation que la cohésion apparente globale de notre mélange est une combinaison de la cohésion de nos deux matériaux en présence. Cette approximation, si elle est loin d'être correcte, nous permet de comprendre « avec les mains » ce qui se passe potentiellement dans un tel mélange. Nous pourrions ainsi développer l'expression suivante :

$$\gamma_{glob} = \gamma_{GG}Z_{GG} + \gamma_{VV}Z_{VV} + \gamma_{GV}Z_{GV}, \quad (5.1)$$

avec γ_{glob} la cohésion apparente théorique globale, γ_{GG} l'énergie de surface entre deux grains de glace en contact, γ_{VV} l'énergie de surface entre deux particules de verre en contact, γ_{GV} l'énergie de surface entre un grain de glace et un grain de verre en contact. Les grandeurs Z_{GG} , Z_{VV} et Z_{GV} représentent respectivement le nombre de contacts entre des grains de glace uniquement, des grains de verre uniquement, et entre des grains de glace et des grains de verre. Cela signifierait effectivement que plus le nombre de contacts est élevé, plus la cohésion globale est importante. Si nous considérons que l'énergie de surface entre deux grains de verre γ_{VV} est négligeable devant les autres énergies de surface, nous pouvons alors écrire :

$$\gamma_{glob} \approx \gamma_{GG}Z_{GG} + \gamma_{GV}Z_{GV}. \quad (5.2)$$

Si nous considérons que γ_{GV} augmente lorsque la température diminue (pour une raison encore inconnue que nous ne pouvons pas fournir ici), alors nous obtenons le phénomène

suivant :

- Lorsque la température diminue, γ_{GG} diminue (d'après les résultats décrits en Section 3.3), mais γ_{GV} augmenterait. Ces deux effets se contrebalanceraient, et la cohésion globale du matériau resterait relativement élevée.
- Lorsque la température augmente, c'est l'inverse qui se produit, γ_{GG} augmente, mais γ_{GV} diminuerait, ce qui permettrait encore une fois aux deux phénomènes de se contrebalancer.

De plus, il est assez simple de voir que la proportion de glace dans le mélange va avoir un effet très important sur le nombre de contacts impliqué dans l'estimation de l'énergie de surface globale du matériau. En effet, plus la proportion de glace est élevée, et plus le nombre de contacts entre les grains de glace Z_{GG} va être important. En revanche, cette relation n'est pas aussi triviale au regard du nombre de contacts entre les grains de glace et les grains de verre, Z_{GV} . Pour de faibles concentrations de glace, il existe peu de contacts car peu de grains de glace. Ce nombre de contacts augmente ensuite avec la concentration de glace, mais pour des concentrations trop importantes les grains de glace sont trop nombreux, et le nombre de contacts avec les grains de verre finit par diminuer à nouveau, jusqu'à logiquement atteindre $Z_{GV} = 0$ pour un échantillon de glace pure. Ainsi, cette relation entre la concentration en glace et ce nombre de contacts Z_{GV} n'est pas linéaire, et il existe une concentration pour laquelle le nombre de contacts entre la glace et le verre est maximal, ce qui devrait amener, d'après notre approximation simple en Équation 5.2, à un maximum de cohésion pour nos mélanges glace-verre. Malheureusement, suite à une panne de la chambre froide dans laquelle nous menons nos expériences en tambour tournant, nous n'avons pas pu explorer un grand nombre de mélanges grâce à ce dispositif, avec différentes concentrations en glace, ce qui nous a empêchés de déterminer cet éventuel maximum de cohésion, ou même de confirmer que les comportements que nous avons observés pour les premiers mélanges étaient reproductibles, à l'aide d'une répétition des mesures.

Pour confirmer définitivement cette tendance observée dans les mélanges glace-verre, cependant, la répétition de ces mesures est ainsi nécessaire, tout comme la complétion par la mesure de l'ensemble de nos échantillons, dans une large gamme de concentrations. En effet, pour le moment les mesures qui ont été présentées au cours de cette section n'ont été réalisées qu'une seule fois, et le comportement des matériaux étant potentiellement soumis à de fortes variabilités d'une mesure à l'autre, il est nécessaire d'obtenir un nombre bien plus important de points de mesure afin d'obtenir un comportement moyen pour chaque concentration en glace de ces mélanges. Ces répétitions cependant, pour les raisons évoquées précédemment concernant les interactions entre la glace et le verre, permettront de confirmer ou non les comportements pour les mélanges de ces deux pôles uniquement. Afin de vérifier que les résultats que nous avons obtenus sont propres ou non à ce type de mélange en particulier, il est nécessaire de réaliser des mélanges avec d'autres types de matériaux à la place du verre, comme des grains d'olivine, de roches comme le basalte, le calcaire, des grains de sel ou même des grains de matière organique, mais il faudra veiller dans ce cas à pouvoir comparer les grains que nous mélangeons. Idéalement, cela signifie qu'il est souhaitable d'avoir une situation identique à celle que nous avons pour la glace et le verre, à savoir des grains dont la géométrie se ressemble, afin de pouvoir uniquement observer l'effet de la composition de ces mélanges. Sachant que nous pouvons disposer d'une population de grains de glace broyés, il sera tout de même possible de réaliser des mélanges glacés à partir de grains anguleux.

5.3 La glace salée

Cette section présente les aspects expérimentaux développés dans le cadre de la caractérisation spectroscopique d'échantillons de poudre de glace salée, compte tenu de la présence marquée de ce contaminant à la surface de beaucoup d'objets glacés, notamment Europe et Encelade. Des précisions seront fournies sur la préparation des solutions et la synthèse de la glace en elle-même, les méthodes utilisées pour caractériser ces matériaux et le cadre dans lequel elles s'inscrivent, ainsi que les quelques résultats obtenus.

5.3.1 Motivations et objectifs

Comme cela a été précédemment mentionné, le sel fait partie des principaux constituants à la surface des lunes de glace, et son lien avec l'océan interne de ces objets est très fortement suspecté. La présence de sel à la surface est effectivement compatible avec la détection d'une couche conductrice à faible profondeur sur la plupart des lunes de glace, qui interagit avec l'intense champ magnétique des planètes géantes dans lequel elles sont plongées. De par les interactions magnétiques observées, il a été déduit que cette couche conductrice correspondait certainement à un océan liquide, dont la composition est riche en sel afin d'expliquer sa conductivité. Ainsi, la détection de sel à la surface des lunes de glace est potentiellement liée au dépôt d'un matériau venu de l'océan sous-glaciaire, ce qui signifie que cette espèce correspond possiblement à des zones de dépôts préférentielles, qui constituent donc un échantillonnage direct de l'environnement interne de ces lunes. Le sel peut donc être associé au fort intérêt exobiologique que présentent ces lunes, puisque si l'océan interne abrite des formes de vie, leur signature sera préférentiellement détectée dans le matériel directement issu de cet océan.

Le sel, de par ses propriétés chimiques particulières, peut également changer les propriétés du milieu dans lequel il est dissous, notamment dans le cas de l'eau. Il est par exemple connu que la température de solidification de l'eau salée est plus basse que celle de l'eau pure, par exemple pour un fluide semblable à l'eau de mer terrestre, à pression terrestre également, avec une concentration moyenne en sel de 35 g.l^{-1} , la température de solidification se trouve aux alentours $-2 \text{ }^\circ\text{C}$, contre $0 \text{ }^\circ\text{C}$ pour l'eau douce. Cette température est d'autant plus basse que la concentration en sel est élevée, ce qui peut permettre de maintenir des solutions à l'état liquide même dans des conditions relativement froides. De plus, la présence de sel dissous change également les propriétés de densité du liquide, ce qui peut créer d'éventuels gradients et amener à l'initiation de processus de convection, comme nous en avons l'exemple sur Terre avec les circulations océaniques. Dans les cas les plus extrêmes, avec des concentrations très élevées en sel, supérieures à celle de l'eau de mer terrestre, le terme de saumure est employé pour désigner les liquides riches en sel. Le cas le plus extrême correspond au cas de la saturation d'une solution, qui est si concentrée en sel que ce dernier ne peut plus se dissoudre dans la solution.

De par le fort intérêt que représentent ces matériaux et ces solutions salées pour la surface des lunes de glace et les éventuels changements de propriétés mécaniques du régolithe que leur présence peut impliquer, nous avons donc décidé de nous tourner vers la problématique de leur étude. L'objectif était d'étudier la production de poudres de glace synthétisées à

partir de solutions liquides très concentrées en sel, pour déterminer si une telle synthèse était effectivement possible. En effet, sur Terre lors de la formation de glace à partir d'une solution salée, le sel est expulsé de la glace en formation, ce qui signifie notamment que la banquise est constituée de glace d'eau douce malgré une formation à partir d'eau de mer. Ce processus de solidification sur Terre est cependant relativement lent, ce qui signifie que le sel a le temps de migrer et d'être expulsé. Dans le cas de nos protocoles de synthèse (voir Section 2.1.2), nous utilisons de l'azote liquide pour la production de nos grains (à l'exception d'une synthèse par broyage), ce qui conduit à un refroidissement très rapide et brutal du liquide, une trempe que nous espérons suffisamment rapide pour piéger du sel à l'intérieur de nos grains. Ainsi, le premier objectif essentiel est de pouvoir assurer que nous parvenons bel et bien à synthétiser un matériau glacé salé. Idéalement, une vérification précise de la localisation du sel éventuellement incorporé est nécessaire, mais comme cela sera explicité en Section 5.3.4, cette vérification est loin d'être triviale.

Un second objectif consiste à analyser nos poudres de glace formées à partir de solutions salées, dans un premier temps à l'aide de méthodes empruntées à l'exploration spatiale, et notamment la spectroscopie infrarouge (voir Chapitre 2, Section 2.2.3 pour plus de détails). En effet, à l'exception de *Cassini* qui a pu directement échantillonner les grains de glace à travers les panaches d'Encelade, la composition de surface des lunes de glace n'est connue que par le biais de ces analyses. Par la synthèse en laboratoire d'analogues au régolithe glacé salé, il sera possible de réaliser les mêmes acquisitions, afin de comparer les spectres infrarouges obtenus sur des poudres de laboratoire avec ceux obtenus par les observations directes des surfaces des lunes de glace. Une autre partie de cette campagne de spectroscopie infrarouge consiste également à comparer des spectres de glace d'eau pure à ceux de glace d'eau salée. Cela permettra, d'une part, de contrôler de quelle manière le sel a été incorporé dans notre matériau poudreux, mais également d'analyser l'effet de ce dernier sur la réponse spectrale infrarouge d'un tel matériau, ce qui sera utile pour mieux interpréter les signatures des surfaces planétaires glacées riches en sel. Cette campagne a été menée dans le cadre du stage de M2 de Florian PICOT que j'ai co-encadré, et qui portait sur l'analyse en spectroscopie infrarouge de la glace d'eau pure (*Infrared signatures of ice powders : an experimental approach for applications to Enceladus and Europa*). Les synthèses de poudres de glace salées, tout comme leur analyse spectrale, ont été effectuées dans le cadre d'une collaboration avec Shuya TAN, du *Earth Life Science Institute (ELSI)*, en visite au LPG d'Octobre à Novembre 2022.

Enfin, idéalement ces mesures en spectroscopie infrarouge auraient dû être complétées par une campagne expérimentale en tambour tournant, afin de caractériser le comportement d'écoulement d'une poudre de glace salée, ainsi que ses propriétés de cohésion. L'objectif était de pouvoir relier ces propriétés d'écoulements à une signature spectrale possiblement détectable depuis l'orbite lors des missions spatiales, ce qui permettrait l'identification de sites éventuellement à risques pour des atterrissages ou des échantillonnages (pentes peu stables, matériau peu résistant à la compression, à cause de la cohésion). Malheureusement, par manque de temps cette campagne de caractérisation mécanique n'a pas encore pu aboutir. Aussi, seuls les résultats d'analyse spectrale seront présentés dans cette section.

5.3.2 Préparation de poudres de glace salée

Afin de mener à bien cette campagne d'analyse spectrale décrite précédemment, nous avons synthétisé plusieurs échantillons aux propriétés physiques et chimiques différentes, afin de quantifier l'effet de chacune de ces propriétés sur la réponse spectrale infrarouge de ces matériaux poudreux. Dans un premier temps, dans le cadre des analyses menées sur la glace d'eau pure, nous avons analysé l'ensemble de nos échantillons synthétisés par la méthode de pulvérisation (voir Chapitre 2, Section 2.1.2), à savoir les échantillons PG-A, PG-B et PG-C. Ces trois types de poudres présentent des grains aux morphologies similaires, ils sont sphériques et relativement réguliers, mais possèdent des distributions granulométriques différentes (voir Section 2.2.2, Tableau 2.1). Ainsi, à partir de ces échantillons il nous sera possible d'étudier l'effet de la taille des particules en s'affranchissant de l'effet de leur forme. Ce dernier paramètre peut être étudié en comparant des poudres de glace formées par pulvérisation et par broyage, mais cette analyse n'a malheureusement pas pu être aboutie à cause de contaminations constatées dans nos échantillons de grains broyés, qui ont perturbé les spectres et nous ont obligés à éliminer ces résultats. La Figure 5.5 montre une illustration comparative en microscopie optique des trois échantillons de glace pure, observés par la suite en spectroscopie infrarouge. Ils ont tous été analysés dans une large gamme de température, entre 90 et 150 K (voire 200 K pour les échantillons PG-A et PG-C), afin de pouvoir quantifier à la fois l'effet de la taille des particules (en comparant les échantillons entre eux) mais également l'effet de la température sur la réponse spectrale de tels matériaux granulaires.

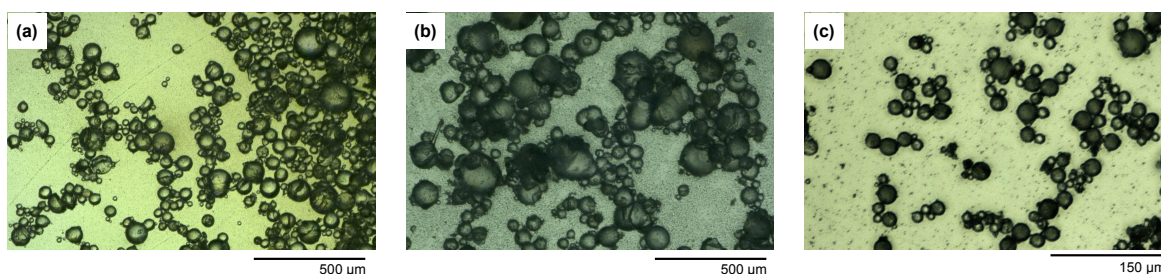


FIGURE 5.5 – Comparaison au microscope de la morphologie des différents échantillons de poudre de glace formés par pulvérisation, (a) PG-A ($d_{50} = 83,0 \mu\text{m}$), (b) PG-B ($d_{50} = 132,1 \mu\text{m}$) et (c) PG-C ($d_{50} = 24,7 \mu\text{m}$).

Dans un second temps, nous avons tenté de produire des poudres de glace à partir de solutions salées, dans l'espoir de pouvoir produire un matériau poudreux qui soit lui aussi salé. Cette synthèse passe par deux étapes cruciales, la première étant la préparation de ladite solution, dont le protocole est décrit en Section 2.1.1. L'objectif ici est de pouvoir produire des liquides avec un certain degré de saturation en sel NaCl, de manière reproductible pour pouvoir les utiliser dans nos expériences.

Nous avons ainsi préparé une solution d'eau ultra pure saturée en sel, ramenée à température ambiante et filtrée afin de s'assurer de bien avoir une situation de saturation. À partir de cette solution, nous avons réalisé une dilution afin d'obtenir un produit final à la moitié de la saturation, en prélevant 500 mL de la solution saturée puis en lui rajoutant le même volume d'eau ultra pure, afin de diminuer la saturation (toujours à température ambiante ici).

La concentration en sel de cette solution diluée a été estimée à 14,2 % en masse, soit 6,6 % en volume. Nous avons ensuite pu initier la procédure de synthèse de la poudre de glace en elle-même à partir de cette solution diluée de moitié.

Pour synthétiser des poudres à partir de ces solutions salées nous avons utilisé les buses de pulvérisation et les protocoles associés présentés en Section 2.1.2. Afin de limiter la contamination par le sel introduit lors de ces synthèses, nous avons dédoublé les lignes de circulation de liquide dans notre système de pulvérisation. Ainsi, pour les liquides non purs nous disposons d'un réservoir et de tubes séparés qui permettent d'opérer le système sans risquer de contaminer le reste des composants par des dépôts salés, qui pourraient se dissoudre lors de la circulation d'autres liquides. Les seuls éléments en commun lors de ces pulvérisations sont les buses en elles-mêmes, qui peuvent être démontées et nettoyées sans problème pour éliminer les éventuels dépôts involontaires. De plus, une simple pulvérisation à vide en faisant simplement circuler de l'eau pure sans objectif de synthèse d'échantillon peut suffire à dissoudre le sel déposé, et ainsi nettoyer le système complet telle une purge.

Afin d'avoir une base de comparaison, nous avons tenté de reproduire deux populations de poudres à partir de notre solution salée, une Poudre de Glace Salée B (PGS-B) formée à partir de la seconde buse de pulvérisation et en suivant les mêmes réglages de pression que pour la synthèse classique de l'échantillon PG-B, et une Poudre de Glace Salée C (PGS-C) formée à partir de la buse utilisant le principe de siphonnage. Ainsi, avec ces deux buses nous espérons pouvoir comparer les poudres PGS-B et C obtenues avec les poudres de glace pure PG-B et PG-C, qui présentent respectivement une taille médiane de grains à 132,1 μm et 24,7, soit les deux extrêmes en termes de populations granulométriques pour nos expériences, afin de nous assurer de véritablement obtenir au final des tailles de grains très différentes. Malheureusement à cause d'une panne sur le microscope numérique Keyence qui l'a rendu inutilisable sur la période de cette campagne expérimentale, nous n'avons pas pu vérifier la taille des grains de ces échantillons PGS-B et C, mais les quelques vérifications rapides réalisées avec le microscope numérique Dino-Lite ont montré des tailles de grains proches entre PGS-B et PG-B, tout comme entre PGS-C et PG-C. Cela signifie que nous disposons de deux échantillons de glace salée qui ont des distributions granulométriques bien distinctes, ce qui aidera à l'interprétation des résultats obtenus par la suite.

Une question importante se pose de plus lorsque nous synthétisons de tels échantillons, à savoir la localisation du sel dans notre poudre de glace. En effet, comme mentionné précédemment, lors de la solidification lente d'un liquide chargé en sel, ce dernier est expulsé en immense majorité du solide formé, et n'est donc que très peu incorporé à la structure cristalline. En revanche, lors d'une trempe comme nous la réalisons lors de nos pulvérisations, en injectant directement les gouttes de liquide dans l'azote liquide, la solidification est très rapide, et le sel est donc incorporé bien plus facilement aux grains. Il existe cependant une incertitude quant à la localisation de ce dernier, s'il est compris à l'intérieur des grains (intra-grains), s'il se place à la périphérie de ces derniers, ou entre les grains (inter-grains), voire tous ces phénomènes en même temps. Afin de vérifier ces éléments, nous avons initié une campagne d'analyse au Microscope Électronique à Balayage (MEB) au CHU de Nantes, qui possède une chambre environnementale permettant de réaliser des observations dans des conditions de température compatibles avec nos poudres de glace (on parle alors de cryo-MEB). Cet outil permettrait de cartographier avec précision, à de très hautes résolutions, la morphologie de nos grains individuels, l'état de leur surface, leur rugosité, mais aussi leur

composition fine. Cela permettrait à la fois de quantifier la morphologie de nos grains avec une précision bien plus élevée que la microscopie optique (ces analyses sont applicables également sur les poudres de glace pure), mais aussi de déterminer où se trouve le sel dans nos échantillons salés. Cette technique d'analyse paraît très prometteuse pour la caractérisation de nos échantillons, mais des développements supplémentaires sont nécessaires afin d'assurer le chargement correct de nos échantillons sous forme de poudre, qui s'est révélé relativement complexe.

Ainsi, ces échantillons de glace salée ont été uniquement utilisés dans le cadre d'une campagne d'analyse en spectroscopie infrarouge, et n'ont, par manque de temps, pas été caractérisés par un quelconque autre moyen. Les résultats de cette campagne sont disponibles en Section 5.3.3.

5.3.3 Résultats

5.3.3.1 Caractérisation spectrale de poudres de glace pure utilisées dans les essais mécaniques

Les spectres infrarouge obtenus sur les échantillons de glace pure ont été analysés avec les méthodes classiques de traitement de ce type de données, comme explicité par [Taffin et al. \[2012\]](#). Le spectre d'absorption infrarouge de la glace d'eau comporte plusieurs bandes d'absorption caractéristiques, qui correspondent à la diminution brutale du signal émis par l'instrument et réfléchi par l'échantillon, à certaines longueurs d'onde précises. La façon dont le matériau absorbe le rayonnement dépend des propriétés à la fois physiques et chimiques de ce dernier, ainsi étudier en détail ces zones du spectre peut donner accès à des propriétés physiques ou la composition des échantillons analysés.

Dans le cadre de la glace d'eau pure, quatre bandes caractéristiques sont indiquées pour l'étude des propriétés physiques du matériau, surtout si ce dernier est sous forme granulaire. Ainsi, [Taffin et al. \[2012\]](#), pour des travaux sur des poudres de glace synthétisées par broyage, s'intéressent aux bandes situées à 1,05 – 1,3 et 1,5 μm afin d'étudier l'effet de la température et de la taille des grains sur la morphologie de telles bandes. À ces bandes nous rajoutons l'absorption à 2,0 μm de par sa dépendance à la taille des grains mentionnée dans plusieurs études [[Taffin et al., 2012](#); [Stephan et al., 2021](#)], mais aussi un bombement caractéristique situé aux alentours de 3,6 – 3,7 μm qui a été étudié de par sa dépendance à la température du matériau mais aussi à la taille des grains [[Filacchione et al., 2016, 2019](#)]. Des spectres infrarouges expérimentaux, acquis sur nos différentes poudres de glace pure, sont rassemblés en Figure 5.6.

Si, à première vue, ces spectres paraissent très différents les uns des autres en termes d'intensité du signal infrarouge, ils exhibent tout de même grossièrement les mêmes caractéristiques, peu importe la température ou l'échantillon, et montrent bien toutes les signatures particulières de la glace d'eau. Pour pouvoir réellement comparer ces spectres entre eux, il est nécessaire d'appliquer un traitement particulier, car la forme des structures observées doit toujours être quantifiée relativement à un niveau moyen appelé *continuum*. Cela permet de corriger les effets de réflectance globale qui serait différente d'un échantillon à l'autre, et sans cela il serait impossible de les comparer entre eux pour observer l'effet de la taille

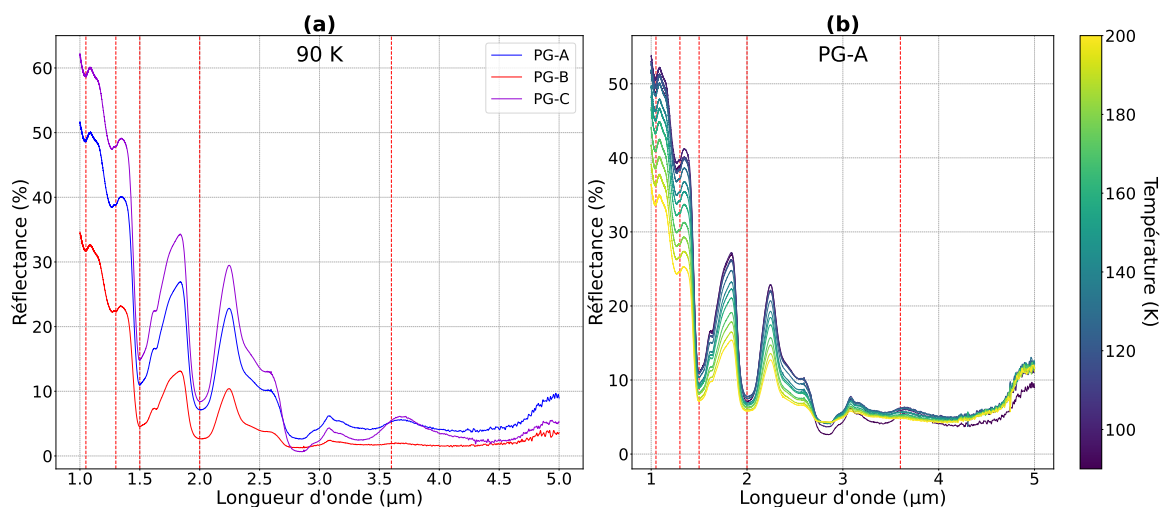


FIGURE 5.6 – Exemples de spectres infrarouges de nos échantillons de poudres de glace pure. (a) Spectres infrarouges de nos trois échantillons PG-A, PG-B et PG-C, à une température similaire de 90 K. (b) Ensemble de spectres infrarouges acquis sur un même échantillon (PG-A), pour une gamme de températures variant entre 90 et 200 K. Les positions des bandes d’absorption caractéristiques, ainsi que du pic de réflectance à 3, 6 μm , sont indiquées par des lignes en pointillés rouges verticales.

des grains ou de la température. Pour notre étude, la morphologie des bandes d’absorption est caractérisée par deux paramètres, la profondeur de bande et l’aire réduite de ces bandes (voir Figure 5.7, directement reprise de Taffin et al. [2012]). Les quatre bandes d’absorption précédemment évoquées seront étudiées à la lumière de ces deux grandeurs, tout comme le pic de réflectance à 3, 6 μm .

Les résultats acquis lors du stage de Florian ont montré que la profondeur de toutes ces bandes caractéristiques semblait peu voire pas influencée par la taille des particules considérées (20 – 100 μm). Ceci est en contradiction avec les résultats de Stephan et al. [2021] qui suggèrent que la profondeur de bande est un bon diagnostic pour évaluer la taille des grains. L’étude de Stephan et al. [2021] est basée sur des échantillons avec des tailles de grains beaucoup plus grosses, préparés pour la plupart par broyage, un seul échantillon présentant une granulométrie de l’ordre de 70 μm . Nos résultats montrent que les tendances observées par Stephan et al. [2021] ne peuvent pas être extrapolées à des populations de grains entre 10 et 100 μm . Les nombreuses études fournissant des cartes de tailles de grains à la surface des lunes de glace [Hansen et McCord, 2004; Jaumann et al., 2008; Taffin et al., 2012; Ligier et al., 2016, 2019; Stephan et al., 2020], doivent être considérées avec précaution car elles utilisent des dépendances en taille de grains mal contraintes pour des tailles inférieures à 100 μm . L’acquisition de données supplémentaires avec d’autres tailles de grains serait nécessaire pour mieux caractériser la dépendance en taille de grains dans cette gamme.

Les résultats acquis au cours du stage de Florian ont montré en revanche que la température semblait jouer un rôle pour les bandes à 1, 5 et 2, 0 μm , qui montrent une légère diminution de profondeur lorsque la température augmente, dans la gamme étudiée pour nos expériences. Une représentation de l’aire réduite des bandes d’absorption telle que proposée par Taffin et al. [2012] s’est avérée mieux mettre en évidence la dépendance à la taille des

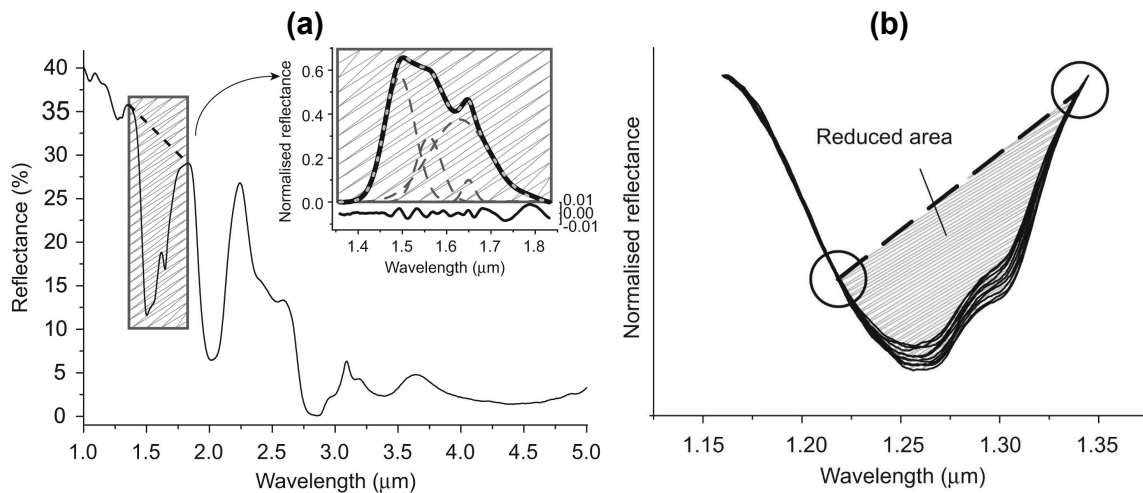


FIGURE 5.7 – Illustration de l’estimation de la profondeur de bande (a) et de l’aire réduite (b) sur un spectre infrarouge, reprise de [Taffin et al. \[2012\]](#). En (a), le spectre représenté est un spectre infrarouge typique de la glace d’eau, et l’analyse de la profondeur de bande consiste à normaliser la partie du spectre correspondante, et à représenter le signal par des gaussiennes qui possèdent une certaine profondeur. En (b), il s’agit d’un détail d’un ensemble de spectres acquis à différentes températures, qui illustre les points d’inflexion utilisés pour le calcul d’aire réduite, ainsi que la zone correspondant réellement à cette aire.

grains et à la température. Néanmoins, il reste difficile de tirer des conclusions claires sur la dépendance en taille des grains pour les bandes à 1,05, 1,3 et 1,5 μm. Pour les tailles de grains comprises entre 20 et 100 μm, l’aire sous le pic à 3,6 – 3,7 μm (Figure 5.8) s’est révélée être le meilleur diagnostic. Ce pic devient très plat au-delà de 100 μm, ce qui explique qu’il a été ignoré dans les études expérimentales précédentes se basant sur des échantillons à plus gros grains [[Taffin et al., 2012](#); [Stephan et al., 2021](#)]. Comme ce pic est également très sensible à la température, il est difficile de séparer l’effet de ce paramètre et de la taille des grains. Néanmoins, si la température de surface est bien contrainte, nous pouvons utiliser ce pic pour donner une assez bonne estimation de la gamme de tailles de grains. Pour des applications à Encelade, des acquisitions de spectres à plus basse température (60 – 70 K) seraient également nécessaires.

Ces résultats constituent des mesures préliminaires sur les échantillons de poudre de glace qui peuvent être utiles pour l’interprétation des données issues des sondes spatiales. Cependant, comme explicité précédemment, les poudres de glace pure restent des représentations relativement simplifiées des régolithes des lunes de glace, principalement pertinentes pour Encelade, d’où la nécessité de réaliser des mesures sur des échantillons de glace salée.

5.3.3.2 Résultats préliminaires sur des poudres de glace salée

Ainsi, pour faire suite aux premières analyses en spectroscopie infrarouge de nos échantillons de glace pure, nous avons lancé une autre campagne d’analyse spectrale des échantillons de glace salée PGS-B et PGS-C (décrits précédemment en Section 5.3.2), dirigée par

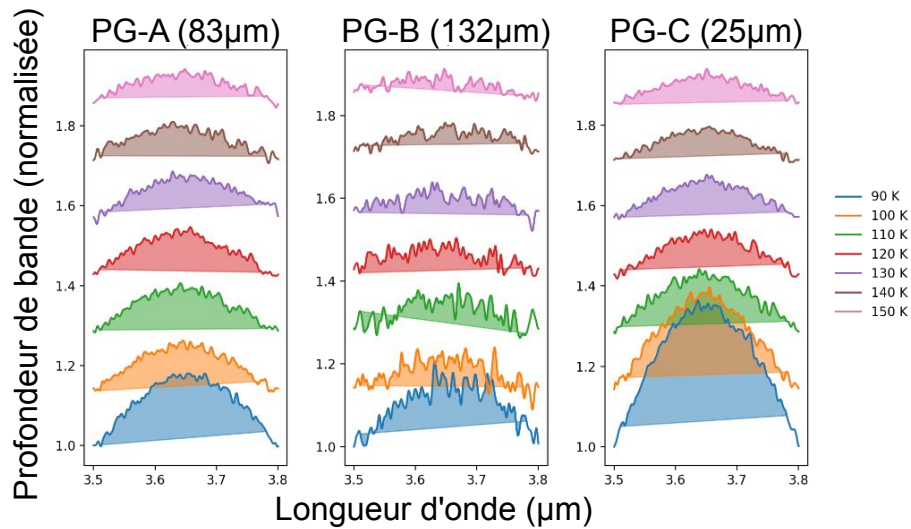


FIGURE 5.8 – Agrandissement de la région autour de 3,6 μm pour nos trois échantillons de poudre de glace pure (PG-A, PG-B et PG-C) à différentes températures (entre 90 et 150 K). Les aires colorées correspondent à la représentation de l’aire réduite estimée dans chaque cas.

Shuya TAN. L’objectif précis ici est de caractériser la réponse spectrale de tels échantillons plus exotiques, pour nous assurer d’une part que nos échantillons montrent bel et bien des signatures caractéristiques du sel, et d’autre part de les comparer aux récentes acquisitions spectrales d’Europe réalisées par Shuya TAN à l’aide du télescope Subaru, et qui montre la présence de sel NaCl à la surface [Tan et al., 2022].

Il est important de noter ici que, suite à une panne sur le spectromètre infrarouge Nicolet 5700, nous avons dû utiliser un autre spectromètre habituellement utilisé pour les campagnes *in situ* sur le terrain, l’outil Fieldspec3 de la société Analytical Spectral Devices, bien moins précis mais qui couvre une gamme spectrale suffisante pour autoriser la comparaison avec les spectres acquis par le télescope Subaru pour la surface d’Europe. Ce spectromètre ne permettait malheureusement pas l’analyse de nos échantillons couplée au système cryostatique décrit en Section 2.2.1, ce qui signifie que les conditions de températures étaient bien moins contrôlées. Ainsi, le protocole d’acquisition impliquait d’utiliser une coupelle métallique refroidie dans l’azote liquide puis remplie au maximum par nos échantillons, avant d’raser la surface pour la rendre la plus plane possible. La mesure est ensuite faite le plus rapidement possible afin d’éviter un réchauffement trop important de nos échantillons, et la température est contrôlée grâce à des thermocouples. Ces opérations de chargement et de mesure sont toutes réalisées en chambre froide à $-25\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Les résultats de cette courte campagne ont montré des résultats très intéressants concernant l’effet du sel sur le spectre d’absorption de la glace. Premièrement, il est à noter que le sel ne possède que de faibles signatures dans la gamme spectrale étudiée, qui s’étend de 1,0 à 2,5 μm . En effet, Jensen et Glotch [2011] ont montré un spectre relativement lisse pour de la Halite pure granulaire, un minéral constitué exclusivement de NaCl, avec une seule structure d’absorption visible aux alentours de 1,9 μm . Il est possible de trouver d’autres structures

5.3. LA GLACE SALÉE

de faible intensité, notamment autour de $1,4 \mu\text{m}$ [Crowley, 1991], mais le sel NaCl reste globalement sans signature caractéristique dans la gamme étudiée. Malgré cette propriété, les spectres acquis lors de cette campagne par Shuya ont montré des différences relativement marquées sur la signature spectrale d'un échantillon synthétisé à partir d'une solution salée, comparativement à un échantillon de glace granulaire pure.

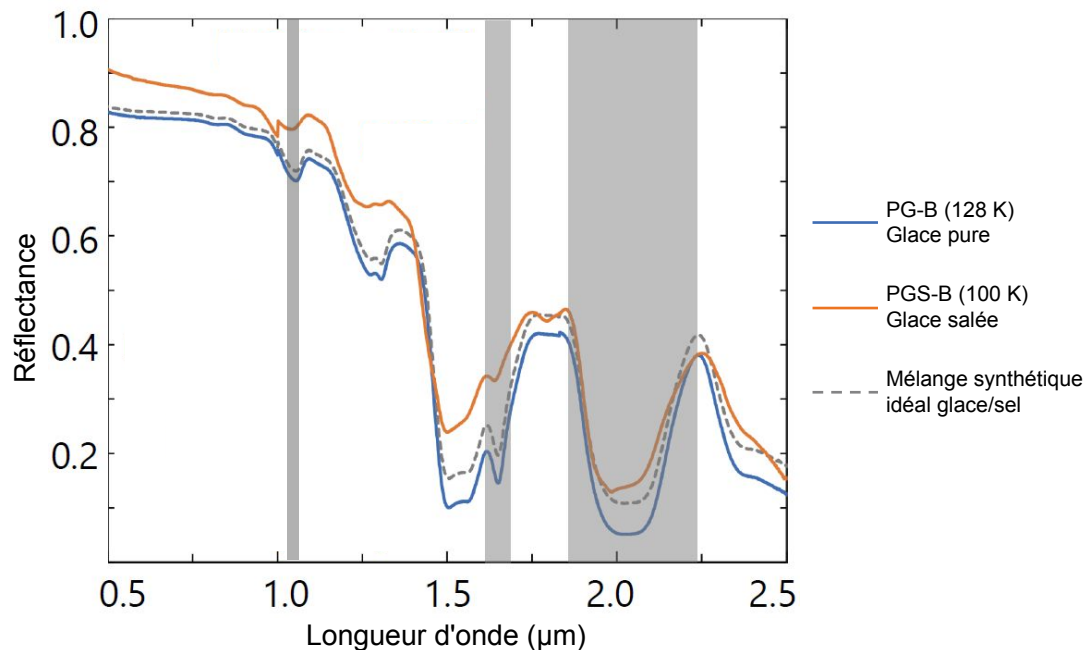


FIGURE 5.9 – Spectres infrarouge acquis sur de la poudre de glace pure avec des grains à $132,1 \mu\text{m}$ de distribution granulométrique médiane (PG-B), sur de la poudre de glace salée produite par le même protocole que la glace d'eau pure (PGS-B), et un mélange solide de grains de glace et de grains de sel NaCl, reproduit par des modèles de manière synthétique en supposant un mélange idéal des deux espèces.

Les premiers résultats de cette campagne d'acquisition en spectroscopie infrarouge sont disponibles en Figure 5.9. Ils montrent plusieurs choses intéressantes, notamment au niveau de l'atténuation de certaines structures d'absorption en présence de sel. Ces structures ont été mises en évidence par des zones grisées sur la Figure 5.9, et sont situées aux alentours de $1,05$, $1,65$ et $2,0 \mu\text{m}$. L'échantillon PGS-B présente en effet au niveau de ces structures des absorptions bien plus faibles que notre échantillon pur PG-B, avec une légère atténuation pour la bande à $1,05 \mu\text{m}$, et une atténuation plus intense pour les autres bandes, passant d'une profondeur de bande de $0,40$ à $0,10$ pour la bande à $1,65 \mu\text{m}$, et d'une profondeur de bande de $0,87$ à $0,68$ pour la bande à $2,0 \mu\text{m}$. Cette particularité n'est pas aussi marquée dans le cas d'un mélange solide de grains de glace et de sel, également présenté sur cette figure, la différence étant que dans l'échantillon PGS-B le sel doit être contenu à l'intérieur des grains (même si cette particularité reste à vérifier), là où le sel dans le mélange est présent entre les grains, et ne doit donc pas changer leurs propriétés chimiques. Il est également intéressant de noter ici que le spectre de PGS-B est plus brillant que celui d'un simple mélange (réflectance plus importante pour notre échantillon pulvérisé).

L'étude plus fine des spectres de la glace salée a montré des structures d'absorptions particulières qui ne sont pas présentes dans les spectres de la glace d'eau pure, notamment à environ 1,8 et 2,0 μm . Ces structures ont déjà été observées dans des données précédentes, au cours d'une étude qui s'intéressait à des saumures de sel NaCl gelées [Hanley et al., 2014]. Ces données ont montré les mêmes structures visibles sur nos propres spectres, localisées aux mêmes longueurs d'onde, et ont été interprétées comme possiblement dues à une phase hydratée du sel. Cela signifierait que nos échantillons présentent également cette phase particulière, mise en évidence dans la Figure 5.10. Cette figure met également en comparaison différents spectres de glace granulaire salée avec différentes granulométries (PGS-B et C), qui montrent les mêmes structures caractéristiques, mais les grains les plus petits semblent apparaître avec une réflectance globalement plus élevée, signifiant que cet échantillon est plus brillant.

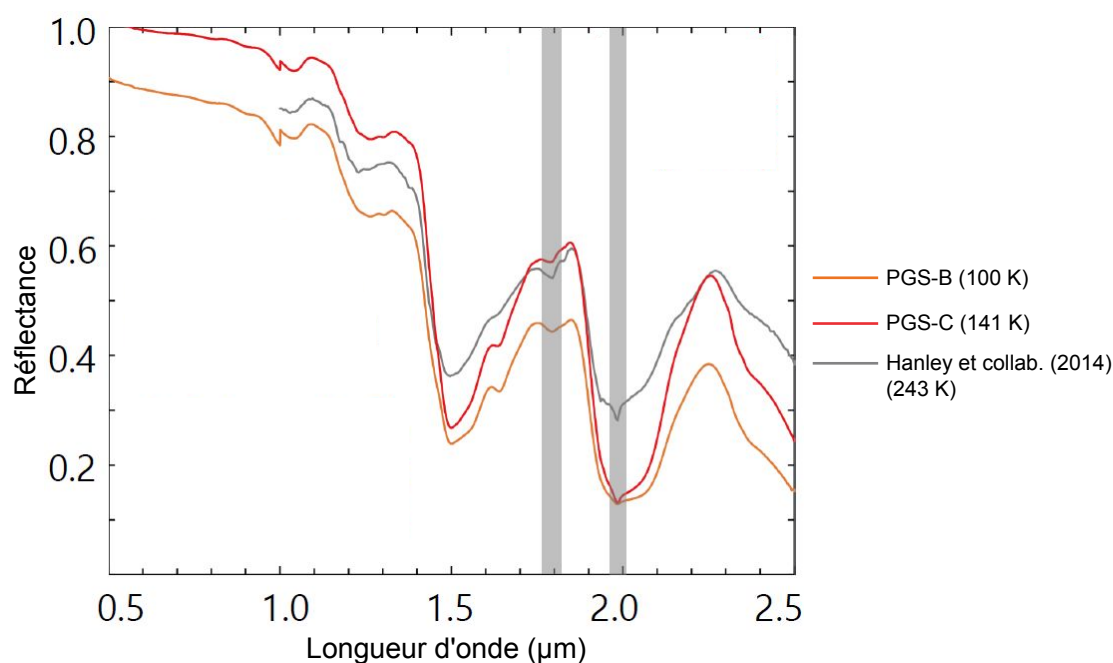


FIGURE 5.10 – Comparaison des spectres expérimentaux obtenus pour nos échantillons de glace salée avec un spectre tiré de Hanley et al. [2014]. Les bandes grisées montrent la position des structures caractéristiques étudiées ici, identifiées comme étant dues à des sels hydratés.

En complément de ces mesures sur des analogues préparés en laboratoire, Shuya a également précédemment mené une campagne d'acquisition spectrale à la surface d'Europe à l'aide du télescope Subaru, en utilisant l'instrument *Infrared Camera and Spectrograph* (IRCS) afin d'étudier la présence de sels porteur de Chlore à la surface du satellite de glace de Jupiter [Tan et al., 2022]. Cette étude a été réalisée entre 1,0 et 1,8 μm , ce qui ne couvre qu'une partie de la gamme de longueurs d'onde étudiée au LPG, mais cette gamme commune est suffisante pour effectuer des débuts de comparaison entre ces données. La Figure 5.11 montre une telle comparaison, regroupant tous les spectres acquis sur nos échantillons de glace pure et salée lors de cette campagne d'acquisition, ainsi que les spectres issus de Tan et al. [2022] de la surface d'Europe (les zones analysées à la surface étant indiquées sur la

5.3. LA GLACE SALÉE

carte présente sur la figure).

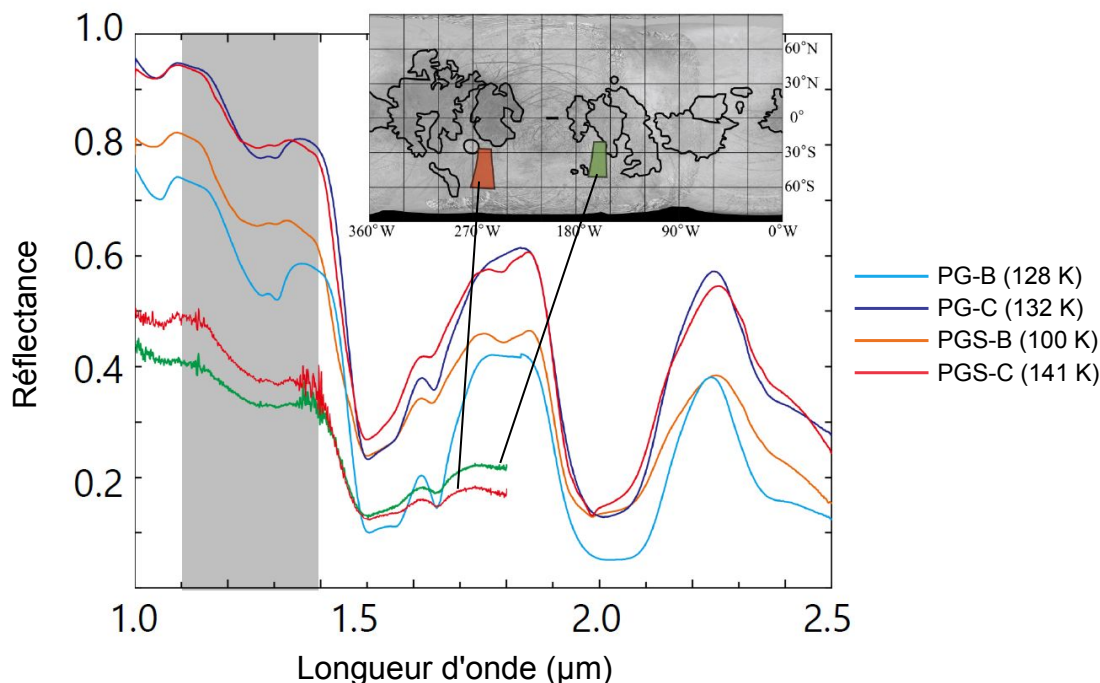


FIGURE 5.11 – Comparaison expérimentale des différents spectres obtenus au cours de l'étude menée par Shuya TAN sur nos échantillons de glace formés par pulvérisation, purs et salés avec différentes tailles de grains (non quantifiées). La carte représente la surface d'Europe, et les deux aires colorées représentent les endroits où des spectres infrarouges, représentés sur la figure, ont été acquis grâce au télescope Subaru/IRCS [Tan et al., 2022].

Une première chose intéressante que nous pouvons tirer de cette figure est la comparaison directe entre nos différents échantillons. Nous pouvons effectivement voir que malgré les similitudes observées entre les deux échantillons salés, l'atténuation de l'absorption précédemment notées à cause de la présence de sel est bien moins marquée pour les poudres aux plus petits grains. Cependant, les structures caractéristiques de la présence de sel sont, elles, toujours bien visibles. Une comparaison intéressante peut être faite entre les spectres issus du télescope Subaru et nos spectres de laboratoire, au niveau de la région entre 1,1 et 1,4 μm . En effet, la forme des spectres de la surface d'Europe dans cette région ressemble fortement aux spectres de nos échantillons salés, là où les échantillons de glace pure présentent une absorption plus marquée. Le même phénomène est visible pour la bande située aux alentours de 1,65 μm , qui montre une plus faible absorption pour la glace salée. Les spectres d'Europe semblent également montrer à cet endroit des structures d'absorption similaires à nos échantillons salés. Cela signifierait qu'il existe, dans la gamme spectrale étudiée, de fortes similitudes entre les spectres acquis à la surface d'Europe et les spectres d'échantillons poudreux salés acquis en laboratoire, ce qui joue en faveur de la possible présence de sel dans ces zones d'intérêt.

5.3.4 Perspectives sur les études en spectroscopie infrarouge

Les premières données de spectroscopie infrarouge obtenues sur nos différents échantillons ont montré des résultats très encourageants, qui ouvrent de nombreuses pistes d'exploration. Les analyses sur les échantillons de glace pure ont pu donner des indices sur les éventuelles données utiles pour la caractérisation de l'état de surface des objets glacés, même si la relation entre ces propriétés n'est pas toujours triviale. Ainsi, il a pu être établi que l'aire réduite des bandes d'absorption semblait être plus sensible à la fois à la taille des grains, mais aussi à la température de l'échantillon. Il existe en revanche d'autres aspects qui mériteraient à être explorés pour la glace pure dans un premier temps, notamment deux autres structures spectrales qui sont la bande d'absorption à 1,65 μm et le pic de Fresnel situé à 3,1 μm , qui sont toutes deux sensibles à la cristallinité de la glace [Brown et al., 2006; Robidel et al., 2020]. Le rapport entre les deux bandes 3,1/1,65 est fortement corrélé avec l'activité géologique sur Encelade [Robidel et al., 2020], un rapport 3,1/1,65 élevé suggère des dépôts de glace fraîche.

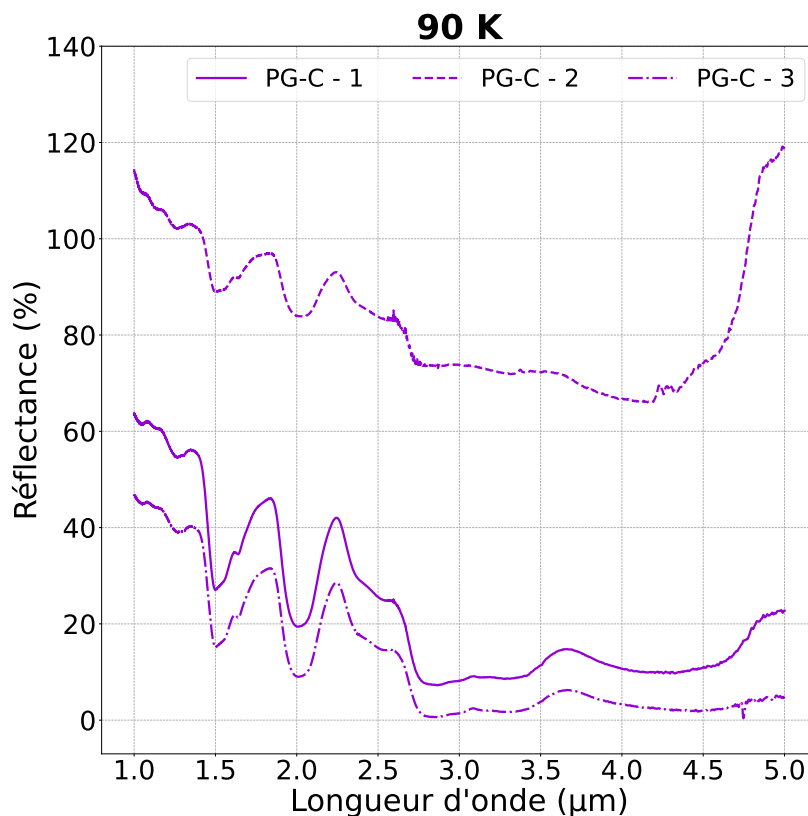


FIGURE 5.12 – Spectres infrarouges d'un même échantillon d'une poudre de glace pure PG-C à une même température de 90 K, montrant les différences de réflectance dues à la préparation de l'échantillon.

