

# Rhéologie

Co-éditrices

**Sylvie Dagréou**

IPREM, Université de Pau et des Pays de l'Adour  
2 avenue Pierre Angot, 64053 Pau Cedex 9  
sylvie.dagreou@univ-pau.fr

**Françoise Berzin**

UMR FARE, Université de Reims Champagne  
Ardenne & INRAE  
Esplanade Roland Garros, 51100 Reims  
francoise.berzin@univ-reims.fr

N° ISSN : 1763-5152

Compte tenu du rôle grandissant de la rhéologie dans de nombreux domaines, le Groupe Français de Rhéologie a souhaité renouveler sa revue pour en assurer une diffusion plus large et en faire un véritable lieu d'échanges entre industriels, chercheurs, mécaniciens, physiciens, chimistes, biologistes ou mathématiciens, qu'ils envisagent la rhéologie comme une science à part entière ou l'utilisent pour la caractérisation ou la production des matériaux.

Des articles touchant à des aspects théoriques, expérimentaux ou encore technologiques, de la rhéologie peuvent être soumis pour éventuelle publication dans *Rhéologie*. Les éditeurs décident, en s'aidant de l'avis des membres du comité éditorial, de l'opportunité de publication d'un article, après l'avoir soumis à au moins deux experts indépendants. Les membres du comité éditorial ont de plus un rôle de correspondants régionaux : ils peuvent orienter leurs collègues vers une éventuelle publication dans *Rhéologie*.

Les auteurs potentiels sont invités à transmettre leurs travaux sous forme électronique à Sylvie Dagréou ou Françoise Berzin. La langue principale est le français, mais les articles en anglais peuvent être acceptés s'ils comportent une version française abrégée en fin de texte. La longueur maximum souhaitée pour les articles est d'environ sept pages mais des articles plus longs peuvent être acceptés. Outre la version papier, diffusée aux abonnés et aux membres du GFR, une version électronique de la revue est disponible sur le site du GFR : [www.legfr.fr](http://www.legfr.fr). Il est demandé aux auteurs de suivre les consignes présentées en fin de volume.

La revue comprend également une partie d'informations générales concernant les activités touchant à la rhéologie (formations, soutenances de thèse, séminaires, congrès, nouveautés...). Les informations susceptibles d'être publiées sont à transmettre aux membres du comité de rédaction.



# *Sommaire*

## *Les informations du GFR*

### *Editorial*

### *Hommage à Lionel Choplin*

### *Résumés du workshop Fluid and Complexity II*

### *Résumés du workshop Only Lyon Rhéologie*

### *Récipiendaire du prix Maurice Couette*

Une approche rhéologique du béton : du laboratoire jusqu'au terrain

1

*F. Toussaint*

### *Articles réguliers*

Superposition temps/masse molaire pour décrire le comportement des polypropylènes à rhéologie contrôlée

17

*F. Berzin, B. Vergnes*

### *Informations sur le Prix de Thèse et les Bourses du GFR*

### *Consignes aux auteurs*

## *Contents*

A rheological approach to concrete: from the laboratory to the field	1
<i>F. Toussaint</i>	
Time/molar mass superposition to describe the behavior of controlled rheology polypropylenes	17
<i>F. Berzin, B. Vergnes</i>	

# Les informations du GFR

## Réunion du Conseil du GFR du 17 janvier 2022

Comme les précédents, ce Conseil se tient en visioconférence.

Le congrès de Bordeaux (GFR 55) a été généralement apprécié, au regret près de ne pouvoir disposer de plus de temps pour échanger. Un élargissement pluridisciplinaire a été perçu. Du point de vue budgétaire, il a été bénéficiaire.

Les Journées des Jeunes Rhéologues (JJR) se tiendront à Brest du 22 au 24 Juin et seront organisées par Julien Ville et ses collègues ; cinq conférenciers sont prévus sur des sujets complémentaires et les membres du Conseil s'engagent à inciter les doctorants de leur laboratoire à y participer. Le GFR prendra à sa charge 50 % de leurs frais d'inscription, sur présentation de la facture correspondante par le laboratoire.