Le degré de compaction du matériau semble également jouer un rôle dans l'aspect des spectres infrarouges et des bandes d'absorption. Si cette particularité n'a pas été mentionnée ici, elle a été brièvement constatée lors du stage d'Ambre PRIOL qui a également réalisé des acquisitions spectrales sur la glace pure, avec pour objectif la prise en main des différents

protocoles liés à ces acquisitions et leur éventuelle amélioration. Un point important soulevé lors de cette étude est la préparation initiale de l'échantillon avant l'acquisition, qui semble donner des réponses spectrales sensiblement différentes selon le degré de compaction imposé (volontairement ou non) à un même échantillon. La Figure 5.12 montre une comparaison de trois spectres acquis par Ambre sur des échantillons de poudre de glace PG-C, issus de la même production de poudre de glace et qui devraient donc être strictement identiques. Pour une comparaison juste, les trois spectres présentés ici ont été acquis à la même température de 90 K, mais montrent des différences flagrantes de réflectance alors même que nous nous attendons à obtenir des résultats proches, compte tenu de la similarité des échantillons analysés. Les différences observées sont possiblement dues à un effet de la préparation des échantillons, qui sont plus ou moins compactés involontairement lors de leur analyse. L'idée avancée pour expliquer les différences observées est la différence de trajet optique parcouru par le rayonnement infrarouge dans l'échantillon avant d'être réfléchi, qui diffère selon que les grains sont très serrés ou non. Cette propriété de réflectance différente selon le degré de compacité d'une poudre est effectivement connue [Pasikatan et al., 2001]. Si nous n'avons pas eu l'occasion d'étudier plus en détail l'effet de la compaction de l'échantillon, il semble néanmoins crucial de le prendre en considération, surtout connaissant la possibilité d'une modification drastique du degré de compaction selon la cohésion d'un matériau granulaire glacé qui, comme nous l'avons observé dans le Chapitre 3, peut changer énormément dans les conditions de surface des lunes de glace. Dans le futur, un couplage entre notre dispositif de compaction et de mesure de densités, décrit en Chapitre 2, Section 2.5, et un spectromètre infrarouge, pourrait être tout à fait pertinent pour étudier l'évolution du spectre infrarouge en fonction du ré-arrangement des grains et du degré de compaction.

Une mesure supplémentaire que nous devons effectuer est la comparaison entre des données acquises sur des poudres de glace avec des particules rondes et régulières, et des poudres de glace avec des particules broyées et irrégulières. Des analyses ont été réalisées sur ce dernier type de poudre, notamment par Taffin et al. [2012], mais généralement avec des tailles de grains anguleux bien supérieures aux particules sphériques que nous sommes capables de produire. Idéalement, il faudrait pouvoir s'affranchir de cette différence de taille pour étudier uniquement l'effet de la forme des grains, ce qui requiert des développements supplémentaires pour soit réduire la taille des grains broyés, soit augmenter la taille des particules sphériques, ce qui n'a pas pu être réalisé pour le moment.

Les résultats obtenus sur des échantillons de poudres synthétisés à partir de solutions salées ont montré des résultats plus qu'encourageants, et ce même à un niveau relativement simple qui est celui de la composition de notre échantillon. En effet, il n'était pas évident que les méthodes de synthèse que nous avons développées seraient pertinentes pour la production d'échantillons salés, or il s'est avéré grâce à l'analyse des spectres que du sel a bel et bien été incorporé dans notre matériau granulaire glacé. La localisation de ce sel dans nos échantillons (en position intra- ou inter-grains) n'est cependant pas encore connue, et des observations plus précises en cryo-MEB, déjà mentionnées précédemment, seraient nécessaires pour une meilleure compréhension de ce paramètre.

Les comparaisons entre les spectres de glace d'eau pure et les spectres de glace d'eau salée ont montré des différences pertinentes pour la distinction de ces deux matériaux poudreux, et ces derniers échantillons exhibent également des similitudes encourageantes avec les spectres de la surface d'Europe. Une étude plus fine, avec différentes concentrations en

sel, différents types de sels (MgCl_2 , Na_2SO_4 , MgSO_4 , etc.), différentes morphologies ou tailles de grains, est cependant nécessaire pour tenter de reproduire avec plus de fidélité la signature spectrale infrarouge de la surface de cette lune, ou même des autres lunes. De plus, contrairement aux poudres de glace pure, ces échantillons salés n'ont été analysés que grâce à la spectroscopie. D'autres études de caractérisations mécaniques sont ainsi nécessaires afin de contraindre la morphologie et la taille des particules les constituant (qui ne sont pas forcément les mêmes que leurs homologues purs), mais aussi de comprendre le comportement mécanique de ces échantillons à basse température, notamment grâce au dispositif du tambour tournant. Ces nouvelles données expérimentales permettront d'étudier l'effet de tels contaminants sur les propriétés mécaniques d'un matériau poudreux glacé et de faire le lien avec leurs propriétés spectrales, essentielles pour caractériser les propriétés physico-chimiques des surfaces des lunes de glace depuis l'orbite et apporter des informations cruciales pour la sélection de futurs sites d'atterrissage.

5.4 Études complémentaires

Les développements expérimentaux et numériques, ainsi que les résultats auxquels ils ont mené, ont ouvert la porte à de nombreuses nouvelles interrogations et possibilités qui ne demandent qu'à être étudiées. Cette section donne des pistes d'exploration de ces différentes idées, en vue de futurs travaux liés à l'étude des régolites glacés du Système Solaire.

5.4.1 Nouvelles études en tambour tournant

Comme mentionné précédemment, les études menées jusqu'à présent grâce au dispositif du tambour tournant à très basse température se sont majoritairement focalisées sur les poudres de glace pure, et ont donné des résultats très intéressants sur la dépendance de la cohésion de tels matériaux à la température (voir Section 3.2 et Section 3.3). Si les mesures sont relativement complètes concernant certains échantillons, notamment les poudres de glace synthétisées par pulvérisation (PG-A et PG-B), de par le nombre de répétitions des mesures effectuées, ce travail reste encore à compléter pour les autres échantillons glacés, notamment l'échantillon SPIPA-B. Ces points de mesure supplémentaires permettraient de mieux contraindre cette tendance à l'augmentation de la cohésion de la poudre de glace avec la température. De plus, pour le moment seuls des échantillons présentant des grains sphériques ont été analysés, mais l'effet de la forme des grains est également important à prendre en considération. En effet, des grains irréguliers, anguleux, qui présentent de nombreuses facettes, tels que les grains observables dans les échantillons de sol lunaire [McKay et al., 1991], n'auront pas forcément les mêmes interactions entre eux de par les surfaces de contact qui seront différentes, ce qui peut changer la façon dont ils s'écoulent, et donc leur cohésion apparente.

Pour faire suite aux mesures réalisées sur les régolites plus complexes, présentés dans ce chapitre, nous devons toujours suivre cette idée de complétion des points de mesure. En effet, si le comportement des mélanges de poudres entre la glace et le verre, par exemple, montre des phénomènes relativement atypiques et inattendus, il est difficile de les confirmer

5.4. ÉTUDES COMPLÉMENTAIRES

pour le moment, car nous ne disposons que de peu de mesures. La répétition de ces dernières est donc indispensable pour confirmer ou infirmer que les tendances que nous avons observées existent bel et bien, et qu'il ne s'agit pas d'erreurs instrumentales ou d'un effet de la dispersion des données.

À ces répétitions doivent s'ajouter la complétion des mélanges analysés, car nous n'avons pu pour l'instant mesurer que quelques mélanges, ce qui représente peu de variations de la proportion en glace. Élargir notre gamme de proportions permettrait de mieux comprendre le comportement global d'un tel mélange. La composition joue également certainement un rôle très important, comme cela a déjà été brièvement mentionné, et mélanger la glace à d'autres matériaux pourrait permettre, d'une part, de vérifier que le comportement atypique observé avec le verre est spécifique à ce mélange ou non, et d'autre part d'étudier des analogues pertinents pour une plus large gamme de corps glacés. Ainsi, utiliser une matrice de silicates, de carbonates, de sel ou de tholins autoriserait l'étude de corps comme Mars, d'autres lunes de glace, ou même Titan, ce qui constituerait un cas d'étude très intéressant de par l'existence de la mission *Dragonfly*, qui devrait partir d'ici quelques années. Ce dernier matériau, cependant, nécessite des adaptations expérimentales non négligeables, notamment au niveau de la sécurité des expérimentateurs.

Face au comportement relativement surprenant adopté par la poudre de glace au sein du tambour tournant, avec l'apparition de phénomènes de double-pente lors de l'écoulement (voir Section 3.2), est née la volonté d'étudier ce comportement particulier, pour tenter de savoir s'il était spécifique à la poudre de glace, et dans quelles conditions il apparaissait. En effet, cette morphologie semble apparaître pour un régime d'écoulement sous forme d'avalanches, il n'est jamais présent pour les poudres non cohésives qui s'écoulent de manière continue, signe qu'il est propre aux matériaux relativement cohésifs. Or, pour la poudre de calcaire, très cohésive, nous n'observons pas véritablement ce phénomène dans notre tambour. Pour mieux comprendre ce processus et ce comportement particulier, une étude est actuellement en cours au laboratoire GPEM, afin de pouvoir reproduire facilement une géométrie de tambour tournant avec différents diamètres, mais aussi différentes longueurs, et ce avec des échantillons non glacés présentant des niveaux de cohésion variés (des billes de verre recouvertes d'un matériau créant une forte cohésion entre les grains, dont il est possible de contrôler l'épaisseur pour contrôler la cohésion, [Gans et al. \[2020\]](#)). Des premiers essais, qui doivent encore être précisés, ont montré qu'il était possible de retrouver cet état de double-pente même pour des matériaux non glacés, mais que cela nécessitait des géométries particulière au niveau du tambour tournant utilisé, notamment au niveau de sa largeur qui doit être relativement réduite. Ainsi, des précisions au niveau de cette étude du comportement d'un matériau cohésif pourraient très certainement aider à l'amélioration du modèle que nous avons utilisé pour estimer la cohésion de nos grains.

5.4.2 Complémentarité des méthodes de caractérisation

L'étude présentée dans ce manuscrit s'est essentiellement concentrée sur le dispositif expérimental du tambour tournant, mais il existe bien d'autres méthodes de caractérisation d'un matériau granulaire poudreux, comme présenté en Chapitre 1, Section 1.1.3. Ainsi, en nous basant sur ces techniques décrites dans la littérature, nous avons développé plusieurs expé-

riences de caractérisation des propriétés mécaniques de nos matériaux glacés, mais la durée limitée de cette étude nous a obligés à faire des choix, qui se sont portés sur l'utilisation du tambour tournant à très basse température. Les autres méthodes de caractérisation choisies, à savoir le système de rhéomètre à poudre ou le dispositif de compaction, sont toujours au stade de développement, mais devraient fournir des résultats pertinents et complémentaires d'ici peu, afin de pouvoir caractériser de manière bien plus exhaustive nos échantillons, qu'il s'agisse des poudres de glace pure ou des mélanges.

Grâce à ces multiples méthodes de caractérisation d'échantillons similaires, nous espérons pouvoir faire un lien logique entre chacune d'entre elles. Ainsi, l'utilisation d'une méthode pourrait donner des informations supplémentaires qui ne sont pas directement accessibles avec cette dernière, mais qui sont normalement fournies par d'autres méthodes. Cela pourrait permettre de faire un lien entre plusieurs paramètres physiques de nos matériaux glacés, comme par exemple le niveau de compacité minimum et maximum attendu pour un matériau présentant un degré de cohésion précis. De la même manière, l'étude de la poudre de glace en cellule de cisaillement grâce au rhéomètre à poudre peut donner d'autres indications sur la cohésion, avec le paramètre c donné par l'enveloppe de rupture déterminée par de telles mesures, qui représente également une mesure de la cohésion. Ces mesures en cisaillement permettront également de donner une valeur de l'angle de frottement interne ϕ_i , nécessaire pour notre modèle d'estimation de l'énergie de surface de nos matériaux, et que nous avons pour le moment fixé de manière relativement arbitraire.

De la même manière, la calibration d'un modèle numérique d'une poudre cohésive nous permettra d'estimer d'autres paramètres internes et leurs valeurs qui permettent de reproduire nos résultats expérimentaux. Ainsi, calibrer les paramètres principaux de nos simulations, ceux qui contrôlent en immense majorité un écoulement granulaire dans un tambour tournant, permettra possiblement d'accéder à d'autres propriétés qui sont difficilement accessibles expérimentalement. L'utilisation de nouvelles expériences pourra également aider à cet exercice de calibration, en une complémentarité des approches qui permettra éventuellement l'analyse exhaustive de notre matériau.

Ainsi, pour mieux comprendre le comportement mécanique de nos échantillons d'analogues aux régolithes glacés, nous avons besoin d'une large gamme de mesures complémentaires, afin d'accéder au plus grand nombre de paramètres possible. La détermination de la valeur de ces paramètres internes de nos matériaux est cruciale pour les différents modèles que nous souhaitons développer, notamment les modèles numériques qui requièrent la connaissance ou l'estimation d'un grand nombre d'entre eux pour une calibration optimale.

5.4.3 Lien direct entre les matériaux granulaires et les observations spatiales

Les analyses présentées dans ce chapitre, au moins pour certaines, représentent la première tentative de lien direct entre les données de missions spatiales et les données mesurées sur Terre sur des échantillons dits analogues. Ainsi, en nous basant sur les techniques usuelles d'analyse des surfaces planétaires, à savoir l'imagerie visible ou infrarouge, nous avons pu analyser nos matériaux avec les mêmes techniques. L'utilisation de la spectroscopie

5.4. ÉTUDES COMPLÉMENTAIRES

pie infrarouge sur nos échantillons purs ou nos mélanges peut par exemple aider à améliorer les comparaisons, dans un sens comme dans l'autre.

En effet, l'analyse infrarouge des surfaces peut nous aider à déterminer une composition pertinente du régolithe, que nous pouvons ensuite tenter de reproduire en laboratoire. La comparaison des spectres de ces analogues au régolithe glacé et des régolithes réels peut ensuite indiquer si les compositions déduites sont justes, ou s'il existe tout de même des différences, dans l'idée d'une analyse plus fine. Dans cette même idée, l'étude de l'effet des paramètres mécaniques de la poudre comme sa densité apparente, la taille ou la forme de ses grains (Figure 5.13), sur la réponse spectrale infrarouge de nos échantillons de laboratoire, peut donner des indications sur l'état de surface des lunes de glace.

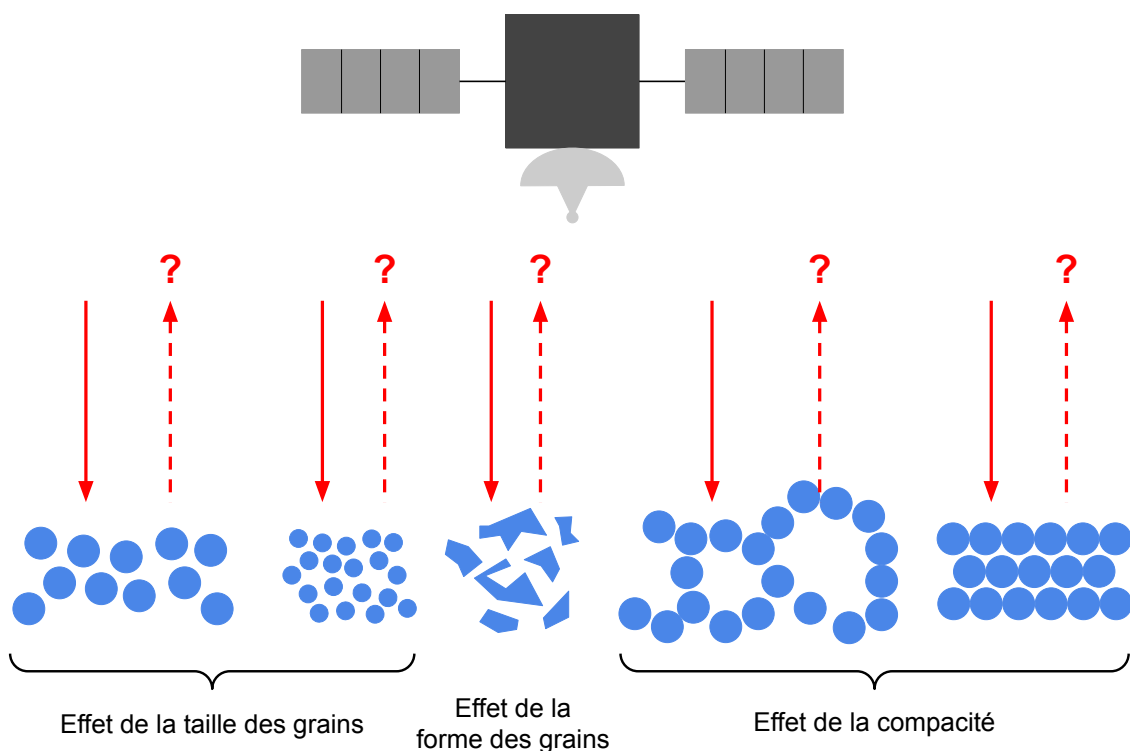


FIGURE 5.13 – Illustration de certains paramètres physiques d'une poudre de glace qui peuvent influencer sa réponse spectrale infrarouge.

Il est également possible de combiner ces analyses spectrales à d'autres types d'expériences qui peuvent, elles, donner des indications sur le caractère récent ou ancien des dépôts observés à la surface des lunes de glace, notamment Encelade et Europe. C'est le cas de l'étude menée par [Choukroun et al. \[2020\]](#), qui s'intéresse au vieillissement d'une glace granulaire, qui se manifeste par les processus de frittages des particules de glace. Si ce phénomène a bien été contraint en laboratoire, il est difficile d'y avoir accès depuis les analyses des missions spatiales, mais il est possible que ces phénomènes de frittage aient une signature particulière lors d'une étude en spectroscopie infrarouge. Ainsi, mener une campagne expérimentale sur le vieillissement de la glace granulaire, combinée à des acquisitions spectrales infrarouges, permettrait possiblement de faire le lien entre ce degré de frittage et la signature

spectrale associée. Utiliser ces éventuels effets sur les données des missions spatiales permettrait de réaliser des cartographies de la surface pour repérer les dépôts les plus jeunes, plus susceptibles de porter des bio-signatures si ces dernières existent, ou alors de repérer les zones présentant la plus forte résistance à la pénétration dans le cas d'une tentative d'atterrissage, le frittage étant lié à une augmentation de cette résistance [Choukroun et al., 2020], ce qui limiterait les risques pour une future sonde qui se poserait à la surface. Quantifier cette résistance à distance pourrait également permettre de développer des systèmes d'atterrissage plus efficaces ou mieux dimensionnés par rapport à cette résistance.

De manière plus simple et directe, l'analyse des images de surface peut donner de nombreuses informations, notamment sur les pentes que peut former le régolithe sur les objets glacés. Comme cela a été explicité en Chapitre 1, les matériaux granulaires adoptent des pentes précises qui dépendent de leurs propriétés microscopiques, lorsqu'ils sont au repos ou en écoulement. Ainsi, étudier les pentes formées par les structures granulaires à la surface des lunes de glace peut permettre de donner des informations sur leurs propriétés intrinsèques. Ce travail de liaison de ces paramètres mesurés *in situ* et en laboratoire a été débuté par Noé LE BECQ au cours de son stage. S'il a effectué une cartographie des glissements de terrain sur Cérès et une estimation de leur pente moyenne, ces données doivent être comparées à des données expérimentales, dont nous avons débuté l'acquisition et sur lesquelles nous disposons de quelques résultats, mais qui sont cependant trop peu solides pour le moment pour effectuer une comparaison rigoureuse. Des efforts supplémentaires sont de plus nécessaires pour relier l'information des angles mesurés expérimentalement aux surfaces réelles. Ces efforts doivent passer par la validation du modèle d'avalanche que nous avons développé, et à l'extrapolation de ce modèle *via* une analyse dimensionnelle. D'autres études suggèrent que certains reliefs sur Europe sont le fruit d'un dépôt de matériau granulaire glacé, qui forme donc des structures avec des pentes correspondant à l'angle de repos du matériau [Sullivan et al., 1999]. L'étude de ces reliefs constitue donc une autre piste de recherche à explorer, avec une comparaison face à des matériaux de laboratoire, pour déterminer si ces structures sont véritablement formées par de tels processus.

En considérant des perspectives légèrement plus lointaines qui sont celles d'éventuels atterrissages à la surface des lunes de glace pour l'étude spécifique de cette couche de régolithe glacé, par exemple sur Encelade (*Enceladus Orbilander*, MacKenzie et al. [2021]) ou Europe (*Europa Lander*, Hand et al. [2022]), plusieurs études se sont intéressées aux outils nécessaires pour l'échantillonnage de ce régolithe [Badescu et al., 2019; Bowkett et al., 2021]. De par la très forte cohésion du matériau et sa potentielle adhésion importante aux matériaux constituant les outils d'échantillonnage, il est envisageable de quantifier cette adhésion en amont, afin d'optimiser les processus de prélèvement et d'analyse de ces échantillons.

L'étude de ces solutions d'échantillonnage reste néanmoins difficile de par la complexité technique que représente leur mise en place, et les conditions expérimentales nécessaires à la reproduction des conditions régnant à la surface des lunes de glace. Qu'il s'agisse du dimensionnement des expériences, de la production du matériel nécessaire à leur utilisation dans des conditions d'échantillonnage proches de celles rencontrées sur les lunes, de la température ou de la pression d'opération, du coût de production, tous ces éléments constituent autant d'obstacles à l'étude de ces outils de prélèvement dans des conditions expérimentales réelles. Ce problème peut néanmoins être simplifié par l'utilisation des simulations numériques discrètes, bien moins coûteuses, et qui peuvent simuler l'interaction d'une gamme

5.4. ÉTUDES COMPLÉMENTAIRES

d'outils presque illimitée avec un matériau granulaire spécifiquement simulé pour reproduire le comportement du matériau de surface des lunes de glace de la manière la plus fidèle possible.

La difficulté majeure réside cependant ici dans la reproduction fidèle du comportement de ce matériau sous forme numérique. Si nous avons déjà commencé à effectuer ce travail, en étudiant un matériau granulaire simulé et en tentant de déterminer le modèle de forces microscopiques régissant son comportement macroscopique afin de reproduire le comportement d'une poudre de glace (voir Chapitre 4), cette calibration de notre modèle numérique n'est cependant pas encore complètement aboutie. Nous avons déjà pu donner une idée pertinente des valeurs de coefficients de frottement à introduire dans nos simulations pour reproduire des cas relativement peu cohésifs, grâce à une comparaison directe avec des expériences réalisées sur des grains imposants. Il a également été possible, à partir de la détermination de nombres sans dimension pertinents, de commencer à calibrer les paramètres les plus importants, à savoir la rigidité des grains, leur énergie de surface et leur diamètre, en des combinaisons réalistes pour les ressources de calcul dont nous disposons, mais qui permettent tout de même de reproduire les comportements cohésifs que nous avons constatés dans nos expériences. À terme, un tel modèle calibré pourrait permettre de simuler des situations complexes, en s'affranchissant des développements expérimentaux plus lourds.

5.4.4 Sismicité et déstabilisation des pentes

Les résultats obtenus sur la poudre de glace (Section 3.2) et les interprétations qui en ont découlé concernant la surface des lunes glacées (Section 1.2), ont montré que l'intensité de la cohésion du régolithe de ces objets pouvait potentiellement varier énormément d'un endroit à l'autre ou d'un moment de la journée à l'autre. Cette propriété implique qu'un matériau très cohésif peut se déposer à un endroit et à un moment précis, et que la cohésion de ce dernier peut drastiquement changer selon l'heure de la journée, ce qui signifie que là où des structures stables et très peu denses, très poreuses et lâches, peuvent se former en raison de la forte cohésion des poudres de glace, ces dernières peuvent devenir instables si la cohésion diminue fortement. Ainsi, de petites perturbations peuvent potentiellement mener à des déstabilisations de ces empilements granulaires moins cohésifs, ce qui signifierait donner lieu à de potentiels glissements de terrain ou écoulements granulaires.

De telles structures ont été observées à la surface de nombreux objets glacés, signe que ces phénomènes ont potentiellement bel et bien lieu. Récemment, [Mills et al. \[2023\]](#) ont estimé que des séismes très intenses avaient certainement lieu sur les lunes de glace, notamment Europe, Ganymède et Encelade, d'une magnitude estimée entre 4,0 et 7,9. Ces séismes seraient causés par les déformations intenses que subissent ces objets à cause des forces de marées induites par les planètes géantes autour desquelles ils orbitent, et les modélisations réalisées ont montré que l'intensité de ces séismes devait être suffisante pour causer des déstabilisations et des glissements de terrain, éboulements et écoulements granulaires.

Il serait intéressant d'étudier ce phénomène en laboratoire sur des analogues glacés comme ceux que nous produisons, afin de combiner plusieurs mesures expérimentales. En effet, afin de tester ces hypothèses et étudier l'effet de vibrations intenses sur les pentes d'une structure granulaire formée d'un matériau glacé, il est envisageable de former un tas

de poudre de glace et de lui appliquer des vibrations afin de simuler l'effet d'un séisme pouvant avoir lieu sur les lunes de glace. Ce genre d'expérience pourrait nous donner à la fois des indications précieuses sur l'état de nos échantillons au repos, la formation d'un tas permettant de mesurer l'angle de repos statique de notre échantillon (données que nous ne possédons pas encore), mais aussi sur la possibilité de déstabiliser ou non une telle structure. Répéter l'expérience avec différents types de poudres, à différentes températures, en étudiant les éventuels écoulements granulaires, déstabilisations ou glissements, pourrait nous permettre de relier ces données aux morphologies observées à la surface des corps glacés, pour en déduire des informations sur la mise en place de ces écoulements, et le matériau les constituants.

5.4.5 Le « *splash* » cohésif : pluie de grains sur Encelade

L'activité des geysers au pôle Sud d'Encelade, comme mentionné à de nombreuses reprises désormais, constitue un élément extrêmement important de son environnement de surface, de par la dynamique des grains qui sont éjectés depuis les fractures. En effet, d'après [Kempf et al. \[2010\]](#), les particules éjectées d'Encelade ont des vitesses élevées, qui peuvent atteindre $> 200 \text{ m.s}^{-1}$, et en l'absence d'atmosphère si ces dernières retombent à la surface, elles impactent cette dernière avec la même vitesse. Il est difficile de savoir quel est l'effet de ces impacts à grande vitesse sur le régolithe, si la cohésion est suffisante pour coller les grains lors du contact, ou si ces derniers sont trop rapides et cassent les structures cohésives par impacts multiples, contribuant à un phénomène de compaction au cours du temps. Nous avons déjà en partie introduit ce phénomène dans la Section [4.3.3](#), avec la Figure [4.17](#), qui montre schématiquement que la vitesse critique de collage d'une particule (à savoir la vitesse d'impact maximale à laquelle une particule est capable de se coller à une autre par cohésion) augmente avec l'énergie de surface du matériau. [Krijt et al. \[2013\]](#) ont également étudié cet effet de coefficient de restitution dépendant de la vitesse d'impact.

Dans le domaine des sciences granulaires, ce type d'impact est appelé « *splash* » granulaire, et consiste en la collision d'un ou plusieurs grains sur une surface constituée des mêmes types de grains. C'est un processus qu'il est possible de trouver sur Terre, notamment dans les contextes de déplacements de grains à cause du vent, qui sont transportés un temps avant d'être re-déposés en formant un impact, ou alors dans le contexte du transport de matière dans les rivières. Dans ce genre de collisions, le grain impacteur peut éventuellement arracher d'autres grains à la surface sur laquelle il atterrit, qui participent à leur tour à ce phénomène de *splash*. Ce processus est le principal moteur du déplacement d'un matériau granulaire dans le cadre du transport éolien, notamment au niveau des dunes [[Bagnold, 1941](#); [Anderson et Haff, 1988](#)]. C'est également ce type d'impact qui doit avoir lieu sur Encelade, mais avec des énergies mises en jeu qui sont bien plus importantes. En effet, tous les modèles prédisent que les grains éjectés d'Encelade sont portés par la vapeur d'eau qui se déplace à plusieurs centaines de mètres par seconde [[Schmidt et al., 2008](#); [Kempf et al., 2010](#); [Southworth et al., 2019](#)]. Si les grains ainsi entraînés sont beaucoup moins rapides que le gaz qui s'échappe, des vitesses d'au moins 228 m.s^{-1} sont nécessaires pour échapper à l'attraction gravitationnelle d'Encelade [[Schmidt et al., 2008](#)], ce qui signifie que pour des vitesses inférieures les grains éjectés viendront fatalement impacter la surface, à des vitesses pouvant aller jusqu'à cette vitesse critique.

5.4. ÉTUDES COMPLÉMENTAIRES

Plusieurs études se sont intéressées à ce phénomène, à la fois avec des approches expérimentales [Beladjine et al., 2007; Crassous et al., 2007] et théoriques [Valance et Crassous, 2009] afin d'étudier et comprendre les mécanismes mis en jeu lors de telles collisions. Il est également possible de réaliser ces mêmes études en considérant des matériaux cohésifs [Comola et al., 2019; Ralaiarisoa et al., 2022]. Considérant l'importance potentielle de ce processus de *splash* sur Encelade, et pour étudier l'effet de collisions multiples sur un lit de poudre représentatif de ce régolithe glacé, nous pouvons donc envisager une campagne expérimentale visant à reproduire ce phénomène. Une telle campagne nécessiterait cependant des développements expérimentaux conséquents, de par le matériau particulier qu'est la poudre de glace et qui nécessite une manipulation à basse température, et le système d'éjection des grains, surtout aussi petits que les grains que nous synthétisons. En effet, les études précédentes utilisaient des dispositifs semblables à des canons [Beladjine et al., 2007], nécessaires pour guider les grains, mais ces derniers étaient bien plus gros que nos grains de glace, et l'utilisation d'un canon dans notre cas semble difficilement envisageable, d'une part à cause de la taille de nos particules, d'autre part à cause du refroidissement qu'un tel dispositif nécessiterait. De plus, les vitesses d'impact atteintes grâce à ce genre de dispositif d'éjection sont relativement faibles (jusqu'à 40 m.s^{-1}) par rapport aux vitesses d'impact sur Encelade. Enfin, le frottement contre les parois d'un canon pourrait suffire à échauffer notre matériau suffisamment pour déstabiliser nos projectiles, et les faire fondre.

Ainsi, une solution pourrait être de se tourner vers d'autres types de canons, comme celui utilisé par Gundlach et Blum [2015], qui ont étudié l'accrétion et l'érosion de particules de glace de tailles comparables à celles que nous produisons, projetées à haute vitesse, dans des problématiques d'accrétion de glace dans le Système Solaire. Le dispositif qu'ils ont employé, basé sur un système de transport de grains par différentiels de pression, leur a permis d'atteindre une vitesse d'impact maximale de l'ordre de 150 m.s^{-1} , ce qui est encore relativement éloigné des vitesses maximales estimées sur Encelade, mais reste tout de même très encourageant.

Une dernière solution, finalement, pour étudier ce phénomène de *splash*, est de s'affranchir de l'aspect expérimental et des développements complexes, pour tenter de simuler ces impacts et collisions à l'aide d'un modèle numérique. Si nous possédons un modèle calibré de notre matériau granulaire glacé, il nous est possible de simuler un ensemble de grains au repos, sur lequel nous pouvons envoyer des particules à la vitesse désirée. Si cette approche fait face à des limitations en termes de temps de calcul nécessaires, ou de dimensions de la simulation, elle a également de très nombreux avantages, notamment celui de pouvoir étudier ce qui se produit en profondeur dans le lit de poudre simulé. Il serait ainsi possible d'étudier les variations de compacité sous le point d'impact, la profondeur de pénétration éventuelle du grain impacteur, mais aussi les différentes interactions entre les grains au moment de l'impact, la matière arrachée, les impacts secondaires éventuels, etc. Cette méthode constituerait donc une alternative très pertinente, qui mériterait d'être mise en place, et ce même si nous parvenons à développer les expériences correspondantes.

Conclusion générale

L'étude des surfaces planétaires se trouve à la croisée des chemins entre de multiples disciplines, qu'il s'agisse bien évidemment des sciences planétaires, de la géologie, géomorphologie, la chimie, mais également les sciences des matériaux, la rhéologie, et la science des matériaux granulaires. La plupart des surfaces planétaires sont en effet recouvertes d'une couche de grains, plus ou moins épaisse, qui est appelée un régolithe. Les propriétés de ce régolithe diffèrent d'un corps à l'autre, en termes de composition, taille et forme de grains, cohésion, température, environnement, ce qui va fortement influencer la façon dont une telle couche est formée, façonnée, érodée, éventuellement transportée. Ces propriétés physiques de ces régolithes sont intrinsèquement liées à la surface qu'ils composent, aux morphologies et structures observables, à la topographie, l'aspect de surface, aux propriétés de résistance du sol, d'écoulements, de transport de matière, d'érosion ou de dépôt. Ces couches, de par leur nature même, doivent ainsi être considérées comme des milieux granulaires très spécifiques, aux comportements différents de ceux dont nous avons l'habitude sur Terre car ils sont placés dans des milieux très exotiques, mais dont les propriétés intrinsèques restent les mêmes, et peuvent être mesurées par des approches classiques issues des sciences granulaires.

Le travail qui a été présenté ici s'est intéressé à l'étude des propriétés des surfaces granulaires des corps glacés du Système Solaire, qui forment une catégorie relativement à part. L'objectif principal était de pouvoir déduire certaines propriétés intrinsèques de ce régolithe glacé par l'étude mécanique et numérique d'analogues de laboratoire, afin de pouvoir commencer à répondre aux nombreuses questions que soulève l'étude d'un tel matériau. Parmi ces questions se pose le potentiel exobiologique de ces objets, qui portent très souvent des océans liquides dans leurs profondeurs, potentiellement propices à la vie, et dont le régolithe constitue éventuellement un échantillonnage direct dans certains cas très particuliers, comme Europe et Encelade. Ainsi, l'analyse de dépôts frais pourrait permettre d'étudier directement ces océans, mais de nombreuses questions se posent. Comment savoir exactement où chercher ? Quelles informations sur les propriétés de surface pouvons-nous tirer d'observations en amont ? Comment aller chercher sur place ? Quel environnement trouverons-nous à la surface ? Cette couche de grains de glace est-elle stable, ou se comporte-t-elle comme de la poudreuse risquant d'avalier les sondes que nous y enverrons ? Comment récolter efficacement des échantillons et comment les analyser ? Autant de questions qui sont loin d'être évidentes, et auxquelles il est nécessaire de répondre avant l'envoi de tout engin destiné à se poser à la surface des corps glacés, dans l'optique d'une analyse *in situ* de ce régolithe très particulier qu'est la poudre de glace. Le travail que nous avons effectué lors de cette thèse s'inscrit dans ces différentes problématiques d'exploration des surfaces des lunes de glace.

L'idée, à terme, était de pouvoir potentiellement expliciter le comportement mécanique de la poudre de glace, afin de pouvoir expliquer les structures de surface formées par le régolithe sur les lunes de glace, mais aussi d'anticiper les éventuels problèmes rencontrés par des futures missions d'atterrissage, qu'il s'agisse des phases de contact avec le sol poudreux, ou des phases d'échantillonnage.

Nous avons explicité au cours du Chapitre 2 les méthodes expérimentales que nous avons mises en place, à commencer par la production de ces analogues de régolithes glacés en laboratoire par différentes techniques, à savoir du broyage ou de la pulvérisation (par un flux d'air ou par des ultrasons). Si nous nous sommes essentiellement concentrés sur la glace d'eau pure au cours de ces travaux, nous avons également développé des méthodes de synthèse d'analogues de régolithes plus complexes, des poudres de glace salée ou des mélanges de différents types de poudres avec différentes proportions de grains de glace. Ces différentes méthodes de production se sont, pour la plupart, avérées très efficaces, et nous ont permis de conduire des campagnes expérimentales relativement exhaustives afin de caractériser les propriétés mécaniques de nos échantillons particuliers. De gros efforts d'adaptation des méthodes de caractérisation classiquement appliquées sur les poudres dans les domaines d'utilisation terrestres ont été faits, afin de pouvoir les utiliser dans des conditions qui sortent des conditions classiques, en termes de températures. En effet, de par les températures qui règnent sur les lunes de glace, nous devons pouvoir caractériser nos analogues à des températures proches, ce qui nécessitait fatalement des développements lourds pour pouvoir utiliser nos expériences dans de telles conditions. Ce chapitre a également été l'occasion de décrire ces développements, essentiellement concentrés autour du dispositif du tambour tournant, principale méthode de caractérisation développée au cours de ces travaux.

Le Chapitre 3 présente les résultats de caractérisation expérimentale que nous avons obtenus sur des poudres de glace pure, à l'aide du dispositif du tambour tournant. Cette étude constitue les premières mesures de ce type réalisées à des températures aussi basses, entre 90 et 150 K, avec la méthode du tambour tournant. L'étude des avalanches de poudre de glace au sein d'un tel dispositif a révélé des comportements surprenants, révélant dans un premier temps que ce matériau se comporte de manière générale comme une poudre avec un degré de cohésion relativement élevé, comparativement à d'autres échantillons de référence dont le comportement plus ou moins cohésif est bien quantifié. Mais le résultat le plus surprenant est sans doute l'augmentation de cette cohésion de la poudre de glace lorsque la température augmente, ce qui change drastiquement le comportement d'écoulement du matériau, passant d'un état d'avalanches relativement fluides à la formation de blocs conséquents, voire d'un bloc unique sans réel écoulement lorsque la température devient trop élevée. Ce phénomène a dans un premier temps été observé visuellement, mais aussi grâce à l'extraction de paramètres géométriques dans le tambour tournant. Cela nous a poussés à développer un modèle d'avalanche afin d'effectuer une mise à l'échelle, ce qui nous a permis de fournir des estimations de l'énergie de surface de nos poudres de glace et de son évolution avec la température, qui sont en accord avec les études précédemment réalisées sur des matériaux similaires, à plus haute température. Ces estimations nous ont également fourni une relation simple entre l'énergie de surface et la température, qui nous a ensuite permis d'extrapoler l'estimation de cette cohésion à des températures et des tailles de grains différentes. À partir de ces extrapolations, il a été possible d'estimer le degré de cohésion attendu du régolithe à la surface d'Europe et d'Encelade, indiquant ainsi que le matériau de surface était certainement très co-

hésif. Cette propriété a des implications très intéressantes pour l'état de surface de ces lunes, dont les régolithes sont potentiellement très poreux, très lâches, ce qui peut poser des risques pour l'atterrissage de potentielles sondes, mais peut également rendre difficiles les éventuels échantillonnages à cause de l'adhésion des grains. De plus, en des termes plus géologiques, les valeurs de l'énergie de surface peuvent permettre d'expliquer certaines structures de surface, certains reliefs, mais aussi et surtout certaines morphologies d'écoulement à la surface des lunes glacées, de par les cycles de température que la surface de ces dernières peuvent subir, ce qui peut changer le degré de cohésion et déstabiliser d'éventuelles structures. Ces résultats obtenus grâce au tambour tournant pourront par la suite être complétés par d'autres mesures, en faisant varier les paramètres du matériau comme la taille des grains (pour une étude plus exhaustive que celle que nous proposons ici), mais également leur forme. Il est aussi envisageable de réaliser d'autres expériences à très basse température, notamment des expériences en cisaillement avec le système du rhéomètre à poudres FT4, ou encore le système de compaction des poudres et de la mesure de l'évolution de leur densité apparente. D'autres études en tambour tournant avec des matériaux cohésifs modèles pourront également permettre, à température ambiante, d'étudier les effets de nombreux paramètres et de raffiner éventuellement le modèle d'écoulement que nous avons proposé pour nos analyses, afin de fournir des estimations plus précises de la cohésion de nos matériaux.

Ces données expérimentales ont été complétées par des données numériques, décrites en Chapitre 4. Le développement d'un modèle numérique de poudre de glace est nécessaire pour permettre de déduire certains paramètres intrinsèques de nos échantillons. En effet, en utilisant un modèle granulaire numérique afin de reproduire les comportements adoptés par notre matériau granulaire réel et observés au cours de nos expériences, il est possible de retrouver les valeurs des propriétés mécaniques de la poudre qui sont à l'origine d'un tel comportement, et donc d'accéder à de plus nombreuses propriétés de nos échantillons de glace. L'objectif est également de pouvoir calibrer un modèle numérique afin qu'il reproduise les comportements réels observés, afin de pouvoir utiliser un tel modèle pour simuler des situations plus complexes, applicables à des cas expérimentaux réels. Par exemple, nous pourrions utiliser ce modèle pour réaliser des simulations d'atterrissage, de forage, d'échantillonnage, afin d'étudier la réponse d'un régolithe glacé à ces différentes sollicitations, sans développer des méthodes expérimentales coûteuses. Un tel développement nous permettrait d'obtenir un modèle de poudre cohésive que nous pourrions utiliser dans de nombreuses applications. Ainsi, au cours de ce chapitre nous avons entamé ce travail de calibration d'un tel modèle numérique, en étudiant l'effet de chacun des paramètres intrinsèques d'un matériau granulaire sur l'écoulement au sein d'un tambour tournant, afin de reproduire notre situation expérimentale et les comportements que nous connaissons et que nous avons documentés. Nous avons pu renseigner ici des comportements relativement atypiques et inattendus, et des tendances dépendant de paramètres surprenants, qui nous ont poussé à des investigations plus approfondies qui sont toujours en cours. Nous avons également appliqué les mêmes traitements et analyses que ceux que nous avons utilisés pour les données expérimentales en tambour tournant, afin de commencer cette étape de calibration et d'analyser la pertinence des modèles utilisés pour l'estimation de l'énergie de surface de nos matériaux réels. Des analyses micro-mécaniques plus fines, comme l'étude de la compacité du matériau dans le tambour, la façon dont les grains s'organisent lors d'une avalanche ou de l'écoulement, les structures qu'ils forment, l'état de contrainte à différents endroits du tambour numérique, pourront permettre de vérifier et valider le modèle d'avalanche qui nous permet ensuite d'ex-

traire une estimation de l'énergie de surface dans nos expériences.

Ces différents travaux, qu'ils soient expérimentaux ou numériques, ont certes apporté des débuts de réponses aux nombreuses interrogations soulevées par les régolithes glacés, mais ils ont aussi ouvert la porte à d'autres questions et investigations, qui ont été abordées dans le Chapitre 5. La question d'une complexification de nos cas d'étude a notamment été observée, avec la synthèse d'analogues de régolithes plus complexes, qu'il s'agisse de mélanges de différentes poudres, ou de synthèse à partir de solutions d'eau non pure, en l'occurrence des solutions d'eau salée. Les mélanges solides ont été analysés grâce à nos expériences en tambour tournant, et ont montré des différences marquées de comportements d'écoulement selon la proportion de poudre de glace incorporée au mélange, avec des tendances très différentes de ce que nous avons observé pour la glace pure. Si ces résultats ne possèdent pas encore d'explication solide, ils ouvrent tout de même la voie à une investigation plus poussée avec l'étude d'autres mélanges, afin de bien comprendre l'effet de la composition du régolithe sur le comportement dynamique d'un tel échantillon. Le cas du sel, lui, a été utilisé dans l'étude d'Europe, dont la surface, contrairement à celle d'Encelade, exhibe une proportion non négligeable de ce contaminant. L'étude d'une glace poudreuse salée a été l'occasion d'entamer une campagne d'analyse spectrale infrarouge, afin de commencer à faire un lien direct entre les données acquises lors des missions spatiales et des données expérimentales acquises en laboratoire, où les différentes propriétés de la poudre peuvent être directement mesurées, contrairement aux surfaces planétaires. Ces travaux, s'ils constituent des approches relativement préliminaires, sont les prémices de travaux potentiels plus poussés, destinés à étudier des aspects plus larges de ces régolithes glacés, et qui ont été listés au cours de ce chapitre. L'étude mécanique d'échantillons de glace salée est nécessaire pour réellement faire le lien entre l'analyse granulaire et les données spatiales, et pourra être complétée avec différentes concentrations en sels, différentes espèces de sels. Le même genre de campagne expérimentale pourra aussi être menée avec des mélanges divers de glace et de sédiments de nature et de concentration variées, afin d'appliquer l'analyse mécanique du régolithe à une grande variété de corps du Système Solaire. Ces analyses mécaniques pourront encore une fois être couplées à des analyses spectrales, afin de quantifier de manière précise l'effet d'un contaminant dans un régolithe de glace, pour des applications directes à des corps dont la surface présente une grande quantité de sédiments, comme Cérès ou Callisto par exemple. D'autres applications, notamment avec de la matière organique pour le cas de Titan, sont également possibles, en mélangeant des tholins, analogues aux produits synthétisés dans l'atmosphère de la lune, avec de la poudre de glace.

Pour conclure définitivement ce document, sans pour autant conclure les travaux qui en découlent, les régolithes glacés constituent un matériau à part, surprenant à bien des égards mais notamment au niveau de son comportement dynamique, partiellement contrôlé par sa volatilité. Si nous avons dégagé ici des premiers éléments de réponse quant à la caractérisation exhaustive de ce matériau, les implications qui découlent des propriétés que nous avons déduites sont nombreuses, et indispensables à prendre en considération pour les diverses problématiques auxquelles seront confrontées les futures et potentiellement ambitieuses missions spatiales. Dans le cadre des missions *JUICE*, *Europa Clipper* ou *Dragonfly*, un soin tout particulier pourrait être apporté dans l'acquisition de données concernant le régolithe glacé des différents objets autour de Jupiter, ou de Titan. À la lumière de ces nouvelles données et précisions, les travaux que nous avons effectués au cours de cette thèse pourraient

servir de base de comparaison, et permettre une caractérisation plus exhaustive de ce matériau particulier qu'est la poudre de glace.

ANNEXES

Annexe A

Article - Cohesive properties of ice powders analogous to fresh eruptive deposits on Enceladus and Europa

Cohesive properties of ice powders analogous to fresh plume deposits on Enceladus and Europa

Benoît JABAUD^{a,b}, Riccardo ARTONI^a, Gabriel TOBIE^b, Erwan LE MENN^b and Patrick RICHARD^a

^aMAST-GPEM, Université Gustave Eiffel, Allée des Ponts et Chaussées, Bouguenais, 44340, France

^bLaboratoire de Planétologie et Géosciences, UMR-6112, Nantes Université, 2 rue de la Houssinière, Nantes, 44322, France

ARTICLE INFO

Keywords:

Europa
Enceladus
Ices, mechanical properties
Regoliths


ABSTRACT

Active jets of water vapour and ice grains discovered by the *Cassini* spacecraft at the South Pole of Enceladus result in the deposit of freshly erupted materials on the icy surface of the moon, potentially coming directly from its subsurface water ocean. As suggested by sporadic detection of plume activity, similar processes may be at work on Europa as well. Such fresh ice deposit areas are primary targets for future landing and sampling missions for the search of potential bio-signatures. Determining the mechanical properties of such fresh icy powder-like materials is essential to identify safe landing sites and appropriate sampling techniques. Ice surface energy or cohesion is a key parameter driving the porosity of the material, its strength, stickiness and flowability, which determine the stability of fresh surface deposits. In this work we performed an experimental study on laboratory analogues of fresh icy regolith, consisting in investigating the flowability of ice powders through a rotating drum device at several temperatures. Our experimental results show that the flowability of fresh icy deposits significantly decreases with increasing temperatures over the range of 90 to 150 K. Using a simple scaling analysis, we derive the surface energy of ice grains from the observed angle of the flowing surface inside the drum and we show that the surface energy increase by a factor of 5 to 10 between 90 K to 150 K, a behaviour not observed in any other powder material. This result indicates that the flowability of fresh icy deposits at the surface of Enceladus and Europa should significantly change depending on the local surface temperature, which can vary spatially and temporally on the same range of temperature explored here. Due to lower gravity, ice powder will behave as a more cohesive powder on Enceladus than on Europa. Higher cohesion on Enceladus may result in the formation of a very loose regolith with high porosity, making stable landing more challenging. On Europa, the reduction of ice cohesiveness with decreasing temperature should help the flow of freshly eruptive granular ice materials, potentially explaining numerous flow features observed throughout the surface.

1. Introduction

In the outer solar system, and most particularly around the gas giants, most planetary objects display large amounts of solid water ice at their surface. The Galileo and Cassini-Huygens missions revealed that all the major icy moons of Jupiter and Saturn (i.e. Europa, Ganymede, Callisto, Enceladus and Titan) might possess a liquid water ocean beneath their icy shell (e.g. Nimmo and Pappalardo (2016)). In some cases, this ocean is modelled to be in direct contact with the rocky core of the body (Sotin and Tobie, 2004; Kuskov and Kronrod, 2005; Schubert, Anderson, Travis and Palguta, 2007; Schubert, Sohl and Hussmann, 2009; Iess, Stevenson, Parisi, Hemingway, Jacobson, Lunine, Nimmo, Armstrong, Asmar, Ducci and Tortora, 2014), possibly leading to hydro-thermal processes similar to those observed on Earth's seafloor (Lowell and DuBose, 2005; Vance, Harnmeijer, Kimura, Hussmann, deMartin and Brown, 2007; Glass, Dierssen, Glein, Schmidt and Winebrenner, 2022). These hydrothermal vents may provide energy and elements that can be useful for the emergence and the development of life (Shock, 2007; Martin, Baross, Kelley and Russell, 2008; Hand, Sotin, Hayes and Coustenis, 2020). Saturn's moon Enceladus and Jupiter's moon Europa are the two best candidates where such hydrothermal activities are expected, making them primary targets for the search of environments suitable for extraterrestrial life (Hand et al., 2020; Choblet, Tobie, Buch, Čadek, Barge, Běhounková, Camprubi, Freissinet, Hedman, Jones, Lainey, Le Gall, Lucchetti, MacKenzie, Mitri, Neveu, Nimmo, Olsson-Francis,

*Corresponding author

 benoit.jabaud@univ-eiffel.fr (B. JABAUD)

ORCID(s): 0009-0000-9513-9221 (B. JABAUD)

ANNEXE A. ARTICLE - COHESIVE PROPERTIES OF ICE POWDERS ANALOGOUS TO FRESH ERUPTIVE DEPOSITS ON ENCELADUS AND EUROPA

Cohesive properties of ice powders

Panning, Postberg, Saur, Schmidt, Sekine, Shibuya, Sotin, Soucek, Szopa, Usui, Vance and Van Hoolst, 2021). Owing to their very active surfaces revealing on-going exchanges with the subsurface ocean, among the different ocean world candidates, Enceladus and Europa are the two moons where the chances to find bio-signatures at their surface are the highest, especially in freshly deposited areas.

Despite its small size (only 504 km in diameter), Enceladus is the only icy body for which direct observations of water ice eruptions have been made. Its surface is the brightest of the solar system, covered by very young (less than a few million years old, down to < 500,000 years old) water ice at the South Pole (Porco, Helfenstein, Thomas, Ingersoll, Wisdom, West, Neukum, Denk, Wagner, Roatsch, Kieffer, Turtle, McEwen, Johnson, Rathbun, Veverka, Wilson, Perry, Spitale, Brahic, Burns, DelGenio, Dones, Murray and Squyres, 2006; Robidel, Le Mouélic, Tobie, Massé, Seignovert, Sotin and Rodriguez, 2020). Thanks to the *Cassini-Huygens* mission, jets of water vapour and microscopic ice grains have been discovered (Porco et al., 2006; Waite, Combi, Ip, Cravens, McNutt, Kasprzak, Yelle, Luhmann, Niemann, Gell, Magee, Fletcher, Lunine and Tseng, 2006; Hansen, Esposito, Stewart, Colwell, Hendrix, Pryor, Shemansky and West, 2006; Spahn, Schmidt, Albers, Hörning, Makuch, Seiß, Kempf, Srama, Dikarev, Helfert, Moragas-Klostermeyer, Krivov, Sremčević, Tuzzolino, Economou and Grün, 2006), forming a plume emerging from > 100 km long thermally active fractures at the south pole, called Tiger Stripes (Porco et al., 2006; Spencer, Pearl, Segura, Flasar, Mamoutkine, Romani, Buratti, Hendrix, Spilker and Lopes, 2006). The jets particles are mostly composed of water ice, but a small fraction displays 0.1 – 0.4 % of salt and up to 0.01 – 0.3 % of organic compounds (Postberg, Schmidt, Hillier, Kempf and Srama, 2011; Postberg, Khawaja, Abel, Choblet, Glein, Gudipati, Henderson, Hsu, Kempf, Klenner, Moragas-Klostermeyer, Magee, Nölle, Perry, Reviol, Schmidt, Srama, Stolz, Tobie, Trierloff and Waite, 2018b; Postberg, Clark, Hansen, Coates, Dalle Ore, Scipioni, Hedman and Waite, 2018a). Due to the size of the moon, most of the particles can escape Enceladus' gravity to feed the E ring of Saturn (Spahn et al., 2006; Kempf, Beckmann and Schmidt, 2010), but the grains larger than a $\sim 5 \mu\text{m}$ fall back at the surface of the moon with a defined pattern (Schmidt, Brilliantov, Spahn and Kempf, 2008; Schenk, Hamilton, Johnson, McKinnon, Paranicas, Schmidt and Showalter, 2011), creating a global ice powder layer, estimated to be as thick as 700 m (Martin, Whitten, Kattenhorn, Collins, Southworth, Wiser and Prindle, 2023), that can carry potential bio-signatures coming from the deep ocean. The largest grains falling back near the jet sources (Jaumann, Stephan, Hansen, Clark, Buratti, Brown, Baines, Newman, Bellucci, Filacchione et al., 2008; Taffin, Grasset, Le Menn, Bollengier, Giraud and Le Mouélic, 2012), the likelihood of collecting materials with detectable amounts of bio-materials is highest at the vicinity of the Tiger Stripes.

Like Enceladus, Jupiter's moon Europa is expected to possess liquid bodies at depths of 30 km maximum, allowing eruptions of fresh materials (Fagents, 2003; Schmidt, Blankenship, Patterson and Schenk, 2011; Lesage, Massol and Schmidt, 2020; Quick and Hedman, 2020). Several darkish/brownish features identified at the surface, associated either to tectonic activity or chaotic terrains (Fagents, Lopes, Quick and Gregg, 2022), suggest relatively recent eruptions, although precise age cannot be estimated. Some observations support the presence of a possible water plume emitted in a process similar to Enceladus (Roth, Saur, Retherford, Strobel, Feldman, McGrath and Nimmo, 2014; Sparks, Hand, McGrath, Bergeron, Cracraft and Deustua, 2016; Sparks, Schmidt, McGrath, Hand, Spencer, Cracraft and Deustua, 2017), suggesting on-going but sporadic eruption activities. The ESA *JUICE* mission launched in April 14, 2023 (Grasset, Dougherty, Coustenis, Bunce, Erd, Titov, Blanc, Coates, Drossart, Fletcher, Hussmann, Jaumann, Krupp, Lebreton, Prieto-Ballesteros, Tortora, Tosi and Van Hoolst, 2013), and the NASA *Europa Clipper* mission (Howell and Pappalardo, 2020), planned for launch in Oct. 2024, will be able to detect and analyse those potential plumes. Considering the estimated surface age of Europa - 40 to 90 Myr (Zahnle, Schenk, Levison and Dones, 2003; Bierhaus, Zahnle and Chapman, 2009) - it is plausible that a process of constant deposition of fresh material is taking place on Europa, although the eruption process should be somewhat different from Enceladus due to differences in gravity and tidal forcing.

The measurements performed by *Cassini* on Enceladus provided some constraints on the characteristics of ice particles ejected from the south pole faults. Using the infrared channel of the Visual and Infrared Mapping Spectrometer (VIMS) instrument to observe Enceladus' plume, Hedman, Nicholson, Showalter, Brown, Buratti and Clark (2009) determined that the particles of the plume were composed of small grains (< 5 μm), while Hillier, Green, McBride, Schwanethal, Postberg, Srama, Kempf, Moragas-Klostermeyer, McDonnell and Grün (2007) determined that the grain population of the E ring was composed of 99 % of water ice particles. Spectra acquired at different altitudes in the plume also showed some variations in the spectral response of the material, translated into velocity distribution of the particles, leading to more constraints for models of particles launch and deposition. The VIMS instrument also provided constraints on the spatial distribution of the ice grain average size at the surface of Enceladus, indicating a spatial sorting of the particles with distance to the Tiger Stripes features (Jaumann et al., 2008; Taffin et al., 2012).

The bigger grains are found close to the stripes, according to the VIMS data that shows a peak in the distribution around 40 μm . Further from the stripes, the particle distribution suggests a peak around 20 μm . These results imply that the smaller grains can travel further from the ejection source, and probably leave the gravitational influence of Enceladus for the smallest ones. The Cosmic Dust Analyser (CDA, Srama, Ahrens, Altobelli, Auer, Bradley, Burton, Dikarev, Economou, Fechtig, Görlich, Grande, Graps, Grün, Havnes, Helfert, Horanyi, Igenbergs, Jessberger, Johnson, Kempf, Krivov, Krüger, Mocker-Ahlreep, Moragas-Klostermeyer, Lamy, Landgraf, Linkert, Linkert, Lura, McDonnell, Möhlmann, Morfill, Müller, Roy, Schäfer, Schlotzhauer, Schwehm, Spahn, Stübig, Svestka, Tschernjawski, Tuzzolino, Wäsch and Zook (2004)), an instrument designed to sample grains when the spacecraft is flying at high velocity through a particle formation like the rings of Saturn or the plumes of Enceladus, confirms this behaviour. By sampling icy grains at high velocity, this instrument allowed to determine that Saturn's E ring was composed from the smallest grains ejected from the surface of Enceladus ($\sim 0.1\text{-}10 \mu\text{m}$, Kempf, Beckmann, Moragas-Klostermeyer, Postberg, Srama, Economou, Schmidt, Spahn and Grün (2008)).

From the information extracted from these instruments, models of material ejection have been proposed to determine the particle flux emanating from Enceladus' plume. Schmidt et al. (2008), from a model of a vent going through Enceladus's ice surface, explained the velocity difference observed between the ice grains and the water vapour inside the plume. Their results indicate the presence of a liquid source beneath the surface and they estimate a particle mass flux of $\sim 5 \text{ kg}\cdot\text{s}^{-1}$, with only 10 % of this flux escaping Enceladus, and a grain size distribution around the micrometer range. Nakajima and Ingersoll (2016) and Ingersoll and Nakajima (2016), following the same idea, developed models of vapour and ice grain dynamics through cracks to explain the characteristics of the observed plumes. They explained the estimated mass flux by ideal crack widths of 0.05-0.75 m, with narrower and deeper cracks producing a more important mass flux. Their model also argues in favour of a liquid source beneath the surface, potentially connected to the subsurface ocean, boiling into space to create the plume, and they also argue that a salinity of at least $\sim 20 \text{ g}\cdot\text{kg}^{-1}$ is required to prevent freezing of the boiling surface. Kempf et al. (2010) used numerical simulations of grain ejections to reproduce the vertical structure of the E ring observed by the CDA instrument. From these simulations, they have been able to calculate the deposition rate at the surface of Enceladus, deducing that at 100 m from the ejection point, only $10^5\text{-}10^6$ years are required to cover a 10 m boulder.

From the localisation of the jet sources, estimated by Spitale and coworkers (Spitale and Porco, 2007; Porco, DiNino and Nimmo, 2014; Spitale, Hurford, Rhoden, Berkson and Platts, 2015), deposition maps for grains ranging from 0.6 to 15 μm have been estimated by Southworth, Kempf and Spitale (2019). These maps show very clearly the wider spatial extent of the smaller grains at the surface of Enceladus, previously mentioned. All the analyses tend to show that the typical grain sizes found on Enceladus are ranging from a few micrometres (far from Tiger Stripes) to a few tens of micrometres near the ejection point.

On Europa, spectral data provided by the Near-Infrared Mapping Spectrometer instrument (NIMS) onboard the *Galileo* mission were analysed using reflectance models that indicate radii ranging between 20 and 50 micrometres (Hansen and McCord, 2004). However, this size estimation is not as well constrained as on Enceladus, as there is no direct observation of a plume activity at Europa, and no sampling of the grains. Remotely, data acquired with the *Hubble Space Telescope* (HST) indicates the presence of a plume activity on Europa, through the detection of water vapour above the southern hemisphere. Roth et al. (2014) used UV-observations made by the HST to infer the potential existence of two 200 km high plumes of water vapour at the surface of Europa, with a sporadic activity. Sparks et al. (2016) used HST direct observations of Europa's transit in front of Jupiter to corroborate this idea, and detected features consistent with Roth et al. (2014) observations and close to the crater Pwyll. Fifteen years after the end of the *Galileo* mission, Jia, Kivelson, Khurana and Kurth (2018) revisited magnetic and plasma wave signatures acquired during the closest flyby to Europa. They discovered large scale magnetic field rotation and a significant decrease in the magnetic field magnitude, together with an increase of the plasma density near Europa's surface. These results are consistent with the presence of a plume with the characteristics inferred from HST images, interacting with Jupiter's plasma. Southworth, Kempf and Schmidt (2015), based on the results obtained for Enceladus, developed a model of Europa's potential plume. They deduced some information about the extent of the plume feature, making it detectable only at low altitude, and also first insights of grain deposition patterns at the surface of Europa, considering small ice grains of $\sim 0.6\text{-}5 \mu\text{m}$, similar to the typical size of ejected grains on Enceladus.

Considering the nature of the particle ejection process on Enceladus and potentially on Europa, the fresh deposits should consist in a very fine granular material behaving as powder. This peculiar type of material, because of the properties of the ice itself and the very small grains, is subject to potentially very high cohesion forces that could have key implications for the morphological identification of fresh deposits and potential future samplings.

ANNEXE A. ARTICLE - COHESIVE PROPERTIES OF ICE POWDERS ANALOGOUS TO FRESH ERUPTIVE DEPOSITS ON ENCELADUS AND EUROPA

Cohesive properties of ice powders

Cohesion can greatly influence the flow stability of surface deposits and can thus control their morphology, and determine the apparent porosity and strength of superficial powdered layer, challenging future landing. This parameter is also controlling the flowability and stickiness of the ice powders, essential properties to determine in order to develop optimal sampling methods to be used by future landers (Badescu, Riccobono, Ubellacker, Backes, Dotson, Molaro, Moreland, Csomay-Shanklin, Choukroun, Brinkman and Genta, 2019; Hand, Phillips, Murray, Garvin, Maize, Gibbs, Reeves, Martin, Tan-Wang, Krajewski, Hurst, Crum, Kennedy, McElrath, Gallon and 272 authors, 2022). The characterisation of the mechanical properties of planetary surfaces, such as their cohesion, is key to avoid technical issues, as it has been unfortunately illustrated by the *InSight* mission with the HP3 instrument. This instrument was designed to drill in the martian regolith up to 5 m to measure the heat flux, but due to poor constraints on the properties of the martian regolith at this location, the head of the instrument was only able to penetrate the regolith for a few tens of centimetres. On a more positive note, the *Philae* lander from the *Rosetta* mission, despite the failure of its landing system and multiple rebounds at the surface of the comet 67P/Churyumov-Gerasimenko, revealed an unexpected behaviour of the material at the impact points (O'Rourke, Heinisch, Blum, Fornasier, Filacchione, Van Hoang, Ciarniello, Raponi, Gundlach, Blasco, Grieger, Glassmeier, Küppers, Rotundi, Groussin, Bockelée-Morvan, Auster, Oklay, Paar, del Pilar Caballo Perucha, Kovacs, Jorda, Vincent, Capaccioni, Biver, Parker, Tubiana and Sierks, 2020). The excavated material analysed with the *Rosetta* spacecraft showed a composition rich in water ice, and a very low compressive strength of less than 12 Pa, leading to an estimation of the porosity of this material of $75 \pm 7\%$ (O'Rourke et al., 2020). This result shows the importance of the cohesion for planetary surfaces, which can create very loose structures of low density that need to be anticipated for future landing missions.

In order to study the mechanical properties of these icy regolith, we have no choice but to work on laboratory analogues. The nature of such materials is always simplified compared to reality, in terms of composition for example, as pure ice powders are usually used for most studies. It is important to note, however, that these differences are not crucial, as laboratory analogues and experiments provide clues on the effect of physical parameters, such as grain size or temperature, on the mechanical properties of such materials. Previous works have already been done on icy regolith analogues, at different scales, to try to determine the mechanical properties of ice powders. On a macroscopic scale, Choukroun, Molaro, Hodyss, Marteau, Backes, Carey, Dhaouadi, Moreland and Schulson (2020) conducted several penetrometer experiments on fine ice powders to determine the evolution of the strength of the material as a function of the time and temperature and investigate the effect of sintering processes relevant for temperatures above 193 K. At the grain scale, Gundlach, Kiliyas, Beitz and Blum (2011) studied the surface energy (i.e. the cohesion) and the rolling friction of micrometer-sized ice particles at relatively high temperatures (189-226 K). The surface energy represents the energy required to create a surface unit at the contact between two grains, and is expressed in $\text{J}\cdot\text{m}^{-2}$. Gundlach and Blum (2015) investigated the growth and erosion of ice grain aggregates between 114 K and 260 K in the context of ice accretion in planetary disks. At the microscopic scale, Musiolik and Wurm (2019) investigated the contacts of water ice grains in the context of proto-planetary disks through sticking force measurements, to determine the evolution of the cohesion of ice grains with respect to the temperature, at relatively high temperature (175-233 K). These results suggest a link between the cohesion of ice and its temperature, but the temperature range is much higher than the surface conditions on icy moons (< 130 K).

While all the techniques presented here aim at characterising the surface energy of ice powders, they are all using a different experimental setup. It is important to keep in mind that they are based on the quantification of the macroscopic effect of the cohesion, and are then more or less corresponding to direct estimations of this parameter. It is then difficult to directly compare them between each other, but the order of magnitude of the surface energy should remain close, which is the case in all the previously mentioned studies. If the techniques are not directly comparable, they are more useful in a relative characterisation, meaning that they can study the influence of many physical parameters (such as grain size, grain shape, temperature...) on the estimation of the surface energy.

In this work we develop a macroscopic test in order to characterise the effective cohesion of unconsolidated ice powders *via* the measurement of the dynamic angle of repose in cryogenic conditions. The setup allows us in particular to highlight the effect of temperature and particle size on this dynamic angle of repose, using a rotating drum device cooled with liquid nitrogen to achieve temperatures as low as 90 K. From image analysis of the flowing material inside such a drum, we can extract the dynamic angle of repose and its variations, and link this parameter to the surface energy of the studied material. In Sec. 2 we present the methods used in this work to produce icy fresh deposit analogues and characterise their grain size distribution, as well as the experimental drum device. Then we present the results obtained on reference and ice powders with this device in Sec. 3. Finally, Sec. 4 will present a discussion around these results,

to estimate the surface energy of ice grains through an avalanche model, and to explore the implications of such estimations for the surface state of Enceladus and Europa.

2. Methods

2.1. Icy regolith analogues synthesis

One of the hypotheses considering the formation of icy grains in the jets observed on Enceladus by *Cassini* consists of vapour bubbles bursting at the surface of water filling the icy cracks in Enceladus' shell, projecting through the vents very small droplets of liquid water and vapour (Postberg et al., 2018b). Due to the very low temperature in the vent conduits, the tiny water droplets freeze to produce ice grains likely spherical. Sampling by the Cassini spacecraft (Spahn et al., 2006), remote observations (Hedman et al., 2009; Porco et al., 2006) as well as eruption models (Schmidt et al., 2008; Ingersoll and Nakajima, 2016) also indicate a typical grain size around a few micrometers for the fastest grains ejected at very high altitudes, and typically tens to hundred of micrometers for the slowest grains deposited in the vicinity of the jet sources (Jaumann et al., 2008; Taffin et al., 2012).

As an analogy to these jets processes on Enceladus, one of the most common ways to produce ice powders mimicking possible fresh surface deposits on icy moons is to inject very small water droplets into a liquid nitrogen bath at -195.79°C (Gundlach et al., 2011; Yoldi, Pommerol, Jost, Poch, Gouman and Thomas, 2015; Jost, Pommerol, Poch, Gundlach, Leboeuf, Dadras, Blum and Thomas, 2016; Poch, Pommerol, Jost, Carrasco, Szopa and Thomas, 2016; Poch, Cerubini, Pommerol, Jost and Thomas, 2018; Choukroun et al., 2020; Stephan, Ciarniello, Poch, Schmitt, Haack and Raponi, 2021). This allows the droplets to freeze in a few seconds at cooling rates allowing the ice to be crystalline (water droplets do not freeze instantly due to Leidenfrost effect, see Cerubini, Pommerol, Yoldi and Thomas (2022)), producing spherical ice grains which size is determined by the pressurised device used to produce the droplets. We use this principle to produce grains of interest for our study.

We use an industrial nozzle, usually made for coating, the AN9010SS from the EXAIR company. This device works with pressurised liquid coming by one side, and pressurised gas coming by the other side. Liquid and gas mix inside the nozzle, allowing the gas to shear the liquid flow and to break it into very small droplets that are then ejected by the pressure inside the nozzle. The droplets' fog then created is shaped by the outlet to produce a cone jet with a narrow angle. By controlling the liquid and gas pressure separately, it is possible to change the size of the produced droplets.

For our application, we use ultra-pure water as the liquid, and dry pressurised air as the driving gas. The water fog then produced is injected into a Dewar filled with liquid nitrogen to freeze the droplets. A sketch of the ice grains production device is presented in Fig. 1. Due to the pressure of the jet, a large fraction of the water droplets are pushed against the walls of the Dewar, where they condense to form a frost deposit considered as a contaminant in our case. To get rid of this deposit, we place inside the Dewar a pipe that has almost the same diameter, and that goes all the way up to the opening, above the liquid nitrogen level to collect all the frost. Doing this allows us to remove the frost deposits by removing the pipe at any moment.

With this production device, we are only able to synthesise a small quantity of ice powder, with a production rate on the order of a few dozens of grams produced in generally fifteen minutes. Once we produced the ice particles, we let the nitrogen evaporate almost entirely, and we sieve the remaining mixture of liquid nitrogen and ice particles to prevent any possible contamination by large aggregates. We then transfer this final refined powder sample into a plastic container with liquid nitrogen, and store it in a Dewar full of nitrogen to keep the sample at very low temperature.

With the method described above, we are able to produce two ice powder populations with spherical shapes (Fig. 2), but with different grain size distributions, by changing both the air and liquid pressure in agreement with the nozzle manufacturer (only some combinations of pressure are able to produce droplets). The size distributions for these two ice powders are given in Sec. 2.2.

For sake of comparison, we are also using non-ice powders in our characterisation methods, with different cohesion properties. On one hand, we use a glass beads powder with a median diameter of $36\ \mu\text{m}$. This powder behaves as weakly cohesive. On the other hand we are using a calcareous powder (Betocarb HP-EB, composed at 97.3% of CaCO_3) referred to as limestone powder in the following, with angular and very small grains (median diameter of $17\ \mu\text{m}$). By visual inspection only and the way this powder behaves when handled, we consider this powder as highly cohesive.

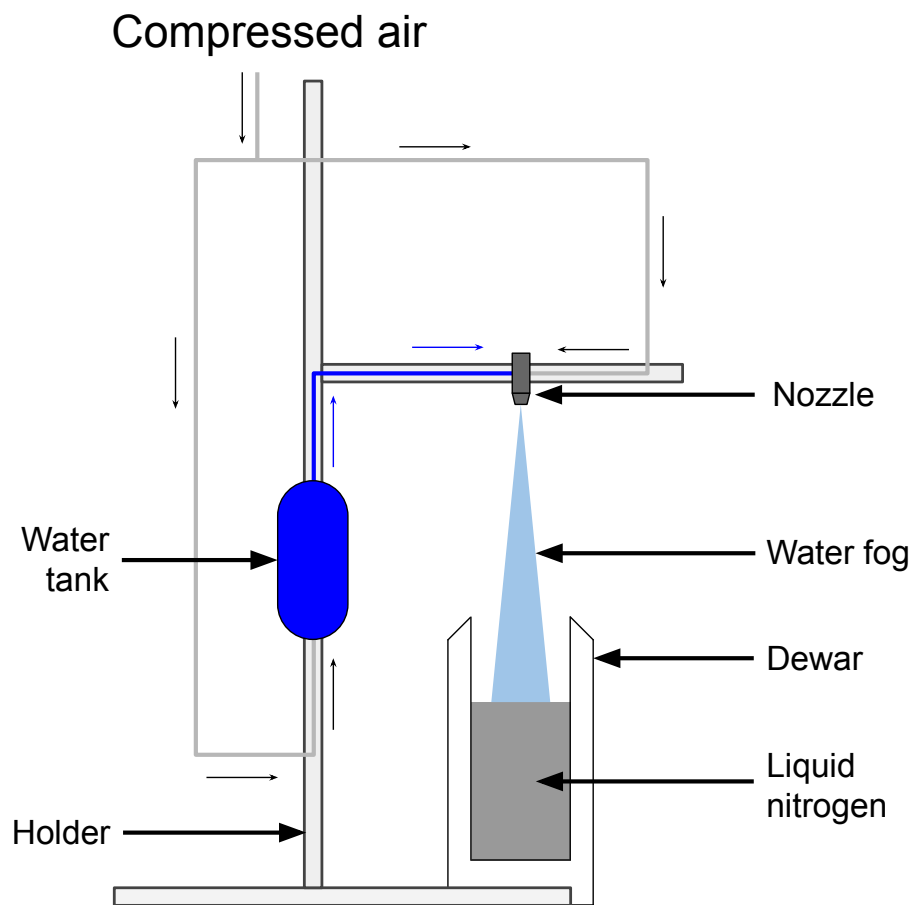


Figure 1: Scheme of the ice grains production device.

2.2. Optical Characterisation

Given that the effective cohesion of a powder depends on particle size, one of the most important parameters to know for our powders is the grain size distribution. For the limestone powder and the glass beads, the particle size distribution was measured with a laser diffraction granulometer (Fritsch Analysette 22). For ice powders, due to the constraints of the material (low temperature, fine particle size) it was not possible to use standard techniques such as sieving or laser diffraction to determine the particle size distribution, but an ad-hoc procedure by means of a digital microscope was adopted instead.

We used the digital microscope KEYENCE VHX-2000. This device allows us to take pictures and measure the dimensions of the grains, at a magnification between $\times 200$ and $\times 400$. It is coupled with a cryostat device, in order to keep our grains in a controlled atmosphere in terms of temperature and pressure. With a liquid nitrogen circulation around a copper sample holder, the temperature inside the cryostat goes down to ~ 90 K, preventing sublimation/condensation and sintering processes of the ice during the whole duration of the observation. The cryostat is sealed, and a vacuum pump allows us to lower the pressure down to $\sim 10^{-1}$ mbar, thus preventing the contamination of the sample by atmospheric water vapour. Two sapphire windows at the bottom and on the lid of the cryostat, and one at the bottom of the sample holder, allow clear observations of the sample with the optical microscope.

To measure the size of the grains in our samples, we need a relatively large amount of measurements. For each sample, we take four to five images of the grains, with a depth composition processing technique. This technique allows us to take images at different focus levels, to combine them in a single fully-focused image of our grains. With this

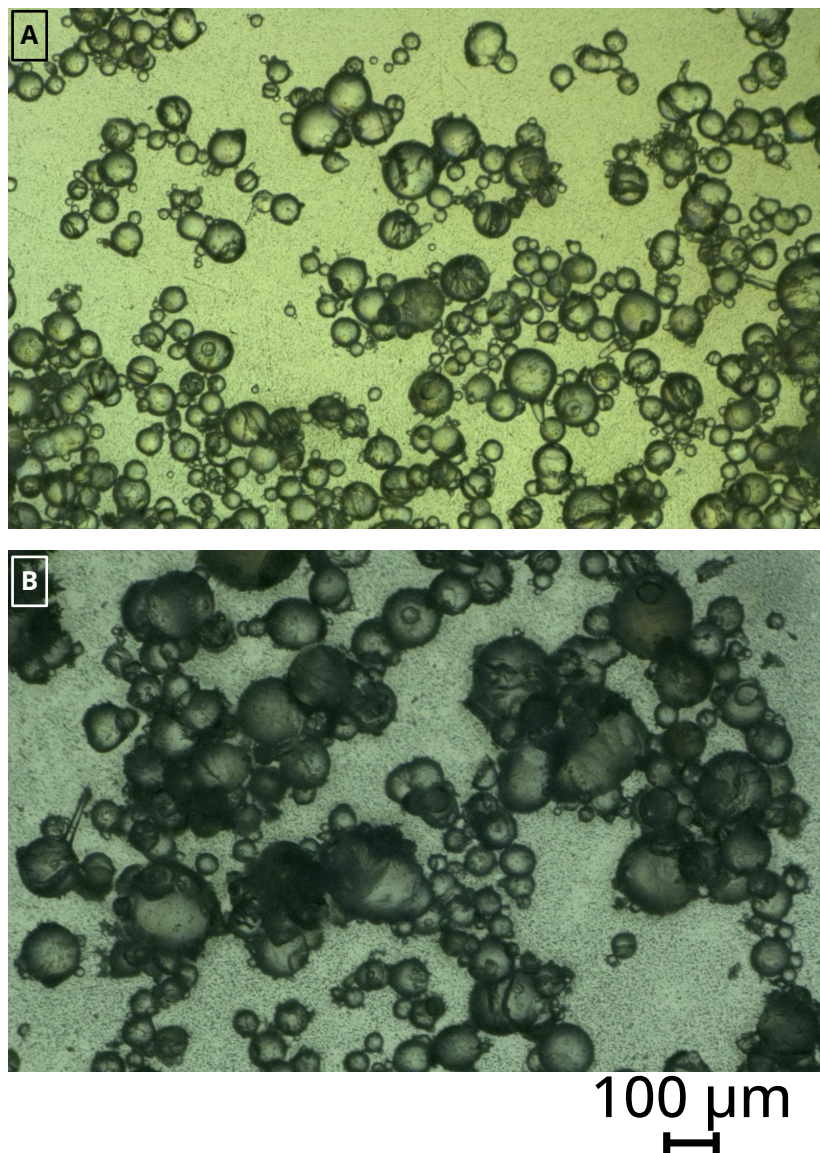


Figure 2: Examples of images of our ice powder samples. Powder A and B are indicated by their corresponding letters on the figure.

technique, small and big grains appear focused even in different focal plans, and it is easier to measure all the grain populations in a single image (Fig. 2). Once an image is acquired, we then use the measurement techniques proposed by the microscope software: for grains produced by spraying, we use a circle approximation to measure the diameter of the grains.

The grain size distributions obtained with the digital microscope device and protocols for ice powders are presented in Fig. 3. A summary of some properties of all the interesting powders of this study is presented in Table 1. It is important to notice here that the median volumetric sizes of our two ice powder samples are higher than the ones estimated on Enceladus and Europa (between 20 and 50 μm). However, this campaign is focused on the effect of temperature and grain size on the mechanical properties of ice powders, as an analogue of icy regoliths, that are mostly composed of water ice. An exact reproduction of this regolith is therefore not required here.

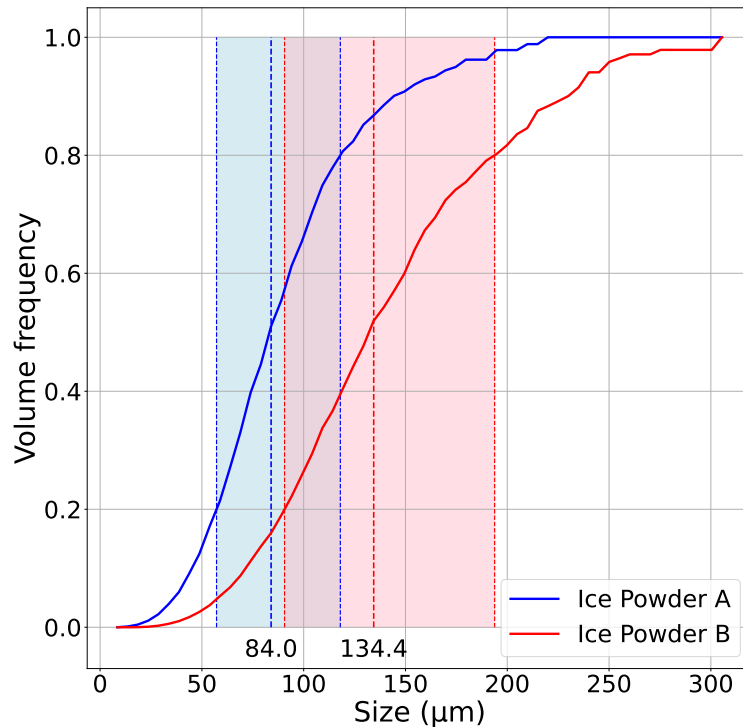


Figure 3: Cumulative frequency for the two ice powder samples, in terms of volumes of the grains.

Powder	Density(kg/m ³)	d20(µm)	d50(µm)	d80(µm)
Limestone	2700	4.0	17.1	66.7
Glass Beads	2600	23.2	36.1	50.0
Ice Powder A	940	56.7	84.0	117.2
Ice Powder B	940	90.6	134.4	192.8

Table 1

Particle density and size distributions for all the model samples and the ice samples.

2.3. Rotating Drum Device

2.3.1. Working principles

The rotating drum device is an experimental tool that allows the measurement of the dynamical behaviour of a powder in rotation inside an horizontal cylindrical drum, to access some interesting parameters such as the dynamic angle of repose with continuous flows, the avalanche triggering angles, maximum and minimum angle of repose before and after an avalanche for discontinuous motions at low rotation speed. For non-cohesive materials, many flowing regimes have been described as a function of the filling ratio of the drum and the rotation speed, represented by a dimensionless number called the Froude number (Mellmann, 2001). This number describes the relative importance of the centrifugal force with respect to gravity, following this formula:

$$Fr = \frac{\omega^2 R}{g}, \quad (1)$$

where ω represents the rotation speed of the drum, in $rad.s^{-1}$, R is the radius of the drum in m , g is the gravity, in $m.s^{-2}$. Different devices operating at the same Froude number should experience the same powder behaviours, allowing to scale the input parameters of the experiment, such as the rotation speed, with the size of the device.

According to Mellmann (2001), for cohesion-less materials it is possible to identify different flowing regimes inside a rotating drum, depending on the rotation speed, from slipping as a block against the wall to the centrifugation of the material. However, these regimes are not all present for cohesive powders. Such powders tend to form strong aggregates, thus inhibiting the continuous flows usually observed to produce irregular avalanches for the whole range of rotation speeds. Therefore, the cohesive properties of the grains will allow higher values of surface angles before creating an avalanche, and the surface of the powder will display a lot more irregularities for cohesive powders. Characterising the angle of the flowing surface of a powder and its variations inside a drum then allows to quantify the cohesion of different powders (Lumay, Boschini, Traina, Bontempi, Remy, Cloots and Vandewalle, 2012). In this study, we performed measurements at different rotation speeds, to check if this parameter still has an effect on the behaviour of the powder, and to check the robustness of the results with respect to this parameter.

2.3.2. Cold temperature experiment

The purpose of the rotating drum is to characterise the cohesion of different ice powders, and to evaluate the eventual influence of the temperature on this parameter. While rotating drums are routinely used for various applications in industry and in granular physics research, no device operating at very low temperature exists. For that purpose, we developed a rotating drum device inspired by Lumay et al. (2012), but adapted to very cold temperature conditions to work with ice powders and to get as close as possible to the temperature conditions at the surface of icy moons. A complete description of the experimental device we developed for this study is available in Appendix A. We built an all-brass drum with a diameter of 64 mm and a width of 16.4 mm, and poly-carbonate windows. The drum is driven by a programmable rotary stage (Zaber X-RSB120AD), allowing operation at very precise rotation speeds. The device is illuminated from the back, with a diffuse window at the back of the drum to ensure that the light is distributed on the whole drum surface. A camera (Basler acA2440-75uc) placed at the front of drum takes pictures with a good contrast between the powder, appearing in black, and the air appearing in white due to the light, in a process called “shadowgraphy”.

A coil exchanger with a liquid nitrogen circulation is placed around the drum, and slight contact is made between these two elements. The exchanger is equipped with resistors to control the temperature. With this setup, we are able to test temperatures starting from 90 K. Note that this is relevant for Europa and at least for the hot spots at the South Pole of Enceladus, where temperatures are higher than the rest of the surface (the global surface itself is colder than our experimental temperatures). First, we are limited by the liquid nitrogen at ~ 77.4 K used to cool the system down, meaning we can not go lower than this temperature. Second, we are working under Earth atmosphere containing a lot of oxygen, that becomes liquid around 90 K. To avoid any liquid formation in the drum sample space that would lead to a drastic modification of the behaviour of the powder due to capillary forces, we need to run the experiments above the liquefaction temperature of oxygen. On the other hand, for the two ice powders tested in this work, above 155 K the cohesion was strong enough to lead to the formation of big ice aggregates and sticking of ice to the walls of the drum, a behaviour preventing any useful measurement of any interesting parameter. For all these reasons, we decided to perform our experiments between 90 and 155 K.

The whole experiment is placed in a cold chamber at 248 K, and the sensitive elements of the setup, such as the motor, the light source and the camera, are enclosed in sealed boxes and heated to prevent any damage. The cold chamber is dryer than the experiment room, and to prevent moisture, to avoid any contamination of our samples, we built a box around the device to isolate it from the outside, and we place silica-gel beads inside this box to absorb residual water vapour.

We control the temperature of every element of the experimental setup, first the motor and camera with thermocouple probes to make sure that they are working under good conditions. We measure the temperature inside the drum with a Pt100 probe placed inside the brass body of the drum, and we consider this value as the temperature of our sample inside the drum.

2.3.3. Data acquisition and analysis

Each experimental run consists of several acquisitions at different temperatures for a single sample over a day. The experimental protocol is always the same for every sample. The first phase is a cooling phase, during which the empty drum is put inside the nitrogen circulation system. A pump circulates the liquid nitrogen at maximum flow rate during

ANNEXE A. ARTICLE - COHESIVE PROPERTIES OF ICE POWDERS ANALOGOUS TO FRESH ERUPTIVE DEPOSITS ON ENCELADUS AND EUROPA

Cohesive properties of ice powders

this phase, to cool down the drum as quickly as possible. During this first experiment step, the sample is kept at very low temperature in liquid nitrogen, in an atmosphere saturated with gaseous nitrogen to avoid any contamination by atmospheric moisture.

Once the drum reaches its minimum temperature, around 93 K, we load the sample by removing the drum from the motor and the cooling system. The drum is opened, loaded and closed in the same cold and nitrogen saturated atmosphere as where the sample is stored. It is then placed back on the motor and the cooling system, to cool it down again to its minimum temperature. The whole loading sequence has to be quickly executed, no more than a few minutes, to avoid as much as possible any atmospheric contamination, and to limit the heating of the whole system.

When the temperature in the drum is stable again, the actual acquisition sequence begins. The first step is to achieve a steady temperature level to perform a measurement. To do so, we regulate the liquid nitrogen flow rate with a needle valve to limit its cooling effect, and use the heating resistors to heat the drum and achieve a balance between cooling and heating. Once we reach a stable temperature, we launch the image acquisition sequence to measure the statistics of the surface slope angles. We first perform a high rotation speed cycle, corresponding to $Fr = 10^{-2}$ or $\Omega = 16.7$ RPM, to put the material in motion and break the eventual previous aggregates. We then perform five rotation speeds, corresponding to $Fr = 1.0 \times 10^{-4}$, $Fr = 5.0 \times 10^{-4}$, $Fr = 1.0 \times 10^{-3}$, $Fr = 5.0 \times 10^{-3}$ and $Fr = 1.0 \times 10^{-2}$ (typical Froude numbers for slumping to cascading regimes for non-cohesive powders, corresponding respectively to $\Omega = 1.67$ RPM, $\Omega = 3.74$ RPM, $\Omega = 5.29$ RPM, $\Omega = 11.82$ RPM and $\Omega = 16.72$ RPM). For each rotation speed, the drum performs 10 rotations, during which we acquire 50 images of the powder, with the time between each image scaled with the rotation speed.

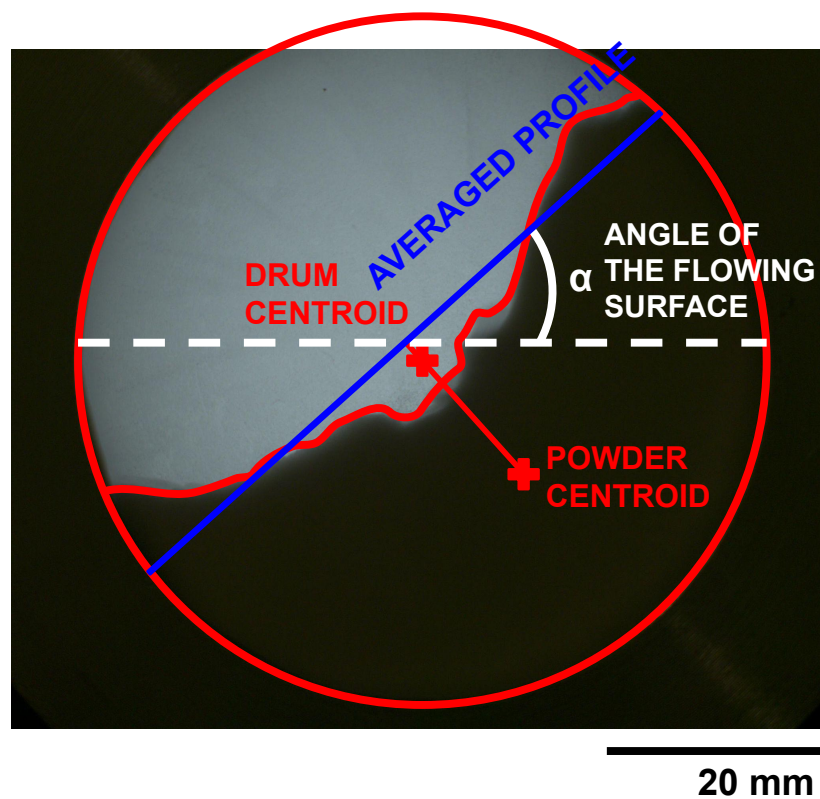


Figure 4: Example of an image acquired with the rotating drum device, and illustration of the “centroid method” applied on this image.

Once the images have been acquired, an approximation of the angle of the surface is obtained with a “centroid method”, which consists in comparing the center of mass (COM) of the area occupied by the powder on the image to the centre of the drum itself, as illustrated in Fig. 4. We draw a line between these two COM, and the perpendicular to this line, shown in blue on the Fig. 4, represents an average profile of the powder inside the drum, from which we can

easily extract an angle α , considered here as the angle of the flowing surface. This angle is corrected from the eventual tilt of the camera by using a vertical reference taken at the beginning of the experiment. We extract this angle for the 50 images we have for each rotation speed, and take the average of these angles as the actual value of the angle of the flowing surface for the considered rotation speed. In a first approximation, we then estimate the variability of the angle of repose by calculating the standard deviation around this mean angle. This second parameter is useful to quantify the cohesion, because by definition a weakly cohesive powder will display a very stable flowing surface (except for very low rotation speeds). For cohesive powders, the flow will occur by the mean of successive avalanches inside the drum, meaning that between two avalanches the powder will behave as a solid. The extreme angles at which the powder will form an avalanche or stabilise will depend on the actual cohesion of the powder, meaning that a more cohesive powder will display a wider range of possible angles, leading to a higher standard deviation around the mean angle of the flowing surface.

It is important to mention here that there is no standard method to analyse the data extracted from the drum device, even though this device is commonly used in the powder characterisation community. The extracted parameter, especially the angle of the flowing surface, is the most used parameter, but its analysis can differ from one study to the other. Some studies, such as Lumay et al. (2012) or Neveu, Francqui and Lumay (2022), are based on the extraction of the powder flowing profile, but others will prefer the estimation of the angle through the analysis of the centroids as performed in this work, such as Pachón-Morales, Colin, Casalinho, Perré and Puel (2020).

3. Results

3.1. Tests on non-icy reference powders - weakly and strongly cohesive cases

As a first step in the campaign, we ran some experiments on our two reference powders, the limestone powder (considered as strongly cohesive) and the glass beads (considered as weakly cohesive), at very low temperature to get as close as possible to the experimental conditions used for the ice powders, and at all the considered rotation speeds. The images of these experiments have been processed with the “centroid method” (see Sec. 2). Some results of these validation runs are shown on Fig. 5a-b.

As expected, we see a very clear difference in terms of centroid angle between the strongly cohesive and weakly cohesive powder. The cohesive powder tends to have higher angles of the flowing surface, independently of the rotation speed (or the temperature). For the glass beads, we see a slight increase of the angle with the highest rotation speeds, as expected from Mellmann (2001), but this behaviour is not visible for the limestone powder because of its cohesive nature that erases all the classical regimes usually observed.

Taking a look at the standard deviation (normalised to the average angle), we still see this clear distinction between the two types of powders. For all the rotation speeds (or temperatures), the cohesive powder shows higher values of the standard deviation, meaning that the surface flow is more irregular, more discontinuous than the weakly cohesive powder. We also see a slight decrease of the standard deviation with the rotation speed for the glass beads, showing once again an expected behaviour previously described: the flow becomes more regular with the increasing speed, thus decreasing the variations of the surface angle.

In order to determine the relevance of our rotating drum device, we can compare the results obtained for our reference powders to values from literature. It is difficult to make the comparison for the standard deviation parameter, but the angle of the flowing surface is a quite common parameter. Unfortunately, as there is no universal reference powder in the powder characterisation community, it is difficult to find angle values for the exact samples we used in our experiments. We can, however, look at the flowing behaviours of classical powders with different levels of cohesion.

It is well known in the powder characterisation community that, in a rotating drum device, for a non cohesive powder, the angle of the flowing surface will increase with the rotation speed of the drum, as shown by Castellanos, Valverde, Pérez, Ramos and Watson (1999). Another study, performed by Neveu et al. (2022), is directly comparing two powders, a cohesive one, made of lactose grains with a size distribution around 40 μm , and a non cohesive one which is composed of glass beads with a size distribution around 400 μm . They measured the angle of the flowing surface for these two samples for rotation speeds ranging between 2 and 60 RPM, which correspond with their device (their drum being 84 mm in diameter) to Froude numbers between $Fr = 1.9 \times 10^{-4}$ and $Fr = 1.7 \times 10^{-1}$. They found that for their non cohesive powder, the angle was increasing with the rotation speed, from 25° to 55°. For our glass beads sample, for Froude numbers between $Fr = 10^{-4}$ and $Fr = 10^{-2}$, we found the same behaviour, but with higher

Cohesive properties of ice powders

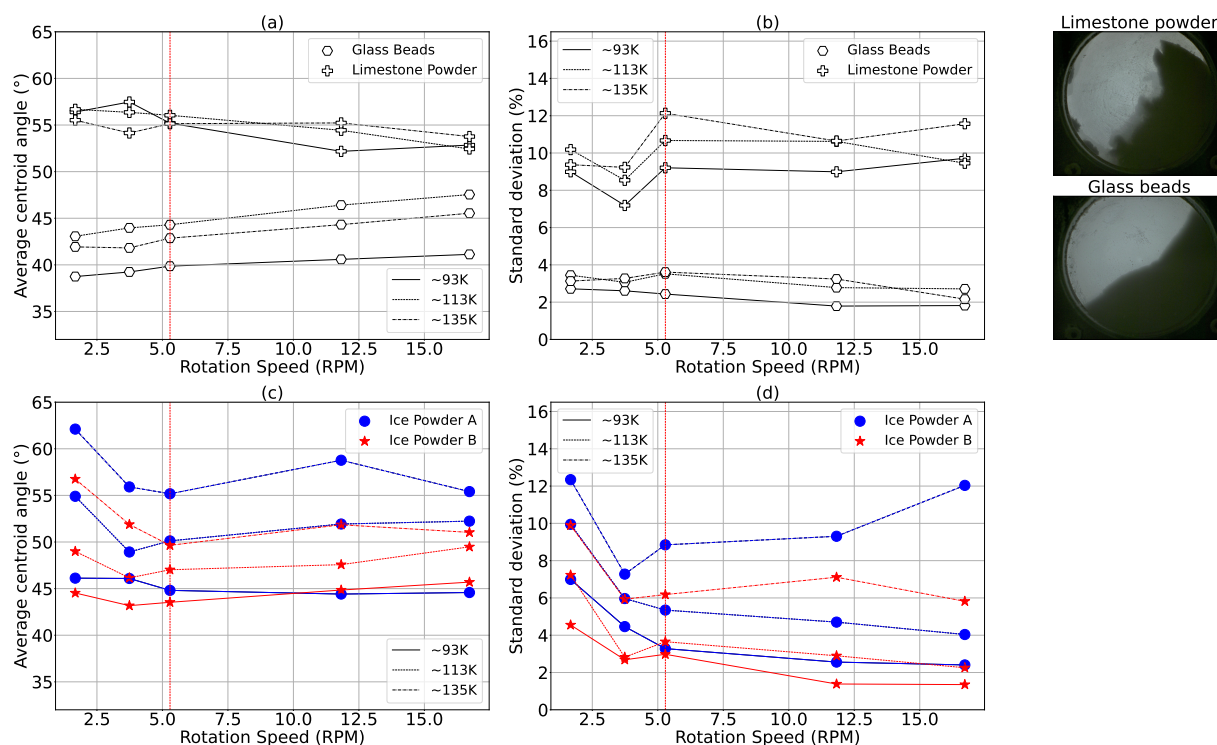


Figure 5: Evolution of the centroid angle and the standard deviation around this angle as a function of the rotation speed for the reference powders (a-b) and the ice powders (c-d), and for different temperatures (~ 93 K, ~ 113 K and ~ 135 K).

angles, from 40° to 50° (Fig. 5a). The angle difference observed here between these glass samples may be due to the grain size difference, which is way smaller in our case, and causes our sample to be slightly more cohesive.

Considering the cohesive powders, even if the two samples are different, their behaviour is also quite similar. Neveu et al. (2022) found globally higher angles at low rotation speeds for lactose powder than for glass beads, with a decreasing trend with the rotation speed, from 55° to 45° . Fig. 5 shows the same behaviour for our limestone powder, higher angles than the glass beads, and the angle is slightly decreasing with the rotation speed.

With these first simple measurements, we demonstrated that we can differentiate powders by their level of cohesion from the rotating drum experiment with the determination of the centroid angle (its average value and its standard deviation). Both the mean flowing surface angle and the standard deviation are relevant to characterise the cohesion of a powder in rotation inside a drum. In addition, the rotation speed does not show a strong effect on cohesive powders, which suggests that the method is robust. For the reference powders, we also do not see a clear dependence of the evolution of the angle and its variations with the temperature. It is worth noticing, however, that the curves corresponding to the evolution of the angle for the glass beads (Fig. 5a) display a high level of scattering, even if there seems to be no clear trend with the temperature. This surprising behaviour, especially considering the low cohesion level of this powder, may be due to intrinsic noise of our method. We can not exclude here that a small amount of frost was deposited on the grains, even if this phenomenon has not been directly observed during our experiments.

3.2. Influence of the rotation speed

As mentioned in Sec. 2.3.3, each experiment was repeated with five rotation speeds (Fig. 5). According to Mellmann (2001), the rotation speed of the drum device should have a visible influence on the behaviour of weakly cohesive powders, influence that we noticed before, but this effect is not clear for more cohesive powders, such as the limestone powder we tested. As we anticipate the ice powders to be strongly cohesive, we tried to see if the rotation speed had any influence on the angle and its variations for these specific powders, and this at different temperatures. These results are shown on Fig. 5c-d.

This figure shows that, as stated in Sec. 3.1, the rotation speed does not seem to influence the values of angles or standard deviations for the icy powders. The lowest rotation speed displays a different trend compared to the other speeds. The points at very low rotation speed almost always show higher angles of the flowing surface, and higher standard deviation compared to higher rotation speeds, making these particular points questionable. Indeed, in our experimental protocols, the measurements are taken going from low to high speeds. Between two runs, the powder is sitting in the drum without moving for the whole duration of the temperature stabilisation. This could lead to a consolidation of the powder, and even if we try to prevent such a phenomenon by performing multiple rotations at high speed before each measurement, the first rotation speed we use (the slowest one) could still be affected by this possible consolidation. For this reason, we decided to discard the lowest rotation speed for the rest of the study.

Considering the remaining rotation speeds, as this parameter does not seem to have a strong influence on the behaviour of the cohesive powders inside the drum, we decided to only focus on one speed, for the sake of clarity, for the rest of this study. We chose to present the results for the intermediate rotation speed of $\Omega = 5.29\text{RPM}$ (indicated by a vertical dashed line on Fig. 5) for the following results.

Having proven the robustness of the method, in the following we discuss the cohesion of ice powders as a function of particle size and temperature.