L'organisation du Congrès Annuel (GFR 56) à Rennes est présentée de façon détaillée par Arnaud Saint-Jalmes (CNRS IPR), qui représente l'équipe organisatrice, comportant des membres de différents laboratoires rennais (IPR, LGCGM-INSA, INRAE-STLO). Il se déroulera au pôle du numérique de Rennes-Beaulieu, en principe du 26 au 28 Octobre, et sera précédé d'une journée de « Short Courses » sur les systèmes à interface. Le programme scientifique peut justifier une extension d'une demi-journée, dont la faisabilité est laissée à l'appréciation des organisateurs. La soumission des résumés de communication sera ouverte du 1<sup>er</sup> mars jusqu'au 31 Mai. Un

nouveau point sera fait lors de la réunion du Conseil le 4 Juillet.

La candidature de Lyon pour l'organisation de l'AERC en 2025 sera présentée à l'AERC Séville (26-28 Avril 2022) par Khalid Lamnawar (avec Nadia El Kissi et Thibault Divoux pour compléter le comité d'organisation local). Les premières diapositives illustrant ce dossier sont présentées. Il est acté que cette année-là, en cas de succès, le colloque du GFR (n°59) n'aura pas lieu à l'automne et que cette manifestation en tiendra lieu.

Le workshop Only Lyon Rhéologie sera ouvert à tous en ligne (27-28 Janvier). Isabelle Hénaut sollicite le soutien du GFR pour un autre workshop (une journée) sur la stabilité des colloïdes, organisé avec Formulation et T&A Instruments.

Le numéro de juin de la revue (Vol. 41) comportera un article original, un résumé du workshop lyonnais et de celui intitulé « Fluids & Complexity » (Nice), ainsi qu'un hommage à Lionel Choplin, que Philippe Marchal coordonnera. Les adhérents sont bien sûr toujours sollicités pour proposer des articles, ainsi que des brèves (note sur une publication, un projet, etc).

L'enquête automnale sur la diffusion de la revue ayant conduit à une majorité (55/45% sur plus de 100 votants) en faveur d'une dématérialisation, il est proposé, après échanges fructueux au sein du Conseil, de communiquer le lien de téléchargement de la revue à tous les adhérents, en attendant de pouvoir opérer une personnalisation de la diffusion, à la faveur de l'inscription 2023.

En ce qui concerne le livre de connaissances (« Encyclique »), chacun est sollicité pour compléter la liste des questions (FAQ) et proposer un parcours. Guy Della Valle confirme son intention d'étayer le parcours « comportement rhéologique des protéines en milieu concentré ».

Il est convenu, sur proposition d'Elisabeth Lemaire, que les réunions du Conseil débutent par une courte présentation scientifique (15 mn) faite par chaque membre (ou invité), sur la base du volontariat. Pour la prochaine réunion (21 mars), la parole sera donnée à GranuTools, fournisseur d'équipements pour la mesure des propriétés rhéologiques des poudres et granulaires.

## Réunion du Conseil du GFR du 21 mars 2022

Pour la première fois depuis longtemps, ce Conseil s'est tenu en mode hybride.

Il a débuté par une présentation de la société GranuTools sur la mesure des propriétés rhéologiques des poudres et granulaires. Fondée en 2016, GranuTools commercialise des appareils de mesure, en atmosphère contrôlée, pour tout domaine d'application. Elle s'attache à fournir une interprétation physique aux résultats grâce à ses collaborations avec des physiciens de l'université de Liège et les laboratoires académiques en général, pour lesquels elle peut mettre à disposition gratuitement et ponctuellement ses appareils, afin de réaliser des publications conjointes.

Le texte concernant les modalités d'adhésion et de renouvellement

sera amendé sur le site internet par Romain Castellani et Elisabeth Lemaire, pour améliorer sa clarté et éviter les versements erratiques. Julien Ville a fait le nécessaire pour que le paiement en ligne puisse être proposé via HelloAsso dès Septembre.

L'appel à communications pour le Colloque Annuel de Rennes a été diffusé.

Le message d'annonce des Journées des Jeunes Rhéologues (JJR) à Brest vient également d'être diffusé. 26 présentations orales sont prévues.

Un workshop gratuit intitulé « Journée Fluides et Matériaux Complexes : Comment mieux les caractériser pour répondre aux enjeux de la transition énergétique ? » sera organisé le 28 Juin par IFPEN, Formulation et TA Instruments, avec des conférences de Alain Ponton et Moshe Gotlieb.

Concernant la revue Rhéologie, Sylvie Dagréou informe qu'elle a contacté l'éditeur « Dupliprint Mayenne » (ex-Jouve) pour disposer d'un devis pour l'envoi dématérialisé.

Guy Della Valle présente à nouveau la liste des FAQ établie avec Emmanuelle Abisset-Chavanne et Jean-Charles Majesté. Les réponses à ces questions permettent de proposer des parcours et de déceler les fiches de connaissance manquantes. Guy Della Valle communique à tous le « patron » pour l'écriture de fiches de connaissance.

Alain Ponton a reçu quatre candidatures pour le prix de thèse et un message de relance a été diffusé. La délibération sera effectuée au Conseil de Juillet.

Une présentation scientifique sur les polymères sera effectuée par Jean-Charles Majesté à la pro-

chaine réunion, qui se déroulera à l'Ecole des Mines, en mode hybride.

## 56<sup>ème</sup> Congrès Annuel du Groupe Français de Rhéologie

26 - 28 octobre 2022, Rennes



Le 56<sup>ème</sup> Congrès Annuel du Groupe Français de Rhéologie (<https://2022.legfr.fr/>) se déroulera du 26 au 28 octobre 2022, au Pôle Numérique de Rennes-Beaulieu, sur le campus de l'université de Rennes 1. Il sera précédé le 25 octobre par une journée de cours portant sur la rhéologie des systèmes dispersés (mousses/émulsions) (75 € pour les doctorants et post-docs, 150 € pour les industriels et académiques). Le congrès, à session unique, est organisé autour de présentations orales réparties en 6 thématiques :

*Poudres, suspensions, granulaires*

*Procédés industriels, mise en forme*

*Colloïdes, gels, verres, polymères*

*Alimentaire, vivant, biopolymères*

*Mousses, émulsions, interfaces*

*Méthodes et approches originales, nouveaux développements*

ainsi qu'une session poster et 4 conférences plénières, dont le Prix M. Couette :

Lydéric Bocquet (CNRS, ENS), "Molecular flows: from quantum friction to carbon memories".

Véronique Trappe (Université de Fribourg), "Exploring the state of

soft jammed materials under shear".

François Graner (CNRS, Université Paris 7), "Dynamics of cellular materials: from foams to biological tissues".

L'inscription au congrès inclut l'accès aux sessions et aux stands des exposants, les pauses-café, les déjeuners, la visite du centre historique (sur inscription), et le dîner de gala.

Les inscriptions sont ouvertes jusqu'au 30 septembre, avec un tarif préférentiel pour des inscriptions avant le 13 juillet.

Etudiant, post-doc :  
200 € (230 € après le 13/7/22)

Senior, membre du GFR :  
320 € (350 € après le 13/7/22)

Non membre du GFR :  
400 € (430 € après le 13/7/22)

Exposants \* :  
1000 € (1000 € après le 13/7/22)  
\* tarif donnant droit à une inscription gratuite.

Toutes les informations relatives au congrès sont disponible sur le site <https://2022.legfr.fr/>

Contact:  
[gfr2022@univ-rennes1.fr](mailto:gfr2022@univ-rennes1.fr)

Pour les organisateurs du colloque :

Patrice Estellé, Arnaud Saint-Jalmes, Marie-Hélène Famelart.



l'institut Agro  
agriculture • alimentation • environnement



## ***Editorial***

La communauté française des rhéologues entretient des liens étroits avec le monde industriel, qui est lui-même pleinement intégré à cette communauté : deux importantes contributions de ce numéro 41 de *Rhéologie* viennent nous le rappeler.