3.3. Evolution of the cohesion of water ice powders with the temperature

We ran several experiments on the ice powder samples, at very low temperature, following the protocol described in Sec. 2. We used the two ice powder types described in Sec. 2.2, called Ice Powder A (IP-A) with a median volumetric grain size distribution around $84\ \mu\text{m}$, and Ice Powder B (IP-B) with a median volumetric grain size distribution around $134.4\ \mu\text{m}$. For almost all the runs, we followed an increasing “temperature direction”, meaning that we went from very low temperatures ($\sim 93\ \text{K}$) to higher temperatures ($\sim 140\text{-}150\ \text{K}$) during the run. Only a few measurement points were taken in the other direction to check the reversibility of the process (see Sec. 3.4).

The first qualitative results obtained from these experiments are coming from visual observation of the powder inside the drum. A quick visual inspection of the ice in rotation shows a cohesive-like behaviour, with no continuous flow visible at any rotation speed, no free-flowing layer at the surface of the powder. The powder flows through multiple avalanches, displays a highly irregular surface and none of the classical flowing regimes described for non-cohesive powders are recognisable during the whole process. See the animation of a sample of ice powder IP-A flowing inside our rotating drum experiments, at a temperature of $\sim 133\ \text{K}$ and a rotation speed of $5.29\ \text{RPM}$, provided as Supplementary Online Material. All these properties tend to indicate that both IP-A and B are strongly cohesive.

Compared to the reference powders showing no systematic dependence with temperature, the two ice powders display a different behaviour. At very low temperature, between 90 and $100\ \text{K}$, the mean angle of the flowing surface is comparable to those of the glass beads, considered as weakly cohesive, for the two icy samples. As the temperature increases, the mean angle increases for the ice powders, to reach the same values as the limestone powder for temperatures around $130\text{-}140\ \text{K}$. This behaviour is illustrated in Fig. 6 by the example pictures of ice powder inside the drum on images A, B and C, corresponding to the different temperatures indicated on the plots. This means that for the considered range of temperatures, the two populations of ice powder display a weakly cohesive behaviour at low temperatures, and a more cohesive behaviour at higher temperatures. However, if the two samples show the same increasing trend for the angle of their flowing surface with the temperature, they seem to display different values of angles. Indeed, for the smaller grains (in blue) the angle is slightly higher than for the bigger grains (in red), indicating a slightly more cohesive behaviour for IP-A.

We see exactly the same tendency in the evolution of the standard deviation with the temperature (Fig. 6b). For the two ice powders, the standard deviation increases with the temperature, indicating that the variations around the mean angle become higher. At very low temperature, between 90 and $100\ \text{K}$, the standard deviation is comparable to the glass beads, and increases to reach values similar to the limestone powder when going up to $140\text{-}150\ \text{K}$. Here also, the IP-A samples, the smaller grains, seem to be more cohesive than the IP-B.

It is important to notice here the lack of error bars or uncertainties estimations. Indeed, it is difficult in the case of our experimental device to perform strictly similar measurements, especially considering the sample loading procedure or the temperature stabilisation inside the drum. It is critical for the whole experiment to thermally disturb the sample as less as possible by limiting interactions with it and keeping it at very low temperature. It means that we load the sample without precisely controlling the amount of powder introduced inside the drum, which can lead to different filling degree of the device, thus different flowing behaviours. It is also difficult to precisely constrain the temperature inside the drum, meaning that the same heating parameters and liquid nitrogen flow rate will lead to different temperature

Cohesive properties of ice powders

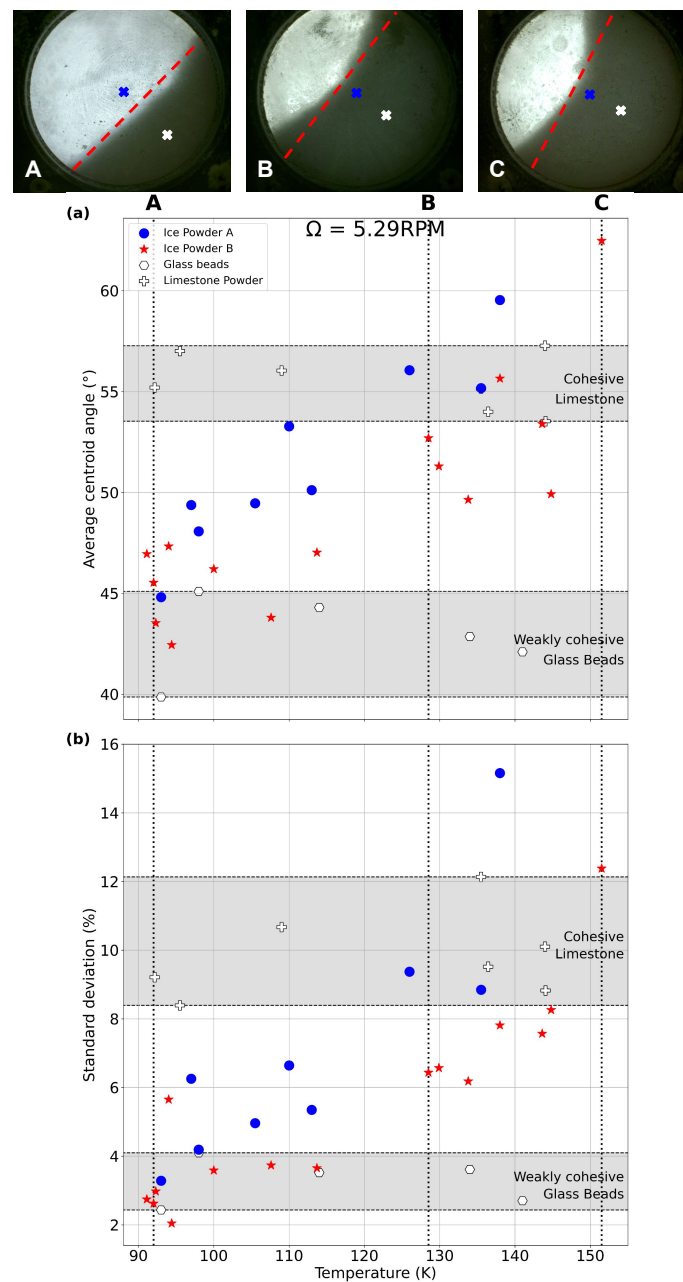


Figure 6: Evolution of (a) the average centroid angle and (b) the standard deviation around this angle with the temperature, for the two ice powder samples and the two test powders. Grey areas represent the weakly-cohesive (glass beads results) and cohesive (limestone powder results) behaviour of powders. The vertical lines indicate the temperature of the examples shown above. Blue and white crosses represent the drum COM and the powder COM, respectively. These examples have all been extracted from Ice Powder B experiments.

stabilisation, probably depending on external conditions. Thus, it is difficult to achieve the exact same temperature stabilisation between different runs, which prevents us to estimate error bars or uncertainties in this work. It is worth noticing that despite these issues, different measurement runs always lead to the same trend for ice powders, meaning that our results are still relevant.



Figure 7: Illustration of the ice aggregates formed inside the drum with three individual pictures of the IP-A sample at 143 K. The aggregates are of centimetre-size, hard to break with just a fall in the drum, and no flowing behaviour is observed at this point.

All these results tend to show that both the angle and the irregularities of the flowing surface of ice powders increase with the temperature, which could indicate a global increase of the ice powder cohesion with the temperature. The cohesion increases so much that at temperatures higher than 140-150 K, the ice powder forms centimetre-sized aggregates, like a snowball inside the drum with no flowing behaviour, thus leading to impossible analysis of the slope of the flowing surface with our methods. This phenomenon is observed for temperatures around 150 K, explaining why there is no data points around these values and above. An illustration of this behaviour is displayed in Fig. 7 with three pictures showing the IP-A sample inside the drum device, at a temperature of 143 K, forming macroscopic aggregates and no flowing behaviour. The same behaviour is observed when using very small ice grains. Indeed, we tried to perform the exact same study presented here with a smaller ice grains population (with a median distribution around 20 μm , not presented in this work), but even at very low temperature this sample behaved as a strongly cohesive powder, leading to almost immediate formation of big aggregates, sticking to the windows of the drum, and impossible measurements of any flowing surface.

Knowing the sensitivity of ice to the temperature, we wondered if the effect we saw could be due to physical changes of the grains, such as sublimation/condensation of the smaller grains destabilised by the temperature increase, and could change the shape of the bigger grains, thus changing their flowing properties. We could also have some sintering effect at the contact between the grains, that could lead to the formation of solid bridges between the grains, therefore changing the apparent size of the grains, and the flowing properties of the powder. All these effects would lead to irreversible changes of the powder properties. To eliminate all these assumptions, we run additional rotating drum experiments, with progressive increase and then decrease of the temperature.

3.4. Reversibility of the cohesion evolution

To test the reversibility of the temperature effect, we used the protocol described in Sec. 2.3.3, first going from low temperatures (around 90 K) to higher temperatures (around 140-150 K), acquiring data points as we usually did. To see if the ice grains actually changed in terms of morphology or properties, we then decreased the temperature and acquired new data points during the descent, to compare these results with the one acquired with the regular protocol.

Fig. 8 shows a hysteresis of both the angle of the flowing surface and the standard deviation, that are both decreasing when the temperature decreases after reaching higher temperatures, even if we do not exactly fall back at the same values of angles. This behaviour is even more remarkable for the standard deviation, for which we seem to follow exactly the same path for the temperature descent than for the ascent. This behaviour indicates that the changes we observed in the powder properties with regular experiments are in fact reversible, and they should not be due to a physical change of the grains such as sublimation or sintering. This confirms that the trend observed on Fig. 6 is due to the intrinsic change of temperature of the grains i.e., is due to a temperature dependence of the particle surface energy.

We also checked that the sample was not altered during this comparative cycle by observing the grains with the optical microscope before and after the experiments. No difference was noticed.

Cohesive properties of ice powders

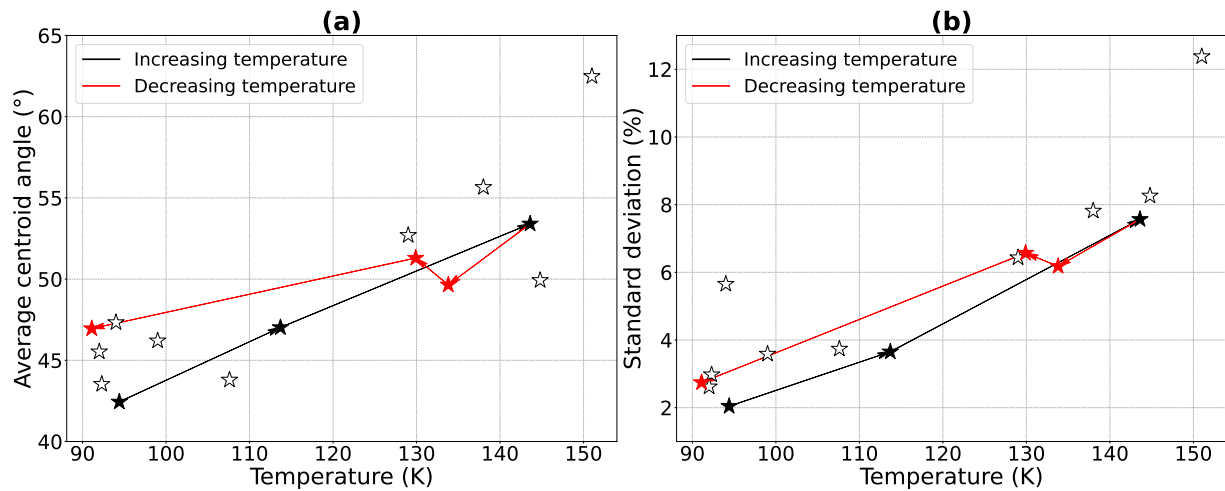


Figure 8: Evolution of (a) the angle and (b) standard deviation of the flowing surface of the powder with the temperature for all the IP-B runs. The results are shown for an intermediate rotation speed of $\Omega = 5.29$ RPM. The filled symbols indicate the back and forth experiment described in Sec. 3.4.

4. Discussion

4.1. Comparison with previous studies

In this work, we investigated experimentally the mechanical behaviour of ice powders at different temperatures with a rotating drum device, in order to determine their cohesive properties. Our experimental results show a clear temperature dependence of the ice cohesion for a temperature range between 90 and 150 K. Increasing the temperature above 150 K resulted in a drastic change of these powders cohesiveness, making the measurements of the cohesion using a rotating drum impossible. Tests performed on samples with smaller grains ($< 20 \mu\text{m}$, not shown here) have revealed an elevated cohesion already at temperatures as low as 90 K, making rotating drum measurements irrelevant. Comparable temperature-dependent behaviour of icy materials were also observed by Musiolik and Wurm (2019) and Gundlach and Blum (2015), but at higher temperatures (> 170 K). At lower temperature, < 150 K, Haack, Otto, Gundlach, Kreuzig, Bischoff, Kührt and Blum (2020) performed tensile strength measurements on a variety of powdery mixtures, including pure water ice powder with a grain size distribution around $2.38 \mu\text{m}$, and they deduced a cohesion value in agreement with previous studies (see Sec. 4.2). We also observed a grain size dependence in the cohesion of our samples, with smaller ice grains being more cohesive, which is an expected behaviour in powdered materials (Mandal, Nicolas and Pouliquen, 2020).

Previous studies suggested that this temperature dependence of cohesion was due to some surface processes, possibly due to a modification of strength of the hydrogen bonds between ice particles, or even, in less extent, Van der Waals interactions. Choukroun et al. (2020) performed sintering experiments on ice powders, and deduced that sintering processes (i.e. the formation of solid bridges at the contact between ice grains) could also take place with sufficient time, depending on the temperature. Sintering processes would lead to an increase of the penetration resistance and changes of the apparent physical properties of the material, but the coldest the powder is, the less resistance it will build within the same duration. At 193 K, Choukroun et al. (2020) found that a sample of ice powder builds a resistance of 2-3 MPa in 400 days. They deduced that under Enceladus surface conditions, little to no strengthening of plume deposits is expected. Even on the South Polar Terrain, near the Tiger Stripes, they estimate that at least the age of the Solar System is required to build a resistance of around 1 MPa. Another hypothesis is linked to the existence of a quasi-liquid layer of water at the surface of ice grains, forming even well below the melting point of water ice (Rosenberg, 2005). This layer is used to explain the slippery behaviour of ice, but in our case it could be involved into some capillarity effects at high temperatures. Indeed, according to Döppenschmidt and Butt (2000), this layer is very thin, a few dozens of nanometers, and behaves as a liquid when two surfaces are in contact. But the thickness of this layer is also decreasing when the temperature drops, meaning that we should lose some capillary forces, maybe explaining the changes observed inside our drum. This link is not straightforward though, because according

to Döppenschmidt, Kappl and Butt (1998) this melted layer only appears consistently around 240 K, which is at least 90 K higher than the temperatures we investigated. However, they ran their experiments on compact ice layers with a thickness of 0.5 mm, which may not be affected by this liquid-like layer in the same way as our microscopic grains.

Future work is required to better understand this process at the microscopic scale with a study of this behaviour through an infrared spectrometer, to investigate eventual changes in the molecular bonds or vibrations that could explain this increase of cohesion with the temperature. According to Kahan, Reid and Donaldson (2007), it might be possible to probe the properties of the quasi-liquid layer at the surface of our ice grains using Raman spectroscopy, which could be part of a future study to investigate in more details this phenomenon.

4.2. Estimation of the surface energy of ice

To better characterise the temperature dependence of the powder cohesion of ice and its extrapolation to a wide range of temperature and grain size, we derived a simple dimensional analysis relating the powder cohesion and other forces acting on the material, notably body forces, as classically done in the granular materials field (Castellanos, 2005). At the particle scale, one usually defines a dimensionless number called the Bond number, which is the ratio between interparticle cohesive forces and particle weight:

$$Bo = \frac{F_{cohesion}}{F_{gravity}} = \frac{6\gamma}{\rho_p g d^2}, \quad (2)$$

where γ is the surface energy of the material, ρ_p the material density, g the gravity, d the particle size. The case $Bo = 1$ corresponds to the combination of parameters for which cohesion is able to sustain the weight of a particle. Note that at a macroscopic scale it may be more relevant to consider continuum level stresses instead of particle scale forces, and therefore to compare the cohesive yield stress σ_c in the bulk of the material to the weight of a portion of material of characteristic depth h . This allows the introduction of a macroscopic Bond number defined as :

$$Bo_M = \frac{\sigma_c}{\rho g h} = \frac{\gamma}{\rho_p g h d}, \quad (3)$$

where $\rho = \rho_p \phi$ is the bulk density, where ϕ is the solid volume fraction, and use has been made of the expected scaling of cohesive stress with particle size : $\sigma_c \sim \phi^{\frac{Z}{d}}$ (Mandal et al., 2020). Whether one or the other dimensionless parameter is more relevant, it depends on the application. Both parameters comprise the variables which are expected to influence the effective cohesion of the powder. Decreasing particle size, gravity or particle density contribute to increase the importance of cohesive forces. The effect of temperature observed in our experiments has therefore to be assigned to the surface energy of the material.

To highlight the effect of the temperature on the effective surface energy of ice particles, we scaled our experimental data using a simple avalanche model inside a rotating drum device. The objective here is to derive an expression of the surface energy of the powder that is independent of the size of the system, the gravity, or all other external forces. This derivation exercise is presented in Appendix B, and introduces the simple avalanche model we used in Fig. A.3, which depicts the failure of the powder inside the drum (middle sketch). Only the final equations are presented here.

Doing this approximation, the surface energy γ can be scaled as:

$$\gamma = \frac{4 \rho_p g d R_{drum}}{9 Z \sin \delta} \left[1 - \cos(4\sqrt{3}\sigma_\theta) \right], \quad (4)$$

where ρ_p is the intrinsic density of the material, g the gravity, d the diameter of the particles, R_{drum} the radius of the drum, Z the coordination number (the average number of contacts per grain), δ the internal angle of friction and σ_θ the standard deviation around the average angle of the flowing surface inside the drum. As stated in Appendix B, a reasonable value for δ should be around 30° . For the coordination number Z , we took a value of $Z = 5$.

These values, injected into the Eq. 4 give the evolution of the surface energy of all our samples between 90 K and 150 K, as illustrated with Fig. 9. This figure confirms the trend previously seen with raw data points, with a clear increase of the surface energy with the temperature for the two ice powder samples. On the other hand, the two model powders (limestone and glass beads) show no dependence to the temperature. Even if the glass beads display a less cohesive behaviour than the limestone powder, the parameter γ of such materials seems very close. The limestone powder displays a higher value of surface energy than the glass beads, but such a difference can not explain the

difference of behaviour observed during the experiments. This is therefore certainly due to the grain size, which is way smaller for the limestone powder ($\sim 17 \mu\text{m}$ for limestone powder, while it is $\sim 36 \mu\text{m}$ for glass beads). It means that the limestone grains are more efficiently affected by the cohesion forces.

With this figure, we also see that the surface energy of ice particles is comparable or smaller than the test powders at very low temperature, but becomes higher for the highest temperatures. Interestingly, the slight difference we could previously observe between the powders is still visible but with a way smaller amplitude, as here the cohesion parameter should be less dependent of the size of the particles we have in the system.

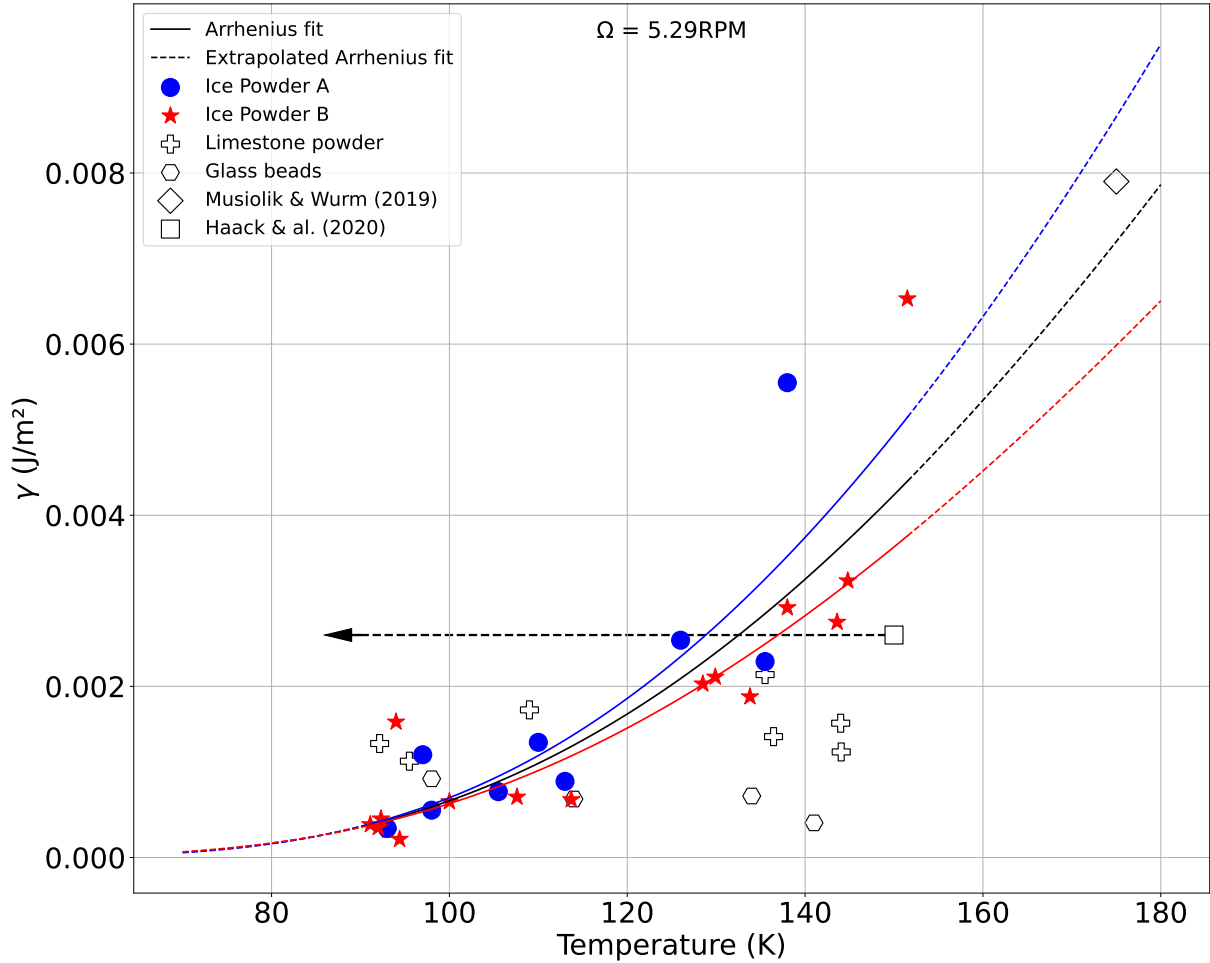


Figure 9: Evolution of the surface energy parameter with the temperature for all the tested powders. The experimental results of Musiolik and Wurm (2019) and Haack et al. (2020) have been added to the plot.

Musiolik and Wurm (2019) found a value of $\gamma_{ice} = 0.0079 \text{ J}\cdot\text{m}^{-2}$ at 175 K, which is comparable to our own values for γ_{ice} when we extrapolate our fit to similar temperatures (see Fig. 9). Below 150 K, Haack et al. (2020) found a value of $\gamma_{ice} = 0.0026 \text{ J}\cdot\text{m}^{-2}$, which is in good agreement with our own experimental results, even though their temperature measurement is not as precise as ours.

Remarkably, our data points seem to follow an exponential law depending on the temperature. If we actually assume an exponential law for our data points, we can use the Arrhenius equation to make the link between the cohesion γ , the temperature T and an activation energy Q . The fitted curve shown on Fig. 9 reproduces quite well the obtain results for ice powders, and leads to an equation of the surface energy γ :

$$\gamma = 0.17e^{\frac{-Q}{RT}}, \quad (5)$$

with Q the activation energy, R the ideal gas constant $8.314 \text{ J}/(\text{mol}\cdot\text{K})$ and T the temperature. This fit gives a value of $Q = 4.6 \pm 0.3 \text{ kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$, which is low compared to other studies performed at higher temperatures like for instance, Choukroun et al. (2020) (they found $Q = 24.3 \pm 3.3 \text{ kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$), but their work was focused on the sintering processes occurring at the contact between the grains. This further confirms that the observed change of cohesion in our samples is not due to sintering processes, consistent with our reversibility experiment tests (see Sec. 3.4).

4.3. Implications for the icy moons of Jupiter and Saturn

Our results imply that the mechanical properties of fresh deposits may significantly vary in space and time at the surface of Europa and Enceladus, even before they become consolidated due to sintering processes (Choukroun et al., 2020), which would take more than 10,000 yrs at temperatures below 150 K. On Europa, the mean annual temperature is around 100 K, but it can vary from around 80 K during nighttime up to around 130 K at the equator at noon (Spencer, Tamppari, Martin and Travis, 1999). As seen with our experimental results, the cohesion of ice powders is highly dependent of the temperature (see Sec. 4.2) over that temperature range. Similarly on Enceladus, the temperature typically varies from about 70 K far from Tiger Stripes to more than 150 K at the vicinity of the warmest part of the fractures (Spencer, Nimmo, Ingersoll, Hurford, Kite, Rhoden, Schmidt and Howett, 2018).

Fig. 10b shows the evolution of the Bond number as a function of both temperature and grain size, calculated with Eq. 2, using the expression of the surface energy given by Eq. 5 for both Europa's and Enceladus' gravity. For grain sizes between a few tens to hundreds of micrometres (corresponding to the typical grain sizes used in our experiments), we obtained Bond numbers comparable to the values explored in our experiments. This means that on Europa, for grains similar to the experimental ones, we could expect the ice powders to behave in the same way as in our most cohesive experiments. This map implies that, at all temperatures between 80 and 130 K, fresh ice deposits on Europa will behave as cohesive powders for grain size smaller than $100 \mu\text{m}$, and would get only weakly cohesive for grain sizes exceeding a few hundred microns.

Interestingly, based on Bond number predictions (Fig. 10b), for grain size of the order of $100\text{-}300 \mu\text{m}$, the ice powder should vary from weakly to strongly cohesive behaviour for temperatures ranging between 80 and 150 K. Knowing the temperature variations at the surface of Europa, this means that different regions display different cohesion levels. For example, ice powders at the poles that are colder ($\sim 80 \text{ K}$) will be less cohesive than the same powder at the equator. Similar behaviour is expected with the daytime cycle. For instance a material with a grain size of about $100 \mu\text{m}$ deposited around the equator will behave during daytime as a highly cohesive material, and will be able to build very loose structures, with a very high porosity (Capece, Huang, To, Aloia, Muchira, Davé and Yu, 2014) and strong slopes (Lumay et al., 2012). But during nighttime, the temperature drops, and the cohesion of this material decreases, leading to possible destabilisation of the powder even with a small perturbation.

Mills, Pappalardo, Panning, Leonard and Howell (2023) studied the effect of moonquakes triggered by tidal deformations on the stability of icy granular materials at the surface of the icy moons. They inferred a quake magnitude range of 4.0-7.9 which, according to their models, is enough to trigger the destabilisation of a granular material, and thus causing mass wasting of icy regolith. For weakly cohesive powder, mass destabilisation could occur at even lower quake magnitude. As the cohesion should vary at different locations and time on Europa, the energy required to destabilise the material and produce a granular flow would also change. This particular behaviour may explain flow-like features observed in various locations on Europa's surface and smooth material filling some topographic lows, for instance on the flanks of double ridges (Prockter and Patterson, 2009; Quick and Hedman, 2020) or various lobate features identified as cryovolcanic sites (Lesage, Schmidt, Andrieu and Massol, 2021). This would also have some important implications regarding the erosion of steep slopes by successive flows. Moreover, the reduction of ice cohesiveness with decreasing temperature should also help the flow of freshly eruptive granular ice materials at the surface, potentially providing an explanation for the numerous flow features observed at Europa's surface, whose morphology implies the existence of a very low viscosity fluid (Miyamoto, Mitri, Showman and Dohm, 2005). Partially molten ice slurries should rapidly freeze as the flow is progressing, thus limiting the flow rate, while granular ice powder will keep a good flowability, which further increases with decreasing temperature. Future modelling work will be needed to test the efficiency of powder flow on Europa's surface and the effusion rate required to explain the observed flow features.

On Enceladus, the temperatures are lower than at the surface of Europa, ranging from around 50 K at the poles to around 80 K at the equator at noon time (Howett, Spencer, Pearl and Segura, 2010). However, Spencer and Nimmo (2013) estimated temperatures as high as around 180 K at some locations on the Tiger Stripes at the South Polar Terrain. Fig. 10a shows that, for grain sizes smaller than $100 \mu\text{m}$, the predicted Bond number is much larger than the highest value reached in our experiments, implying a very cohesive behaviour for the ice powder, independent of the

Cohesive properties of ice powders

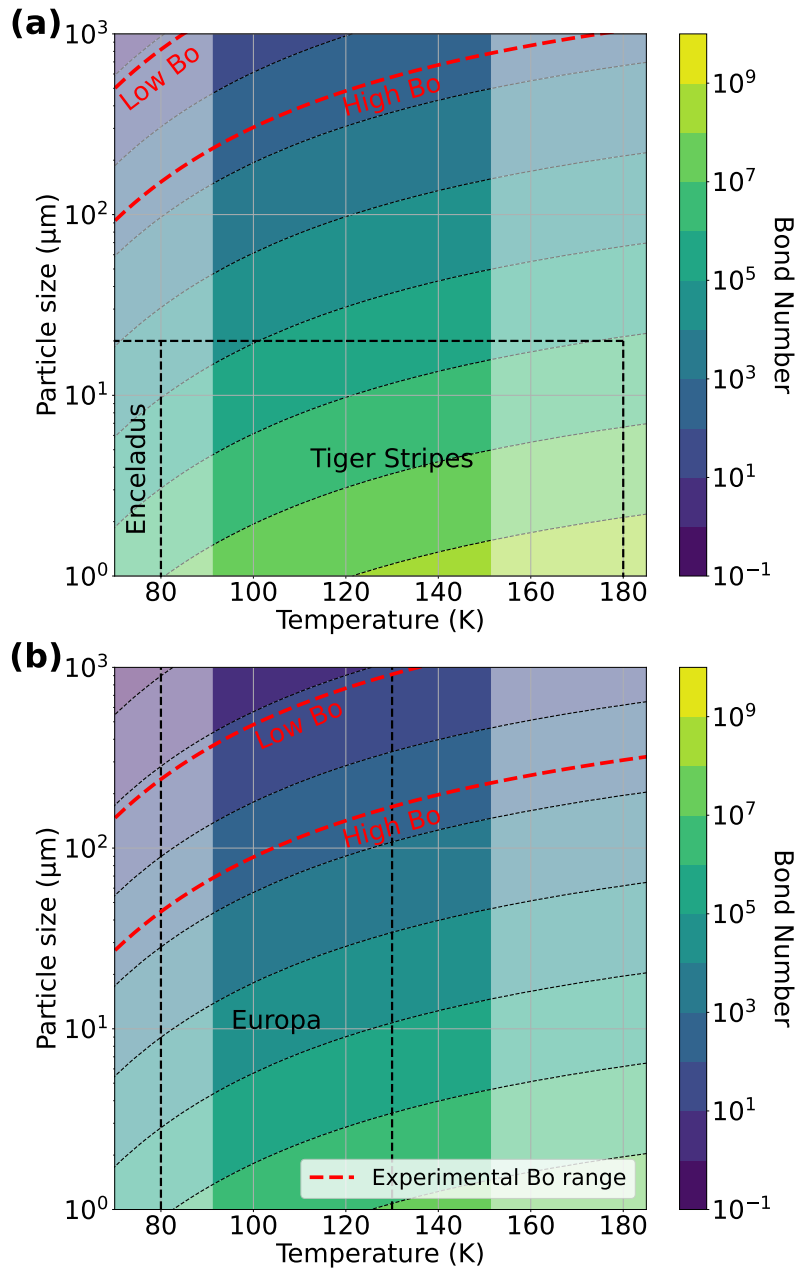


Figure 10: Maps of the Bond Number as a function of the temperature and the grain size calculated for the case of (a) Enceladus' gravity, and (b) Europa's gravity. The highlighted area corresponds to our experimental temperature range. On both maps, the temperature ranges of the different interesting bodies have been indicated, as well as the grain size ranges when possible. The red dotted lines correspond to the range of Bond numbers covered by our experimental results, from $Bo \sim 13.9$ to $Bo \sim 405.4$.

temperature comprised between 70 and 180 K. This means that everywhere at the surface the fresh deposited regolith is able to build very loose structures with high porosity. The cohesion is largely able to sustain the weight of multiple particles, which means that without any external perturbation, the cohesion will keep the porosity at very high values. Because of this property, the cohesion of ice grains could easily build a regolith with a very high thickness at the surface of Enceladus. This property of Enceladus' regolith have been studied by Martin et al. (2023), and they deduce

that the regolith could be as thick as 700 m at some locations on Enceladus. They explain this important thickness by a higher deposition rate than previously established, but also by a very high porosity of the deposited material that we could explain with ice powder cohesion. At the vicinity of the active faults in the south polar terrain, because of the higher temperature, freshly deposited ice powder should always display a more cohesive behaviour than on the rest of the moon, but according to Fig. 10 even at temperatures as low as 60-70 K, ice powder should have a cohesive behaviour, for grain sizes smaller than 100 μm , due to the weak gravity.

The cohesion of the icy regolith is not expected to be constant everywhere at the surface of Enceladus because of temperature variations, but also because of the plume activity. Indeed, the deposition rate of the ejected material is not the same at every place of the moon. Kempf et al. (2010) and Southworth et al. (2019) studied the deposition rates and maps at the surface of Enceladus. They estimated that the larger grains had a lower velocity, and they were more easily falling back at the surface and closer to the Tiger Stripes. This would mean that the average grain size is larger close to the Tiger Stripes, consistent with VIMS data (Jaumann et al., 2008; Taffin et al., 2012), leading to a competition between temperature and size effects. The material deposited close to the stripes is less cohesive because of its grain size, counteracting the effect of the temperature. On the other hand, grain velocities have also been estimated to be around 200 $\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$ at the exit of the vent, and in the absence of atmosphere they are not slowed down when they fall back, meaning they collide with the surface with about the same velocity. It is difficult to know what would be the effect of such high velocity impacts, but we can expect that if the grains fall on a very cohesive and loose structure, they could be able to break the cohesive bonds between the grains. This could cause a reorganisation of the grains, a decrease of the porosity and then a dynamic compaction process. Further modelling work is needed to investigate the effect of particles falling on the powder structure and its consequences for the macroscopic cohesiveness.

Due to the difference of gravity between Europa and Enceladus, two identical ice powders will not display the same behaviour on their surfaces, as indicated from the difference in Bond number for similar grain sizes and temperatures on the two moons (Fig. 10). Due to a smaller gravity, the surface porosity on Enceladus would always be higher than on Europa for a given grain size and temperature. High cohesion and low gravity can result in a very low compressive strength of the surface materials, similar to what has been experienced by *Philae* upon landing on the comet 67P/Churyumov–Gerasimenko (O'Rourke et al., 2020). Such a very low compressive strength may make the landing more challenging, or at least requires specific landing designs. Future work is required to link the spectral and morphological signatures to the surface material cohesion and strength, in order to identify the best sites for safe landing for future missions. Considering the sampling part of a mission of this type, the highly cohesive nature of the material would probably make it easy to detach from the surface because of its porous nature. However, the adhesive nature of the grains would maybe make them difficult to analyse, because they could stick to the sampling tool, or stick to each other, making them difficult to separate for individual analyses. Future experimental tests on analogous powders of various grain size, temperature, and composition will be useful to determine the best sampling and analysis technique.

5. Conclusion

In this experimental work, we showed that the cohesive behaviour of ice powders strongly varies for temperatures ranging from 90 to 150 K. We quantified the increase of angle of the flowing surface of ice powders, and its variations, with temperature, a process that is reversible and that shows an important change of cohesion of the material. From a simple model of avalanche occurring inside a rotating drum device, based on the characteristic double slope observed in our experiments, we were able to link the geometry of the powder flow, represented by the standard deviation around the average angle of the flowing surface, and the surface energy of the material, corresponding to the cohesion. We showed a clear relationship between the cohesion of ice powders and the temperature, with an exponential increase of the surface energy with temperature, which is not the case for our reference powders. The values estimated for ice cohesion are in agreement with previous studies, and both our icy samples follow the same trend, independently of their grain size.

This cohesion increase with temperature is of particular interest in the context of the icy moons surface conditions and state. By the use of a dimensionless number, the macroscopic Bond number, we were able to compare the importance of the cohesion to the gravity, to place our samples in the context of icy regoliths. We were able to determine that for any relevant temperature at the surface of Europa or Enceladus, or for any characteristic grain size of these bodies, the gravity is weak enough for the cohesion to have an important effect. This means that the ice powder at the surface will always behave as strongly cohesive, and will be able to build a thick regolith with potentially high

ANNEXE A. ARTICLE - COHESIVE PROPERTIES OF ICE POWDERS ANALOGOUS TO FRESH ERUPTIVE DEPOSITS ON ENCELADUS AND EUROPA

Cohesive properties of ice powders

porosity, especially around warmer spots such as the Tiger Stripes at the South Pole of Enceladus. This quantification is important for the potential future landing mission that will deal with this porous ice powder layer. There is also an interesting cyclic effect that can be mentioned here, with the day-night cycle that changes the surface temperature, and thus the cohesion of the ice powder at the surface. This means that icy regolith can become more or less flowable depending on the time of the day, and such variations could lead to mass wasting or granular flow at the surface. Variations in the cohesion of such materials could also be used to explain some flow features observed at the surface, difficult to explain by regular models of eruptions of liquid fluids.

Now that the behaviour of pure ice powders has been actively investigated and understood, new developments are currently ongoing to perform measurements on more complex analogues, such as ice powders made of angular grains, salty ice powders, or mixtures of ice grains and rocky or organic grains. It is crucial to understand the mechanical behaviour of such samples, as they represent better planetary analogues than pure ice powders, and they are characteristic of a wider range of icy bodies, with applications to Ganymede, Callisto, Titan, Ceres, Uranus moons or even Mars. Estimating the surface energy of these analogues with the rotating drum device will allow us to access the surface state of these bodies, and a probable link with the temperature, as seen with pure ice. Using ice grains with different geometries, such as bigger diameter or different shapes, is also of great interest to access more parameters that are usually dominated by cohesion, like friction between grains, rolling friction of ice particles, which may be relevant for different icy regolith contexts.

As the rotating drum device may not be relevant for every icy samples, especially the ones that are too cohesive such as ice powders made of tiny grains, or temperatures that are too high, developing complementary experiments could help to fully understand the material, but also to give access to additional mechanical parameters. Shear cell experiments at low temperature with an adapted powder rheometer constitute a technical challenge but could give a more direct access to cohesion. A tapping device is also a great way to access the powder flowability through compaction curves that give information about the ability of grains to reorganise themselves when they are subject to high energy vibrations. Spectral characterisation in UV/visible and IR of tested samples will also be very useful to anticipate the interpretation of future data acquired by space missions, and would allow us to connect the spectral signatures to the physical state of ice powders. This will be essential to identify the fresh deposits area at the surface of Europa in the context of the *JUICE* and *Europa Clipper* missions and to re-interpret the data acquired by *Cassini* at Enceladus with objectives of re-assessing the grain size distribution and physical state of plume ice deposits on Enceladus.

Beyond Europa and Enceladus, the results reported here regarding the strong influence of temperature on the cohesion of water ice may have major implications in various contexts, including accretion of icy planetesimals in proto-planetary disks, cometary surfaces, mid-sized moons of Saturn and Uranus, Ceres, Mars' polar regions, etc. As all planetary conditions cannot be reproduced experimentally, numerical simulations can be very useful to extrapolate to appropriate conditions, in order to better assess icy surface properties, flow processes, landing risk and sampling techniques. In particular, tools such as the discrete element method (Radjai and Dubois, 2011) can be useful to model granular materials by taking into account the discrete nature of particle-scale phenomena. The rotating drum experiments presented here provide an ideal benchmark to calibrate the numerical model of ice powders, which could then be used to explore a variety of planetary conditions and engineering problems. Such a numerical model is currently under test and will be presented in a forthcoming study.

Acknowledgements

The present study received financial supports from the project GRIM funded by the Region Pays de La Loire (France) and from CNES for the preparation of the *Europa Clipper* mission.

CRedit authorship contribution statement

Benoît JABAUD: <Credit authorship details>.

References

Badescu, M., Riccobono, D., Ubellacker, S., Backes, P., Dotson, M., Molaro, J., Moreland, S., Csomay-Shanklin, N., Choukroun, M., Brinkman, A., Genta, G., 2019. Sampling Tool Concepts for Enceladus Lander In-Situ Analysis, in: 2019 IEEE Aerospace Conference, pp. 1–12. doi:10.1109/AERO.2019.8741568.

- Bierhaus, E.B., Zahnle, K., Chapman, C.R., 2009. Europa's Crater Distributions and Surface Ages, in: Pappalardo, R.T., McKinnon, W.B., Khurana, K.K. (Eds.), Europa. University of Arizona Press, p. 161.
- Capece, M., Huang, Z., To, D., Aloia, M., Muchira, C., Davé, R.N., Yu, A.B., 2014. Prediction of porosity from particle scale interactions: Surface modification of fine cohesive powders. *Powder Technology* 254, 103–113. URL: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0032591014000151>, doi:<https://doi.org/10.1016/j.powtec.2014.01.006>.
- Castellanos, A., 2005. The relationship between attractive interparticle forces and bulk behaviour in dry and uncharged fine powders. *Advances in Physics* 54, 263–376. URL: <https://doi.org/10.1080/17461390500402657>, doi:10.1080/17461390500402657, arXiv:<https://doi.org/10.1080/17461390500402657>.
- Castellanos, A., Valverde, J.M., Pérez, A.T., Ramos, A., Watson, P.K., 1999. Flow Regimes in Fine Cohesive Powders. *Physical Review Letters* 82, 1156–1159. doi:10.1103/physrevlett.82.1156.
- Cerubini, R., Pommerol, A., Yoldi, Z., Thomas, N., 2022. Near-infrared reflectance spectroscopy of sublimating salty ice analogues. implications for icy moons. *Planetary and Space Science* 211, 105391. doi:10.1016/j.pss.2021.105391.
- Choblet, G., Tobie, G., Buch, A., Čadek, O., Barge, L.M., Běhouňková, M., Camprubi, E., Freissinet, C., Hedman, M., Jones, G., Lainey, V., Le Gall, A., Lucchetti, A., MacKenzie, S., Mitri, G., Neveu, M., Nimmo, F., Olsson-Francis, K., Panning, M., Postberg, F., Saur, J., Schmidt, J., Sekine, Y., Shibuya, T., Sotin, C., Soucek, O., Szopa, C., Usui, T., Vance, S., Van Hoolst, T., 2021. Enceladus as a potential oasis for life: Science goals and investigations for future explorations. *Experimental Astronomy* 54, 809–847. doi:10.1007/s10686-021-09808-7.
- Choukroun, M., Molaro, J.L., Hodyss, R., Marteau, E., Backes, P., Carey, E.M., Dhauoui, W., Moreland, S., Schulson, E.M., 2020. Strength Evolution of Ice Plume Deposit Analogs of Enceladus and Europa. *Geophysical Research Letters* 47. doi:10.1029/2020g1088953.
- Döppenschmidt, A., Butt, H.J., 2000. Measuring the Thickness of the Liquid-like Layer on Ice Surfaces with Atomic Force Microscopy. *Langmuir* 16, 6709–6714. doi:10.1021/1a990799w.
- Döppenschmidt, A., Kappl, M., Butt, H.J., 1998. Surface Properties of Ice Studied by Atomic Force Microscopy. *The Journal of Physical Chemistry B* 102, 7813–7819. doi:10.1021/jp981396s.
- Fagents, S.A., 2003. Considerations for effusive cryovolcanism on Europa: The post-Galileo perspective. *Journal of Geophysical Research: Planets* 108. doi:10.1029/2003je002128.
- Fagents, S.A., Lopes, R.M.C., Quick, L.C., Gregg, T.K.P., 2022. Cryovolcanism, in: *Planetary Volcanism across the Solar System*. Elsevier, pp. 161–234. doi:10.1016/b978-0-12-813987-5.00005-5.
- Glass, J., Dierssen, H., Glein, C., Schmidt, B., Winebrenner, D., 2022. Defining and Characterizing Habitable Environments in Ocean World Systems. *Oceanography* doi:10.5670/oceanog.2021.414.
- Grasset, O., Dougherty, M.K., Coustenis, A., Bunce, E.J., Erd, C., Titov, D., Blanc, M., Coates, A., Drossart, P., Fletcher, L.N., Hussmann, H., Jaumann, R., Krupp, N., Lebreton, J.P., Prieto-Ballesteros, O., Tortora, P., Tosi, F., Van Hoolst, T., 2013. JUPITER ICy moons Explorer (JUICE): An ESA mission to orbit Ganymede and to characterise the Jupiter system. *Planetary and Space Science* 78, 1–21. doi:10.1016/j.pss.2012.12.002.
- Gundlach, B., Blum, J., 2015. The stickiness of micrometer-sized water-ice particles. *The Astrophysical Journal* 798, 34. doi:10.1088/0004-637x/798/1/34.
- Gundlach, B., Kiliyas, S., Beitz, E., Blum, J., 2011. Micrometer-sized ice particles for planetary-science experiments - I. Preparation, critical rolling friction force, and specific surface energy. *Icarus* 214, 717–723. doi:10.1016/j.icarus.2011.05.005.
- Haack, D., Otto, K., Gundlach, B., Kreuzig, C., Bischoff, D., Kührt, E., Blum, J., 2020. Tensile strength of dust-ice mixtures and their relevance as cometary analog material. *Astronomy & Astrophysics* 642, A218. URL: <https://doi.org/10.1051/0004-6361/202037763>, doi:10.1051/0004-6361/202037763.
- Hand, K.P., Phillips, C.B., Murray, A., Garvin, J.B., Maize, E.H., Gibbs, R.G., Reeves, G., Martin, A.M.S., Tan-Wang, G.H., Krajewski, J., Hurst, K., Crum, R., Kennedy, B.A., McElrath, T.P., Gallon, J.C., 272 authors, 2022. Science Goals and Mission Architecture of the Europa Lander Mission Concept. *The Planetary Science Journal* 3, 22. URL: <https://dx.doi.org/10.3847/PSJ/ac4493>, doi:10.3847/PSJ/ac4493.
- Hand, K.P., Sotin, C., Hayes, A., Coustenis, A., 2020. On the Habitability and Future Exploration of Ocean Worlds. *Space Science Reviews* 216. doi:10.1007/s11214-020-00713-7.
- Hansen, C.J., Esposito, L., Stewart, A.I.F., Colwell, J., Hendrix, A., Pryor, W., Shemansky, D., West, R., 2006. Enceladus' Water Vapor Plume. *Science* 311, 1422–1425. URL: <https://www.science.org/doi/abs/10.1126/science.1121254>, doi:10.1126/science.1121254, arXiv:<https://www.science.org/doi/pdf/10.1126/science.1121254>.
- Hansen, G.B., McCord, T.B., 2004. Amorphous and crystalline ice on the Galilean satellites: A balance between thermal and radiolytic processes. *Journal of Geophysical Research* 109. doi:10.1029/2003je002149.
- Hedman, M.M., Nicholson, P.D., Showalter, M.R., Brown, R.H., Buratti, B.J., Clark, R.N., 2009. SPECTRAL OBSERVATIONS OF THE ENCELADUS PLUME WITH CASSINI-VIMS. *The Astrophysical Journal* 693, 1749–1762. doi:10.1088/0004-637x/693/2/1749.
- Hillier, J.K., Green, S.F., McBride, N., Schwanethal, J.P., Postberg, F., Srama, R., Kempf, S., Moragas-Klostermeyer, G., McDonnell, J.A.M., Grun, E., 2007. The composition of saturn's e ring. *Monthly Notices of the Royal Astronomical Society* 377, 1588–1596. doi:10.1111/j.1365-2966.2007.11710.x.
- Howell, S.M., Pappalardo, R.T., 2020. NASA's Europa Clipper - a mission to a potentially habitable ocean world. *Nature Communications* 11. doi:10.1038/s41467-020-15160-9.
- Howett, C.J.A., Spencer, J.R., Pearl, J., Segura, M., 2010. Thermal inertia and bolometric Bond albedo values for Mimas, Enceladus, Tethys, Dione, Rhea and Iapetus as derived from Cassini/CIRS measurements. *Icarus* 206, 573–593. URL: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S001910350900308X>, doi:<https://doi.org/10.1016/j.icarus.2009.07.016>. cassini at Saturn.
- Iess, L., Stevenson, D.J., Parisi, M., Hemingway, D., Jacobson, R.A., Lunine, J.I., Nimmo, F., Armstrong, J.W., Asmar, S.W., Ducci, M., Tortora, P., 2014. The Gravity Field and Interior Structure of Enceladus. *Science* 344, 78–80. doi:10.1126/science.1250551.
- Ingersoll, A.P., Nakajima, M., 2016. Controlled boiling on Enceladus. 2. Model of the liquid-filled cracks. *Icarus* 272, 319–326. doi:10.1016/j.icarus.2015.12.040.