Cette nouvelle livraison s'ouvre sur un hommage au regretté Lionel Choplin, disparu à la fin de l'année 2021. A sa lecture, on mesure, s'il en était besoin, la stature scientifique du premier titulaire d'une chaire industrielle en France, contributeur majeur dans de nombreux domaines, en premier lieu la rhéologie appliquée aux procédés industriels. Et l'on se rappelle l'incroyable énergie de Lionel, infatigable promoteur de coopérations internationales et créateur de liens entre recherche et industrie, grand voyageur et fin gastronome... Un immense merci à Philippe Marchal, qui a accepté de rédiger cet hommage et a eu la bonne idée d'y intégrer des témoignages de membres de sa famille et de ses anciens étudiants, collègues et collaborateurs, que nous remercions également.

L'attribution en 2021 du prix Maurice Couette à Fabrice Toussaint est une illustration de l'apport de la recherche industrielle à la rhéologie. Expert en rhéologie au Holcim Innovation Center, Fabrice Toussaint s'attache à développer des approches expérimentales mais aussi théoriques, permettant de couvrir toute la chaîne de valeur de la construction, de la rigueur du laboratoire à la pertinence sur le terrain, au plus près du client final. Son article vient également nous rappeler la nécessité pour un acteur comme Holcim d'accompagner les mutations profondes induites par la nécessité d'abaisser le bilan carbone des bétons, avec des formulations utilisant moins d'eau et, de ce fait, complètement différentes quant à leurs comportements rhéologiques.

Nous vous proposons enfin un article, dans lequel un principe de superposition temps/masse molaire est développé pour décrire la viscosité de polypropylènes à rhéologie contrôlée. Mis au point à partir de données expérimentales originales, ce principe s'applique aussi à des données de la bibliographie et permet de réduire le nombre de paramètres nécessaires pour décrire le comportement de ces polymères.

Nous profitons de cet éditorial pour renouveler notre appel à articles : toutes vos contributions sont les bienvenues ! Si la publication des articles est soumise à l'avis de deux experts indépendants, la revue reste interne au groupe : les articles ne font pas l'objet de copyright et peuvent être publiés, par la suite, dans une revue indexée. La soumission d'un article pour publication dans *Rhéologie* peut donc, par exemple, constituer une très bonne première expérience de publication dans une revue à comité de lecture pour un doctorant.

Françoise Berzin  
Sylvie Dagréou  
*Editrices*

## *Hommage à Lionel CHOPLIN (1948-2021)*

**Professeur à l'Université de Lorraine  
Enseignant à l'ENSIC et chercheur au LRGP**



*Nous avons appris en décembre dernier le décès de Lionel, au moment de boucler notre dernier numéro. Nous souhaitons lui rendre ici l'hommage que sa contribution à la rhéologie mérite.*

Lionel est né le 10 novembre 1948 à Choisy-le-Roi (Val-de-Marne). Il est le second d'une fratrie de cinq enfants. Son papa était fonctionnaire des finances et sa maman mère au foyer.

La famille déménage à Baugé (Maine et Loire) en 1949, puis à Brissac-Quincé (Maine et Loire) où Lionel fera ses années de classes maternelles. La famille est de retour en région parisienne en 1955 à Châtenay-Malabry (Hauts de Seine) et elle s'installe au sein de la célèbre « Cité de la Butte Rouge » 4, allée Victor Schoelcher.



Lionel fait ses classes primaires à l'école des garçons Thomas Masaryk, puis entre en classe de sixième au Lycée Lakanal à Sceaux (Hauts de Seine) en 1959, où il restera jusqu'en classe de terminale, et passera son baccalauréat scientifique en 1966.

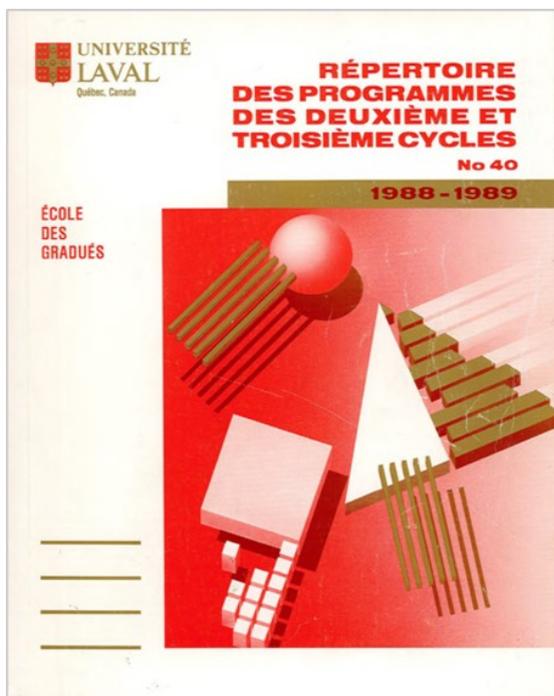


Il intégrera ensuite la faculté des Sciences d'Orsay pendant deux ans, puis l'INSA de Toulouse, et en sortira diplômé ingénieur Chimiste (spécialité Génie Biologique et Alimentaire) en 1971.

Il débutera ensuite une aventure outre-atlantique qui durera 20 ans et qui le mènera de la Colombie à la France via le Canada. Lionel a toujours été passionné par l'enseignement. De 1971 à 1974, il occupera un poste de Professeur Associé au sein du département de Génie Chimique de l'Universidad Industrial de Santander (UIS) à Bucaramanga, dans la cordillère des Andes, où il sera ensuite régulièrement accueilli comme Visiting Professor à partir 2006.

En 1976, Lionel décroche un master en Génie Chimique de l'École Polytechnique de Montréal, qu'il poursuit par un PhD en Génie Chimique, sous la direction de Pierre Carreau, ce qui fait de Lionel le « petit-fils de thèse » de Byron Bird. Il sera chargé de cours à l'École Polytechnique de Montréal de 1976 à 1979.

Il poursuit ensuite son périple de globe-trotteur, qu'il n'a jamais cessé d'être tout au long de sa carrière, vers la ville de Québec, où il est nommé Professeur Associé au sein du département de Génie Chimique de l'Université Laval de 1979 à 1984, puis Professeur dans le même département de 1984 à 1991. Il prend la direction de ce département de 1986 à 1988, période durant laquelle il passe deux années sabbatiques comme Professeur invité au Laboratoire de Rhéologie de l'Université Joseph Fourier de Grenoble, de 1988 à 1990. Cette période, durant laquelle il collabore avec Pierre Attané, se poursuit par un séjour à l'Université du Minnesota avec Chris Macosko et Matthew Tirel, pour finir à Séville avec Crispulo Gallegos en 1990.



**COMITÉS**

**COMITÉS**

**ÉTUDES DES DEUXIÈME ET TROISIÈME CYCLES**

Disciplines	Comités de programme	Comité d'admission et de supervision
	Directeur	Responsable
Administration scolaire	Marcel Robert	Marcel Robert
Aménagement du territoire et développement régional	Pierre Fréchette	Pierre Fréchette
Analyse des politiques	Jean Mercier	Jean Mercier
Anthropologie (maîtrise)	Claude Barbeau	Claude Barbeau
Anthropologie (doctorat)	Huguette Dagenais	Huguette Dagenais
Architecture	Pierre Larochelle	Pierre Larochelle
Biochimie (sciences)	Denis Mayrand	Denis Mayrand
Biologie	Guy Moreau	Guy Moreau
Biologie cellulaire et moléculaire (médecine)	Marcel Lalanne	Marcel Lalanne
Biologie végétale	Henri-Paul Therrien	Henri-Paul Therrien
Chimie	Robert E. Prud'homme	Robert Drouin
Chirurgie buccale et maxillo-faciale (certificat)	Jean-Marc Brodeur	Jean-Marc Brodeur
Communication publique	Jacques Rivet	Jacques Rivet
Développement rural intégré	Michel Maldague	Michel Maldague
Didactique	Jean-Guy Bernard	Jean-Guy Bernard
Didactique pour les enseignants en exercice au primaire	Jean-Guy Bernard	Jean-Guy Bernard
Droit	Pierre Issaly	Pierre Issaly
Droit notarial	Serge Binette	Serge Binette
Economie rurale	Rebecca Lent	Rebecca Lent
Economique	Bernard Decaluwe	Bernard Decaluwe
Génie chimique	Lionel Choplin	Christian Roy
Génie civil	Yvon Ouellet	Luc Lachance
Génie électrique	Gilles Y. Desile	Gilles Y. Desile
Génie mécanique	Claude Bourque	Claude Bourque
Génie rural	Robert Lagacé	Robert Lagacé
Géographie	Germain Tremblay	Germain Tremblay
Géologie	Pierre-André Bourque	Pierre-André Bourque