ANNEXE A. ARTICLE - COHESIVE PROPERTIES OF ICE POWDERS ANALOGOUS TO FRESH ERUPTIVE DEPOSITS ON ENCELADUS AND EUROPA

Cohesive properties of ice powders

- Jaumann, R., Stephan, K., Hansen, G.B., Clark, R.N., Buratti, B.J., Brown, R.H., Baines, K.H., Newman, S.F., Bellucci, G., Filacchione, G., et al., 2008. Distribution of icy particles across Enceladus' surface as derived from Cassini-VIMS measurements. *Icarus* 193, 407–419.
- Jia, X., Kivelson, M.G., Khurana, K.K., Kurth, W.S., 2018. Evidence of a plume on Europa from Galileo magnetic and plasma wave signatures. *Nature Astronomy* 2, 459–464. doi:10.1038/s41550-018-0450-z.
- Johnson, K.L., Kendall, K., Roberts, A.D., 1971. Surface energy and the contact of elastic solids. *Proceedings of the Royal Society A* 324, 301–313. doi:10.1098/rspa.1971.0141.
- Jost, B., Pommerol, A., Poch, O., Gundlach, B., Leboeuf, M., Dadras, M., Blum, J., Thomas, N., 2016. Experimental characterization of the opposition surge in fine-grained water-ice and high albedo ice analogs. *Icarus* 264, 109–131. doi:10.1016/j.icarus.2015.09.020.
- Kahan, T.F., Reid, J.P., Donaldson, D.J., 2007. Spectroscopic Probes of the Quasi-Liquid Layer on Ice. *The Journal of Physical Chemistry A* 111, 11006–11012. doi:10.1021/jp074551o.
- Kempf, S., Beckmann, U., Moragas-Klostermeyer, G., Postberg, F., Srama, R., Economou, T., Schmidt, J., Spahn, F., Grün, E., 2008. The E ring in the vicinity of Enceladus. *Icarus* 193, 420–437. doi:10.1016/j.icarus.2007.06.027.
- Kempf, S., Beckmann, U., Schmidt, J., 2010. How the Enceladus dust plume feeds Saturn's E ring. *Icarus* 206, 446–457. doi:10.1016/j.icarus.2009.09.016.
- Kuskov, O.L., Kronrod, V.A., 2005. Internal structure of Europa and Callisto. *Icarus* 177, 550–569. doi:10.1016/j.icarus.2005.04.014.
- Lesage, E., Massol, H., Schmidt, F., 2020. Cryomagma ascent on Europa. *Icarus* 335, 113369. URL: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0019103518304834>, doi:<https://doi.org/10.1016/j.icarus.2019.07.003>.
- Lesage, E., Schmidt, F., Andrieu, F., Massol, H., 2021. Constraints on effusive cryovolcanic eruptions on Europa using topography obtained from Galileo images. *Icarus* 361, 114373. doi:10.1016/j.icarus.2021.114373.
- Lowell, R.P., DuBose, M., 2005. Hydrothermal systems on Europa. *Geophysical Research Letters* 32. doi:10.1029/2005gl022375.
- Lumay, G., Boschini, F., Traina, K., Bontempi, S., Remy, J.C., Cloots, R., Vandewalle, N., 2012. Measuring the flowing properties of powders and grains. *Powder Technology* 224, 19–27. doi:10.1016/j.powtec.2012.02.015.
- Makkonen, L., 2012. Ice Adhesion - Theory, Measurements and Countermeasures. *Journal of Adhesion Science and Technology* 26, 413–445. doi:10.1163/016942411x574583.
- Mandal, S., Nicolas, M., Pouliquen, O., 2020. Insights into the rheology of cohesive granular media. *Proceedings of the National Academy of Sciences* 117, 8366–8373. doi:10.1073/pnas.1921778117.
- Martin, E.S., Whitten, J.L., Kattenhorn, S.A., Collins, G.C., Southworth, B.S., Wisner, L.S., Prindle, S., 2023. Measurements of regolith thicknesses on Enceladus: Uncovering the record of plume activity. *Icarus* 392, 115369. URL: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0019103522004614>, doi:<https://doi.org/10.1016/j.icarus.2022.115369>.
- Martin, W., Baross, J., Kelley, D., Russell, M.J., 2008. Hydrothermal vents and the origin of life. *Nature Reviews Microbiology* 6, 805–814. doi:10.1038/nrmicro1991.
- Mellmann, J., 2001. The transverse motion of solids in rotating cylinders - forms of motion and transition behavior. *Powder Technology* 118, 251–270.
- Mills, M.M., Pappalardo, R.T., Panning, M.P., Leonard, E.J., Howell, S.M., 2023. Moonquake-triggered mass wasting processes on icy satellites. *Icarus* , 115534 URL: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0019103523001112>, doi:<https://doi.org/10.1016/j.icarus.2023.115534>.
- Miyamoto, H., Mitri, G., Showman, A.P., Dohm, J.M., 2005. Putative ice flows on Europa: Geometric patterns and relation to topography collectively constrain material properties and effusion rates. *Icarus* 177, 413–424. doi:10.1016/j.icarus.2005.03.014.
- Murase, H., Nanishi, K., 1985. On the Relationship of Thermodynamic and Physical Properties of Polymers With Ice Adhesion. *Annals of Glaciology* 6, 146–149. doi:10.3189/1985aog6-1-146-149.
- Musiolik, G., Wurm, G., 2019. Contacts of Water Ice in Protoplanetary Disks - Laboratory Experiments. *The Astrophysical Journal* 873, 58. doi:10.3847/1538-4357/ab0428.
- Nakajima, M., Ingersoll, A.P., 2016. Controlled boiling on Enceladus. 1. Model of the vapor-driven jets. *Icarus* 272, 309–318. doi:10.1016/j.icarus.2016.02.027.
- Nedderman, R.M., 1992. *Statics and Kinematics of Granular Materials*. Cambridge University Press. doi:10.1017/CB09780511600043.
- Neveu, A., Francqui, F., Lumay, G., 2022. Measuring powder flow properties in a rotating drum. *Measurement* 200, 111548. doi:10.1016/j.measurement.2022.111548.
- Nimmo, F., Pappalardo, R.T., 2016. Ocean worlds in the outer solar system. *Journal of Geophysical Research: Planets* 121, 1378–1399. doi:10.1002/2016je005081.
- O'Rourke, L., Heinisch, P., Blum, J., Fornasier, S., Filacchione, G., Van Hoang, H., Ciarniello, M., Raponi, A., Gundlach, B., Blasco, R.A., Grieger, B., Glassmeier, K.H., Küppers, M., Rotundi, A., Groussin, O., Bockelée-Morvan, D., Auster, H.U., Oklay, N., Paar, G., del Pilar Caballo Perucha, M., Kovacs, G., Jorda, L., Vincent, J.B., Capaccioni, F., Biver, N., Parker, J.W., Tubiana, C., Sierks, H., 2020. The Philae lander reveals low-strength primitive ice inside cometary boulders. *Nature* 586, 697–701. doi:10.1038/s41586-020-2834-3.
- Pachón-Morales, J., Colin, J., Casalinho, J., Perré, P., Puel, F., 2020. Flowability characterization of torrefied biomass powders: Static and dynamic testing. *Biomass and Bioenergy* 138, 105608. doi:10.1016/j.biombioe.2020.105608.
- Poch, O., Cerubini, R., Pommerol, A., Jost, B., Thomas, N., 2018. Polarimetry of Water Ice Particles Providing Insights on Grain Size and Degree of Sintering on Icy Planetary Surfaces. *Journal of Geophysical Research : Planets* 123, 2564–2584. doi:10.1029/2018je005753.
- Poch, O., Pommerol, A., Jost, B., Carrasco, N., Szopa, C., Thomas, N., 2016. Sublimation of water ice mixed with silicates and tholins: Evolution of surface texture and reflectance spectra, with implications for comets. *Icarus* 267, 154–173. doi:10.1016/j.icarus.2015.12.017.
- Porco, C., DiNino, D., Nimmo, F., 2014. HOW THE GEYSERS, TIDAL STRESSES, AND THERMAL EMISSION ACROSS THE SOUTH POLAR TERRAIN OF ENCELADUS ARE RELATED. *The Astronomical Journal* 148, 45. doi:10.1088/0004-6256/148/3/45.
- Porco, C.C., Helfenstein, P., Thomas, P.C., Ingersoll, A.P., Wisdom, J., West, R., Neukum, G., Denk, T., Wagner, R., Roatsch, T., Kieffer, S., Turtle, E., McEwen, A., Johnson, T.V., Rathbun, J., Veverka, J., Wilson, D., Perry, J., Spitale, J., Brahic, A., Burns,

- J.A., DelGenio, A.D., Dones, L., Murray, C.D., Squyres, S., 2006. Cassini Observes the Active South Pole of Enceladus. *Science* 311, 1393–1401. URL: <https://www.science.org/doi/abs/10.1126/science.1123013>, doi:10.1126/science.1123013, arXiv:<https://www.science.org/doi/pdf/10.1126/science.1123013>.
- Postberg, F., Clark, R.N., Hansen, C.J., Coates, A.J., Dalle Ore, C.M., Scipioni, F., Hedman, M.M., Waite, J.H., 2018a. Plume and Surface Composition of Enceladus, in: Schenk, P.M., Clark, R.N., Howett, C.J.A., Verbiscer, A.J., Waite, J.H. (Eds.), *Enceladus and the Icy Moons of Saturn*. University of Arizona Press, p. 129. doi:10.2458/azu\$_\$\$uapress\$_\$\$9780816537075-ch007.
- Postberg, F., Khawaja, N., Abel, B., Choblet, G., Glein, C.R., Gudipati, M.S., Henderson, B.L., Hsu, H.W., Kempf, S., Klenner, F., Moragas-Klostermeyer, G., Magee, B., Nölle, L., Perry, M., Reviol, R., Schmidt, J., Srama, R., Stolz, F., Tobie, G., Trieloff, M., Waite, J.H., 2018b. Macromolecular organic compounds from the depths of Enceladus. *Nature* 558, 564–568. doi:10.1038/s41586-018-0246-4.
- Postberg, F., Schmidt, J., Hillier, J., Kempf, S., Srama, R., 2011. A salt-water reservoir as the source of a compositionally stratified plume on Enceladus. *Nature* 474, 620–622. doi:10.1038/nature10175.
- Prockter, L.M., Patterson, G.W., 2009. Morphology and evolution of Europa's ridges and bands, in: *Europa*. University of Arizona Press Tucson, pp. 237–258.
- Quick, L.C., Hedman, M.M., 2020. Characterizing deposits emplaced by cryovolcanic plumes on Europa. *Icarus* 343, 113667. doi:10.1016/j.icarus.2020.113667.
- Radjai, F., Dubois, F., 2011. Discrete-element modeling of granular materials. Wiley-Iste.
- Richefeu, V., El Youssoufi, M.S., Radjai, F., 2006. Shear strength properties of wet granular materials. *Phys. Rev. E* 73, 051304. URL: <https://link.aps.org/doi/10.1103/PhysRevE.73.051304>, doi:10.1103/PhysRevE.73.051304.
- Robidel, R., Le Mouélic, S., Tobie, G., Massé, M., Seignovert, B., Sotin, C., Rodriguez, S., 2020. Photometrically-corrected global infrared mosaics of Enceladus: New implications for its spectral diversity and geological activity. *Icarus* 349, 113848. doi:10.1016/j.icarus.2020.113848.
- Rosberg, R., 2005. Why Is Ice Slippery? *Physics Today* 58, 50–54. doi:10.1063/1.2169444.
- Roth, L., Saur, J., Retherford, K.D., Strobel, D.F., Feldman, P.D., McGrath, M.A., Nimmo, F., 2014. Transient Water Vapor at Europa's South Pole. *Science* 343, 171–174. doi:10.1126/science.1247051.
- Schenk, P., Hamilton, D.P., Johnson, R.E., McKinnon, W.B., Paranicas, C., Schmidt, J., Showalter, M.R., 2011. Plasma, plumes and rings: Saturn system dynamics as recorded in global color patterns on its midsize icy satellites. *Icarus* 211, 740–757. doi:10.1016/j.icarus.2010.08.016.
- Schmidt, B.E., Blankenship, D.D., Patterson, G.W., Schenk, P.M., 2011. Active formation of 'chaos terrain' over shallow subsurface water on Europa. *Nature* 479, 502–505. doi:10.1038/nature10608.
- Schmidt, J., Brilliantov, N., Spahn, F., Kempf, S., 2008. Slow dust in Enceladus' plume from condensation and wall collisions in tiger stripe fractures. *Nature* 451, 685–688. doi:10.1038/nature06491.
- Schubert, G., Anderson, J.D., Travis, B.J., Palguta, J., 2007. Enceladus: Present internal structure and differentiation by early and long-term radiogenic heating. *Icarus* 188, 345–355. doi:10.1016/j.icarus.2006.12.012.
- Schubert, G., Sohl, F., Hussmann, H., 2009. Interior of Europa. *Europa*, 353–367.
- Shock, E.L., 2007. Hydrothermal Systems as Environments for the Emergence of Life, in: *Novartis Foundation Symposia*. John Wiley & Sons, Ltd., pp. 40–60. doi:10.1002/9780470514986.ch3.
- Sotin, C., Tobie, G., 2004. Internal structure and dynamics of the large icy satellites. *Comptes Rendus Physique* 5, 769–780. doi:10.1016/j.crhy.2004.08.001.
- Southworth, B.S., Kempf, S., Schmidt, J., 2015. Modeling Europa's dust plumes. *Geophysical Research Letters* 42. doi:10.1002/2015gl066502.
- Southworth, B.S., Kempf, S., Spitale, J., 2019. Surface deposition of the Enceladus plume and the zenith angle of emissions. *Icarus* 319, 33–42. doi:10.1016/j.icarus.2018.08.024.
- Spahn, F., Schmidt, J., Albers, N., Hörning, M., Makuch, M., Seiß, M., Kempf, S., Srama, R., Dikarev, V., Helfert, S., Moragas-Klostermeyer, G., Krivov, A.V., Sremčević, M., Tuzzolino, A.J., Economou, T., Grün, E., 2006. Cassini Dust Measurements at Enceladus and Implications for the Origin of the E Ring. *Science* 311, 1416–1418. doi:10.1126/science.1121375.
- Sparks, W.B., Hand, K.P., McGrath, M.A., Bergeron, E., Cracraft, M., Deustua, S.E., 2016. PROBING FOR EVIDENCE OF PLUMES ON EUROPA WITH *HST/STIS*. *The Astrophysical Journal* 829, 121. doi:10.3847/0004-637x/829/2/121.
- Sparks, W.B., Schmidt, B.E., McGrath, M.A., Hand, K.P., Spencer, J.R., Cracraft, M., Deustua, S.E., 2017. Active Cryovolcanism on Europa? *The Astrophysical Journal* 839, L18. doi:10.3847/2041-8213/aa67f8.
- Spencer, J., Nimmo, F., Ingersoll, A.P., Hurford, T.A., Kite, E.S., Rhoden, A.R., Schmidt, J., Howett, C.J.A., 2018. Plume Origins and Plumbing (Ocean to Surface), in: *Enceladus and the Icy Moons of Saturn*. The University of Arizona Press, pp. 163–174. doi:10.2458/azu\$_\$\$uapress\$_\$\$9780816537075-ch008.
- Spencer, J.R., Nimmo, F., 2013. Enceladus: An Active Ice World in the Saturn System. *Annual Review of Earth and Planetary Sciences* 41, 693–717. URL: <https://doi.org/10.1146/annurev-earth-050212-124025>, doi:10.1146/annurev-earth-050212-124025, arXiv:<https://doi.org/10.1146/annurev-earth-050212-124025>.
- Spencer, J.R., Pearl, J.C., Segura, M., Flasar, F.M., Mamoutkine, A., Romani, P., Buratti, B.J., Hendrix, A.R., Spilker, L.J., Lopes, R.M.C., 2006. Cassini Encounters Enceladus: Background and the Discovery of a South Polar Hot Spot. *Science* 311, 1401–1405. URL: <https://www.science.org/doi/abs/10.1126/science.1121661>, doi:10.1126/science.1121661, arXiv:<https://www.science.org/doi/pdf/10.1126/science.1121661>.
- Spencer, J.R., Tamppari, L.K., Martin, T.Z., Travis, L.D., 1999. Temperatures on Europa from Galileo Photopolarimeter-Radiometer: Nighttime Thermal Anomalies. *Science* 284, 1514–1516. URL: <https://www.science.org/doi/abs/10.1126/science.284.5419.1514>, doi:10.1126/science.284.5419.1514, arXiv:<https://www.science.org/doi/pdf/10.1126/science.284.5419.1514>.
- Spitale, J.N., Hurford, T.A., Rhoden, A.R., Berkson, E.E., Platts, S.S., 2015. Curtain eruptions from Enceladus' south-polar terrain. *Nature* 521, 57–60. doi:10.1038/nature14368.
- Spitale, J.N., Porco, C.C., 2007. Association of the jets of Enceladus with the warmest regions on its south-polar fractures. *Nature* 449, 695–697. doi:10.1038/nature06217.

ANNEXE A. ARTICLE - COHESIVE PROPERTIES OF ICE POWDERS ANALOGOUS TO FRESH ERUPTIVE DEPOSITS ON ENCELADUS AND EUROPA

Cohesive properties of ice powders

- Srama, R., Ahrens, T.J., Altobelli, N., Auer, S., Bradley, J.G., Burton, M., Dikarev, V.V., Economou, T., Fechtig, H., Görlich, M., Grande, M., Graps, A., Grün, E., Havnes, O., Helfert, S., Horanyi, M., Igenbergs, E., Jessberger, E.K., Johnson, T.V., Kempf, S., Krivov, A.V., Krüger, H., Mocker-Ahlreep, A., Moragas-Klostermeyer, G., Lamy, P., Landgraf, M., Linkert, D., Linkert, G., Lura, F., McDonnell, J.A.M., Möhlmann, D., Morfill, G.E., Müller, M., Roy, M., Schäfer, G., Schlotzhauer, G., Schwehm, G.H., Spahn, F., Stübig, M., Svestka, J., Tschernjawski, V., Tuzzolino, A.J., Wäsch, R., Zook, H.A., 2004. The Cassini Cosmic Dust Analyzer. *Space Science Reviews* 114, 465–518. doi:10.1007/s11214-004-1435-z.
- Stephan, K., Ciarniello, M., Poch, O., Schmitt, B., Haack, D., Raponi, A., 2021. VIS-NIR/SWIR Spectral Properties of H₂O Ice Depending on Particle Size and Surface Temperature. *Minerals* 11, 1328. doi:10.3390/min11121328.
- Taffin, C., Grasset, O., Le Menn, E., Bollengier, O., Giraud, M., Le Mouélic, S., 2012. Temperature and grain size dependence of near-IR spectral signature of crystalline water ice: From lab experiments to Enceladus' south pole. *Planetary and Space Science* 61, 124–134. doi:10.1016/j.pss.2011.08.015.
- Vance, S., Harnmeijer, J., Kimura, J., Hussmann, H., deMartin, B., Brown, J.M., 2007. Hydrothermal Systems in Small Ocean Planets. *Astrobiology* 7, 987–1005. doi:10.1089/ast.2007.0075.
- Waite, J.H., Combi, M.R., Ip, W.H., Cravens, T.E., McNutt, R.L., Kasprzak, W., Yelle, R., Luhmann, J., Niemann, H., Gell, D., Magee, B., Fletcher, G., Lunine, J., Tseng, W.L., 2006. Cassini Ion and Neutral Mass Spectrometer: Enceladus Plume Composition and Structure. *Science* 311, 1419–1422. URL: <https://www.science.org/doi/abs/10.1126/science.1121290>, doi:10.1126/science.1121290, arXiv:<https://www.science.org/doi/pdf/10.1126/science.1121290>.
- Yoldi, Z., Pommerol, A., Jost, B., Poch, O., Gouman, J., Thomas, N., 2015. VIS-NIR reflectance of water ice/regolith analogue mixtures and implications for the detectability of ice mixed within planetary regoliths. *Geophysical Research Letters* 42, 6205–6212.
- Zahnle, K., Schenk, P., Levison, H., Dones, L., 2003. Cratering rates in the outer Solar System. *Icarus* 163, 263–289. doi:10.1016/s0019-1035(03)00048-4.

Appendix

A. Rotating drum device description

In the following, we present a complete description of the rotating drum system, in the interest of reproducibility. All the elements of the montage will be named and described in detail in the following appendix.

A.1. Rotating drum body

The rotating drum consists in a solid brass cylinder inspired by already existing commercial solutions such as the GranuDrum device, from the Granutools company. A 3D-sketch of the drum system is available in Fig. A.1, to better understand the following description. The inside of the cylinder is empty, and the volume containing the sample has a diameter of 64 mm for a width of 16.4 mm. The drum is made of two separate parts, a massive body that carries the sample, and the lid, also made of brass, that simply closes the device. It is important to keep the same material for the body and the lid, to avoid differential thermal contraction due to materials of different nature. Furthermore, thermally conductive material has to be preferred to build this device. The drum is designed to be lighted from the back to perform “shadowgraphy” analyses on the powder inside the drum so, in order to have a uniform light source, we used a diffusive back window. The front window of the drum is fully transparent.

We designed the drum device to be able to perform measurements at very low temperature, close to liquid nitrogen temperature, around 77 K at minimum. To this end, we avoided the use of glue or adhesive, by mounting the windows with screws. The back window is mounted on the body, while the front window is mounted on the lid. The lid itself is mounted on the body by the use of a “quarter-turn” system, visible in Fig. A.1. This part has four grooves that can host screws attached to the body of the drum. The grooves have shoulders at the bottom, and a small rotation of the lid prevent it from coming off the body, thanks to these shoulders. Tightening the screws locks the lid in place, and prevents it from turning or moving.

We also chose the material of the windows in agreement with literature concerning adhesion of ice on several materials. Indeed, Makkonen (2012) showed that ice and glass may display a very strong adhesion between each other, which could alter the flow of ice powder inside the drum by strong interactions with the windows. To solve this issue, we chose to use polycarbonate windows that are way less adhesive (Murase and Nanishi, 1985).

A.2. Temperature control

The rotating drum experiment presented in this work is designed to perform measurements at very cold temperature, close to the temperature of liquid nitrogen (around 77 K). To achieve such temperatures, we developed a cooling solution specifically designed for the drum dimensions mentioned in Sec. A.1. It consists in a thin copper cylinder, with a diameter slightly bigger than the drum external diameter, that is placed around the drum to make a slight contact between these two elements. This copper cylinder has grooves on its external face, that carry a copper pipe coiled several times around the cylinder in order to maximise thermal exchanges (Fig. A.2a). This pipe is connected to a liquid nitrogen tank on one side, and to a pump on the other side, thanks to flexible joints. The pump, while in operation, allows the liquid nitrogen to flow through the copper pipe, and to cool down this element and the drum, by conduction. The nitrogen flow rate can be regulated by a needle valve.

The copper cylinder is stationary, mounted on a stand, while the drum is rotating, and the small difference of diameter allows a slight contact even when the drum is in motion, so that the copper part is still cooling the system during acquisitions. In opposition to the cooling effect of the liquid nitrogen, we installed on the cooling copper part two heating resistors, glued by a refractory cement. These resistors are identical, placed at two opposite points on the copper cylinder, and they are two 20 W FIREROD cartridge heater from the Watlow company. They can be controlled by the electrical current they receive, and when they are combined with the needle valve to regulate the nitrogen flow, it is possible to achieve steady temperature levels inside the drum.

To accurately measure the temperature of all the elements of the system, we used several temperature sensors placed on various locations. A first sensor, a thermocouple, is placed on the copper cooling part to control the power of the heating resistors and the flow rate of nitrogen. For more precise measurements and acquisitions, a Pt100 probe is placed directly in the brass body of the drum, close to the sample. As the drum, and so the probe, are rotating during the acquisitions, we developed a system of stationary and circular conductive tracks, coupled with rotating contact sensors, linked to the Pt100 probe and with their tips in contact with the tracks. As the drum and its stand are rotating, the contact sensors also rotate, but the electrical current from the probe is maintained thanks to the contact with the circular tracks, allowing us to read the temperature inside the drum even during an acquisition (Fig. A.2b).

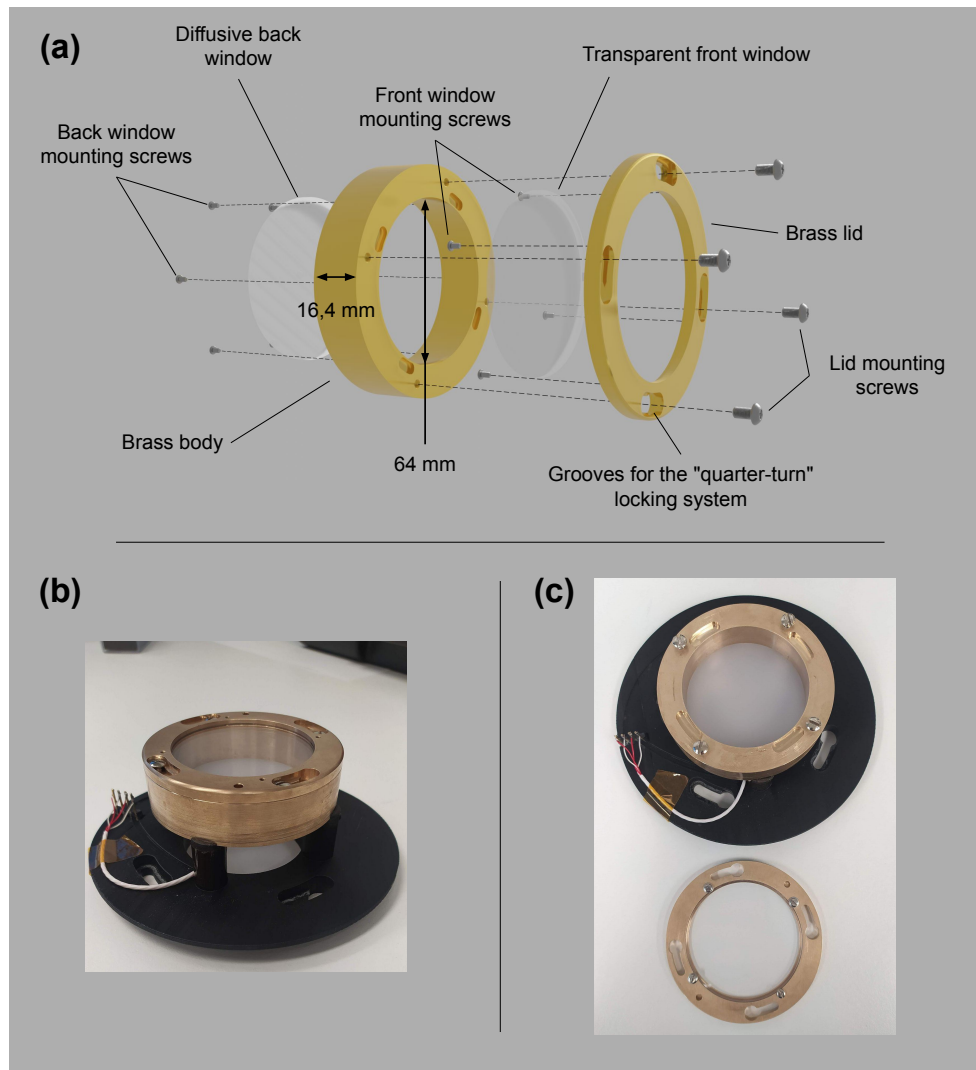


Figure A.1: Illustration of the drum used in the experiments presented in this paper. (a) Exploded 3D-view of the drum, with all the components. (b) Picture of the real drum device mounted on its stand, with the lid closed. (c) Picture of the real drum device, with the lid opened.

A.3. External systems

To cover the whole range of flowing behaviours inside the drum described by Mellmann (2001), it is necessary to cover the range of Froude numbers (see Eq. 1) going from $Fr = 10^{-5}$ to $Fr \geq 1$. These values, considering a drum diameter of 64 mm, correspond to rotation speeds ω ranging from $\omega = 0.53$ RPM to $\omega \geq 167.20$ RPM. To perform such rotation speeds, we used the rotation motor Zaber X-RSB120AD, a programmable rotating plate that can achieve rotation speeds up to $\omega = 500$ RPM, and visible on the 3D sketch in Fig. A.2a. This motor all has a hole in the centre, that allows the light to go through it, to illuminate the back of the drum. The drum is mounted to the motor by using a stand with columns that are 2.3 cm high, and the stand is maintained on the motor by the same “quarter-tour” system used to close the lid of the drum. The rotating plate is placed vertically, to put the drum in a horizontal condition. To make sure that this device is operating in good environmental conditions, and to avoid damage from cold temperature conditions, we protected it with a carter, and this enclosure is heated thanks to an auto-regulated resistor, with a power of 60 W (DBK-enclosures).

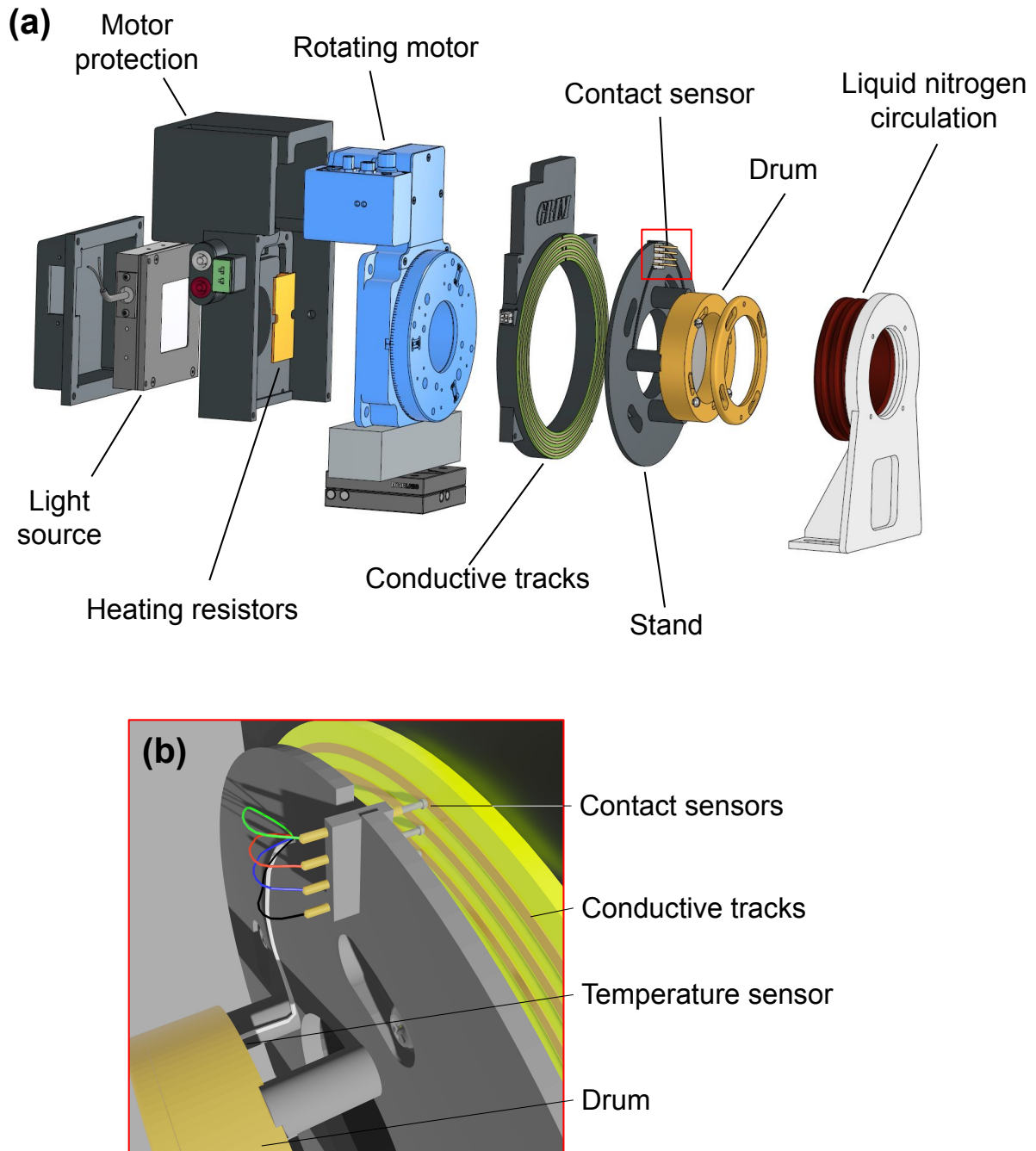


Figure A.2: 3D illustrations of all the elements constituting the drum device. (a) Exploded view showing all the elements disassembled. (b) Detail of the contact sensors on the conductive tracks.

To ensure a good quality analysis of the powder flow inside the drum, we used a high resolution (2440×2048 pixels) colour camera, the camera Basler acA2440-75uc, that can acquire images up to 75 images per second. This acquisition device can be plugged on a computer, and controlled by a proprietary software, Pylon, but also by a Python library. Thus, we are able to control both the rotating motor and the camera with the same Python script, to synchronise the rotations of the drum and the image acquisitions, in a completely automated process. The camera is also equipped with

a 50 mm lens to reduce perspective and deformation effects of the camera itself, and to maximise the light captured by the image sensor. This device, as it is very sensitive to temperature, is also placed in a heated carter, together with a resistor similar to the one heating the rotating motor, and with a power of 20 W. The camera is placed in front of the drum, at a large enough distance to ensure that the whole surface of the drum is captured.

As mentioned in Sec. A.1, we illuminate the drum from behind, by using a collimated light source, meaning that all the light rays emerging from this source are parallel. The model used for developing this rotating drum device is the MB-CBL2x2-W-24Z, a 2 × 2 inches LED panel from the Metaphase Lighting Technologies company. This light source is located behind the rotating motor, illuminating the device through the hole, and the panel is enclosed in the same carter as the motor, heated with the same resistor (Fig. A.2a).

To prevent as much as possible the contamination of our samples by atmospheric moisture, we place the whole rotating drum device, consisting of the light source, the motor, the drum and the camera, in a dried cold chamber at 248 K, inside a home-made insulating box. We also put in this box silica-gel beads to absorb any residual moisture in the cold air of the chamber.

To monitor the temperature of all the systems, the light with the motor, the camera, but also the drum itself, we are using an external monitoring system, an acquisition unit from the AOIP company, the FRONTDAQ 5 or FD5. This unit is connected to a central computer that controls the motor, the camera, and also shows the temperature measurement of each sensitive device. The heating of the drum is performed by using a control unit, the MercuryITC from the Oxford Instruments company that can regulate the power of the heating resistors. The computer, acquisition unit and control unit are placed outside the cold chamber to prevent any damage from condensation or cold temperatures, and they are connected to the experiment itself by cables running through the walls of the chamber.

B. Derivation of the simple avalanche model

In the following, we derive a simple avalanche model based on the geometry sketched in Fig. A.3. The purpose of the model is to determine a scaling useful to estimate the surface energy of our materials as a function of the experimental measurements. In order to obtain a treatable scaling, some simplifying assumptions are employed, trying however to keep the main mechanical features of the problem.

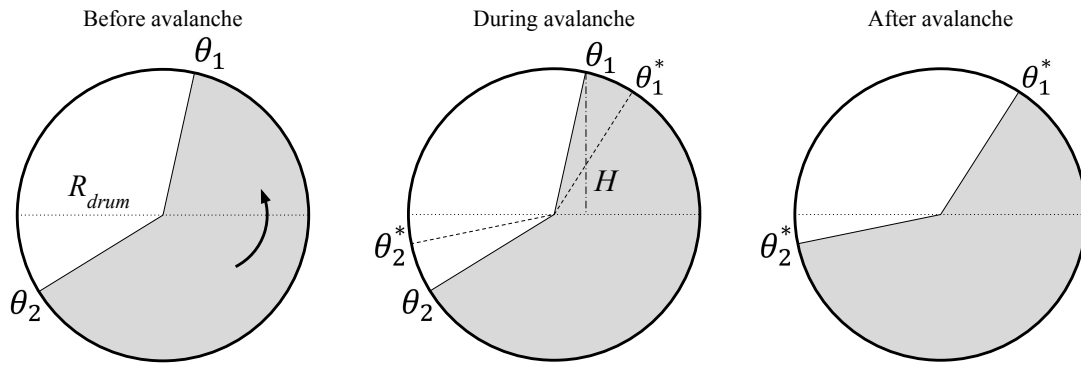


Figure A.3: Simplified model of an avalanche occurring inside the rotating drum device, inspired by classical theories on slopes stability.

We observed in the experiments that the powder surface is characterised by a double slope (defined by two angles θ_1 and θ_2). The upper slope (θ_1) destabilises once a critical angle is reached, and the failure appears approximately on a plane characterised by a lower angle (θ_1^*). The avalanche therefore creates a top slope angle θ_1^* and a bottom slope angle θ_2^* (where $\theta_1 - \theta_1^* \approx \theta_2 - \theta_2^*$ from mass conservation). This phenomenology suggests to analyse the problem with classical soil mechanics tools for slope stability. Due to the planar nature of the failure surface, we may employ some classical results from the literature, to link the failure angle to the slope angle (Nedderman, 1992):

$$\theta_1^* = \frac{\theta_1 + \delta}{2}, \quad (6)$$

where δ is the angle of internal friction. Another result from the method is the relation between the cohesive yield stress τ_c and the maximum upper slope angle:

$$\frac{\tau_c}{\rho g H} = \frac{1 - \cos(\theta_1 - \delta)}{4 \cos \delta \sin \theta_1}, \quad (7)$$

where ρ is the apparent density, g gravity, and H the characteristic height of the upper slope (which can be approximated by $H \approx R_{drum} \sin \theta_1$ which is the value for a half filled drum). Theoretical predictions exist, which give the cohesive threshold τ_c , as a function of particle scale and macroscopic parameters (Richefeu, El Youssoufi and Radjai, 2006):

$$\tau_c = \frac{3\mu\phi Z F_c}{2\pi d^2}, \quad (8)$$

where ϕ is the solid fraction of the material, Z is the coordination number (the average number of contacts per grain), $\mu = \tan \delta$ the internal friction coefficient, F_c is the cohesive force. Several models exist for the latter, often involving the surface energy γ . The limit pull-off force for the JKR model (Johnson, Kendall and Roberts, 1971), for example, gives, for particles of equal diameter d :

$$F_c = \frac{3}{8} \pi \gamma d, \quad (9)$$

which leads to the following equation:

$$\tau_c = \frac{9}{16} \mu \phi Z \frac{\gamma}{d}. \quad (10)$$

Note that different adhesive models yield the same scaling for the pull-off force as Eq. 9, albeit with a different pre-factor (1/2 for the DMT model which is valid for small rigid spheres). We can see with Eq. 10 that the cohesive stress τ_c increases when the grain size is decreasing. We can then combine Eq. 7 and Eq. 10 to obtain the following equation for γ :

$$\gamma = \frac{4}{9} \frac{\rho_p g d R_{drum}}{Z \sin \delta} [1 - \cos(\theta_1 - \delta)], \quad (11)$$

where $\rho_p = \rho/\phi$ is the intrinsic density. This scaling may therefore provide an estimate for the surface energy as a function of the maximum slope angle and some material properties. In our experiments, based on previous literature, we used two robust indicators of the flowability of the powder in the drum, i.e. $\bar{\theta}$, the mean angle of the flowing surface, and σ_θ , the standard deviation around this angle. For cohesive powders, between successive avalanches the material in the drum performs a solid body rotation, the angles inside a drum for a cohesive material should follow a nearly uniform distribution. The standard deviation for such a distribution can be defined as:

$$\sigma_\theta = \sqrt{\frac{(\theta_{max} - \theta_{min})^2}{12}}, \quad (12)$$

where $\theta_{max} = \frac{\theta_1 + \theta_2}{2}$ and $\theta_{min} = \frac{\theta_1^* + \theta_2^*}{2}$ are respectively the maximum and minimum average slope angles. If we define $\Delta\theta = \theta_{max} - \theta_{min}$, it is easy to see that $\theta_1 - \theta_1^* = \Delta\theta$, which yields, together with 6,

$$\theta_1 = 2\Delta\theta + \delta = 4\sqrt{3}\sigma_\theta + \delta. \quad (13)$$

Entering this result into Eq. 11, we can see that the surface energy may be estimated through the following formula which involves only the standard deviation of the average angle :

$$\gamma = \frac{4}{9} \frac{\rho_p g d R_{drum}}{Z \sin \delta} [1 - \cos(4\sqrt{3}\sigma_\theta)]. \quad (14)$$

This formula requires knowledge of the coordination number Z and the internal angle of friction δ . Luckily, differently from τ_c , the internal angle of friction δ does not vary a lot from one material to another, and is usually found around 30° . First shear cell test measurements done on ice powders seem to actually give a value of $\delta_{ice} \approx 30^\circ$. The coordination number is comprised between 3 and 6, so an average value of 5 is acceptable.

Annexe B

Script Python utilisé pour l'acquisition de données en tambour tournant

```

# module nécessaire pour la connexion à la caméra
from pypylon import pylon
# module permettant de détecter le système d'exploitation
import platform
# module pour le contrôle du moteur
from zaber_motion import Units, Library
# module pour le contrôle du moteur
from zaber_motion.ascii import Connection
from time import sleep
import numpy as np
import os

Library.enable_device_db_store()

# Connexion au moteur. Le port doit être spécifié, ici "COM5"
with Connection.open_serial_port("COM5") as connection:
    device_list = connection.detect_devices()
    print("Found {} devices".format(len(device_list)))

    # Identification du moteur, le seul appareil connecté ici
    device = device_list[0]

    # Récupération de l'axe de rotation
    axis = device.get_axis(1)

    # Définition des nombres de Froude
    fr = np.array([0.0001, 0.0005, 0.001, 0.005, 0.01])
    # Calcul des vitesses angulaires, en degrés/seconde
    angular_velocity = -np.sqrt(fr*9.81/0.032)*(180/np.pi)
    print(angular_velocity)

    # Durée de la rotation, en secondes (pour faire 10 rotations)
    duration = -(3600./angular_velocity)
    # Nombre d'images sauvegardées
    num_img_to_save = 50
    # Délai entre l'acquisition de deux images
    delay_between_img = duration/num_img_to_save
    print(duration)

    # Utile pour la création des répertoires de données
    frs=['Fr=%.2e'%(fri) for fri in fr]

    # Préparation de l'objet image, vide pour le moment
    img = pylon.PylonImage()

    # Connexion à la caméra
    tlf = pylon.TlFactory.GetInstance()
    cam = pylon.InstantCamera(tlf.CreateFirstDevice())
    cam.Open() # Mise en route de la caméra

    # Rotations initiales à la vitesse la plus élevée
    axis.move_velocity(angular_velocity[-1],
                      Units.ANGULAR_VELOCITY_DEGREES_PER_SECOND)
    sleep(duration[-1])

```

ANNEXE B. SCRIPT PYTHON UTILISÉ POUR L'ACQUISITION DE DONNÉES EN TAMBOUR TOURNANT

```
# Toutes les vitesses sont ensuite parcourues
for i in range(len(angular_velocity)):

    # Création du dossier de vitesse de rotation
    try:
        os.mkdir(frs[i])
    except:
        pass

    # Mise en rotation du tambour à la vitesse correspondante
    axis.move_velocity(angular_velocity[i],
                      Units.ANGULAR_VELOCITY_DEGREES_PER_SECOND)

    # Stabilisation de l'écoulement sans prise d'image
    stabilisation_delay=-720/angular_velocity[i]
    sleep(stabilisation_delay)

    # Sauvegarde des images
    for j in range(num_img_to_save):
        result = cam.GrabOne(100)
        img.AttachGrabResultBuffer(result)

        # Enregistrement des images avec un numéro
        # Dans le dossier de vitesse
        if platform.system() == 'Windows':
            filename = "%s%d.jpeg" % (frs[i], j)
            img.Save(pylon.ImageFileFormat_Jpeg, filename)
        else:
            filename = "%s%d.png" % (frs[i], j)
            img.Save(pylon.ImageFileFormat_Png, filename)

        # L'image est ensuite supprimée
        img.Release()

        # Délai avant la prochaine image
        sleep(delay_between_img[i])

# Déconnexion de la caméra
cam.Close()

# Arrêt du tambour en mettant sa vitesse à 0
axis.move_velocity(0,
                  Units.ANGULAR_VELOCITY_DEGREES_PER_SECOND)
```

Table des figures

1.1	Classification des milieux granulaires selon la taille des particules.	8
1.2	États physiques des matériaux granulaires.	10
1.3	Évolution de la compacité atteignable d'un matériau granulaire polydisperse.	12
1.4	Effet de la force adhésive sur un contact entre deux particules.	14
1.5	Exemples de sculptures de sable.	15
1.6	Préparation statique d'un matériau granulaire.	18
1.7	Différences schématiques entre une poudre non cohésive et une poudre cohésive au repos.	19
1.8	Méthodes de préparation pour les mesures de densité d'un matériau granulaire.	21
1.9	Méthodes schématiques de mesure de la capacité d'écoulement d'une poudre.	23
1.10	Méthodes schématiques de mesure de la capacité d'écoulement d'une poudre assistée par vibrations.	24
1.11	Angle de repos dynamique dans un tambour tournant.	25
1.12	Outils de mesure classiques utilisés en rhéométrie des poudres pour la mesure des couples.	26
1.13	Dispositifs classiques utilisés en mesure de cisaillement sur les poudres.	28
1.14	Testeurs en cisaillement indirects.	30
1.15	Dispositifs classiques pour la mesure de la résistance en tension des poudres.	32
1.16	Exemples d'astéroïdes de type <i>Rubble Pile</i>	35
1.17	Exemples de différents régolithes planétaires.	36
1.18	Représentation du Système Solaire.	38
1.19	Observation des lunes de Jupiter par Galilée.	39
1.20	Illustration des observations de Titan par Huygens.	40
1.21	Images d'illustration des systèmes jovien et saturnien par les sondes du programme <i>Voyager</i> , qui montrent les planètes et les principales lunes.	43
1.22	Photographies prises par la sonde <i>Galileo</i> des principaux satellites de glace de Jupiter.	47
1.23	Images d'exemples prises par la sonde <i>Cassini-Huygens</i> de Titan et Encelade.	49
1.24	Images d'illustration des deux principales sondes envoyées vers le Système Solaire externe.	52
1.25	Vues d'artiste des missions spatiales futures et potentielles envoyées vers les lunes de glace.	56
1.26	Images de la surface d'Europe.	59
1.27	Illustrations des grands types de structures géologiques observables à la surface d'Europe.	61

TABLE DES FIGURES

1.28	Bandes de dilatation sur Europe.	63
1.29	Mouvements tectoniques transverses à la surface d'Europe.	64
1.30	Résumé graphique des hypothèses de formation des chaos sur Europe.	66
1.31	Illustration de possibles dépôts à la surface d'Europe.	69
1.32	Illustrations de Ganymède et de sa structure interne supposée.	71
1.33	Dichotomie entre les terrains clairs et sombres sur Ganymède.	72
1.34	Exemples de structures géologiques à la surface de Ganymède.	74
1.35	Exemples de structures tectoniques sur Ganymède.	76
1.36	Vue d'ensemble de Callisto et de sa structure interne supposée.	77
1.37	Exemples de structures géologiques typiques de Callisto.	79
1.38	Exemples d'images de déstabilisation des bords des cratères au fil du temps sur Callisto, ainsi que des glissements de terrain visibles sur les bords internes de certains cratères.	80
1.39	Encelade photographiée par <i>Cassini</i> et illustration de son modèle interne supposé.	81
1.40	Carte géologique structurale d'Encelade.	83
1.41	Illustrations de différentes structures géologiques sur Encelade.	84
1.42	Localisation des <i>tiger stripes</i> au pôle Sud d'Encelade, et illustration des effets des jets sur la morphologie locale.	86
1.43	Cartes du pôle Sud d'Encelade montrant la localisation des sources des jets, et les anomalies thermiques situées le long des grandes fractures.	87
1.44	Images des panaches d'Encelade photographiés par la sonde <i>Cassini</i>	88
1.45	Cartes du taux de dépôts selon différentes tailles de grains, produites par Southworth et al. [2019].	91
1.46	Vues à haute résolution de terrains à proximité des <i>tiger stripes</i>	91
1.47	Images d'illustration de Titan.	93
1.48	Dunes de matière organique sur Titan.	94
1.49	Indices de la présence de glace à l'affleurement sur Cérès, ainsi que les potentielles structures cryo-volcaniques.	96
1.50	Carte de la répartition des glissements de terrain à la surface de Cérès, réalisée par Noé LE BECQ.	98
1.51	Glissements de terrain sur Cérès.	99
1.52	Avalanches granulaires sur Mars photographiées autour du pôle Nord.	100
1.53	Comète 67P/Churyumov-Gerasimenko et Hartley 2 prises par les missions spatiales <i>Rosetta</i> (ESA) et <i>Deep Impact</i> (NASA), respectivement.	102
2.1	Protocole schématique de la synthèse par pulvérisation.	107
2.2	Images d'illustration du montage expérimental pour la synthèse par pulvérisation.	109
2.3	Protocole schématique de synthèse par gravité à travers une aiguille.	111
2.4	Protocole schématique de synthèse grâce au système SPIPA-B.	112
2.5	Photographie d'illustration du montage expérimental SPIPA-B en cours de fonctionnement.	113
2.6	Protocole schématique de la synthèse par broyage.	115
2.7	Protocole schématique de la réalisation d'un mélange de deux poudres.	117

2.8	Comparaison des angles de repos statiques pour des matériaux à différents niveaux de cohésion.	118
2.9	Photo légendée du microscope numérique Keyence VHX-2000.	120
2.10	Vue éclatée du système cryostatique.	122
2.11	Microscope numérique Dino-Lite.	123
2.12	Protocole schématisé de l'acquisition d'images en microscopie.	124
2.13	Images d'illustration prises au microscope optique de nos différents échantillons de poudres de glace.	126
2.14	Images en microscopie optique des poudres de référence.	128
2.15	Principe des transitions énergétiques.	129
2.16	Comparaison spectrale RAMAN.	130
2.17	Représentation 3D et photographies réelles du tambour tournant expérimental.	141
2.18	Représentation 3D du refroidisseur et de ses différents éléments constitutifs.	142
2.19	Photo d'illustration du tambour et de son refroidisseur montés sur la platine de rotation.	143
2.20	Photographie légendée du montage de la caméra d'acquisition des données en tambour tournant.	144
2.21	Représentation 3D du système de pistes circulaires et de palpeurs mis en jeu pour la lecture de la température au sein du tambour.	146
2.22	Protocole schématique du chargement d'un échantillon glacé en tambour tournant.	149
2.23	Illustration des différentes étapes d'analyse de nos images en tambour tournant.	152
2.24	Illustration schématique du principe de mesure en cisaillement.	155
2.25	Rhéomètre à poudres Freeman FT4.	156
2.26	Système de refroidissement du rhéomètre à poudres développé pour cette étude.	158
2.27	Mesures en cisaillement avec les protocoles classiques.	163
2.28	Comparaison entre des mesures réalisées avec les protocoles classiques et nos protocoles simplifiés.	164
2.29	Courbes de compaction illustratives de matériaux fictifs.	167
2.30	Représentation 3D du système de compaction des poudres développé dans le cadre de notre étude.	168
2.31	Montage réel du dispositif de compaction des poudres.	169
2.32	Protocole schématique du chargement de poudres dans le système de mesure de compaction.	171
2.33	Évolution de la compacité de différents échantillons de poudres en fonction du nombre de coups appliqués au matériau.	172
3.1	Récapitulatif de la distribution granulométrique des échantillons de glace utilisés en tambour tournant.	179
3.2	Distribution granulométrique des trois échantillons de référence utilisés dans les expériences en tambour tournant.	180
3.3	Régimes d'écoulement de la poudre de Verre B obtenus dans notre tambour tournant.	182