**GÉNIE CHIMIQUE**

**DOCTORAT** 10 3.314.01

**1. OBJECTIFS DU PROGRAMME**

Le programme de doctorat a pour objectif de rendre l'étudiant apte à poursuivre des recherches originales d'une façon autonome. Ce dernier devra donc compléter sa formation dans un domaine du Génie chimique et contribuer par le résultat de ses recherches au progrès de la discipline.

**2. CHAMPS ET DOMAINES D'ÉTUDES ET DE RECHERCHE**

Les champs et domaines d'études et de recherche sont suivis des noms des personnes habilitées auprès de l'École des diplômés.

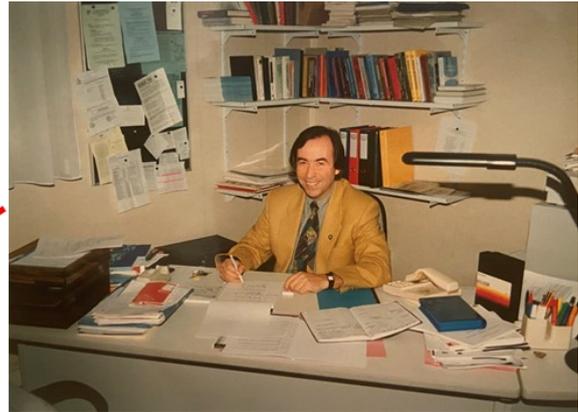
**GÉNIE BIOCHIMIQUE**  
L. Choplin, A. LeDuy, R.W. Lencki, J.-R. Moreau, R.S. Ramalho et J. Thibault.

Production de méthane à partir de l'énergie solaire et du bioxyde de carbone par un système algues-bactéries.

**INGÉNIERIE DES POLYMERES**  
L. Choplin, P. Tanguy, A. Ait Kadi

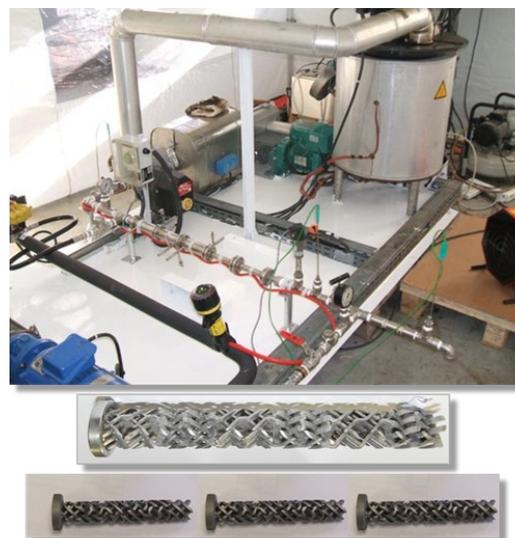
Propriétés rhéologiques des solutions de polymères.  
Propriétés rhéologiques des polymères à l'état fondu.  
Caractérisation de polymères (GPC, PrepLC, HPLC, HDC, DSC, ...)  
Rhéologie de milieux de fermentation viscoélastiques.  
Rhéologie des biopolymères.  
Rhéologie des suspensions.  
Etude des composites polymère-mica, polymère-noir de carbone...  
Etude de mélanges avec compatibilisants.  
Etude rhéologique de la transition de phase de mélanges polymère-polymère.