TABLE DES FIGURES

3.4	Comparaison de comportements entre la poudre de Verre B et la poudre de calcaire en rotation dans le tambour tournant.	183
3.5	Évolution de l'angle moyen et de l'écart-type en fonction de la vitesse de rotation pour les poudres de référence, à température ambiante.	184
3.6	Évolution de l'angle moyen et de l'écart-type en fonction de la vitesse de rotation pour les poudres de référence, à très basse température.	186
3.7	Évolution de l'angle moyen et de l'écart-type en fonction de la température pour les poudres de référence, à vitesse de rotation intermédiaire.	187
3.8	Évolution de l'angle moyen et de l'écart-type en fonction de la vitesse de rotation pour les poudres de glace, à très basse température.	190
3.9	Évolution de l'angle moyen et de l'écart-type en fonction de la température pour les poudres de glace, à une vitesse de rotation intermédiaire $\omega = 5, 29$ RPM.	191
3.10	Résultats d'une campagne d'acquisition en tambour tournant sur une poudre de glace pour une montée puis une descente en température.	195
3.11	Comparaison des données expérimentales acquises en tambour tournant sur nos poudres de glace avec celles obtenues sur les poudres de référence.	196
3.12	Modèle simple d'une avalanche ayant lieu dans un tambour tournant.	198
3.13	Évolution de l'estimation de l'énergie de surface en fonction de la température pour tous nos échantillons.	202
3.14	Estimation de la correspondance de nos énergies de surface calculées à une loi de type Arrhenius.	204
3.15	Comparaison de nos estimations de l'énergie de surface de la poudre de glace avec les estimations issues de la littérature.	206
3.16	Illustration des forces inter-moléculaires adhésives avec l'exemple de la molécule d'eau.	207
3.17	Carte du nombre de Bond calculé pour la gravité d'Europe, en fonction de la température et de la taille des grains.	210
3.18	Exemples de glissements de terrain supposés sur les bords d'une imposante ride, et de remplissage des creux topographiques par un matériau lisse.	212
3.19	Carte du nombre de Bond calculé pour la gravité d'Encelade, en fonction de la température et de la taille des grains.	214
4.1	Image d'exemple tirée d'une simulation numérique discrète représentant des grains en rotation dans un tambour tournant.	221
4.2	Schéma d'un contact entre deux particules i et j	222
4.3	Représentation schématique du modèle de forces de contact entre deux particules utilisé dans notre modèle numérique.	227
4.4	Image d'exemple tirée d'un rendu de simulation montrant le tambour simulé rempli de particules en écoulement.	231
4.5	Séquence d'illustration du protocole de génération de particules dans le tambour numérique.	232
4.6	Comparaison de certaines tailles de grains simulées par rapport à la largeur du tambour numérique.	238

4.7	Évolution de l'angle de la surface d'écoulement et l'écart-type associé en fonction de la taille des grains simulés.	238
4.8	Évolution de l'angle de la surface d'écoulement et l'écart-type associé en fonction de la rigidité des grains simulés.	240
4.9	Évolution de l'angle de la surface d'écoulement en fonction du temps pour différentes valeurs de cohésion simulée.	241
4.10	Évolution de l'angle de la surface d'écoulement et l'écart-type associé en fonction de l'énergie de surface des grains simulés.	243
4.11	Évolution de l'angle de la surface d'écoulement et l'écart-type associé en fonction du coefficient de frottement des grains simulés.	244
4.12	Évolution de l'angle de la surface d'écoulement et l'écart-type associé en fonction du coefficient de frottement de roulement des grains simulés.	245
4.13	Évolution de l'angle de la surface d'écoulement et l'écart-type associé en fonction du coefficient de restitution des grains simulés.	246
4.14	Régimes d'écoulement en simulations numériques.	248
4.15	Cartographie des régimes d'écoulement selon l'énergie de surface et le module de Young.	250
4.16	Images d'exemples de simulations numériques à cohésion fixe et module de Young variable.	250
4.17	Vitesse de collision critique et lien avec le coefficient de restitution.	252
4.18	Cartographie des régimes d'écoulement selon deux nombres sans dimension pertinents.	255
4.19	Comparaison expérimentale entre le comportement des poudres de glace classiques et des billes de glace millimétriques en tambour tournant.	258
4.20	Comparaison des résultats expérimentaux et des simulations numériques associées à l'évolution du coefficient de frottement entre grains.	260
4.21	Comparaison des résultats expérimentaux et des simulations numériques associées à l'évolution du coefficient de frottement de roulement.	262
4.22	Comparaison de l'évolution des paramètres géométriques analysés dans le tambour tournant par la méthode du centroïde, en fonction du nombre de Bond microscopique ou macroscopique.	263
4.23	Évolution de l'angle moyen de la surface d'écoulement et de l'écart-type associé en fonction du nombre de Bond macroscopique, pour des simulations à d_p constant.	264
4.24	Comparaison entre les valeurs d'énergie de surface réelles avec les valeurs estimées par la méthode utilisée expérimentalement.	266
5.1	Comparaison microscopique de notre échantillon SPIPA-B avec l'échantillon Verre B.	274
5.2	Comparaison des comportements d'écoulement au sein du tambour tournant pour quatre échantillons présentant des concentrations en glace différentes.	276
5.3	Évolution de l'angle moyen de la surface d'écoulement et de l'écart-type associé en fonction de la température pour des mélanges glacés.	278
5.4	Comparaison microscopique de l'apparence des grains au sein d'un mélange glace-verre avant et après passage en tambour tournant.	279

TABLE DES FIGURES

5.5	Comparaison au microscope de la morphologie des différents échantillons de poudre de glace formés par pulvérisation.	284
5.6	Exemples de spectres infrarouges de nos échantillons de poudres de glace pure.	287
5.7	Illustration de l'estimation de la profondeur de bande et de l'aire réduite sur un spectre infrarouge, reprise de Taffin et al. [2012].	288
5.8	Agrandissement de la région spectrale autour de 3,6 μm pour nos échantillons de poudres de glace pure.	289
5.9	Spectres infrarouges de poudre de glace pure, salée, et un mélange de grains de glace et de grains de sel.	290
5.10	Comparaison de nos spectres infrarouges de glace salée avec la littérature.	291
5.11	Comparaison des spectres infrarouges expérimentaux obtenus en laboratoire avec des spectres de la surface d'Europe.	292
5.12	Spectres infrarouges d'un même échantillon d'une poudre de glace pure à une même température, montrant les différences de réflectance dues à la préparation de l'échantillon.	293
5.13	Illustration de certains paramètres physiques d'une poudre de glace qui peuvent influencer sa réponse spectrale infrarouge.	298

Bibliographie

- Abramov, O. et Spencer, J. Endogenic heat from Enceladus' south polar fractures : New observations, and models of conductive surface heating. *Icarus*, 199 :189–196, 2009. ISSN 0019-1035. doi : 10.1016/j.icarus.2008.07.016.
- Alexander, C., Carlson, R., Consolmagno, G., Greeley, R., et Morrison, D. The exploration history of europa. In *Europa*, pages 3–26. University of Arizona Press, 2009.
- Allison, M. L. et Clifford, S. M. Ice-covered water volcanism on ganymede. *Journal of Geophysical Research*, 92(B8) :7865, 1987. doi : 10.1029/jb092ib08p07865.
- Alvarellos, J. L., Zahnle, K. J., Dobrovolskis, A. R., et Hamill, P. Transfer of mass from io to europa and beyond due to cometary impacts. *Icarus*, 194(2) :636–646, apr 2008. doi : 10.1016/j.icarus.2007.09.025.
- Anderson, J. Shape, mean radius, gravity field, and interior structure of callisto. *Icarus*, 153 (1) :157–161, sep 2001. doi : 10.1006/icar.2001.6664.
- Anderson, J. D., Schubert, G., Jacobson, R. A., Lau, E. L., Moore, W. B., et Sjogren, W. L. Europa's differentiated internal structure : Inferences from four galileo encounters. *Science*, 281(5385) :2019–2022, sep 1998. doi : 10.1126/science.281.5385.2019.
- Anderson, R. S. et Haff, P. K. Simulation of eolian saltation. *Science*, 241(4867) :820–823, aug 1988. doi : 10.1126/science.241.4867.820.
- Andreotti, B., Forterre, Y., et Pouliquen, O. *Les Milieux Granulaires : entre Fluide et Solide*. EDP Sciences and CNRS éditions, 2011.
- Arakawa, S. et Krijt, S. On the stickiness of CO₂ and h₂O ice particles. *The Astrophysical Journal*, 910(2) :130, apr 2021. doi : 10.3847/1538-4357/abe61d.
- Arnold, H., Liuzzo, L., et Simon, S. Magnetic signatures of a plume at europa during the galileo e26 flyby. *Geophysical Research Letters*, 46(3) :1149–1157, feb 2019. doi : 10.1029/2018gl081544.
- Ashkenazy, Y. The surface temperature of europa. *Heliyon*, 5(6) :e01908, jun 2019. doi : 10.1016/j.heliyon.2019.e01908.
- Ashton, M. D., Farley, R., et Valentin, F. H. H. An improved apparatus for measuring the tensile strength of powders. *Journal of Scientific Instruments*, 41(12) :763–765, dec 1964. doi : 10.1088/0950-7671/41/12/312.

-
- Asphaug, E. et Benz, W. Density of comet shoemaker-levy 9 deduced by modelling breakup of the parent 'rubble pile'. *Nature*, 370(6485) :120–124, jul 1994. doi : 10.1038/370120a0.
- Bader, C., Kattenhorn, S., et Schenk, P. Topographic analysis of europa's ridges. In *AGU Fall Meeting Abstracts*, volume 2008, pages P23A–1349, 2008.
- Badescu, M., Riccobono, D., Ubellacker, S., Backes, P., Dotson, M., Molaro, J., Moreland, S., Csomay-Shanklin, N., Choukroun, M., Brinkman, A., et Genta, G. Sampling tool concepts for enceladus lander in-situ analysis. In *2019 IEEE Aerospace Conference*. IEEE, mar 2019. doi : 10.1109/aero.2019.8741568.
- Bagnold, R. A. *The Physics of Blown Sand and Desert Dunes*. Methuen, 1941.
- Barletta, D., Poletto, M., et Santomaso, A. C. *Powder Flow : Theory, Characterisation and Application*, chapter 4. Bulk Powder Flow Characterisation Techniques, pages 64–146. The Royal Society of Chemistry, 2019. doi : 10.1039/9781788016100-00064.
- Barnash, A. N., Rathbun, J., Turtle, E., et Squyres, S. Interactions between impact craters and tectonic fractures on enceladus. In *AAS/Division for Planetary Sciences Meeting Abstracts*, volume 38, pages 24–06, 2006.
- Barnes, J. W., Turtle, E. P., Trainer, M. G., Lorenz, R. D., MacKenzie, S. M., Brinckerhoff, W. B., Cable, M. L., Ernst, C. M., Freissinet, C., Hand, K. P., Hayes, A. G., Hörst, S. M., Johnson, J. R., Karkoschka, E., Lawrence, D. J., Gall, A. L., Lora, J. M., McKay, C. P., Miller, R. S., Murchie, S. L., Neish, C. D., Newman, C. E., Núñez, J., Panning, M. P., Parsons, A. M., Peplowski, P. N., Quick, L. C., Radebaugh, J., Rafkin, S. C. R., Shiraishi, H., Soderblom, J. M., Sotzen, K. S., Stickle, A. M., Stofan, E. R., Szopa, C., Tokano, T., Wagner, T., Wilson, C., Yingst, R. A., Zacny, K., et Stähler, S. C. Science goals and objectives for the dragonfly titan rotorcraft relocatable lander. *The Planetary Science Journal*, 2(4) :130, jul 2021. doi : 10.3847/psj/abfdcf.
- Barr, A. C. et Milkovich, S. M. Ice grain size and the rheology of the martian polar deposits. *Icarus*, 194(2) :513–518, apr 2008. doi : 10.1016/j.icarus.2007.11.018.
- Baum, W. A., Kreidl, T., Westphal, J. A., Danielson, G. E., Seidelmann, P. K., Pascu, D., et Currie, D. G. Saturn's e ring. *Icarus*, 47(1) :84–96, jul 1981. doi : 10.1016/0019-1035(81)90093-2.
- Beddingfield, C. B. et Cartwright, R. J. Miranda's thick regolith indicates a major mantling event from an unknown source. *The Planetary Science Journal*, 3(11) :253, nov 2022. doi : 10.3847/psj/ac9a4e.
- Běhouňková, M., Tobie, G., Choblet, G., et Čadek, O. Tidally-induced melting events as the origin of south-pole activity on enceladus. *Icarus*, 219(2) :655–664, jun 2012. doi : 10.1016/j.icarus.2012.03.024.
- Běhouňková, M., Tobie, G., Choblet, G., et Čadek, O. Impact of tidal heating on the onset of convection in enceladus's ice shell. *Icarus*, 226(1) :898–904, sep 2013. doi : 10.1016/j.icarus.2013.06.033.

- Beladjine, D., Ammi, M., Oger, L., et Valance, A. Collision process between an incident bead and a three-dimensional granular packing. *Physical Review E*, 75(6) :061305, jun 2007. doi : 10.1103/physreve.75.061305.
- Belton, M. J. S., Klaasen, K. P., Clary, M. C., Anderson, J. L., Anger, C. D., Carr, M. H., Chapman, C. R., Davies, M. E., Greeley, R., Anderson, D., Bolef, L. K., Townsend, T. E., Greenberg, R., Head, J. W., Neukum, G., Pilcher, C. B., Veverka, J., Gierasch, P. J., Fanale, F. P., Ingersoll, A. P., Masursky, H., Morrison, D., et Pollack, J. B. The galileo solid-state imaging experiment. *Space Science Reviews*, 60(1-4) :413–455, may 1992. doi : 10.1007/bf00216864.
- Beuthe, M., Rivoldini, A., et Trinh, A. Enceladus's and dione's floating ice shells supported by minimum stress isostasy. *Geophysical Research Letters*, 43(19), oct 2016. doi : 10.1002/2016gl070650.
- Bhattachar, S. N., Hedden, D. B., Olsofsky, A. M., Qu, X., Hsieh, W.-Y., et Canter, K. G. Evaluation of the vibratory feeder method for assessment of powder flow properties. *International Journal of Pharmaceutics*, 269(2) :385–392, jan 2004. doi : 10.1016/j.ijpharm.2003.09.024.
- Bierhaus, E. B., Zahnle, K., et Chapman, C. R. Europa's Crater Distributions and Surface Ages. In Pappalardo, R. T., McKinnon, W. B., et Khurana, K. K., editors, *Europa*, page 161. University of Arizona Press, 2009.
- Bierhaus, E. B., Chapman, C. R., et Merline, W. J. Secondary craters on europa and implications for cratered surfaces. *Nature*, 437(7062) :1125–1127, oct 2005. doi : 10.1038/nature04069.
- Billings, S. E. et Kattenhorn, S. A. Comparison between terrestrial explosion crater morphology in floating ice and europa chaos. In *Lunar and Planetary Science Conference*, number 1955 in LPSC Abstracts, 2003.
- Bland, M. T., Beyer, R. A., et Showman, A. P. Unstable extension of enceladus' lithosphere. *Icarus*, 192(1) :92–105, dec 2007. doi : 10.1016/j.icarus.2007.06.011.
- Bland, M. T., Showman, A. P., et Tobie, G. The orbital–thermal evolution and global expansion of ganymede. *Icarus*, 200(1) :207–221, mar 2009. doi : 10.1016/j.icarus.2008.11.016.
- Bland, M. T., Singer, K. N., McKinnon, W. B., et Schenk, P. M. Enceladus' extreme heat flux as revealed by its relaxed craters. *Geophysical Research Letters*, 39(17) :n/a–n/a, sep 2012. doi : 10.1029/2012gl052736.
- Bland, M. T., Raymond, C. A., Schenk, P. M., Fu, R. R., Kneissl, T., Pasckert, J. H., Hiesinger, H., Preusker, F., Park, R. S., Marchi, S., King, S. D., Castillo-Rogez, J. C., et Russell, C. T. Composition and structure of the shallow subsurface of ceres revealed by crater morphology. *Nature Geoscience*, 9(7) :538–542, jun 2016. doi : 10.1038/ngeo2743.
- Blankenship, D., Ray, T., Plaut, J., Moussessian, A., Patterson, W., Romero-Wolf, A., Grima, C., Young, D., Soderlund, K., Gim, Y., et al. Reason for europa. *42nd cospar scientific assembly*, 42 :B5–3, 2018.

-
- Bocquet, L., Charlaix, É., et Restagno, F. Physics of humid granular media. *Comptes Rendus Physique*, 3(2) :207–215, jan 2002. doi : 10.1016/s1631-0705(02)01312-9.
- Bonnefoy, L. E., Hayes, A. G., Hayne, P. O., Malaska, M. J., Gall, A. L., Solomonidou, A., et Lucas, A. Compositional and spatial variations in titan dune and interdune regions from cassini VIMS and RADAR. *Icarus*, 270 :222–237, may 2016. doi : 10.1016/j.icarus.2015.09.014.
- Bowkett, J., Nash, J., Kim, D. I., Kim, S.-K., Thakker, R., Brinkman, A., Cheng, Y., Willson, R., Lim, C., Gaut, A., Jain, A., Gildner, M., Emanuel, B., et Backes, P. Functional autonomy challenges in sampling for an europa lander mission. In *2021 IEEE Aerospace Conference (50100)*. IEEE, mar 2021. doi : 10.1109/aero50100.2021.9438298.
- Bradley, R. S. LXXIX. the cohesive force between solid surfaces and the surface energy of solids. *The London, Edinburgh, and Dublin Philosophical Magazine and Journal of Science*, 13(86) :853–862, apr 1932. doi : 10.1080/14786449209461990.
- Brown, R. H., Baines, K. H., Bellucci, G., Bibring, J.-P., Buratti, B. J., Capaccioni, F., Cerroni, P., Clark, R. N., Coradini, A., Cruikshank, D. P., Drossart, P., Formisano, V., Jaumann, R., Langevin, Y., Matson, D. L., Mccord, T. B., Mennella, V., Miller, E., Nelson, R. M., Nicholson, P. D., Sicardy, B., et Sotin, C. The cassini visual and infrared mapping spectrometer (vims) investigation. *Space Science Reviews*, 115(1-4) :111–168, nov 2004. doi : 10.1007/s11214-004-1453-x.
- Brown, R. H., Clark, R. N., Buratti, B. J., Cruikshank, D. P., Barnes, J. W., Mastrapa, R. M. E., Bauer, J., Newman, S., Momary, T., Baines, K. H., Bellucci, G., Capaccioni, F., Cerroni, P., Combes, M., Coradini, A., Drossart, P., Formisano, V., Jaumann, R., Langevin, Y., Matson, D. L., McCord, T. B., Nelson, R. M., Nicholson, P. D., Sicardy, B., et Sotin, C. Composition and physical properties of enceladus' surface. *Science*, 311(5766) :1425–1428, mar 2006. doi : 10.1126/science.1121031.
- Brown, R. L. et Richards, J. C. *Principles of powder mechanics : essays on the packing and flow of powders and bulk solids*, volume 10. Pergamon Press, 1970.
- Bruni, G., Colafigli, A., Lettieri, P., et Elson, T. Torque measurements in aerated powders using a mechanically stirred fluidized bed rheometer (msFBR). *Chemical Engineering Research and Design*, 83(11) :1311–1318, nov 2005. doi : 10.1205/cherd.05092.
- Bruzzo, L., Plaut, J., Alberti, G., Blankenship, D., Bovolo, F., Campbell, B., Ferro, A., Gim, Y., Kofman, W., Komatsu, G., McKinnon, W., Mitri, G., Orosei, R., Patterson, G., Plettemeier, D., et Seu, R. RIME : Radar for icy moon exploration. In *2013 IEEE International Geoscience and Remote Sensing Symposium - IGARSS*. IEEE, jul 2013. doi : 10.1109/igarss.2013.6723686.
- Burns, J. A., Hamilton, D. P., Mignard, F., et Soter, S. The contamination of iapetus by phoebe dust. *International Astronomical Union Colloquium*, 150 :179–182, 1996. doi : 10.1017/s025292110050150x.

- Čadek, O., Tobie, G., Hoolst, T. V., Massé, M., Choblet, G., Lefèvre, A., Mitri, G., Baland, R.-M., Běhoučková, M., Bourgeois, O., et Trinh, A. Enceladus's internal ocean and ice shell constrained from cassini gravity, shape, and libration data. *Geophysical Research Letters*, 43(11) :5653–5660, jun 2016. doi : 10.1002/2016gl068634.
- Cambou, B., Jean, M., et Radjai, F. *Micromechanics of granular materials*. John Wiley & Sons, 2013.
- Cameron, A. G. W. The outer solar system. *Science*, 180(4087) :701–708, may 1973. doi : 10.1126/science.180.4087.701.
- Canup, R. M. et Ward, W. R. Origin of europa and the galilean satellites. In *Europa*, pages 59–83. University of Arizona Press Tucson, AZ, 2009.
- Capece, M., Huang, Z., To, D., Aloia, M., Muchira, C., Davé, R. N., et Yu, A. B. Prediction of porosity from particle scale interactions : Surface modification of fine cohesive powders. *Powder Technology*, 254 :103–113, 2014. ISSN 0032-5910. doi : <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2014.01.006>.
- Carlson, R., Smythe, W., Baines, K., Barbinis, E., Becker, K., Burns, R., Calcutt, S., Calvin, W., Clark, R., Danielson, G., Davies, A., Drossart, P., Encrenaz, T., Fanale, F., Granahan, J., Hansen, G., Herrera, P., Hibbitts, C., Hui, J., Irwin, P., Johnson, T., Kamp, L., Kieffer, H., Leader, F., Lellouch, E., Lopes-Gautier, R., Matson, D., McCord, T., Mehlman, R., Ocampo, A., Orton, G., Roos-Serote, M., Segura, M., Shirley, J., Soderblom, L., Stevenson, A., Taylor, F., Torson, J., Weir, A., et Weissman, P. Near-infrared spectroscopy and spectral mapping of jupiter and the galilean satellites : Results from galileo's initial orbit. *Science*, 274(5286) :385–388, oct 1996. doi : 10.1126/science.274.5286.385.
- Carlson, R. W., Weissman, P. R., Smythe, W. D., et Mahoney, J. C. Near-infrared mapping spectrometer experiment on galileo. In *The Galileo Mission*, pages 457–502. Springer Netherlands, 1992. doi : 10.1007/978-94-011-2512-3_18.
- Carlson, R. W., Johnson, R. E., et Anderson, M. S. Sulfuric acid on europa and the radiolytic sulfur cycle. *Science*, 286(5437) :97–99, oct 1999. doi : 10.1126/science.286.5437.97.
- Carlson, R. W., Calvin, W. M., Dalton, J. B., Hansen, G. B., Hudson, R. L., Johnson, R. R., McCord, T. B., et Moore, M. H. Europa's surface composition. In *Europa*, pages 283–327. University of Arizona Press Tucson, 2009.
- Carlson, R., Anderson, M., Mehlman, R., et Johnson, R. Distribution of hydrate on europa : Further evidence for sulfuric acid hydrate. *Icarus*, 177(2) :461–471, oct 2005. doi : 10.1016/j.icarus.2005.03.026.
- Carr, M. H., Belton, M. J. S., Chapman, C. R., Davies, M. E., Geissler, P., Greenberg, R., McEwen, A. S., Tufts, B. R., Greeley, R., Sullivan, R., Head, J. W., Pappalardo, R. T., Klaasen, K. P., Johnson, T. V., Kaufman, J., Senske, D., Moore, J., Neukum, G., Schubert, G., Burns, J. A., Thomas, P., et Veverka, J. Evidence for a subsurface ocean on europa. *Nature*, 391(6665) :363–365, jan 1998. doi : 10.1038/34857.
- Carr, R. L. Evaluating flow properties of solids. *Chemical Engineering*, 72 :163–168, 1965.

-
- Castellanos, A. The relationship between attractive interparticle forces and bulk behaviour in dry and uncharged fine powders. *Advances in Physics*, 54(4) :263–376, 2005. doi : 10.1080/17461390500402657.
- Castellanos, A., Valverde, J. M., Pérez, A. T., Ramos, A., et Watson, P. K. Flow Regimes in Fine Cohesive Powders. *Physical Review Letters*, 82 :1156–1159, 1999. ISSN 0031-9007. doi : 10.1103/physrevlett.82.1156.
- Castillo-Rogez, J. C. et Lunine, J. I. Evolution of titan's rocky core constrained by cassini observations. *Geophysical Research Letters*, 37(20) :n/a–n/a, oct 2010. doi : 10.1029/2010gl044398.
- Cedillo-Flores, Y., Treiman, A. H., Lasue, J., et Clifford, S. M. CO₂ gas fluidization in the initiation and formation of martian polar gullies. *Geophysical Research Letters*, 38(21) : n/a–n/a, nov 2011. doi : 10.1029/2011gl049403.
- Celli, M., Ulivi, L., et del Rosso, L. Raman investigation of the ice ic–ice ih transformation. *The Journal of Physical Chemistry C*, 124(31) :17135–17140, jul 2020. doi : 10.1021/acs.jpcc.0c05136.
- Chilton, H. T., Schmidt, B. E., Duarte, K., Ferrier, K. L., Hughson, K. H. G., Scully, J. E. C., Wray, J. J., Sizemore, H. G., Nathues, A., Platz, T., Schorghofer, N., Schenk, P. M., Landis, M. E., Bland, M., Byrne, S., Russell, C. T. R., et Raymond, C. A. Landslides on ceres : Inferences into ice content and layering in the upper crust. *Journal of Geophysical Research : Planets*, jun 2019. doi : 10.1029/2018je005634.
- Choblet, G., Tobie, G., Sotin, C., Běhounková, M., Čadek, O., Postberg, F., et Souček, O. Powering prolonged hydrothermal activity inside Enceladus. *Nature Astronomy*, 1 :841–847, 2017. ISSN 2397-3366. doi : 10.1038/s41550-017-0289-8.
- Choblet, G., Tobie, G., Buch, A., Čadek, O., Barge, L. M., Běhounková, M., Camprubi, E., Freissinet, C., Hedman, M., Jones, G., Lainey, V., Le Gall, A., Lucchetti, A., MacKenzie, S., Mitri, G., Neveu, M., Nimmo, F., Olsson-Francis, K., Panning, M., Postberg, F., Saur, J., Schmidt, J., Sekine, Y., Shibuya, T., Sotin, C., Soucek, O., Szopa, C., Usui, T., Vance, S., et Van Hoolst, T. Enceladus as a potential oasis for life : Science goals and investigations for future explorations. *Experimental Astronomy*, 54(2-3) :809–847, nov 2021. doi : 10.1007/s10686-021-09808-7.
- Choukroun, M., Molaro, J. L., Hodyss, R., Marteau, E., Backes, P., Carey, E. M., Dhaouadi, W., Moreland, S., et Schulson, E. M. Strength Evolution of Ice Plume Deposit Analogs of Enceladus and Europa. *Geophysical Research Letters*, 47(15), 2020. ISSN 0094-8276. doi : 10.1029/2020gl088953.
- Chuang, F., Greeley, R., Moore, J., Team, G. S., et al. Callisto : Large-scale mass movements observed from the galileo nominal mission. In *Lunar and Planetary Science Conference*, number 1292 in LPSC Abstracts, 1999.
- Clark, R. N., Fanale, F. P., et Zent, A. P. Frost grain size metamorphism : Implications for remote sensing of planetary surfaces. *Icarus*, 56(2) :233–245, nov 1983. doi : 10.1016/0019-1035(83)90036-2.

- Clausen, K. C., Hassan, H., Verdant, M., Couzin, P., Huttin, G., Brisson, M., Sollazzo, C., et Lebreton, J.-P. The Huygens probe system design. In *The Cassini-Huygens Mission*, pages 155–189. Springer Netherlands, 2003. doi : 10.1007/978-94-017-3251-2_5.
- Cochran, A. L., Levasseur-Regourd, A.-C., Cordiner, M., Hadamcik, E., Lasue, J., Gicquel, A., Schleicher, D. G., Charnley, S. B., Mumma, M. J., Paganini, L., Bockelée-Morvan, D., Biver, N., et Kuan, Y.-J. The composition of comets. *Space Science Reviews*, 197(1-4) : 9–46, jul 2015. doi : 10.1007/s11214-015-0183-6.
- Collins, G. C., Head, J. W., Pappalardo, R. T., et Spaun, N. A. Evaluation of models for the formation of chaotic terrain on Europa. *Journal of Geophysical Research : Planets*, 105 (E1) :1709–1716, jan 2000. doi : 10.1029/1999je001143.
- Collins, G. et Nimmo, F. Chaotic terrain on Europa. In *Europa*, pages 259–281. University of Arizona Press Tucson, 2009.
- Collins, G. C. Relative rates of fluvial bedrock incision on Titan and Earth. *Geophysical Research Letters*, 32(22) :n/a–n/a, nov 2005. doi : 10.1029/2005gl024551.
- Collins, G. C., Head, J. W., et Pappalardo, R. T. The role of extensional instability in creating Ganymede grooved terrain : Insights from Galileo high-resolution stereo imaging. *Geophysical Research Letters*, 25(3) :233–236, feb 1998. doi : 10.1029/97gl03772.
- Combe, J.-P., McCord, T. B., Tosi, F., Ammannito, E., Carrozzo, F. G., Sanctis, M. C. D., Raponi, A., Byrne, S., Landis, M. E., Hughson, K. H. G., Raymond, C. A., et Russell, C. T. Detection of local H₂O exposed at the surface of Ceres. *Science*, 353(6303), sep 2016. doi : 10.1126/science.aaf3010.
- Combe, J.-P., McCord, T. B., Matson, D. L., Johnson, T. V., Davies, A. G., Scipioni, F., et Tosi, F. Nature, distribution and origin of CO₂ on Enceladus. *Icarus*, 317 :491–508, jan 2019. doi : 10.1016/j.icarus.2018.08.007.
- Comola, F., Gaume, J., Kok, J. F., et Lehning, M. Cohesion-induced enhancement of aeolian saltation. *Geophysical Research Letters*, 46(10) :5566–5574, may 2019. doi : 10.1029/2019gl082195.
- Cook, A. et Franklin, F. An explanation of the light curve of Iapetus. *Icarus*, 13(2) :282–291, sep 1970. doi : 10.1016/0019-1035(70)90057-6.
- Cooper, J. Energetic ion and electron irradiation of the icy Galilean satellites. *Icarus*, 149 (1) :133–159, jan 2001. doi : 10.1006/icar.2000.6498.
- Coustenis, A. et Hirtzig, M. Cassini-Huygens results on Titan's surface. *Research in Astronomy and Astrophysics*, 9(3) :249–268, mar 2009. doi : 10.1088/1674-4527/9/3/001.
- Cox, R., Ong, L. C. F., et Arakawa, M. Is chaos on Europa caused by crust-penetrating impacts ? In *36th Annual Lunar and Planetary Science Conference*, number 2101 in LPSC Abstracts, 2005.

-
- Crassous, J., Beladjine, D., et Valance, A. Impact of a projectile on a granular medium described by a collision model. *Physical Review Letters*, 99(24) :248001, dec 2007. doi : 10.1103/physrevlett.99.248001.
- Crawford, G. D. et Stevenson, D. J. Gas-driven water volcanism and the resurfacing of europa. *Icarus*, 73(1) :66–79, jan 1988. doi : 10.1016/0019-1035(88)90085-1.
- Croft, S. et Goudreau, B. Tectonism and volcanism in ganymede's dark terrain. In *Abstracts of the Lunar and Planetary Science Conference, vol. 18*, page 209, 1987.
- Crosta, G. B., Frattini, P., Valbuzzi, E., et Blasio, F. V. D. Introducing a new inventory of large martian landslides. *Earth and Space Science*, 5(4) :89–119, apr 2018. doi : 10.1002/2017ea000324.
- Crow-Willard, E. N. et Pappalardo, R. T. Structural mapping of enceladus and implications for formation of tectonized regions. *Journal of Geophysical Research : Planets*, 120(5) : 928–950, may 2015. doi : 10.1002/2015je004818.
- Crowley, J. K. Visible and near-infrared (0.4-2.5 μm) reflectance spectra of playa evaporite minerals. *Journal of Geophysical Research*, 96(B10) :16231, 1991. doi : 10.1029/91jb01714.
- Cumberland, D. et Crawford, R. *The Packing of Particles*. Handbook of powder technology. Elsevier, 1987.
- Cundall, P. A. et Strack, O. D. L. A discrete numerical model for granular assemblies. *Géotechnique*, 29(1) :47–65, mar 1979. doi : 10.1680/geot.1979.29.1.47.
- Davies, J. K., Roush, T. L., Cruikshank, D. P., Bartholomew, M. J., Geballe, T. R., Owen, T., et de Bergh, C. The detection of water ice in comet hale-bopp. *Icarus*, 127(1) :238–245, may 1997. doi : 10.1006/icar.1996.5673.
- de Kleer, K., Butler, B., de Pater, I., Gurwell, M. A., Moullet, A., Trumbo, S., et Spencer, J. Ganymede's surface properties from millimeter and infrared thermal emission. *The Planetary Science Journal*, 2(1) :5, jan 2021. doi : 10.3847/psj/abcbf4.
- de Pater, I., Martin, S. C., et Showalter, M. R. Keck near-infrared observations of saturn's e and g rings during earth's ring plane crossing in august 1995. *Icarus*, 172(2) :446–454, dec 2004. doi : 10.1016/j.icarus.2004.07.012.
- de Ryck, A., Condotta, R., et Dodds, J. A. Shape of a cohesive granular heap. *Powder Technology*, 157(1-3) :72–78, sep 2005. doi : 10.1016/j.powtec.2005.05.013.
- De Sanctis, M. C., Ammannito, E., Raponi, A., Marchi, S., McCord, T. B., McSween, H. Y., Capaccioni, F., Capria, M. T., Carrozzo, F. G., Ciarniello, M., Longobardo, A., Tosi, F., Fonte, S., Formisano, M., Frigeri, A., Giardino, M., Magni, G., Palomba, E., Turrini, D., Zambon, F., Combe, J.-P., Feldman, W., Jaumann, R., McFadden, L. A., Pieters, C. M., Prettyman, T., Toplis, M., Raymond, C. A., et Russell, C. T. Ammoniated phyllosilicates with a likely outer Solar System origin on (1) Ceres. *Nature*, 528(7581) :241–244, dec 2015. doi : 10.1038/nature16172.

- Deng, T., Garg, V., et Bradley, M. S. A study of particle adhesion for cohesive powders using a novel mechanical surface energy tester. *Powder Technology*, 391 :46–56, oct 2021. doi : 10.1016/j.powtec.2021.06.002.
- Derjaguin, B., Muller, V., et Toporov, Y. Effect of contact deformations on the adhesion of particles. *Journal of Colloid and Interface Science*, 53(2) :314–326, nov 1975. doi : 10.1016/0021-9797(75)90018-1.
- Dhingra, D., Hedman, M. M., Clark, R. N., et Nicholson, P. D. Spatially resolved near infrared observations of enceladus' tiger stripe eruptions from cassini VIMS. *Icarus*, 292 : 1–12, aug 2017. doi : 10.1016/j.icarus.2017.03.002.
- Doggett, T., Greeley, R., Figueredo, P., et Tanaka, K. Geologic stratigraphy and evolution of europa's surface. In *Europa*, page 137. University of Arizona Press Tucson, 2009.
- Döppenschmidt, A. et Butt, H.-J. Measuring the Thickness of the Liquid-like Layer on Ice Surfaces with Atomic Force Microscopy. *Langmuir*, 16 :6709–6714, 2000. ISSN 0743-7463. doi : 10.1021/la990799w.
- Döppenschmidt, A., Kappl, M., et Butt, H.-J. Surface Properties of Ice Studied by Atomic Force Microscopy. *The Journal of Physical Chemistry B*, 102 :7813–7819, 1998. ISSN 1520-6106. doi : 10.1021/jp981396s.
- Elachi, C., Allison, M. D., Borgarelli, L., Encrenaz, P., Im, E., Janssen, M. A., Johnson, W. T. K., Kirk, R. L., Lorenz, R. D., Lunine, J. I., Muhleman, D. O., Ostro, S. J., Picardi, G., Posa, F., Rapley, C. G., Roth, L. E., Seu, R., Soderblom, L. A., Vetrella, S., Wall, S. D., Wood, C. A., et Zebker, H. A. Radar : The cassini titan radar mapper. In *The Cassini-Huygens Mission*, pages 71–110. Kluwer Academic Publishers, 2004. doi : 10.1007/1-4020-3874-7_2.
- Ermakov, A. I., Fu, R. R., Castillo-Rogez, J. C., Raymond, C. A., Park, R. S., Preusker, F., Russell, C. T., Smith, D. E., et Zuber, M. T. Constraints on ceres' internal structure and evolution from its shape and gravity measured by the dawn spacecraft. *Journal of Geophysical Research : Planets*, 122(11) :2267–2293, nov 2017. doi : 10.1002/2017je005302.
- Fagents, S. A. Considerations for effusive cryovolcanism on Europa : The post-Galileo perspective. *Journal of Geophysical Research : Planets*, 108(E12), dec 2003. doi : 10.1029/2003je002128.
- Fagents, S. A., Lopes, R. M. C., Quick, L. C., et Gregg, T. K. P. Cryovolcanism. In *Planetary Volcanism across the Solar System*, pages 161–234. Elsevier, 2022. doi : 10.1016/b978-0-12-813987-5.00005-5.
- Ferrari, C. Thermal properties of icy surfaces in the outer solar system. *Space Science Reviews*, 214(8), oct 2018. doi : 10.1007/s11214-018-0546-x.
- Ferrari, C. et Lucas, A. Low thermal inertias of icy planetary surfaces. *Astronomy & Astrophysics*, 588 :A133, 2016. ISSN 0004-6361. doi : 10.1051/0004-6361/201527625.

-
- Filacchione, G., D'Aversa, E., Capaccioni, F., Clark, R. N., Cruikshank, D. P., Ciarniello, M., Cerroni, P., Bellucci, G., Brown, R. H., Buratti, B. J., Nicholson, P. D., Jaumann, R., McCord, T. B., Sotin, C., Stephan, K., et Ore, C. M. D. Saturn's icy satellites investigated by cassini-VIMS. IV. daytime temperature maps. *Icarus*, 271 :292–313, jun 2016. doi : 10.1016/j.icarus.2016.02.019.
- Filacchione, G., Adriani, A., Mura, A., Tosi, F., Lunine, J. I., Raponi, A., Ciarniello, M., Grassi, D., Piccioni, G., Moriconi, M. L., Altieri, F., Plainaki, C., Sindoni, G., Noschese, R., Cicchetti, A., Bolton, S. J., et Brooks, S. Serendipitous infrared observations of europa by juno/JIRAM. *Icarus*, 328 :1–13, aug 2019. doi : 10.1016/j.icarus.2019.03.022.
- Fitzpatrick, J. Powder properties in food production systems. In *Handbook of Food Powders*, pages 285–308. Elsevier, 2013. doi : 10.1533/9780857098672.2.285.
- Fraysse, N., Thomé, H., et Petit, L. Humidity effects on the stability of a sandpile. *The European Physical Journal B*, 11(4) :615–619, oct 1999. doi : 10.1007/s100510051189.
- Freeman, R. Measuring the flow properties of consolidated, conditioned and aerated powders - A comparative study using a powder rheometer and a rotational shear cell. *Powder Technology*, 174 :25–33, 2007. ISSN 0032-5910. doi : 10.1016/j.powtec.2006.10.016.
- Fulchignoni, M., Ferri, F., Angrilli, F., Ball, A. J., Bar-Nun, A., Barucci, M. A., Bettanini, C., Bianchini, G., Borucki, W., Colombatti, G., Coradini, M., Coustenis, A., Debei, S., Falkner, P., Fantì, G., Flamini, E., Gaborit, V., Grard, R., Hamelin, M., Harri, A. M., Hathi, B., Jernej, I., Leese, M. R., Lehto, A., Stoppato, P. F. L., López-Moreno, J. J., Mäkinen, T., McDonnell, J. A. M., McKay, C. P., Molina-Cuberos, G., Neubauer, F. M., Pirronello, V., Rodrigo, R., Saggin, B., Schwingenschuh, K., Seiff, A., Simões, F., Svedhem, H., Tokano, T., Towner, M. C., Trautner, R., Withers, P., et Zarnecki, J. C. In situ measurements of the physical characteristics of titan's environment. *Nature*, 438(7069) :785–791, nov 2005. doi : 10.1038/nature04314.
- Furić, K. et Volovšek, V. Water ice at low temperatures and pressures : New raman results. *Journal of Molecular Structure*, 976(1-3) :174–180, jul 2010. doi : 10.1016/j.molstruc.2010.03.024.
- Gaidos, E. J. et Nimmo, F. Tectonics and water on europa. *Nature*, 405(6787) :637–637, jun 2000. doi : 10.1038/35015170.
- Gans, A., Pouliquen, O., et Nicolas, M. Cohesion-controlled granular material. *Physical Review E*, 101(3) :032904, mar 2020. doi : 10.1103/physreve.101.032904.
- Geldart, D., Harnby, N., et Wong, A. Fluidization of cohesive powders. *Powder Technology*, 37(1) :25–37, jan 1984. doi : 10.1016/0032-5910(84)80003-0.
- Geldart, D., Abdullah, E., Hassanpour, A., Nwoke, L., et Wouters, I. Characterization of powder flowability using measurement of angle of repose. *China Particuology*, 4(3-4) : 104–107, jul 2006. doi : 10.1016/s1672-2515(07)60247-4.
- Glass, J., Dierssen, H., Glein, C., Schmidt, B., et Winebrenner, D. Defining and Characterizing Habitable Environments in Ocean World Systems. *Oceanography*, 2022. doi : 10.5670/oceanog.2021.414.

- Goguen, J. D., Buratti, B. J., Brown, R. H., Clark, R. N., Nicholson, P. D., Hedman, M. M., Howell, R. R., Sotin, C., Cruikshank, D. P., Baines, K. H., Lawrence, K. J., Spencer, J. R., et Blackburn, D. G. The temperature and width of an active fissure on Enceladus measured with Cassini VIMS during the 14 April 2012 South Pole flyover. *Icarus*, 226 :1128–1137, 2013. ISSN 0019-1035. doi : 10.1016/j.icarus.2013.07.012.
- Gold, V., editor. *The IUPAC Compendium of Chemical Terminology*. International Union of Pure and Applied Chemistry (IUPAC), 2019. doi : 10.1351/goldbook.
- Gradie, J., Thomas, P., et Veverka, J. The surface composition of Amalthea. *Icarus*, 44(2) : 373–387, nov 1980. doi : 10.1016/0019-1035(80)90032-9.
- Grasset, O., Dougherty, M. K., Coustenis, A., Bunce, E. J., Erd, C., Titov, D., Blanc, M., Coates, A., Drossart, P., Fletcher, L. N., Hussmann, H., Jaumann, R., Krupp, N., Lebreton, J. P., Prieto-Ballesteros, O., Tortora, P., Tosi, F., et Van Hoolst, T. JUperiter ICy moons Explorer (JUICE) : An ESA mission to orbit Ganymede and to characterise the Jupiter system. *Planetary and Space Science*, 78 :1–21, 2013. ISSN 0032-0633. doi : 10.1016/j.pss.2012.12.002.
- Greeley, R., Klemaszewski, J., et Wagner, R. Galileo views of the geology of Callisto. *Planetary and Space Science*, 48(9) :829–853, aug 2000. doi : 10.1016/s0032-0633(00)00050-7.
- Greeley, R., Sullivan, R., Coon, M. D., Geissler, P. E., Tufts, B., Head, J. W., Pappalardo, R. T., et Moore, J. M. Terrestrial sea ice morphology : Considerations for Europa. *Icarus*, 135(1) :25–40, sep 1998. doi : 10.1006/icar.1998.5977.
- Greeley, R., Chyba, C. F., Head, J. W., McCord, T. B., McKinnon, W. B., Pappalardo, R. T., Figueredo, P. H., et al. Geology of Europa. In *Jupiter : The planet, satellites and magnetosphere*, pages 329–362. Cambridge Univ. Press Cambridge, U. K., 2004.
- Greenberg, R., Geissler, P., Hoppa, G., Tufts, B., Durda, D. D., Pappalardo, R., Head, J. W., Greeley, R., Sullivan, R., et Carr, M. H. Tectonic processes on Europa : Tidal stresses, mechanical response, and visible features. *Icarus*, 135(1) :64–78, sep 1998. doi : 10.1006/icar.1998.5986.
- Greenwood, J. A. Adhesion of elastic spheres. *Proceedings of the Royal Society of London. Series A : Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, 453(1961) :1277–1297, jun 1997. doi : 10.1098/rspa.1997.0070.
- Greve, R. et Mahajan, R. A. Influence of ice rheology and dust content on the dynamics of the north-polar cap of Mars. *Icarus*, 174(2) :475–485, apr 2005. doi : 10.1016/j.icarus.2004.07.031.
- Griffith, C. A., Penteado, P. F., Turner, J. D., Neish, C. D., Mitri, G., Montiel, N. J., Schoenfeld, A., et Lopes, R. M. C. A corridor of exposed ice-rich bedrock across Titan's tropical region. *Nature Astronomy*, 3(7) :642–648, apr 2019. doi : 10.1038/s41550-019-0756-5.
- Guimpier, A., Conway, S., Mangeney, A., Lucas, A., Mangold, N., Peruzzetto, M., Pajola, M., Lucchetti, A., Munaretto, G., Sæmundsson, T., Johnsson, A., Deit, L. L., Grindrod, P., Davis, J., Thomas, N., et Cremonese, G. Dynamics of recent landslides (<20 my) on Mars :

-
- Insights from high-resolution topography on earth and mars and numerical modelling. *Planetary and Space Science*, 206 :105303, oct 2021. doi : 10.1016/j.pss.2021.105303.
- Gundlach, B. et Blum, J. The stickiness of micrometer-sized water-ice particles. *The Astrophysical Journal*, 798 :34, 2015. ISSN 1538-4357. doi : 10.1088/0004-637x/798/1/34.
- Gundlach, B., Kiliyas, S., Beitz, E., et Blum, J. Micrometer-sized ice particles for planetary-science experiments - I. Preparation, critical rolling friction force, and specific surface energy. *Icarus*, 214 :717–723, 2011. ISSN 0019-1035. doi : 10.1016/j.icarus.2011.05.005.
- Gundlach, B., Schmidt, K. P., Kreuzig, C., Bischoff, D., Rezaei, F., Kothe, S., Blum, J., Grzesik, B., et Stoll, E. The tensile strength of ice and dust aggregates and its dependence on particle properties. *Monthly Notices of the Royal Astronomical Society*, 479 :1273–1277, 2018. ISSN 0035-8711. doi : 10.1093/mnras/sty1550.
- Gundlach, B. et Blum, J. A new method to determine the grain size of planetary regolith. *Icarus*, 223(1) :479–492, mar 2013. doi : 10.1016/j.icarus.2012.11.039.
- Haack, D., Otto, K., Gundlach, B., Kreuzig, C., Bischoff, D., Kührt, E., et Blum, J. Tensile strength of dust-ice mixtures and their relevance as cometary analog material. *Astronomy & Astrophysics*, 642 :A218, 2020. doi : 10.1051/0004-6361/202037763.
- Hancock, B. C., Vukovinsky, K. E., Brolley, B., Grimsey, I., Hedden, D., Olsofsky, A., et Doherty, R. A. Development of a robust procedure for assessing powder flow using a commercial avalanche testing instrument. *Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis*, 35(5) :979–990, sep 2004. doi : 10.1016/j.jpba.2004.02.035.
- Hand, K. P., Sotin, C., Hayes, A., et Coustenis, A. On the Habitability and Future Exploration of Ocean Worlds. *Space Science Reviews*, 216, 2020. ISSN 0038-6308. doi : 10.1007/s11214-020-00713-7.
- Hand, K. P., Phillips, C. B., Murray, A., Garvin, J. B., Maize, E. H., Gibbs, R. G., Reeves, G., Martin, A. M. S., Tan-Wang, G. H., Krajewski, J., Hurst, K., Crum, R., Kennedy, B. A., McElrath, T. P., Gallon, J. C., et 272 authors. Science Goals and Mission Architecture of the Europa Lander Mission Concept. *The Planetary Science Journal*, 3(1) :22, jan 2022. doi : 10.3847/PSJ/ac4493.
- Hand, K. P., Chyba, C. F., Carlson, R. W., et Cooper, J. F. Clathrate hydrates of oxidants in the ice shell of europa. *Astrobiology*, 6(3) :463–482, jun 2006. doi : 10.1089/ast.2006.6.463.
- Hanley, J., Dalton, J. B., Chevrier, V. F., Jamieson, C. S., et Barrows, R. S. Reflectance spectra of hydrated chlorine salts : The effect of temperature with implications for europa. *Journal of Geophysical Research : Planets*, 119(11) :2370–2377, nov 2014. doi : 10.1002/2013je004565.
- Hansen, C. J., Esposito, L., Stewart, A. I. F., Colwell, J., Hendrix, A., Pryor, W., Shemansky, D., et West, R. Enceladus' Water Vapor Plume. *Science*, 311(5766) :1422–1425, 2006. doi : 10.1126/science.1121254.

- Hansen, G. B. et McCord, T. B. Amorphous and crystalline ice on the Galilean satellites : A balance between thermal and radiolytic processes. *Journal of Geophysical Research*, 109 (E1), 2004. doi : 10.1029/2003je002149.
- Hansen, G. B. et McCord, T. B. Widespread CO_2 and other non-ice compounds on the anti-jovian and trailing sides of europa from galileo/NIMS observations. *Geophysical Research Letters*, 35(1), jan 2008. doi : 10.1029/2007gl031748.
- Hapke, B. Coherent backscatter and the radar characteristics of outer planet satellites. *Icarus*, 88(2) :407–417, dec 1990. doi : 10.1016/0019-1035(90)90091-m.
- Harland, D. M. *Cassini at Saturn*. Praxis New York, 2007. doi : 10.1007/978-0-387-73978-6.
- Hartkorn, O. et Saur, J. Induction signals from callisto's ionosphere and their implications on a possible subsurface ocean. *Journal of Geophysical Research : Space Physics*, 122 (11), nov 2017. doi : 10.1002/2017ja024269.
- Hayes, A. G. The lakes and seas of titan. *Annual Review of Earth and Planetary Sciences*, 44(1) :57–83, jun 2016. doi : 10.1146/annurev-earth-060115-012247.
- Hayne, P. O. et Aharonson, O. Thermal stability of ice on ceres with rough topography. *Journal of Geophysical Research : Planets*, 120(9) :1567–1584, sep 2015. doi : 10.1002/2015je004887.
- Head, J. W. et Pappalardo, R. T. Brine mobilization during lithospheric heating on europa : Implications for formation of chaos terrain, lenticula texture, and color variations. *Journal of Geophysical Research : Planets*, 104(E11) :27143–27155, nov 1999. doi : 10.1029/1999je001062.
- Head, J. W., Pappalardo, R. T., et Sullivan, R. Europa : Morphological characteristics of ridges and triple bands from galileo data (e4 and e6) and assessment of a linear diapirism model. *Journal of Geophysical Research : Planets*, 104(E10) :24223–24236, oct 1999. doi : 10.1029/1998je001011.
- Heim, L.-O., Blum, J., Preuss, M., et Butt, H.-J. Adhesion and friction forces between spherical micrometer-sized particles. *Physical Review Letters*, 83(16) :3328–3331, oct 1999. doi : 10.1103/physrevlett.83.3328.
- Helfenstein, P. et Porco, C. C. Enceladus' geysers : Relation to geological features. *The Astronomical Journal*, 150(3) :96, sep 2015. doi : 10.1088/0004-6256/150/3/96.
- Helfenstein, P., Thomas, P., Veverka, J., Rathbun, J., Perry, J., Turtle, E., Denk, T., Neukum, G., Roatsch, T., Wagner, R., Giese, B., Squyres, S., Burns, J., McEwen, A., Porco, C., et Johnson, T. Patterns of fracture and tectonic convergence near the south pole of enceladus. In *Lunar and Planetary Science XXXVII*, volume 1303 of *LPI Contribution*. Lunar and Planetary Institute, March 2006.
- Hemingway, D. et Mittal, T. What explains the structure of enceladus's ice shell and can it be in equilibrium? In *AGU Fall Meeting Abstracts*, pages P43B–2877, 2017.