Son retour au Canada fut de courte durée puisqu'en 1991 Jacques Villermaux parvient, après plusieurs tentatives, à le convaincre de prendre la direction de la première Chaire Industrielle créée en France : le Centre de Génie chimique des Milieux rhéologiquement Complexes (GEMICO), qu'il dirigera jusqu'en 2016. Ce retour en pays natal n'a en aucune façon inhibé son goût pour les voyages puisque qu'il s'installe rapidement au Luxembourg. Il fait ainsi le trajet Nancy-Luxembourg tous les jours pour se rendre au GEMICO et à l'ENSIC, lorsqu'il ne rayonne pas, au sens propre comme au figuré, sous toutes les latitudes. En effet, il sera Professeur à l'IFP School de Rueil-Malmaison dès 1992 ; Visiting Professor à l'Université de Huelva en Espagne, où il a enseigné dans le cadre du Master « Formulation et Technologie des Produits » à partir de 2006 ; créateur et responsable du programme « Chaires Industrielles » à l'Agence Nationale de la Recherche à partir de 2007 ; sans oublier ses nombreux séjours au Venezuela et en Colombie au titre de responsable des « Relations Internationales » de l'ENSIC.



Il est auteur de plus de 240 publications, 270 communications orales (congrès nationaux et internationaux), 120 conférences plénières ou invitées (congrès et entreprises), 4 brevets, 140 rapports de contrats de recherche, 45 directions de thèses et de 2 directions d'HDR. Reconnu nationalement et internationalement dans le domaine de la rhéologie des milieux complexes, il était un chercheur aguerri qui a développé de très nombreuses collaborations académiques et industrielles. Scientifique brillant et passionné, son charisme lui a permis de développer une activité bouillonnante autour de lui, sur le thème très large et multidisciplinaire de la rhéologie appliquée aux procédés industriels.

Il a notamment développé la « rhéologie systémique », qui repose sur une intégration de connaissances provenant de la rhéologie et du génie des procédés. Il invente alors le concept de « rhéo-réacteur », qui consiste à adapter un mini-réacteur (cuve munie d'un système d'agitation-mélange) sur un rhéomètre, afin d'extraire des informations rhéologiques pertinentes, via une « analogie de Couette » pendant et au terme d'un processus de transformation physique ou chimique.



Il a ensuite étendu ce concept aux procédés continus pour lesquels les mobiles d'agitations sont remplacés par des mélangeurs statiques et l'étalonnage fondé sur une « analogie de Poiseuille ». La rhéologie systémique a trouvé de nombreuses applications en milieu industriel et a été intégrée aux catalogues des équipementiers fabricants de rhéomètres. Ses nombreuses contributions au service de la rhéologie lui ont ainsi valu de recevoir le Grand Prix du Groupe Français de Rhéologie (Prix Maurice Couette) en 2012.

En dehors du laboratoire, sa passion pour les milieux rhéologiquement complexes et sa formation d'ingénieur en Génie Biologique et Alimentaire s'unissaient dans sa passion pour la Grande Cuisine. Lui-même cuisinier émérite, grand admirateur et excellent élève de Michel Guérard, Lionel savait toujours régaler ses amis et associait sa passion pour les voyages à sa passion pour la cuisine en parcourant les routes à destinations des plus grands restaurants, à la rencontre de leurs chefs : Adrian Ferrera inventeur de la cuisine moléculaire en Espagne qu'il appréciait particulièrement, Marc Veyrat, Thierry Marx, Paul Bocuse, Georges Blanc... et combien d'autres !

Au-delà de son expertise et de son talent pour « rendre simple le compliqué », il a su cultiver avec ses collègues et collaborateurs un climat de travail amical, et ainsi créer des liens de confiance de longue durée. Avec générosité, il a partagé son savoir et valorisé les qualités de son entourage. Pour lui, le travail exigeant de la recherche ne rimait pas avec ennui et chacun garde en mémoire le souvenir de son humour, de son élégance, et de bons moments conviviaux en sa compagnie.

Lionel est décédé le 24 novembre 2021 à l'âge de 73 ans, en pleine croisière sur le Ponant au large des côtes de Syrie, en globe-trotteur invétéré et citoyen du monde qu'il n'a cessé d'être tout au long de sa vie...