-
- Hemingway, D., Iess, L., Tajeddine, R., et Tobie, G. The interior of enceladus. In *Enceladus and the icy moons of Saturn*, pages 57–77. The University of Arizona Press, 2018.
- Hendrix, A. R., Hansen, C. J., et Holsclaw, G. M. The ultraviolet reflectance of enceladus : Implications for surface composition. *Icarus*, 206(2) :608–617, apr 2010. doi : 10.1016/j.icarus.2009.11.007.
- Herminghaus, S. Dynamics of wet granular matter. *Advances in Physics*, 54(3) :221–261, may 2005. doi : 10.1080/00018730500167855.
- Hiesinger, H., Marchi, S., Schmedemann, N., Schenk, P., Pasckert, J. H., Neesemann, A., O’Brien, D. P., Kneissl, T., Ermakov, A. I., Fu, R. R., Bland, M. T., Nathues, A., Platz, T., Williams, D. A., Jaumann, R., Castillo-Rogez, J. C., Ruesch, O., Schmidt, B., Park, R. S., Preusker, F., Buczkowski, D. L., Russell, C. T., et Raymond, C. A. Cratering on ceres : Implications for its crust and evolution. *Science*, 353(6303), sep 2016. doi : 10.1126/science.aaf4759.
- Hillier, J. K., Green, S. F., McBride, N., Schwanethal, J. P., Postberg, F., Srama, R., Kempf, S., Moragas-Klostermeyer, G., McDonnell, J. A. M., et Grun, E. The composition of saturn’s e ring. *Monthly Notices of the Royal Astronomical Society*, 377(4) :1588–1596, jun 2007. doi : 10.1111/j.1365-2966.2007.11710.x.
- Hobbs, P. V. *Ice Physics*. Clarendon Press, 1974. ISBN 9780198519362.
- Holt, J. W., Safaeinili, A., Plaut, J. J., Head, J. W., Phillips, R. J., Seu, R., Kempf, S. D., Choudhary, P., Young, D. A., Putzig, N. E., Biccari, D., et Gim, Y. Radar sounding evidence for buried glaciers in the southern mid-latitudes of mars. *Science*, 322(5905) : 1235–1238, nov 2008. doi : 10.1126/science.1164246.
- Hoppa, G. V., Tufts, B. R., Greenberg, R., et Geissler, P. E. Formation of cycloidal features on europa. *Science*, 285(5435) :1899–1902, sep 1999. doi : 10.1126/science.285.5435.1899.
- Hornbaker, D. J., Albert, R., Albert, I., Barabási, A.-L., et Schiffer, P. What keeps sandcastles standing? *Nature*, 387(6635) :765–765, jun 1997. doi : 10.1038/42831.
- Hörz, F., Bastien, R., Borg, J., Bradley, J. P., Bridges, J. C., Brownlee, D. E., Burchell, M. J., Chi, M., Cintala, M. J., Dai, Z. R., Djouadi, Z., Dominguez, G., Economou, T. E., Fairey, S. A. J., Floss, C., Franchi, I. A., Graham, G. A., Green, S. F., Heck, P., Hoppe, P., Huth, J., Ishii, H., Kearsley, A. T., Kissel, J., Leitner, J., Leroux, H., Marhas, K., Messenger, K., Schwandt, C. S., See, T. H., Snead, C., Stadermann, F. J., Stephan, T., Stroud, R., Teslich, N., Trigo-Rodriguez, J. M., Tuzzolino, A. J., Troadec, D., Tsou, P., Warren, J., Westphal, A., Wozniakiewicz, P., Wright, I., et Zinner, E. Impact features on stardust : Implications for comet 81p/wild 2 dust. *Science*, 314(5806) :1716–1719, dec 2006. doi : 10.1126/science.1135705.
- Howell, S. M. et Pappalardo, R. T. NASA’s Europa Clipper - a mission to a potentially habitable ocean world. *Nature Communications*, 11, 2020. ISSN 2041-1723. doi : 10.1038/s41467-020-15160-9.

- Howett, C. J. A., Spencer, J. R., Pearl, J., et Segura, M. Thermal inertia and bolometric Bond albedo values for Mimas, Enceladus, Tethys, Dione, Rhea and Iapetus as derived from Cassini/CIRS measurements. *Icarus*, 206(2) :573–593, 2010. ISSN 0019-1035. doi : <https://doi.org/10.1016/j.icarus.2009.07.016>. Cassini at Saturn.
- Howett, C. J. A., Spencer, J. R., Pearl, J., et Segura, M. High heat flow from enceladus' south polar region measured using 10-600 cm⁻¹ cassini/CIRS data. *Journal of Geophysical Research*, 116(E3), mar 2011. doi : 10.1029/2010je003718.
- Hsu, H.-W., Postberg, F., Kempf, S., Trieloff, M., Burton, M., Roy, M., Moragas-Klostermeyer, G., et Srama, R. Stream particles as the probe of the dust-plasma-magnetosphere interaction at saturn. *Journal of Geophysical Research : Space Physics*, 116(A9) :n/a–n/a, sep 2011. doi : 10.1029/2011ja016488.
- Hsu, H.-W., Postberg, F., Sekine, Y., Shibuya, T., Kempf, S., Horányi, M., Juhász, A., Altobelli, N., Suzuki, K., Masaki, Y., Kuwatani, T., Tachibana, S., iti Sirono, S., Moragas-Klostermeyer, G., et Srama, R. Ongoing hydrothermal activities within enceladus. *Nature*, 519(7542) :207–210, mar 2015. doi : 10.1038/nature14262.
- Hughenholz, C. Frosted granular flow : A new hypothesis for mass wasting in martian gullies. *Icarus*, 197(1) :65–72, sep 2008. doi : 10.1016/j.icarus.2008.04.010.
- Hurford, T. A., Helfenstein, P., Hoppa, G. V., Greenberg, R., et Bills, B. G. Eruptions arising from tidally controlled periodic openings of rifts on enceladus. *Nature*, 447(7142) :292–294, may 2007. doi : 10.1038/nature05821.
- Hörst, S. M. Titan's atmosphere and climate. *Journal of Geophysical Research : Planets*, 122(3) :432–482, mar 2017. doi : 10.1002/2016je005240.
- Iess, L., Stevenson, D. J., Parisi, M., Hemingway, D., Jacobson, R. A., Lunine, J. I., Nimmo, F., Armstrong, J. W., Asmar, S. W., Ducci, M., et Tortora, P. The Gravity Field and Interior Structure of Enceladus. *Science*, 344 :78–80, 2014. ISSN 0036-8075. doi : 10.1126/science.1250551.
- Ingersoll, A. P. et Ewald, S. P. Total particulate mass in Enceladus plumes and mass of Saturn's E ring inferred from Cassini ISS images. *Icarus*, 216 :492–506, 2011. ISSN 0019-1035. doi : 10.1016/j.icarus.2011.09.018.
- Israelachvili, J. Interfacial forces. *Journal of Vacuum Science & Technology A : Vacuum, Surfaces, and Films*, 10(5) :2961–2971, sep 1992. doi : 10.1116/1.577894.
- Jaeger, H. M., Nagel, S. R., et Behringer, R. P. Granular solids, liquids, and gases. *Reviews of Modern Physics*, 68(4) :1259–1273, oct 1996. doi : 10.1103/revmodphys.68.1259.
- Jaumann, R., Stephan, K., Hansen, G. B., Clark, R. N., Buratti, B. J., Brown, R. H., Baines, K. H., Newman, S. F., Bellucci, G., Filacchione, G., et al. Distribution of icy particles across Enceladus' surface as derived from Cassini-VIMS measurements. *Icarus*, 193(2) : 407–419, 2008.

Jean, M. The non-smooth contact dynamics method. *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, 177(3-4) :235–257, jul 1999. doi : 10.1016/s0045-7825(98)00383-1.

Jenike, A. W. Storage and flow of solids. *Bulletin No. 123, Utah State University*, 1964.

Jennings, D. E., Flasar, F. M., Kunde, V. G., Nixon, C. A., Segura, M. E., Romani, P. N., Gorius, N., Albright, S., Brasunas, J. C., Carlson, R. C., Mamoutkine, A. A., Guandique, E., Kaelberer, M. S., Aslam, S., Achterberg, R. K., Bjoraker, G. L., Anderson, C. M., Cottini, V., Pearl, J. C., Smith, M. D., Hesman, B. E., Barney, R. D., Calcutt, S., Vellacott, T. J., Spilker, L. J., Edgington, S. G., Brooks, S. M., Ade, P., Schinder, P. J., Coustenis, A., Courtin, R., Michel, G., Fetting, R., Pilorz, S., et Ferrari, C. Composite infrared spectrometer (cirs) on cassini. *Appl. Opt.*, 56(18) :5274–5294, Jun 2017. doi : 10.1364/AO.56.005274.

Jennings, D. E., Tokano, T., Cottini, V., Nixon, C. A., Achterberg, R. K., Flasar, F. M., Kunde, V. G., Romani, P. N., Samuelson, R. E., Segura, M. E., Gorius, N. J. P., Guandique, E., Kaelberer, M. S., et Coustenis, A. Titan surface temperatures during the *Cassini* mission. *The Astrophysical Journal*, 877(1) :L8, may 2019. doi : 10.3847/2041-8213/ab1f91.

Jensen, H. B. et Glotch, T. D. Investigation of the near-infrared spectral character of putative martian chloride deposits. *Journal of Geophysical Research*, 116, dec 2011. doi : 10.1029/2011je003887.

Jia, X., Kivelson, M. G., Khurana, K. K., et Kurth, W. S. Evidence of a plume on Europa from Galileo magnetic and plasma wave signatures. *Nature Astronomy*, 2(6) :459–464, may 2018. doi : 10.1038/s41550-018-0450-z.

Jiang, Y., Matsusaka, S., Masuda, H., et Qian, Y. Development of measurement system for powder flowability based on vibrating capillary method. *Powder Technology*, 188(3) : 242–247, jan 2009. doi : 10.1016/j.powtec.2008.05.003.

Johanson, K. et Barletta, D. The influence of air counter-flow through powder materials as a means of reducing cohesive flow problems. *Particle & Particle Systems Characterization*, 21(4) :316–325, nov 2004. doi : 10.1002/ppsc.200400939.

Johnson, K. L. *Contact mechanics*. Cambridge university press, 1987.

Johnson, K. L., Kendall, K., et Roberts, A. D. Surface energy and the contact of elastic solids. *Proceedings of the Royal Society A*, 324 :301–313, 1971. ISSN 0080-4630. doi : 10.1098/rspa.1971.0141.

Johnson, K. et Greenwood, J. An adhesion map for the contact of elastic spheres. *Journal of Colloid and Interface Science*, 192(2) :326–333, aug 1997. doi : 10.1006/jcis.1997.4984.

Johnson, R. E., Burger, M. H., Cassidy, T. A., Leblanc, F., Marconi, M., et Smyth, W. H. Composition and detection of europa’s sputter-induced atmosphere. In *Europa*, pages 507–528. University of Arizona Press Tucson, 2009.

- Jordan, R., Picardi, G., Plaut, J., Wheeler, K., Kirchner, D., Safaeinili, A., Johnson, W., Seu, R., Calabrese, D., Zampolini, E., Cicchetti, A., Huff, R., Gurnett, D., Ivanov, A., Kofman, W., Orosei, R., Thompson, T., Edenhofer, P., et Bombaci, O. The mars express MARSIS sounder instrument. *Planetary and Space Science*, 57(14-15) :1975–1986, dec 2009. doi : 10.1016/j.pss.2009.09.016.
- Jost, B., Pommerol, A., Poch, O., Gundlach, B., Leboeuf, M., Dadras, M., Blum, J., et Thomas, N. Experimental characterization of the opposition surge in fine-grained water-ice and high albedo ice analogs. *Icarus*, 264 :109–131, 2016. ISSN 0019-1035. doi : 10.1016/j.icarus.2015.09.020.
- Journaux, B., Kalousová, K., Sotin, C., Tobie, G., Vance, S., Saur, J., Bollengier, O., Noack, L., Rückriemen-Bez, T., Hoolst, T. V., Soderlund, K. M., et Brown, J. M. Large ocean worlds with high-pressure ices. *Space Science Reviews*, 216(1), jan 2020. doi : 10.1007/s11214-019-0633-7.
- Kadel, S. D., Fagents, S. A., Greeley, R., Galileo SSI Team, et others. Trough-bounding ridge pairs on europa—considerations for an endogenic model of formation. In *Lunar and Planetary Science Conference*, number 1078 in LPSC Abstracts, 1998.
- Kahan, T. F., Reid, J. P., et Donaldson, D. J. Spectroscopic Probes of the Quasi-Liquid Layer on Ice. *The Journal of Physical Chemistry A*, 111 :11006–11012, 2007. ISSN 1089-5639. doi : 10.1021/jp074551o.
- Kanno, H., Tomikawa, K., et Mishima, O. Raman spectra of low- and high-density amorphous ices. *Chemical Physics Letters*, 293(5-6) :412–416, sep 1998. doi : 10.1016/s0009-2614(98)00813-6.
- Kargel, J. S. The Salt of Europa. *Science*, 280 :1211–1212, 1998. ISSN 0036-8075. doi : 10.1126/science.280.5367.1211.
- Karkoschka, E. et Schröder, S. E. The DISR imaging mosaic of titan’s surface and its dependence on emission angle. *Icarus*, 270 :307–325, may 2016. doi : 10.1016/j.icarus.2015.08.006.
- Kataoka, A., Tanaka, H., Okuzumi, S., et Wada, K. Fluffy dust forms icy planetesimals by static compression. *Astronomy & Astrophysics*, 557 :L4, aug 2013. doi : 10.1051/0004-6361/201322151.
- Kattenhorn, S. A. Strike-slip fault evolution on europa : evidence from tailcrack geometries. *Icarus*, 172(2) :582–602, dec 2004. doi : 10.1016/j.icarus.2004.07.005.
- Kattenhorn, S. A. et Hurford, T. Tectonics of europa. In *Europa*, pages 199–236. University of Arizona Press Tucson, 2009.
- Kattenhorn, S. A. et Prockter, L. M. Evidence for subduction in the ice shell of europa. *Nature Geoscience*, 7(10) :762–767, sep 2014. doi : 10.1038/ngeo2245.
- Kaye, B. H., Gratton-Liimatainen, J., et Faddis, N. Studying the avalanching behaviour of a powder in a rotating disc. *Particle & Particle Systems Characterization*, 12(5) :232–236, oct 1995. doi : 10.1002/ppsc.19950120505.

-
- Kempf, S., Beckmann, U., Moragas-Klostermeyer, G., Postberg, F., Srama, R., Economou, T., Schmidt, J., Spahn, F., et Grün, E. The E ring in the vicinity of Enceladus. *Icarus*, 193 :420–437, 2008. ISSN 0019-1035. doi : 10.1016/j.icarus.2007.06.027.
- Kempf, S., Beckmann, U., et Schmidt, J. How the Enceladus dust plume feeds Saturn's E ring. *Icarus*, 206 :446–457, 2010. ISSN 0019-1035. doi : 10.1016/j.icarus.2009.09.016.
- Kempf, S., Horányi, M., Hsu, H.-W., Hill, T. W., Juhász, A., et Smith, H. T. Saturn's diffuse e ring and its connection with enceladus. In *Enceladus and the Icy Moons of Saturn*. The University of Arizona Press, 2018. doi : 10.2458/azu_uapress_9780816537075-ch010.
- Kempf, S. The surface dust analyzer (suda) on europa clipper. In *European Planetary Science Congress*, pages EPSC2018–462, 2018.
- Kendall, K. The adhesion and surface energy of elastic solids. *Journal of Physics D : Applied Physics*, 4(8) :1186–1195, aug 1971. doi : 10.1088/0022-3727/4/8/320.
- Kendall, K., McNAlford, N., et Birchall, J. D. A new method for measuring the surface energy of solids. *Nature*, 325(6107) :794–796, feb 1987. doi : 10.1038/325794a0.
- Khurana, K. K., Kivelson, M. G., Stevenson, D. J., Schubert, G., Russell, C. T., Walker, R. J., et Polanskey, C. Induced magnetic fields as evidence for subsurface oceans in europa and callisto. *Nature*, 395(6704) :777–780, oct 1998. doi : 10.1038/27394.
- Kirchoff, M. R. et Schenk, P. Crater modification and geologic activity in enceladus' heavily cratered plains : Evidence from the impact crater distribution. *Icarus*, 202(2) :656–668, aug 2009. doi : 10.1016/j.icarus.2009.03.034.
- Kivelson, M. G., Khurana, K. K., Stevenson, D. J., Bennett, L., Joy, S., Russell, C. T., Walker, R. J., Zimmer, C., et Polanskey, C. Europa and callisto : Induced or intrinsic fields in a periodically varying plasma environment. *Journal of Geophysical Research : Space Physics*, 104(A3) :4609–4625, mar 1999. doi : 10.1029/1998ja900095.
- Kivelson, M. G., Khurana, K. K., Russell, C. T., Volwerk, M., Walker, R. J., et Zimmer, C. Galileo magnetometer measurements : A stronger case for a subsurface ocean at europa. *Science*, 289(5483) :1340–1343, aug 2000. doi : 10.1126/science.289.5483.1340.
- Kivelson, M., Khurana, K., et Volwerk, M. The permanent and inductive magnetic moments of ganymede. *Icarus*, 157(2) :507–522, jun 2002. doi : 10.1006/icar.2002.6834.
- Kleinhans, M. G., Markies, H., de Vet, S. J., in 't Veld, A. C., et Postema, F. N. Static and dynamic angles of repose in loose granular materials under reduced gravity. *Journal of Geophysical Research*, 116(E11), nov 2011. doi : 10.1029/2011je003865.
- Klemaszewski, J., Greeley, R., Homan, K., Bender, K., Chuang, F., Kadel, S., Sullivan, R., Chapman, C., Merline, W., Moore, J., et al. Galileo at callisto : Overview of nominal mission results. In *Lunar and Planetary Science Conference*, number 1866 in LPSC Abstracts, 1998.
- Kouchi, A. et Kuroda, T. Amorphization of cubic ice by ultraviolet irradiation. *Nature*, 344 (6262) :134–135, mar 1990. doi : 10.1038/344134a0.

- Krantz, M., Zhang, H., et Zhu, J. Characterization of powder flow : Static and dynamic testing. *Powder Technology*, 194(3) :239–245, sep 2009. doi : 10.1016/j.powtec.2009.05.001.
- Krijt, S., Güttler, C., Heißelmann, D., Dominik, C., et Tielens, A. G. G. M. Energy dissipation in head-on collisions of spheres. *Journal of Physics D : Applied Physics*, 46(43) : 435303, oct 2013. doi : 10.1088/0022-3727/46/43/435303.
- Kuiper, G. P. Titan : a satellite with an atmosphere. *Astrophysical Journal*, 100 :378, 1944.
- Kuskov, O. L. et Kronrod, V. A. Internal structure of Europa and Callisto. *Icarus*, 177 : 550–569, 2005a. ISSN 0019-1035. doi : 10.1016/j.icarus.2005.04.014.
- Kuskov, O. L. et Kronrod, V. A. Models of the internal structure of callisto. *Solar System Research*, 39(4) :283–301, jul 2005b. doi : 10.1007/s11208-005-0043-0.
- Lane, A. L., Nelson, R. M., et Matson, D. L. Evidence for sulphur implantation in europa's UV absorption band. *Nature*, 292(5818) :38–39, jul 1981. doi : 10.1038/292038a0.
- Lavoie, F., Cartilier, L., et Thibert, R. New methods characterizing avalanche behavior to determine powder flow. *Pharmaceutical Research*, 19(6) :887–893, 2002. doi : 10.1023/a:1016125420577.
- Le Gall, A., Janssen, M., Wye, L., Hayes, A., Radebaugh, J., Savage, C., Zebker, H., Lorenz, R., Lunine, J., Kirk, R., Lopes, R., Wall, S., Callahan, P., Stofan, E., et Farr, T. Cassini SAR, radiometry, scatterometry and altimetry observations of titan's dune fields. *Icarus*, 213(2) :608–624, jun 2011. doi : 10.1016/j.icarus.2011.03.026.
- Le Gall, A., Janssen, M., Kirk, R., et Lorenz, R. Modeling microwave backscatter and thermal emission from linear dune fields : Application to titan. *Icarus*, 230 :198–207, feb 2014. doi : 10.1016/j.icarus.2013.06.009.
- Le Gall, A., Malaska, M. J., Lorenz, R. D., Janssen, M. A., Tokano, T., Hayes, A. G., Mastrogiuseppe, M., Lunine, J. I., Veysi re, G., Encrenaz, P., et Karatekin, O. Composition, seasonal change, and bathymetry of ligeia mare, titan, derived from its microwave thermal emission. *Journal of Geophysical Research : Planets*, 121(2) :233–251, feb 2016. doi : 10.1002/2015je004920.
- Le Mou lic, S., Cornet, T., Rodriguez, S., Sotin, C., Seignovert, B., Barnes, J., Brown, R., Baines, K., Buratti, B., Clark, R., Nicholson, P., Lasue, J., Pasek, V., et Soderblom, J. The cassini VIMS archive of titan : From browse products to global infrared color maps. *Icarus*, 319 :121–132, feb 2019. doi : 10.1016/j.icarus.2018.09.017.
- Lebreton, J.-P. et Matson, D. The Huygens probe : Science, payload and mission overview. *Space Science Reviews*, 104(1/4) :59–100, 2002. doi : 10.1023/a:1023657127549.
- Leith, A. C. et McKinnon, W. B. Is there evidence for polar wander on europa ? *Icarus*, 120 (2) :387–398, apr 1996. doi : 10.1006/icar.1996.0058.

-
- Lellouch, E., Crovisier, J., Lim, T., Bockelee-Morvan, D., Leech, K., Hanner, M., Altieri, B., Schmitt, B., Trotta, F., et Keller, H. Evidence for water ice and estimate of dust production rate in comet hale-bopp at 2.9 au from the sun. *Astronomy and Astrophysics*, 339 :L9–L12, 1998.
- Lesage, E., Massol, H., et Schmidt, F. Cryomagma ascent on Europa. *Icarus*, 335 :113369, 2020. ISSN 0019-1035. doi : <https://doi.org/10.1016/j.icarus.2019.07.003>.
- Lesage, E., Schmidt, F., Andrieu, F., et Massol, H. Constraints on effusive cryovolcanic eruptions on Europa using topography obtained from Galileo images. *Icarus*, 361 :114373, jun 2021. doi : [10.1016/j.icarus.2021.114373](https://doi.org/10.1016/j.icarus.2021.114373).
- Leto, G. et Baratta, G. A. Ly- α photon induced amorphization of ic water ice at 16 kelvin-effects and quantitative comparison with ion irradiation. *Astronomy & Astrophysics*, 397 (1) :7–13, 2003.
- Lewis, J. S. Satellites of the outer planets : Thermal models. *Science*, 172(3988) :1127–1128, jun 1971. doi : [10.1126/science.172.3988.1127](https://doi.org/10.1126/science.172.3988.1127).
- Lewis, J. S. Low temperature condensation from the solar nebula. *Icarus*, 16(2) :241–252, apr 1972. doi : [10.1016/0019-1035\(72\)90071-1](https://doi.org/10.1016/0019-1035(72)90071-1).
- Lide, D. R. *CRC handbook of chemistry and physics*, volume 85. CRC press, 2004.
- Ligier, N., Poulet, F., Carter, J., Brunetto, R., et Gourgeot, F. VLT/SINFONI OBSERVATIONS OF EUROPA : NEW INSIGHTS INTO THE SURFACE COMPOSITION. *The Astronomical Journal*, 151 :163, 2016. ISSN 1538-3881. doi : [10.3847/0004-6256/151/6/163](https://doi.org/10.3847/0004-6256/151/6/163).
- Ligier, N., Paranicas, C., Carter, J., Poulet, F., Calvin, W., Nordheim, T., Snodgrass, C., et Ferellec, L. Surface composition and properties of ganymede : Updates from ground-based observations with the near-infrared imaging spectrometer SINFONI/VLT/ESO. *Icarus*, 333 :496–515, nov 2019. doi : [10.1016/j.icarus.2019.06.013](https://doi.org/10.1016/j.icarus.2019.06.013).
- Liu, X. Y., Specht, E., et Mellmann, J. Experimental study of the lower and upper angles of repose of granular materials in rotating drums. *Powder Technology*, 154(2-3) :125–131, jul 2005. doi : [10.1016/j.powtec.2005.04.040](https://doi.org/10.1016/j.powtec.2005.04.040).
- Lorenz, R. D., Wall, S., Radebaugh, J., Boubin, G., Reffet, E., Janssen, M., Stofan, E., Lopes, R., Kirk, R., Elachi, C., et al. The sand seas of Titan : Cassini RADAR observations of longitudinal dunes. *Science*, 312(5774) :724–727, 2006.
- Lorenz, R. D. Sand transport on titan : A sticky problem. *Geophysical Research Letters*, 49 (10), may 2022. doi : [10.1029/2022gl098375](https://doi.org/10.1029/2022gl098375).
- Lorenz, R. D., Kraal, E., Asphaug, E., et Thomson, R. E. The seas of titan. *Eos, Transactions American Geophysical Union*, 84(14) :125, 2003. doi : [10.1029/2003eo140002](https://doi.org/10.1029/2003eo140002).
- Lowell, R. P. et DuBose, M. Hydrothermal systems on Europa. *Geophysical Research Letters*, 32, 2005. ISSN 0094-8276. doi : [10.1029/2005gl022375](https://doi.org/10.1029/2005gl022375).

- Lucchitta, B. K. et Soderblom, L. A. The geology of Europa. In *Satellites of Jupiter*, pages 521–555, January 1982.
- Luding, S. Cohesive, frictional powders : contact models for tension. *Granular Matter*, 10 (4) :235–246, mar 2008. doi : 10.1007/s10035-008-0099-x.
- Lumay, G., Boschini, F., Traina, K., Bontempi, S., Remy, J.-C., Cloots, R., et Vandewalle, N. Measuring the flowing properties of powders and grains. *Powder Technology*, 224 : 19–27, jul 2012. doi : 10.1016/j.powtec.2012.02.015.
- Macho, O., Demková, K., Gabrišová, L., Čierny, M., Mužíková, J., Galbavá, P., Nižnanská, Ž., Blaško, J., Peciar, P., Fekete, R., et Peciar, M. ANALYSIS OF STATIC ANGLE OF REPOSE WITH RESPECT TO POWDER MATERIAL PROPERTIES. *Acta Polytechnica*, 60(1) :73–80, mar 2020. doi : 10.14311/ap.2020.60.0073.
- MacKenzie, S. M., Neveu, M., Davila, A. F., Lunine, J. I., Craft, K. L., Cable, M. L., Phillips-Lander, C. M., Hofgartner, J. D., Eigenbrode, J. L., Waite, J. H., Glein, C. R., Gold, R., Greenauer, P. J., Kirby, K., Bradburne, C., Kounaves, S. P., Malaska, M. J., Postberg, F., Patterson, G. W., Porco, C., Núñez, J. I., German, C., Huber, J. A., McKay, C. P., de Vera, J.-P., Brucato, J. R., et Spilker, L. J. The enceladus orbilander mission concept : Balancing return and resources in the search for life. *The Planetary Science Journal*, 2(2) :77, apr 2021. doi : 10.3847/psj/abe4da.
- Mahaffy, P. R., Webster, C. R., Atreya, S. K., Franz, H., Wong, M., Conrad, P. G., Harpold, D., Jones, J. J., Leshin, L. A., Manning, H., Owen, T., Pepin, R. O., Squyres, S., Trainer, M., Kemppinen, O., Bridges, N., Johnson, J. R., Minitti, M., Cremers, D., Bell, J. F., et 428 auteurs. Abundance and isotopic composition of gases in the martian atmosphere from the curiosity rover. *Science*, 341(6143) :263–266, jul 2013. doi : 10.1126/science.1237966.
- Makkonen, L. Ice adhesion —theory, measurements and countermeasures. *Journal of Adhesion Science and Technology*, 26(4-5) :413–445, mar 2012. doi : 10.1163/016942411x574583.
- Mandal, S., Nicolas, M., et Pouliquen, O. Insights into the rheology of cohesive granular media. *Proceedings of the National Academy of Sciences*, 117 :8366–8373, 2020. ISSN 0027-8424. doi : 10.1073/pnas.1921778117.
- Manga, M. et Wang, C.-Y. Pressurized oceans and the eruption of liquid water on europa and enceladus. *Geophysical Research Letters*, 34(7), apr 2007. doi : 10.1029/2007gl029297.
- Marchi, S., Ermakov, A. I., Raymond, C. A., Fu, R. R., O'Brien, D. P., Bland, M. T., Ammannito, E., Sanctis, M. C. D., Bowling, T., Schenk, P., Scully, J. E. C., Buczkowski, D. L., Williams, D. A., Hiesinger, H., et Russell, C. T. The missing large impact craters on ceres. *Nature Communications*, 7(1), jul 2016. doi : 10.1038/ncomms12257.
- Martin, E. S., Whitten, J. L., Kattenhorn, S. A., Collins, G. C., Southworth, B. S., Wiser, L. S., et Prindle, S. Measurements of regolith thicknesses on Enceladus : Uncovering the record of plume activity. *Icarus*, 392 :115369, 2023. ISSN 0019-1035. doi : <https://doi.org/10.1016/j.icarus.2022.115369>.

-
- Martin, W., Baross, J., Kelley, D., et Russell, M. J. Hydrothermal vents and the origin of life. *Nature Reviews Microbiology*, 6 :805–814, 2008. ISSN 1740-1526. doi : 10.1038/nrmicro1991.
- Matson, D. L., Spilker, L. J., et Lebreton, J. P. The cassini/huygens mission to the saturnian system. *Space Science Reviews*, 104(1/4) :1–58, 2002. doi : 10.1023/a:1023609211620.
- Matson, D. L., Davies, A. G., Johnson, T. V., Combe, J.-P., McCord, T. B., Radebaugh, J., et Singh, S. Enceladus' near-surface CO₂ gas pockets and surface frost deposits. *Icarus*, 302 :18–26, mar 2018. doi : 10.1016/j.icarus.2017.10.025.
- Maugis, D. Adhesion of spheres : The JKR-DMT transition using a dugdale model. *Journal of Colloid and Interface Science*, 150(1) :243–269, apr 1992. doi : 10.1016/0021-9797(92)90285-t.
- McCauley, J. F. Orientale and caloris. *Physics of the Earth and Planetary Interiors*, 15(2-3) : 220–250, nov 1977. doi : 10.1016/0031-9201(77)90033-4.
- McCord, T. B., Carlson, R. W., Smythe, W. D., Hansen, G. B., Clark, R. N., Hibbitts, C. A., Fanale, F. P., Granahan, J. C., Segura, M., Matson, D. L., Johnson, T. V., et Martin, P. D. Organics and other molecules in the surfaces of callisto and ganymede. *Science*, 278 (5336) :271–275, oct 1997. doi : 10.1126/science.278.5336.271.
- McCord, T. B., Hansen, G. B., Fanale, F. P., Carlson, R. W., Matson, D. L., Johnson, T. V., Smythe, W. D., Crowley, J. K., Martin, P. D., Ocampo, A., Hibbitts, C. A., Granahan, J. C., et The NIMS team. Salts on Europa's Surface Detected by Galileo's Near Infrared Mapping Spectrometer. *Science*, 280 :1242–1245, 1998. ISSN 0036-8075. doi : 10.1126/science.280.5367.1242.
- McCord, T. B., Johnson, T. V., et Elias, J. H. Saturn and its satellites : Narrow band spectrophotometry (0.3-1.1 μm). *The Astrophysical Journal*, 165 :413–424, 1971.
- McCord, T. B., Hansen, G. B., Matson, D. L., Johnson, T. V., Crowley, J. K., Fanale, F. P., Carlson, R. W., Smythe, W. D., Martin, P. D., Hibbitts, C. A., Granahan, J. C., et Ocampo, A. Hydrated salt minerals on europa's surface from the galileo near-infrared mapping spectrometer (NIMS) investigation. *Journal of Geophysical Research : Planets*, 104(E5) : 11827–11851, may 1999. doi : 10.1029/1999je900005.
- McCord, T. B., Hansen, G. B., et Hibbitts, C. A. Hydrated salt minerals on ganymede's surface : Evidence of an ocean below. *Science*, 292(5521) :1523–1525, may 2001. doi : 10.1126/science.1059916.
- McEwen, A. S. Tidal reorientation and the fracturing of jupiter's moon europa. *Nature*, 321 (6065) :49–51, may 1986. doi : 10.1038/321049a0.
- McGrath, M. A., Hansen, C. J., et Hendrix, A. R. Observations of europa's tenuous atmosphere. In *Europa*, pages 485–506. University of Arizona Press Tucson, 2009.
- McKay, D. S., Heiken, G., Basu, A., Blanford, G., Simon, S., Reedy, R., French, B. M., et Papike, J. *Lunar sourcebook*, chapter 7. The Lunar Regolith, pages 285–356. Cambridge University Press, 1991.

- McKinnon, W. B. Effect of enceladus's rapid synchronous spin on interpretation of casini gravity. *Geophysical Research Letters*, 42(7) :2137–2143, apr 2015. doi : 10.1002/2015gl063384.
- Mellmann, J. The transverse motion of solids in rotating cylinders - forms of motion and transition behavior. *Powder Technology*, 118(3) :251–270, 2001.
- Melosh, H. J. et Turtle, E. P. Ridges on europa : Origin by incremental ice-wedging. In *Lunar and Planetary Science Conference*, number 2029 in LPSC Abstracts, 2004.
- Metcalf, J. Angle of repose and internal friction. *International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences & Geomechanics Abstracts*, 3(2) :155–161, may 1966. doi : 10.1016/0148-9062(66)90005-2.
- Mével, L. et Mercier, E. Resorption process in astypalaea linea extensive region (europa). *Planetary and Space Science*, 53(7) :771–779, jun 2005. doi : 10.1016/j.pss.2004.12.005.
- Mills, M. M., Pappalardo, R. T., Panning, M. P., Leonard, E. J., et Howell, S. M. Moonquake-triggered mass wasting processes on icy satellites. *Icarus*, page 115534, 2023. ISSN 0019-1035. doi : <https://doi.org/10.1016/j.icarus.2023.115534>.
- Mindlin, R. D. Compliance of Elastic Bodies in Contact. *Journal of Applied Mechanics*, 16 (3) :259–268, sep 1949. doi : 10.1115/1.4009973.
- Miyamoto, H., Mitri, G., Showman, A. P., et Dohm, J. M. Putative ice flows on Europa : Geometric patterns and relation to topography collectively constrain material properties and effusion rates. *Icarus*, 177(2) :413–424, oct 2005. doi : 10.1016/j.icarus.2005.03.014.
- Molaro, J. L., Choukroun, M., Phillips, C. B., Phelps, E. S., Hodyss, R., Mitchell, K. L., Lora, J. M., et Meirion-Griffith, G. The microstructural evolution of water ice in the solar system through sintering. *Journal of Geophysical Research : Planets*, 124(2) :243–277, feb 2019. doi : 10.1029/2018je005773.
- Moore, J. M., Mellon, M. T., et Zent, A. P. Mass wasting and ground collapse in terrains of volatile-rich deposits as a solar system-wide geological process : The pre-galileo view. *Icarus*, 122(1) :63–78, jul 1996. doi : 10.1006/icar.1996.0109.
- Moore, J. M., Asphaug, E., Morrison, D., Spencer, J. R., Chapman, C. R., Bierhaus, B., Sullivan, R. J., Chuang, F. C., Klemaszewski, J. E., Greeley, R., Bender, K. C., Geissler, P. E., Helfenstein, P., et Pilcher, C. B. Mass movement and landform degradation on the icy galilean satellites : Results of the galileo nominal mission. *Icarus*, 140(2) :294–312, aug 1999. doi : 10.1006/icar.1999.6132.
- Moore, J. M., Black, G., Buratti, B., Phillips, C. B., Spencer, J., et Sullivan, R. Surface properties, regolith, and landscape degradation. In *Europa*, pages 329–349. University of Arizona Press Tucson, 2009.
- Morabito, L. A., Synnott, S. P., Kupferman, P. N., et Collins, S. A. Discovery of currently active extraterrestrial volcanism. *Science*, 204(4396) :972–972, jun 1979. doi : 10.1126/science.204.4396.972.a.

-
- Moreau, J. J. Application des algorithmes "Contact Dynamics" aux milieux granulaires. In *14e Congrès Français de Mécanique*, Actes du 14e Congrès Français de Mécanique, Toulouse, France, 1999.
- Morino, C., Conway, S., Philippe, M., Peignaux, C., Svennevig, K., Lucas, A., Noblet, A., Roberti, G., Butcher, F., et Collins-May, J. Permafrost molarids as an analogue for ejecta-ice interactions at Hale crater, Mars. *Icarus*, 391 :115363, feb 2023. doi : 10.1016/j.icarus.2022.115363.
- Mura, A., Adriani, A., Sordini, R., Sindoni, G., Plainaki, C., Tosi, F., Filacchione, G., Bolton, S., Zambon, F., Hansen, C. J., Ciarniello, M., Brooks, S., Piccioni, G., Grassi, D., Altieri, F., Migliorini, A., Moriconi, M. L., Noschese, R., et Cicchetti, A. Infrared observations of Ganymede from the Jovian InfraRed auroral mapper on Juno. *Journal of Geophysical Research : Planets*, 125(12), dec 2020. doi : 10.1029/2020je006508.
- Murase, H. et Nanishi, K. On the relationship of thermodynamic and physical properties of polymers with ice adhesion. *Annals of Glaciology*, 6 :146–149, 1985. doi : 10.3189/1985aog6-1-146-149.
- Musiolik, G. et Wurm, G. Contacts of Water Ice in Protoplanetary Disks - Laboratory Experiments. *The Astrophysical Journal*, 873 :58, 2019. ISSN 1538-4357. doi : 10.3847/1538-4357/ab0428.
- Nahm, A. L. et Kattenhorn, S. A. A unified nomenclature for tectonic structures on the surface of Enceladus. *Icarus*, 258 :67–81, sep 2015. doi : 10.1016/j.icarus.2015.06.009.
- Nalluri, V. R. et Kuentz, M. Flowability characterisation of drug–excipient blends using a novel powder avalanching method. *European Journal of Pharmaceutics and Biopharmaceutics*, 74(2) :388–396, feb 2010. doi : 10.1016/j.ejpb.2009.09.010.
- Nath, B. Water on Earth. *Resonance*, 24(5) :575–582, may 2019. doi : 10.1007/s12045-019-0811-7.
- Nedderman, R. M. *Statics and Kinematics of Granular Materials*. Cambridge University Press, 1992. doi : 10.1017/CBO9780511600043.
- Neish, C. et Lorenz, R. Titan's global crater population : A new assessment. *Planetary and Space Science*, 60(1) :26–33, jan 2012. doi : 10.1016/j.pss.2011.02.016.
- Neukum, G. Bombardment history of the Jovian system. In *The Three Galileos : The Man, the Spacecraft, the Telescope*, pages 201–212. Springer Netherlands, 1997. doi : 10.1007/978-94-015-8790-7_16.
- Neukum, G., Wagner, R., Wolf, U., Ivanov, B., Head III, J., Pappalardo, R., Klemaszewski, J., Greeley, R., Belton, M., Team, G. S., et al. Cratering chronology in the Jovian system and derivation of absolute ages. In *Lunar and Planetary Science Conference*, number 1742 in LPSC Abstracts, 1998.
- Neumann, W., Jaumann, R., Castillo-Rogez, J., Raymond, C. A., et Russell, C. T. Ceres' partial differentiation : undifferentiated crust mixing with a water-rich mantle. *Astronomy & Astrophysics*, 633 :A117, jan 2020. doi : 10.1051/0004-6361/201936607.

- Niemann, H. B., Atreya, S. K., Bauer, S. J., Carignan, G. R., Demick, J. E., Frost, R. L., Gautier, D., Haberman, J. A., Harpold, D. N., Hunten, D. M., Israel, G., Lunine, J. I., Kasprzak, W. T., Owen, T. C., Paulkovich, M., Raulin, F., Raaen, E., et Way, S. H. The abundances of constituents of titan's atmosphere from the GCMS instrument on the Huygens probe. *Nature*, 438(7069) :779–784, nov 2005. doi : 10.1038/nature04122.
- Niemann, H. B., Atreya, S. K., Demick, J. E., Gautier, D., Haberman, J. A., Harpold, D. N., Kasprzak, W. T., Lunine, J. I., Owen, T. C., et Raulin, F. Composition of titan's lower atmosphere and simple surface volatiles as measured by the Cassini-Huygens probe gas chromatograph mass spectrometer experiment. *Journal of Geophysical Research*, 115 (E12), dec 2010. doi : 10.1029/2010je003659.
- Nimmo, F., Spencer, J. R., Pappalardo, R. T., et Mullen, M. E. Shear heating as the origin of the plumes and heat flux on Enceladus. *Nature*, 447(7142) :289–291, may 2007. doi : 10.1038/nature05783.
- Nimmo, F. Strike-slip motion and double ridge formation on Europa. *Journal of Geophysical Research*, 107(E4), 2002. doi : 10.1029/2000je001476.
- Nna-Mvondo, D., Tobie, G., Menn, E. L., et Grasset, O. Quantitative study of methane-nitrogen mixed clathrates using gas chromatography and Raman spectroscopy for their detection in icy surfaces of the outer solar system. *Icarus*, 358 :114182, apr 2021. doi : 10.1016/j.icarus.2020.114182.
- Oda, M. Co-ordination number and its relation to shear strength of granular material. *Soils and Foundations*, 17(2) :29–42, jun 1977. doi : 10.3208/sandf1972.17.2_29.
- Onoda, G. Y. et Liniger, E. G. Random loose packings of uniform spheres and the dilatancy onset. *Physical Review Letters*, 64(22) :2727–2730, may 1990. doi : 10.1103/physrevlett.64.2727.
- Orosei, R., Lauro, S. E., Pettinelli, E., Cicchetti, A., Coradini, M., Cosciotti, B., Paolo, F. D., Flamini, E., Mattei, E., Pajola, M., Soldovieri, F., Cartacci, M., Cassenti, F., Frigeri, A., Giuppi, S., Martufi, R., Masdea, A., Mitri, G., Nenna, C., Noschese, R., Restano, M., et Seu, R. Radar evidence of subglacial liquid water on Mars. *Science*, 361(6401) :490–493, aug 2018. doi : 10.1126/science.aar7268.
- Orton, G. S., Spencer, J. R., Travis, L. D., Martin, T. Z., et Tamppari, L. K. Galileo photopolarimeter-radiometer observations of Jupiter and the Galilean satellites. *Science*, 274(5286) :389–391, oct 1996. doi : 10.1126/science.274.5286.389.
- Ostro, S. J., Campbell, D. B., Simpson, R. A., Hudson, R. S., Chandler, J. F., Rosema, K. D., Shapiro, I. I., Standish, E. M., Winkler, R., Yeomans, D. K., Velez, R., et Goldstein, R. M. Europa, Ganymede, and Callisto : New radar results from Arecibo and Goldstone. *Journal of Geophysical Research*, 97(E11) :18227, 1992. doi : 10.1029/92je01992.
- O'Rourke, L., Heinisch, P., Blum, J., Fornasier, S., Filacchione, G., Van Hoang, H., Ciarniello, M., Raponi, A., Gundlach, B., Blasco, R. A., Grieger, B., Glassmeier, K.-H., Küppers, M., Rotundi, A., Groussin, O., Bockelée-Morvan, D., Auster, H.-U., Ockay, N., Paar,

-
- G., del Pilar Caballo Perucha, M., Kovacs, G., Jorda, L., Vincent, J.-B., Capaccioni, F., Biver, N., Parker, J. W., Tubiana, C., et Sierks, H. The Philae lander reveals low-strength primitive ice inside cometary boulders. *Nature*, 586 :697–701, 2020. ISSN 0028-0836. doi : 10.1038/s41586-020-2834-3.
- Pang, K. D., Voge, C. C., Rhoads, J. W., et Ajello, J. M. The e ring of saturn and satellite enceladus. *Journal of Geophysical Research*, 89(B11) :9459, 1984. doi : 10.1029/jb089ib11p09459.
- Pappalardo, R. T., Head, J. W., D.Sherman, N., Greeley, R., Sullivan, R. J., Galileo Imaging Team, et al. Classification of european ridges and troughs and a possible genetic sequence. In *Lunar and Planetary Science Conference*, number 1859 in LPSC Abstracts, 1998a.
- Pappalardo, R. T., Head, J. W., Greeley, R., Sullivan, R. J., Pilcher, C., Schubert, G., Moore, W. B., Carr, M. H., Moore, J. M., Belton, M. J. S., et Goldsby, D. L. Geological evidence for solid-state convection in europa’s ice shell. *Nature*, 391(6665) :365–368, jan 1998b. doi : 10.1038/34862.
- Pappalardo, R. T., Collins, G. C., Head, J., Helfenstein, P., McCord, T. B., Moore, J. M., Prockter, L. M., Schenk, P. M., et Spencer, J. R. Geology of ganymede. In *Jupiter : The Planet, Satellites and Magnetosphere*, pages 363–396. Cambridge University Press New York, 2004.
- Pappalardo, R., Head, J., Collins, G., Pilcher, C., Helfenstein, P., Veverka, J., Burns, J., Denk, T., Neukum, G., Belton, M., et al. Ganymede northern high latitude frosts-preliminary observations from galileo ssi data. In *Lunar and Planetary Science Conference*, number 065 in LPSC Abstracts, 1997.
- Pasikatan, M. C., Steele, J. L., Spillman, C. K., et Haque, E. Near infrared reflectance spectroscopy for online particle size analysis of powders and ground materials. *J. Near Infrared Spectrosc.*, 9(3) :153–164, Jun 2001.
- Patterson, G. W., Kattenhorn, S. A., Helfenstein, P., Collins, G. C., et Pappalardo, R. T. The geology of enceladus. In *Enceladus and the Icy Moons of Saturn*, pages 95–125. University of Arizona Press Tucson, 2018.
- Patthoff, D. A. et Kattenhorn, S. A. A fracture history on enceladus provides evidence for a global ocean. *Geophysical Research Letters*, 38(18) :n/a–n/a, sep 2011. doi : 10.1029/2011gl048387.
- Patthoff, D., Pappalardo, R., Golombek, M., Chilton, H., Crow-Willard, E., et Thomas, P. Thrust faulting as the origin of dorsa in the trailing hemisphere of enceladus. *Icarus*, 375 : 114815, mar 2022. doi : 10.1016/j.icarus.2021.114815.
- Picardi, G., Plaut, J. J., Biccari, D., Bombaci, O., Calabrese, D., Cartacci, M., Cicchetti, A., Clifford, S. M., Edenhofer, P., Farrell, W. M., Federico, C., Frigeri, A., Gurnett, D. A., Hagfors, T., Heggy, E., Herique, A., Huff, R. L., Ivanov, A. B., Johnson, W. T. K., Jordan, R. L., Kirchner, D. L., Kofman, W., Leuschen, C. J., Nielsen, E., Orosei, R., Pettinelli, E., Phillips, R. J., Plettemeier, D., Safaeinili, A., Seu, R., Stofan, E. R., Vannaroni, G.,

- Watters, T. R., et Zampolini, E. Radar soundings of the subsurface of mars. *Science*, 310 (5756) :1925–1928, dec 2005. doi : 10.1126/science.1122165.
- Pilcher, C. B., Ridgway, S. T., et McCord, T. B. Galilean satellites : Identification of water frost. *Science*, 178(4065) :1087–1089, dec 1972. doi : 10.1126/science.178.4065.1087.
- Poch, O., Pommerol, A., Jost, B., Carrasco, N., Szopa, C., et Thomas, N. Sublimation of water ice mixed with silicates and tholins : Evolution of surface texture and reflectance spectra, with implications for comets. *Icarus*, 267 :154–173, 2016. ISSN 0019-1035. doi : 10.1016/j.icarus.2015.12.017.
- Poch, O., Cerubini, R., Pommerol, A., Jost, B., et Thomas, N. Polarimetry of Water Ice Particles Providing Insights on Grain Size and Degree of Sintering on Icy Planetary Surfaces. *Journal of Geophysical Research : Planets*, 123 :2564–2584, 2018. ISSN 2169-9097. doi : 10.1029/2018je005753.
- Pollack, J. B., Witteborn, F. C., Erickson, E. F., Strecker, D. W., Baldwin, B. J., et Bunch, T. E. Near-infrared spectra of the galilean satellites : Observations and compositional implications. *Icarus*, 36(3) :271–303, dec 1978. doi : 10.1016/0019-1035(78)90110-0.
- Pommerol, A., Jost, B., Poch, O., Yoldi, Z., Brouet, Y., Gracia-Berná, A., Cerubini, R., Galli, A., Wurz, P., Gundlach, B., Blum, J., Carrasco, N., Szopa, C., et Thomas, N. Experimenting with Mixtures of Water Ice and Dust as Analogues for Icy Planetary Material. *Space Science Reviews*, 215(5), jun 2019. doi : 10.1007/s11214-019-0603-0.
- Porco, C., DiNino, D., et Nimmo, F. HOW THE GEYSERS, TIDAL STRESSES, AND THERMAL EMISSION ACROSS THE SOUTH POLAR TERRAIN OF ENCELADUS ARE RELATED. *The Astronomical Journal*, 148(3) :45, jul 2014. doi : 10.1088/0004-6256/148/3/45.
- Porco, C. C., Helfenstein, P., Thomas, P. C., Ingersoll, A. P., Wisdom, J., West, R., Neukum, G., Denk, T., Wagner, R., Roatsch, T., Kieffer, S., Turtle, E., McEwen, A., Johnson, T. V., Rathbun, J., Veverka, J., Wilson, D., Perry, J., Spitale, J., Brahic, A., Burns, J. A., DelGenio, A. D., Dones, L., Murray, C. D., et Squyres, S. Cassini Observes the Active South Pole of Enceladus. *Science*, 311(5766) :1393–1401, 2006. doi : 10.1126/science.1123013.
- Porco, C. C., West, R. A., Squyres, S., McEwen, A., Thomas, P., Murray, C. D., Delgenio, A., Ingersoll, A. P., Johnson, T. V., Neukum, G., Veverka, J., Dones, L., Brahic, A., Burns, J. A., Haemmerle, V., Knowles, B., Dawson, D., Roatsch, T., Beurle, K., et Owen, W. Cassini imaging science : Instrument characteristics and anticipated scientific investigations at saturn. In *The Cassini-Huygens Mission*, pages 363–497. Kluwer Academic Publishers, 2004. doi : 10.1007/1-4020-3874-7_6.
- Postberg, F., Kempf, S., Srama, R., Green, S., Hillier, J., McBride, N., et Grün, E. Composition of jovian dust stream particles. *Icarus*, 183(1) :122–134, jul 2006. doi : 10.1016/j.icarus.2006.02.001.
- Postberg, F., Kempf, S., Hillier, J., Srama, R., Green, S., McBride, N., et Grün, E. The e-ring in the vicinity of enceladus. *Icarus*, 193(2) :438–454, feb 2008. doi : 10.1016/j.icarus.2007.09.001.

-
- Postberg, F., Kempf, S., Schmidt, J., Brilliantov, N., Beinsen, A., Abel, B., Buck, U., et Srama, R. Sodium salts in e-ring ice grains from an ocean below the surface of Enceladus. *Nature*, 459(7250) :1098–1101, jun 2009. doi : 10.1038/nature08046.
- Postberg, F., Schmidt, J., Hillier, J., Kempf, S., et Srama, R. A salt-water reservoir as the source of a compositionally stratified plume on Enceladus. *Nature*, 474(7353) :620–622, jun 2011. ISSN 0028-0836. doi : 10.1038/nature10175.
- Postberg, F., Clark, R. N., Hansen, C. J., Coates, A. J., Dalle Ore, C. M., Scipioni, F., Hedman, M. M., et Waite, J. H. Plume and Surface Composition of Enceladus. In Schenk, P. M., Clark, R. N., Howett, C. J. A., Verbiscer, A. J., et Waite, J. H., editors, *Enceladus and the Icy Moons of Saturn*, page 129. University of Arizona Press, 2018a. doi : 10.2458/azu_uapress_9780816537075-ch007.
- Postberg, F., Khawaja, N., Abel, B., Choblet, G., Glein, C. R., Gudipati, M. S., Henderson, B. L., Hsu, H.-W., Kempf, S., Klenner, F., Moragas-Klostermeyer, G., Magee, B., Nölle, L., Perry, M., Reviol, R., Schmidt, J., Srama, R., Stolz, F., Tobie, G., Trieloff, M., et Waite, J. H. Macromolecular organic compounds from the depths of Enceladus. *Nature*, 558 : 564–568, 2018b. ISSN 0028-0836. doi : 10.1038/s41586-018-0246-4.
- Prettyman, T. H., Yamashita, N., Toplis, M. J., McSween, H. Y., Schörghofer, N., Marchi, S., Feldman, W. C., Castillo-Rogez, J., Forni, O., Lawrence, D. J., Ammannito, E., Ehlmann, B. L., Sizemore, H. G., Joy, S. P., Polanskey, C. A., Rayman, M. D., Raymond, C. A., et Russell, C. T. Extensive water ice within Ceres' aqueously altered regolith : Evidence from nuclear spectroscopy. *Science*, 355(6320) :55–59, jan 2017. doi : 10.1126/science.aah6765.
- Prockter, L. M. et Patterson, G. W. Morphology and evolution of Europa's ridges and bands. In *Europa*, pages 237–258. University of Arizona Press Tucson, 2009.
- Prockter, L. et Schenk, P. Origin and evolution of castalia macula, an anomalous young depression on Europa. *Icarus*, 177(2) :305–326, oct 2005. doi : 10.1016/j.icarus.2005.08.003.
- Prockter, L. M., Head, J. W., Pappalardo, R. T., Senske, D. A., Neukum, G., Wagner, R., Wolf, U., Oberst, J. O., Giese, B., Moore, J. M., Chapman, C. R., Helfenstein, P., Greeley, R., Breneman, H., et Belton, M. J. Dark terrain on Ganymede : Geological mapping and interpretation of Galileo regio at high resolution. *Icarus*, 135(1) :317–344, sep 1998. doi : 10.1006/icar.1998.5981.
- Prockter, L. M., Figueredo, P. H., Pappalardo, R. T., Head, J. W., et Collins, G. C. Geology and mapping of dark terrain on Ganymede and implications for grooved terrain formation. *Journal of Geophysical Research : Planets*, 105(E9) :22519–22540, sep 2000. doi : 10.1029/1999je001179.
- Putzig, N. E., Seu, R., Morgan, G. A., Smith, I. B., Campbell, B. A., Perry, M. R., et Mastrogiuseppe, M. Science results from sixteen years of MRO SHARAD operations. *Icarus*, page 115715, jul 2023. doi : 10.1016/j.icarus.2023.115715.

- Radebaugh, J., Lorenz, R., Lunine, J., Wall, S., Boubin, G., Reffet, E., Kirk, R., Lopes, R., Stofan, E., Soderblom, L., Allison, M., Janssen, M., Paillou, P., Callahan, P., Spencer, C., et the Cassini Radar Team. Dunes on titan observed by cassini radar. *Icarus*, 194(2) : 690–703, apr 2008. doi : 10.1016/j.icarus.2007.10.015.
- Radjai, F. et Dubois, F. *Discrete-element modeling of granular materials*. Wiley-Iste, 2011.
- Ralaiarisoa, V., Dupont, P., Moctar, A. O. E., Naaim-Bouvet, F., Oger, L., et Valance, A. Particle impact on a cohesive granular media. *Physical Review E*, 105(5) :054902, may 2022. doi : 10.1103/physreve.105.054902.
- Ribeiro de Sousa, R., Morbidelli, A., Gomes, R., Neto, E. V., Izidoro, A., et Alves, A. A. Dynamical origin of the dwarf planet ceres. *Icarus*, 379 :114933, jun 2022. doi : 10.1016/j.icarus.2022.114933.
- Richefeu, V., El Youssoufi, M. S., et Radjaï, F. Shear strength properties of wet granular materials. *Phys. Rev. E*, 73 :051304, May 2006. doi : 10.1103/PhysRevE.73.051304.
- Rickman, H. Masses and densities of comets halley and kopff. *Comet Nucleus Sample Return Mission*, 249 :195–205, 1986.
- Robidel, R., Le Mouélic, S., Tobie, G., Massé, M., Seignovert, B., Sotin, C., et Rodriguez, S. Photometrically-corrected global infrared mosaics of Enceladus : New implications for its spectral diversity and geological activity. *Icarus*, 349 :113848, oct 2020. doi : 10.1016/j.icarus.2020.113848.
- Rodriguez, S., Garcia, A., Lucas, A., Appéré, T., Gall, A. L., Reffet, E., Corre, L. L., Mouélic, S. L., Cornet, T., du Pont, S. C., Narteau, C., Bourgeois, O., Radebaugh, J., Arnold, K., Barnes, J., Stephan, K., Jaumann, R., Sotin, C., Brown, R., Lorenz, R., et Turtle, E. Global mapping and characterization of titan’s dune fields with cassini : Correlation between RADAR and VIMS observations. *Icarus*, 230 :168–179, feb 2014. doi : 10.1016/j.icarus.2013.11.017.
- Rodriguez, S., Mouélic, S. L., Rannou, P., Tobie, G., Baines, K. H., Barnes, J. W., Griffith, C. A., Hirtzig, M., Pitman, K. M., Sotin, C., Brown, R. H., Buratti, B. J., Clark, R. N., et Nicholson, P. D. Global circulation as the main source of cloud activity on titan. *Nature*, 459(7247) :678–682, jun 2009. doi : 10.1038/nature08014.
- Rosenberg, R. Why Is Ice Slippery? *Physics Today*, 58 :50–54, 2005. ISSN 0031-9228. doi : 10.1063/1.2169444.
- Rossi, C., Cianfarra, P., Salvini, F., Bourgeois, O., et Tobie, G. Tectonics of enceladus’ south pole : Block rotation of the tiger stripes. *Journal of Geophysical Research : Planets*, 125 (12), dec 2020. doi : 10.1029/2020je006471.
- Roth, L., Saur, J., Retherford, K. D., Strobel, D. F., Feldman, P. D., McGrath, M. A., et Nimmo, F. Transient Water Vapor at Europa’s South Pole. *Science*, 343 :171–174, 2014. ISSN 0036-8075. doi : 10.1126/science.1247051.

-
- Ruesch, O., Platz, T., Schenk, P., McFadden, L. A., Castillo-Rogez, J. C., Quick, L. C., Byrne, S., Preusker, F., O'Brien, D. P., Schmedemann, N., Williams, D. A., Li, J.-Y., Bland, M. T., Hiesinger, H., Kneissl, T., Neesemann, A., Schaefer, M., Pasckert, J. H., Schmidt, B. E., Buczkowski, D. L., Sykes, M. V., Nathues, A., Roatsch, T., Hoffmann, M., Raymond, C. A., et Russell, C. T. Cryovolcanism on ceres. *Science*, 353(6303), sep 2016. doi : 10.1126/science.aaf4286.
- Russel, W. B., Saville, D. A., et Showalter, W. R. *Colloidal Dispersion*. Cambridge University Press, 1989.
- Russell, C. T., editor. *The Galileo Mission*. Springer Netherlands, 1992. doi : 10.1007/978-94-011-2512-3.
- Russell, P., Thomas, N., Byrne, S., Herkenhoff, K., Fishbaugh, K., Bridges, N., Okubo, C., Milazzo, M., Daubar, I., Hansen, C., et McEwen, A. Seasonally active frost-dust avalanches on a north polar scarp of mars captured by HiRISE. *Geophysical Research Letters*, 35(23), dec 2008. doi : 10.1029/2008gl035790.
- Samuelson, R. E., Hanel, R. A., Kunde, V. G., et Maguire, W. C. Mean molecular weight and hydrogen abundance of titan's atmosphere. *Nature*, 292(5825) :688–693, aug 1981. doi : 10.1038/292688a0.
- Santomaso, A., Lazzaro, P., et Canu, P. Powder flowability and density ratios : the impact of granules packing. *Chemical Engineering Science*, 58(13) :2857–2874, jul 2003. doi : 10.1016/s0009-2509(03)00137-4.
- Sarid, A., Greenberg, R., Hoppa, G. V., Hurford, T. A., Tufts, B. R., et Geissler, P. Polar wander and surface convergence of europa's ice shell : Evidence from a survey of strike-slip displacement. *Icarus*, 158(1) :24–41, jul 2002. doi : 10.1006/icar.2002.6873.
- Saur, J., Duling, S., Roth, L., Jia, X., Strobel, D. F., Feldman, P. D., Christensen, U. R., Retherford, K. D., McGrath, M. A., Musacchio, F., Wennmacher, A., Neubauer, F. M., Simon, S., et Hartkorn, O. The search for a subsurface ocean in ganymede with hubble space telescope observations of its auroral ovals. *Journal of Geophysical Research : Space Physics*, 120(3) :1715–1737, mar 2015. doi : 10.1002/2014ja020778.
- Schenk, P. M., Chapman, C. R., Zahnle, K., et Moore, J. M. Ages and interiors : the cratering record of the galilean satellites. In *Jupiter : The Planet, Satellites and Magnetosphere*, volume 2, pages 427–456. Cambridge University Press, 2004.
- Schenk, P., Matsuyama, I., et Nimmo, F. True polar wander on europa from global-scale small-circle depressions. *Nature*, 453(7193) :368–371, may 2008. doi : 10.1038/nature06911.
- Schenk, P. M. The geology of callisto. *Journal of Geophysical Research*, 100(E9) :19,023–19,040, 1995. doi : 10.1029/95je01855.
- Schenk, P. M. et McKinnon, W. B. One-hundred-km-scale basins on enceladus : Evidence for an active ice shell. *Geophysical Research Letters*, 36(16), aug 2009. doi : 10.1029/2009gl039916.

- Schenk, P. M., McKinnon, W. B., Gwynn, D., et Moore, J. M. Flooding of ganymede's bright terrains by low-viscosity water-ice lavas. *Nature*, 410(6824) :57–60, mar 2001. doi : 10.1038/35065027.
- Schmidt, B. E., Blankenship, D. D., Patterson, G. W., et Schenk, P. M. Active formation of 'chaos terrain' over shallow subsurface water on Europa. *Nature*, 479(7374) :502–505, nov 2011. doi : 10.1038/nature10608.
- Schmidt, B. E., Hughson, K. H. G., Chilton, H. T., Scully, J. E. C., Platz, T., Nathues, A., Sizemore, H., Bland, M. T., Byrne, S., Marchi, S., O'Brien, D. P., Schorghofer, N., Hiesinger, H., Jaumann, R., Pasckert, J. H., Lawrence, J. D., Buzckowski, D., Castillo-Rogez, J. C., Sykes, M. V., Schenk, P. M., DeSanctis, M.-C., Mitri, G., Formisano, M., Li, J.-Y., Reddy, V., LeCorre, L., Russell, C. T., et Raymond, C. A. Geomorphological evidence for ground ice on dwarf planet ceres. *Nature Geoscience*, 10(5) :338–343, apr 2017. doi : 10.1038/ngeo2936.
- Schmidt, J., Brilliantov, N., Spahn, F., et Kempf, S. Slow dust in Enceladus' plume from condensation and wall collisions in tiger stripe fractures. *Nature*, 451 :685–688, 2008. ISSN 0028-0836. doi : 10.1038/nature06491.
- Schrader, B. *Infrared and Raman spectroscopy : methods and applications*. John Wiley & Sons, 2008.
- Schubert, G., Anderson, J., Spohn, T., et McKinnon, W. Interior composition, structure and dynamics of the galilean satellites. In *Jupiter : The planet, satellites and magnetosphere*, pages 281–306. Cambridge University Press Cambridge, UK, 2004.
- Schubert, G., Sohl, F., et Hussmann, H. Interior of Europa. *Europa*, pages 353–367, 2009.
- Schubert, G., Zhang, K., Kivelson, M. G., et Anderson, J. D. The magnetic field and internal structure of ganymede. *Nature*, 384(6609) :544–545, dec 1996. doi : 10.1038/384544a0.
- Schulz, R., Owens, A., Rodriguez-Pascual, P. M., Lumb, D., Erd, C., et Stüwe, J. A. Detection of water ice grains after the DEEP IMPACT onto comet 9p/tempel 1. *Astronomy & Astrophysics*, 448(3) :L53–L56, mar 2006. doi : 10.1051/0004-6361:200600003.
- Schulze, D. *Powders and Bulk Solids*. Springer International Publishing, 2021. doi : 10.1007/978-3-030-76720-4.
- Schwedes, J. Review on testers for measuring flow properties of bulk solids. *Granular Matter*, 5(1) :1–43, may 2003. doi : 10.1007/s10035-002-0124-4.
- Scott, G. D. et Kilgour, D. M. The density of random close packing of spheres. *Journal of Physics D : Applied Physics*, 2(6) :863–866, jun 1969. doi : 10.1088/0022-3727/2/6/311.
- Scott, G. D. Packing of spheres : Packing of equal spheres. *Nature*, 188(4754) :908–909, dec 1960. doi : 10.1038/188908a0.

-
- Scully, J. E. C., Schenk, P. M., Castillo-Rogez, J. C., Buczkowski, D. L., Williams, D. A., Pasckert, J. H., Duarte, K. D., Romero, V. N., Quick, L. C., Sori, M. M., Landis, M. E., Raymond, C. A., Neesemann, A., Schmidt, B. E., Sizemore, H. G., et Russell, C. T. The varied sources of faculae-forming brines in ceres' occator crater emplaced via hydrothermal brine effusion. *Nature Communications*, 11(1), aug 2020. doi : 10.1038/s41467-020-15973-8.
- Seu, R., Phillips, R. J., Biccari, D., Orosei, R., Masdea, A., Picardi, G., Safaeinili, A., Campbell, B. A., Plaut, J. J., Marinangeli, L., Smrekar, S. E., et Nunes, D. C. SHARAD sounding radar on the mars reconnaissance orbiter. *Journal of Geophysical Research*, 112(E5), may 2007. doi : 10.1029/2006je002745.
- Shi, H., Luding, S., et Magnanimo, V. Limestone powders yielding and steady state resistance under shearing with different testers. In *2nd International Conference on Powder, Granule and Bulk*, pages 1–6, 2016.
- Shi, H., Lumay, G., et Luding, S. Stretching the limits of dynamic and quasi-static flow testing on cohesive limestone powders. *Powder Technology*, 367 :183–191, may 2020. doi : 10.1016/j.powtec.2020.03.036.
- Shinohara, K. et Tanaka, T. A DEVICE FOR EVALUATING COHESIVENESS OF POWDERS BY TENSILE TEST. *JOURNAL OF CHEMICAL ENGINEERING OF JAPAN*, 8 (1) :46–50, 1975. doi : 10.1252/jcej.8.46.
- Shock, E. L. Hydrothermal Systems as Environments for the Emergence of Life. In *Novartis Foundation Symposia*, pages 40–60. John Wiley & Sons, Ltd., sep 2007. doi : 10.1002/9780470514986.ch3.
- Shoemaker, E. M. et Wolfe, R. F. Cratering time scales for the galilean satellites. *Satellites of Jupiter*, pages 277–339, 1982.
- Showman, A. P., Mosqueira, I., et Head, J. W. On the resurfacing of ganymede by liquid–water volcanism. *Icarus*, 172(2) :625–640, dec 2004. doi : 10.1016/j.icarus.2004.07.011.
- Showman, A. P., Han, L., et Hubbard, W. B. The effect of an asymmetric core on convection in enceladus' ice shell : Implications for south polar tectonics and heat flux. *Geophysical Research Letters*, 40(21) :5610–5614, nov 2013. doi : 10.1002/2013gl057149.
- Shäfer, J., Dippel, S., et Wolf, D. E. Force schemes in simulations of granular materials. *Journal de Physique I*, 6(1) :5–20, jan 1996. doi : 10.1051/jp1:1996129.
- Smith, B. A., Soderblom, L. A., Beebe, R., Bliss, D., Boyce, J. M., Brahic, A., Briggs, G. A., Brown, R. H., Collins, S. A., Cook, A. F., Croft, S. K., Cuzzi, J. N., Danielson, G. E., Davies, M. E., Dowling, T. E., Godfrey, D., Hansen, C. J., Harris, C., Hunt, G. E., Ingersoll, A. P., Johnson, T. V., Krauss, R. J., Masursky, H., Morrison, D., Owen, T., Plescia, J. B., Pollack, J. B., Porco, C. C., Rages, K., Sagan, C., Shoemaker, E. M., Sromovsky, L. A., Stoker, C., Strom, R. G., Suomi, V. E., Synnott, S. P., Terrile, R. J., Thomas, P., Thompson, W. R., et Veverka, J. Voyager 2 in the uranian system : Imaging science results. *Science*, 233(4759) :43–64, jul 1986. doi : 10.1126/science.233.4759.43.

- Smith, B. A., Soderblom, L. A., Banfield, D., c. Barnet, Basilevsky, A. T., Beebe, R. F., Bolinger, K., Boyce, J. M., Brahic, A., Briggs, G. A., Brown, R. H., c. Chyba, s. A. Collins, Colvin, T., Cook, A. F., Crisp, D., Croft, S. K., Cruikshank, D., Cuzzi, J. N., Danielson, G. E., Davies, M. E., Jong, E. D., Dones, L., Godfrey, D., Goguen, J., Grenier, I., Haemmerle, V. R., Hammel, H., c. J. Hansen, c. P. Helfenstein, Howell, C., Hunt, G. E., Ingersoll, A. P., Johnson, T. V., Kargel, J., Kirk, R., Kuehn, D. I., Limaye, S., Masursky, H., McEwen, A., Morrison, D., Owen, T., Owen, W., Pollack, J. B., c. c. Porco, Rages, K., Rogers, P., Rudy, D., Sagan, C., Schwartz, J., Shoemaker, E. M., Showalter, M., Siscardy, B., Simonelli, D., Spencer, J., Sromovsky, L. A., Stoker, C., Strom, R. G., Suomi, V. E., Synott, S. P., Terrile, R. J., Thomas, P., Thompson, W. R., Verbiscer, A., et Veverka, J. Voyager 2 at neptune : Imaging science results. *Science*, 246(4936) :1422–1449, dec 1989. doi : 10.1126/science.246.4936.1422.
- Smith, B. A., Soderblom, L. A., Beebe, R., Boyce, J., Briggs, G., Carr, M., Collins, S. A., Cook, A. F., Danielson, G. E., Davies, M. E., Hunt, G. E., Ingersoll, A., Johnson, T. V., Masursky, H., McCauley, J., Morrison, D., Owen, T., Sagan, C., Shoemaker, E. M., Strom, R., Suomi, V. E., et Veverka, J. The galilean satellites and jupiter : Voyager 2 imaging science results. *Science*, 206(4421) :927–950, nov 1979a. doi : 10.1126/science.206.4421.927.
- Smith, B. A., Soderblom, L. A., Johnson, T. V., Ingersoll, A. P., Collins, S. A., Shoemaker, E. M., Hunt, G. E., Masursky, H., Carr, M. H., Davies, M. E., Cook, A. F., Boyce, J., Danielson, G. E., Owen, T., Sagan, C., Beebe, R. F., Veverka, J., Strom, R. G., McCauley, J. F., Morrison, D., Briggs, G. A., et Suomi, V. E. The jupiter system through the eyes of voyager 1. *Science*, 204(4396) :951–972, jun 1979b. doi : 10.1126/science.204.4396.951.
- Smith, B. A., Soderblom, L., Beebe, R., Boyce, J., Briggs, G., Bunker, A., Collins, S. A., Hansen, C. J., Johnson, T. V., Mitchell, J. L., Terrile, R. J., Carr, M., Cook, A. F., Cuzzi, J., Pollack, J. B., Danielson, G. E., Ingersoll, A., Davies, M. E., Hunt, G. E., Masursky, H., Shoemaker, E., Morrison, D., Owen, T., Sagan, C., Veverka, J., Strom, R., et Suomi, V. E. Encounter with saturn : Voyager 1 imaging science results. *Science*, 212(4491) :163–191, apr 1981. doi : 10.1126/science.212.4491.163.
- Smith, B. A., Soderblom, L., Batson, R., Bridges, P., Inge, J., Masursky, H., Shoemaker, E., Beebe, R., Boyce, J., Briggs, G., Bunker, A., Collins, S. A., Hansen, C. J., Johnson, T. V., Mitchell, J. L., Terrile, R. J., Cook, A. F., Cuzzi, J., Pollack, J. B., Danielson, G. E., Ingersoll, A. P., Davies, M. E., Hunt, G. E., Morrison, D., Owen, T., Sagan, C., Veverka, J., Strom, R., et Suomi, V. E. A new look at the saturn system : The voyager 2 images. *Science*, 215(4532) :504–537, jan 1982. doi : 10.1126/science.215.4532.504.
- Sohl, F., Spohn, T., Breuer, D., et Nagel, K. Implications from galileo observations on the interior structure and chemistry of the galilean satellites. *Icarus*, 157(1) :104–119, may 2002. doi : 10.1006/icar.2002.6828.
- Sohl, F., Choukroun, M., Kargel, J., Kimura, J., Pappalardo, R., Vance, S., et Zolotov, M. Subsurface water oceans on icy satellites : Chemical composition and exchange processes. *Space Science Reviews*, 153(1-4) :485–510, apr 2010. doi : 10.1007/s11214-010-9646-y.

-
- Sotin, C., Tobie, G., Whar, J., et McKinnon, W. B. Tides and tidal heating on europa. In *Europa*, pages 85–117. University of Arizona Press, 2009.
- Sotin, C., Kalousová, K., et Tobie, G. Titan's interior structure and dynamics after the cassini-huygens mission. *Annual Review of Earth and Planetary Sciences*, 49(1) :579–607, may 2021. doi : 10.1146/annurev-earth-072920-052847.
- Souček, O., Běhounková, M., Čadek, O., Hron, J., Tobie, G., et Choblet, G. Tidal dissipation in enceladus' uneven, fractured ice shell. *Icarus*, 328 :218–231, aug 2019. doi : 10.1016/j.icarus.2019.02.012.
- Southworth, B. S., Kempf, S., et Spitale, J. Surface deposition of the Enceladus plume and the zenith angle of emissions. *Icarus*, 319 :33–42, 2019. ISSN 0019-1035. doi : 10.1016/j.icarus.2018.08.024.
- Spahn, F., Schmidt, J., Albers, N., Hörning, M., Makuch, M., Seiß, M., Kempf, S., Srama, R., Dikarev, V., Helfert, S., Moragas-Klostermeyer, G., Krivov, A. V., Sremčević, M., Tuzolino, A. J., Economou, T., et Grün, E. Cassini Dust Measurements at Enceladus and Implications for the Origin of the E Ring. *Science*, 311 :1416–1418, 2006. ISSN 0036-8075. doi : 10.1126/science.1121375.
- Sparks, W. B., Hand, K. P., McGrath, M. A., Bergeron, E., Cracraft, M., et Deustua, S. E. PROBING FOR EVIDENCE OF PLUMES ON EUROPA WITH *HST/STIS*. *The Astrophysical Journal*, 829(2) :121, sep 2016. doi : 10.3847/0004-637x/829/2/121.
- Sparks, W. B., Schmidt, B. E., McGrath, M. A., Hand, K. P., Spencer, J. R., Cracraft, M., et Deustua, S. E. Active Cryovolcanism on Europa? *The Astrophysical Journal*, 839 :L18, 2017. ISSN 2041-8213. doi : 10.3847/2041-8213/aa67f8.
- Sparks, W. B., Richter, M., deWitt, C., Montiel, E., Russo, N. D., Grunsfeld, J. M., McGrath, M. A., Weaver, H., Hand, K. P., Bergeron, E., et Reach, W. A search for water vapor plumes on europa using SOFIA. *The Astrophysical Journal*, 871(1) :L5, jan 2019. doi : 10.3847/2041-8213/aafb0a.
- Spaun, N. A., Head, J. W., Collins, G. C., Prockter, L. M., et Pappalardo, R. T. Conamara chaos region, europa : Reconstruction of mobile polygonal ice blocks. *Geophysical Research Letters*, 25(23) :4277–4280, dec 1998. doi : 10.1029/1998gl900176.
- Spaun, N. A., Head, J. W., Pappalardo, R. T., Galileo SSI Team, et al. Chaos and lenticulae on europa : Structure, morphology and comparative analysis. In *Lunar and Planetary Science Conference*, number 1276 in LPSC Abstracts, 1999.
- Spaun, N., Head III, J., Pappalardo, R., Team, G. S., et al. Scalloped depressions on gany-mede from galileo (g28) very high resolution imaging. In *Lunar and Planetary Science Conference*, number 1448 in LPSC Abstracts, 2001.
- Spencer, J. R. et Nimmo, F. Enceladus : An Active Ice World in the Saturn System. *Annual Review of Earth and Planetary Sciences*, 41(1) :693–717, 2013. doi : 10.1146/annurev-earth-050212-124025.

- Spencer, J. R., Tamppari, L. K., Martin, T. Z., et Travis, L. D. Temperatures on Europa from Galileo Photopolarimeter-Radiometer : Nighttime Thermal Anomalies. *Science*, 284 (5419) :1514–1516, 1999. doi : 10.1126/science.284.5419.1514.
- Spencer, J. R., Pearl, J. C., Segura, M., Flasar, F. M., Mamoutkine, A., Romani, P., Buratti, B. J., Hendrix, A. R., Spilker, L. J., et Lopes, R. M. C. Cassini Encounters Enceladus : Background and the Discovery of a South Polar Hot Spot. *Science*, 311(5766) :1401–1405, 2006. doi : 10.1126/science.1121661.
- Spencer, J. R. Thermal segregation of water ice on the galilean satellites. *Icarus*, 69(2) : 297–313, feb 1987. doi : 10.1016/0019-1035(87)90107-2.
- Spencer, J. R. et Calvin, W. M. Condensed O₂ on Europa and Callisto. *The Astronomical Journal*, 124(6) :3400–3403, dec 2002. doi : 10.1086/344307.
- Spencer, J. R., Barr, A. C., Esposito, L. W., Helfenstein, P., Ingersoll, A. P., Jaumann, R., McKay, C. P., Nimmo, F., et Waite, J. H. Enceladus : An active cryovolcanic satellite. In *Saturn from Cassini-Huygens*, pages 683–724. Springer Netherlands, 2009. doi : 10.1007/978-1-4020-9217-6_21.
- Spencer, J., Prockter, L., Pappalardo, R., Head, J., Moore, J., Team, G. S., et al. Local volatile migration on Ganymede : Galileo SSI images, PPR radiometry, and theoretical considerations. In *Lunar and Planetary Science Conference*, number 1149 in LPSC Abstracts, 1998.
- Spencer, J., Howett, C., Verbiscer, A., Hurford, T., Segura, M., et Pearl, J. Observations of thermal emission from the south pole of Enceladus in August 2010. In *EPSC-DPS Joint Meeting*, number 1630 in EPSC Abstracts, 2011.
- Spencer, J., Howett, C., Verbiscer, A., Hurford, T., Segura, M., et Spencer, D. Enceladus heat flow from high spatial resolution thermal emission observations. *EPSC Abstracts*, 8 : 840–1, 2013.
- Squyres, S. W. Surface temperatures and retention of H₂O frost on Ganymede and Callisto. *Icarus*, 44(2) :502–510, nov 1980. doi : 10.1016/0019-1035(80)90040-8.
- Squyres, S. W. The evolution of tectonic features on Ganymede. *Icarus*, 52(3) :545–559, dec 1982. doi : 10.1016/0019-1035(82)90014-8.
- Squyres, S. W., Reynolds, R. T., Cassen, P. M., et Peale, S. J. The evolution of Enceladus. *Icarus*, 53(2) :319–331, feb 1983. doi : 10.1016/0019-1035(83)90152-5.
- Srama, R., Ahrens, T. J., Altobelli, N., Auer, S., Bradley, J. G., Burton, M., Dikarev, V. V., Economou, T., Fechtig, H., Görlich, M., Grande, M., Graps, A., Grün, E., Havnes, O., Helfert, S., Horanyi, M., Igenbergs, E., Jessberger, E. K., Johnson, T. V., Kempf, S., Krivov, A. V., Krüger, H., Mocker-Ahlreep, A., Moragas-Klostermeyer, G., Lamy, P., Landgraf, M., Linkert, D., Linkert, G., Lura, F., McDonnell, J. A. M., Möhlmann, D., Morfill, G. E., Müller, M., Roy, M., Schäfer, G., Schlotzhauer, G., Schwehm, G. H., Spahn, F., Stübig, M., Svestka, J., Tschernjawski, V., Tuzzolino, A. J., Wäsch, R., et Zook, H. A. The Cassini Cosmic Dust Analyzer. *Space Science Reviews*, 114(1-4) :465–518, sep 2004. doi : 10.1007/s11214-004-1435-z.

-
- Stein, N., Ehlmann, B., Palomba, E., Sanctis, M. D., Nathues, A., Hiesinger, H., Ammannito, E., Raymond, C., Jaumann, R., Longobardo, A., et Russell, C. The formation and evolution of bright spots on ceres. *Icarus*, 320 :188–201, mar 2019. doi : 10.1016/j.icarus.2017.10.014.
- Stephan, K., Ciarniello, M., Poch, O., Schmitt, B., Haack, D., et Raponi, A. VIS-NIR/SWIR Spectral Properties of H₂O Ice Depending on Particle Size and Surface Temperature. *Minerals*, 11 :1328, 2021. ISSN 2075-163X. doi : 10.3390/min11121328.
- Stephan, K., Hibbitts, C. A., et Jaumann, R. H₂O-ice particle size variations across gany-mede's and callisto's surface. *Icarus*, 337 :113440, feb 2020. doi : 10.1016/j.icarus.2019.113440.
- Sternovsky, Z., Kempf, S., Gruen, E., Horanyi, M., et Srama, R. Surface dust mass analyzer for the compositional mapping of icy surfaces. In *Workshop on the Habitability of Icy Worlds*, volume 1774, page 4069, 2014.
- Stofan, E. R., Elachi, C., Lunine, J. I., Lorenz, R. D., Stiles, B., Mitchell, K. L., Ostro, S., Soderblom, L., Wood, C., Zebker, H., Wall, S., Janssen, M., Kirk, R., Lopes, R., Paganelli, F., Radebaugh, J., Wye, L., Anderson, Y., Allison, M., Boehmer, R., Callahan, P., Encrenaz, P., Flamini, E., Francescetti, G., Gim, Y., Hamilton, G., Hensley, S., Johnson, W. T. K., Kelleher, K., Muhleman, D., Paillou, P., Picardi, G., Posa, F., Roth, L., Seu, R., Shaffer, S., Vetrella, S., et West, R. The lakes of titan. *Nature*, 445(7123) :61–64, jan 2007. doi : 10.1038/nature05438.
- Strom, R. G., Terrile, R. J., Masursky, H., et Hansen, C. Volcanic eruption plumes on io. *Nature*, 280(5725) :733–736, aug 1979. doi : 10.1038/280733a0.
- Sullivan, R., Moore, J., et Pappalardo, R. Mass-wasting and slope evolution on europa. In *Lunar and Planetary Science Conference*, number 1747 in LPSC Abstracts, 1999.
- Sunshine, J., Groussin, O., Schultz, P., Ahearn, M., Feaga, L., Farnham, T., et Klaasen, K. The distribution of water ice in the interior of comet tempel 1. *Icarus*, 190(2) :284–294, oct 2007. doi : 10.1016/j.icarus.2007.04.024.
- Taberlet, N., Richard, P., Valance, A., Losert, W., Pasini, J. M., Jenkins, J. T., et Delannay, R. Superstable Granular Heap in a Thin Channel. *Physical Review Letters*, 91(26) :264301, dec 2003. doi : 10.1103/physrevlett.91.264301.
- Taberlet, N., Richard, P., et Hinch, E. J. S shape of a granular pile in a rotating drum. *Physical Review E*, 73(5) :050301, may 2006. doi : 10.1103/physreve.73.050301.
- Tabor, D. Surface forces and surface interactions. *Journal of Colloid and Interface Science*, 58(1) :2–13, jan 1977. doi : 10.1016/0021-9797(77)90366-6.
- Taffin, C., Grasset, O., Le Menn, E., Bollengier, O., Giraud, M., et Le Mouélic, S. Temperature and grain size dependence of near-IR spectral signature of crystalline water ice : From lab experiments to Enceladus' south pole. *Planetary and Space Science*, 61 :124–134, 2012. ISSN 0032-0633. doi : 10.1016/j.pss.2011.08.015.

- Tan, S., Sekine, Y., et Kuzuhara, M. Spatially resolved observations of europa's surface with subaru/IRCS at 1.0–1.8 μm : Upper limits to the abundances of hydrated cl-bearing salts. *The Planetary Science Journal*, 3(3) :70, mar 2022. doi : 10.3847/psj/ac596c.
- Tardos, G. I., Khan, M. I., et Schaeffer, D. G. Forces on a slowly rotating, rough cylinder in a couette device containing a dry, frictional powder. *Physics of Fluids*, 10(2) :335–341, feb 1998. doi : 10.1063/1.869525.
- Tegzes, P., Vicsek, T., et Schiffer, P. Avalanche dynamics in wet granular materials. *Physical Review Letters*, 89(9) :094301, aug 2002. doi : 10.1103/physrevlett.89.094301.
- Thomas, P., Burns, J., Helfenstein, P., Squyres, S., Veverka, J., Porco, C., Turtle, E., McEwen, A., Denk, T., et Giese, B. Shapes of the saturnian icy satellites and their significance. *Icarus*, 190(2) :573–584, oct 2007. doi : 10.1016/j.icarus.2007.03.012.
- Thomas, P., Tajeddine, R., Tiscareno, M., Burns, J., Joseph, J., Loredó, T., Helfenstein, P., et Porco, C. Enceladus's measured physical libration requires a global subsurface ocean. *Icarus*, 264 :37–47, jan 2016. doi : 10.1016/j.icarus.2015.08.037.
- Thompson, A. P., Aktulga, H. M., Berger, R., Bolintineanu, D. S., Brown, W. M., Crozier, P. S., in 't Veld, P. J., Kohlmeyer, A., Moore, S. G., Nguyen, T. D., Shan, R., Stevens, M. J., Tranchida, J., Trott, C., et Plimpton, S. J. LAMMPS - a flexible simulation tool for particle-based materials modeling at the atomic, meso, and continuum scales. *Computer Physics Communications*, 271 :108171, feb 2022. doi : 10.1016/j.cpc.2021.108171.
- Thornton, C. et Ning, Z. A theoretical model for the stick/bounce behaviour of adhesive, elastic-plastic spheres. *Powder Technology*, 99(2) :154–162, 1998. ISSN 0032-5910. doi : [https://doi.org/10.1016/S0032-5910\(98\)00099-0](https://doi.org/10.1016/S0032-5910(98)00099-0).
- Tobie, G., Čadek, O., et Sotin, C. Solid tidal friction above a liquid water reservoir as the origin of the south pole hotspot on enceladus. *Icarus*, 196(2) :642–652, aug 2008. doi : 10.1016/j.icarus.2008.03.008.
- Tomasko, M. G., Archinal, B., Becker, T., Bézard, B., Bushroë, M., Combes, M., Cook, D., Coustenis, A., de Bergh, C., Dafoe, L. E., Doose, L., Douté, S., Eibl, A., Engel, S., Gliem, F., Grieger, B., Holso, K., Howington-Kraus, E., Karkoschka, E., Keller, H. U., Kirk, R., Kramm, R., Küppers, M., Lanagan, P., Lellouch, E., Lemmon, M., Lunine, J., McFarlane, E., Moores, J., Prout, G. M., Rizk, B., Rosiek, M., Rueffer, P., Schröder, S. E., Schmitt, B., See, C., Smith, P., Soderblom, L., Thomas, N., et West, R. Rain, winds and haze during the Huygens probe's descent to Titan's surface. *Nature*, 438(7069) :765–778, nov 2005. doi : 10.1038/nature04126.
- Treiman, A. H. Geologic settings of martian gullies : Implications for their origins. *Journal of Geophysical Research*, 108(E4), 2003. doi : 10.1029/2002je001900.
- Trumbo, S. K., Brown, M. E., et Hand, K. P. Sodium chloride on the surface of europa. *Science Advances*, 5(6), jun 2019. doi : 10.1126/sciadv.aaw7123.
- Tsuji, Y., Tanaka, T., et Ishida, T. Lagrangian numerical simulation of plug flow of cohesionless particles in a horizontal pipe. *Powder Technology*, 71(3) :239–250, sep 1992. doi : 10.1016/0032-5910(92)88030-1.

-
- Tufts, B. Lithospheric dilation on europa. *Icarus*, 146(1) :75–97, jul 2000. doi : 10.1006/icar.2000.6369.
- Turtle, E. P., Genio, A. D. D., Barbara, J. M., Perry, J. E., Schaller, E. L., McEwen, A. S., West, R. A., et Ray, T. L. Seasonal changes in titan's meteorology. *Geophysical Research Letters*, 38(3) :n/a–n/a, feb 2011. doi : 10.1029/2010gl046266.
- Valance, A. et Crassous, J. Granular medium impacted by a projectile : Experiment and model. *The European Physical Journal E*, 30(1), sep 2009. doi : 10.1140/epje/i2009-10504-9.
- van den Berg, H. A. Beholding the cosmos : Huygens' *Cosmotheoros* and the latter-day copernicans. *Science Progress*, 102(3) :249–260, aug 2019. doi : 10.1177/0036850419872918.
- Van Hoolst, T., Baland, R.-M., et Trinh, A. The diurnal libration and interior structure of enceladus. *Icarus*, 277 :311–318, oct 2016. doi : 10.1016/j.icarus.2016.05.025.
- Vance, S., Harnmeijer, J., Kimura, J., Hussmann, H., deMartin, B., et Brown, J. M. Hydrothermal Systems in Small Ocean Planets. *Astrobiology*, 7 :987–1005, 2007. ISSN 1531-1074. doi : 10.1089/ast.2007.0075.
- Vance, S. D., Panning, M. P., Stähler, S., Cammarano, F., Bills, B. G., Tobie, G., Kamata, S., Kedar, S., Sotin, C., Pike, W. T., Lorenz, R., Huang, H.-H., Jackson, J. M., et Banerdt, B. Geophysical investigations of habitability in ice-covered ocean worlds. *Journal of Geophysical Research : Planets*, 123(1) :180–205, jan 2018. doi : 10.1002/2017je005341.
- Verbiscer, A. J., Peterson, D. E., Skrutskie, M. F., Cushing, M., Helfenstein, P., Nelson, M. J., Smith, J., et Wilson, J. C. Near-infrared spectra of the leading and trailing hemispheres of enceladus. *Icarus*, 182(1) :211–223, may 2006. doi : 10.1016/j.icarus.2005.12.008.
- Waite, J. H., Combi, M. R., Ip, W.-H., Cravens, T. E., McNutt, R. L., Kasprzak, W., Yelle, R., Luhmann, J., Niemann, H., Gell, D., Magee, B., Fletcher, G., Lunine, J., et Tseng, W.-L. Cassini Ion and Neutral Mass Spectrometer : Enceladus Plume Composition and Structure. *Science*, 311(5766) :1419–1422, 2006. doi : 10.1126/science.1121290.
- Waite, J. H., Lewis, W. S., Magee, B. A., Lunine, J. I., McKinnon, W. B., Glein, C. R., Mousis, O., Young, D. T., Brockwell, T., Westlake, J., Nguyen, M.-J., Teolis, B. D., Niemann, H. B., Jr, R. L. M., Perry, M., et Ip, W.-H. Liquid water on enceladus from observations of ammonia and 40ar in the plume. *Nature*, 460(7254) :487–490, jul 2009. doi : 10.1038/nature08153.
- Waite, J. H., Glein, C. R., Perryman, R. S., Teolis, B. D., Magee, B. A., Miller, G., Grimes, J., Perry, M. E., Miller, K. E., Bouquet, A., Lunine, J. I., Brockwell, T., et Bolton, S. J. Cassini finds molecular hydrogen in the enceladus plume : Evidence for hydrothermal processes. *Science*, 356(6334) :155–159, apr 2017. doi : 10.1126/science.aai8703.
- Walsh, K. J. Rubble pile asteroids. *Annual Review of Astronomy and Astrophysics*, 56(1) : 593–624, sep 2018. doi : 10.1146/annurev-astro-081817-052013.
- Walton, O. R. Granular flow project. *Quarterly report, October-December 1984*, 12 1984.

- Williams, K. K. et Greeley, R. Estimates of ice thickness in the conamara chaos region of europa. *Geophysical Research Letters*, 25(23) :4273–4276, dec 1998. doi : 10.1029/1998gl900144.
- Windows-Yule, C. et Neveu, A. Calibration of DEM simulations for dynamic particulate systems. *Papers in Physics*, 14 :140010, jul 2022. doi : 10.4279/pip.140010.
- Yang, B., Jewitt, D., et Bus, S. J. COMET 17p/HOLMES IN OUTBURST : THE NEAR INFRARED SPECTRUM. *The Astronomical Journal*, 137(5) :4538–4546, apr 2009. doi : 10.1088/0004-6256/137/5/4538.
- Yang, B., Keane, J., Meech, K., Owen, T., et Wainscoat, R. MULTI-WAVELENGTH OBSERVATIONS OF COMET c/2011 14 (PAN-STARRS). *The Astrophysical Journal*, 784 (2) :L23, mar 2014. doi : 10.1088/2041-8205/784/2/L23.
- Yin, A. et Pappalardo, R. T. Gravitational spreading, bookshelf faulting, and tectonic evolution of the south polar terrain of saturn’s moon enceladus. *Icarus*, 260 :409–439, nov 2015. doi : 10.1016/j.icarus.2015.07.017.
- Yoldi, Z., Pommerol, A., Jost, B., Poch, O., Gouman, J., et Thomas, N. VIS-NIR reflectance of water ice/regolith analogue mixtures and implications for the detectability of ice mixed within planetary regoliths. *Geophysical Research Letters*, 42(15) :6205–6212, 2015.
- Young, D. T., Berthelier, J. J., Blanc, M., Burch, J. L., Coates, A. J., Goldstein, R., Grande, M., Hill, T. W., Johnson, R. E., Kelha, V., McComas, D. J., Sittler, E. C., Svenes, K. R., Szegö, K., Tanskanen, P., Ahola, K., Anderson, D., Bakshi, S., Baragiola, R. A., Barraclough, B. L., Black, R. K., Bolton, S., Booker, T., Bowman, R., Casey, P., Crary, F. J., Delapp, D., Dirks, G., Eaker, N., Funsten, H., Furman, J. D., Gosling, J. T., Hannula, H., Holmlund, C., Huomo, H., Illiano, J. M., Jensen, P., Johnson, M. A., Linder, D. R., Luntama, T., Maurice, S., McCabe, K. P., Mursula, K., Narheim, B. T., Nordholt, J. E., Preece, A., Rudzki, J., Ruitberg, A., Smith, K., Szalai, S., Thomsen, M. F., Viherkanto, K., Vilppola, J., Vollmer, T., Wahl, T. E., Wüest, M., Ylikorpi, T., et Zinsmeyer, C. Cassini plasma spectrometer investigation. In *The Cassini-Huygens Mission*, pages 1–112. Springer Netherlands, 2004. doi : 10.1007/978-1-4020-2774-1_1.
- Zacny, K., Thomas, L., Paulsen, G., Margulieux, R., Van Dyne, D., Adams, G., Wei, R., Yu, D., Bailey, J., Ng, P., et al. Drill for acquisition of complex organics for dragonfly mission. In *AGU Fall Meeting Abstracts*, volume 2022, pages P55G–1645, 2022.
- Zahnle, K., Schenk, P., Levison, H., et Dones, L. Cratering rates in the outer Solar System. *Icarus*, 163 :263–289, 2003. ISSN 0019-1035. doi : 10.1016/s0019-1035(03)00048-4.
- Zahnle, K., Dones, L., et Levison, H. F. Cratering rates on the galilean satellites. *Icarus*, 136 (2) :202–222, dec 1998. doi : 10.1006/icar.1998.6015.
- Zainuddin, M. I., Yasuda, M., Liu, Y.-H., Maruyama, H., et Matsusaka, S. Development of vibration shear tube method for powder flowability evaluation. *Powder Technology*, 217 : 548–553, feb 2012. doi : 10.1016/j.powtec.2011.11.013.

-
- Zarnecki, J. C., Leese, M. R., Garry, J. R. C., Ghafoor, N., et Hathi, B. Huygens' surface science package. In *The Cassini-Huygens Mission*, pages 593–611. Springer Netherlands, 2003. doi : 10.1007/978-94-017-3251-2_15.
- Zarnecki, J. C., Leese, M. R., Hathi, B., Ball, A. J., Hagermann, A., Towner, M. C., Lorenz, R. D., McDonnell, J. A. M., Green, S. F., Patel, M. R., Ringrose, T. J., Rosenberg, P. D., Atkinson, K. R., Paton, M. D., Banaszkiewicz, M., Clark, B. C., Ferri, F., Fulchignoni, M., Ghafoor, N. A. L., Kargl, G., Svedhem, H., Delderfield, J., Grande, M., Parker, D. J., Challenor, P. G., et Geake, J. E. A soft solid surface on titan as revealed by the huygens surface science package. *Nature*, 438(7069) :792–795, nov 2005. doi : 10.1038/nature04211.
- Zharkova, A. Y., Kreslavsky, M. A., Head, J. W., et Kokhanov, A. A. Regolith textures on mercury : Comparison with the moon. *Icarus*, 351 :113945, nov 2020. doi : 10.1016/j.icarus.2020.113945.
- Zimmer, C., Khurana, K. K., et Kivelson, M. G. Subsurface oceans on europa and callisto : Constraints from galileo magnetometer observations. *Icarus*, 147(2) :329–347, oct 2000. doi : 10.1006/icar.2000.6456.
- Zolotov, M. Y. An oceanic composition on early and today's enceladus. *Geophysical Research Letters*, 34(23) :n/a–n/a, dec 2007. doi : 10.1029/2007gl031234.

Titre : Étude des propriétés cohésives des poudres de glace : applications aux surfaces des lunes glacées de Jupiter et de Saturne

Mots clés : Matériaux granulaires, Europe, Encelade, régolithe glacé

Résumé : Les matériaux granulaires constituent un aspect important de notre quotidien, dès lors que nous sommes confrontés à des grains individuels, comme des poudres ou du sable. Étudier ces matériaux est essentiel pour les problématiques de prévention des risques ou d'optimisation des procédés industriels comme le transport ou le stockage.

Les matériaux granulaires sont aussi présents dans les problématiques d'exploration spatiale, sous forme de poudres à la surface de nombreux corps solides, qui sont appelées un régolithe. Parmi les objets du Système Solaire, certains corps, orbitant principalement autour des planètes géantes gazeuses, présentent une hydrosphère importante au niveau de leurs couches les plus externes, avec une couche de glace surplombant un océan liquide en profondeur. Ces objets sont appelés des lunes de glace.

Ces objets glacés exhibent donc un régolithe unique, principalement constitué de grains de glace

dont les propriétés physiques et mécaniques sont assez mal contraintes. Déterminer et comprendre de telles propriétés est indispensable pour expliquer les structures et morphologies observées à la surface de ces objets. De plus, dans le cadre des missions spatiales à venir, la compréhension des propriétés mécaniques de tels matériaux est également utile pour analyser les futures données et anticiper les risques techniques pour d'éventuelles analyses *in situ*.

Cette thèse s'intéresse donc à la production et l'analyse mécanique et numérique de poudres de glace, comme analogues au régolithe des lunes de glace du Système Solaire. Nous avons pu donner des estimations de la cohésion de tels matériaux et nous avons mis en évidence sa dépendance à la température, ce qui a des implications importantes pour l'état de surface des lunes de glace.

Title: Study of the cohesive properties of ice powders: applications to the surface of the icy moons of Jupiter and Saturn

Keywords: Granular materials, Europa, Enceladus, icy regolith

Abstract: Granular materials are an important aspect of our everyday lives, whenever we are confronted with individual grains such as powders or sand. Studying these materials is essential for risk prevention and optimizing industrial processes such as transport and storage.

Granular materials are also present in space exploration, in the form of powders on the surface of many solid bodies, known as regolith. Among Solar System objects, some bodies, mainly orbiting giant gas planets, feature a significant hydrosphere in their outermost layers, with a layer of ice overlying a liquid ocean at depth. These objects are known as icy moons.

Thus, these icy objects exhibit a unique regolith, mainly made up of ice grains, whose physical and

mechanical properties are poorly constrained. Determining and understanding such properties is essential to explain the structures and morphologies observed on the surface of these objects. Also, for future space missions, understanding the mechanical properties of such materials is useful for analyzing future data and anticipating technical risks for possible *in situ* analyses.

This thesis therefore focuses on the production of icy powders, as analogues of the regolith of icy moons, their mechanical and numerical analysis. We have been able to give estimates of the cohesion of such materials and have highlighted its temperature dependence, which has important implications for the surface state of the icy moons.