J'adresse mes chaleureux et amicaux remerciements à la famille Choplin pour sa précieuse contribution à cet hommage et à Joachim Allouche, Carlos Enrique Vecino Arenas, Edith Dellacherie, Dominique & Guy Della-Valle, Michel Dirand, Céline Frochot, Álvaro Ramírez García, Arlex Chaves Guerrero, Edeluc Lopez, Dimitrios Meimaroglou, Ronald & Deysi Mercado et Véronique Sadtler pour leurs témoignages professionnels et personnel.

Philippe Marchal

*Papa... Quelle immense mais immense fierté de savoir par cet hommage et tous ces témoignages ô combien tu étais apprécié, respecté, admiré, aimé... Même si le milieu de la rhéologie était trop complexe pour nous et que nous n'avons jamais vraiment compris... A nos yeux et surtout dans notre cœur, tu resteras à jamais, notre Einstein à Nous... Tout l'honneur est pour nous, sincèrement...*

*Tes deux garçons... Greg et Jo*

**Brief acknowledgement to our former rector, Professor Álvaro Ramírez García, who was close to Professor Choplin**

*"Lamentamos el fallecimiento del Profesor, Dr. Lionel Choplin, quien fuera profesor de Fenómenos de Transporte en ingeniería Química de la UIS entre 1971 y 1974. Decía el Profesor Choplin que esta experiencia en la UIS lo llevó a encontrar su vocación de profesor e investigador que las prosiguió en la Universidad de Laval, Quebec, Canadá y en la Universidad de Lorraine, Nancy, Francia; Director del Laboratorio Nacional de Reología en consorcio con 10 empresas industriales y consejero de la Agencia Nacional de Investigación en Francia. Entre su producción se destacan 225 publicaciones científicas, dirección de 37 Tesis Doctorales y 140 contratos de investigación con la industria.*

*A partir de 2006 volvió a la UIS como profesor visitante y promovió junto con profesores de la UIS convenios interinstitucionales con la Universidad de Lorraine de pasantías de investigación y doble titulación de Ingenieros Químicos (UIS-Lorraine). Además, promovió y apoyó a estudiantes colombianos becas para realizar estudios de doctorado en varias universidades francesas. Sus colegas y sus discípulos guardan la memoria del Profesor Choplin con sentimientos de admiración y gratitud."*



Lionel, c'est une longue et fidèle présence dans mon paysage professionnel, dont l'importance s'est forgée au fil des rencontres, aux quatre coins du monde et aux six coins de la France, au gré du calendrier des congrès de rhéologie, ou d'invitations réciproques à différentes thèses. Je l'ai souvent vu accompagné son épouse, la pétillante Aline, qui a partagé de nombreuses tablées conviviales dans ces circonstances. Car c'était surtout un homme amical, plein de joie de vivre, jamais en retard d'une blague, pour qui l'extrême exigence intellectuelle ne passait pas par l'esprit de sérieux.

Scientifique excellent, dynamique et passionné dans la discipline subtile qu'est la rhéologie, il a éclairé le chemin de nombreux novices, dont je fais partie. Nous avons en commun d'être passés par le laboratoire de Pierre Carreau, ce qui a contribué à tisser des liens privilégiés. J'ai grâce à lui fait connaissance de « l'école de Nancy » (le GEMICO...), en particulier de ses collègues Véronique et Philippe qui étaient si importants pour lui. Je garde comme un souvenir précieux sa présence à mon jury d'HDR en 2013.

Et j'espère qu'il ne m'en veut plus du « coup de la panne » que ma voiture défectueuse lui a fait subir dans les années 90, deux heures au bord de la route vers le Croisic en compagnie de Bruno et Guy. Il a fait passer avec le sourire ce désastreux moment.

On l'admirait et on l'aimait, et jamais son souvenir ne faiblira.  
Dominique DELLA VALLE

*Pau, le 10 décembre 2021.*

*Je souhaite par ces quelques mots rendre hommage à Lionel.*

*Il fut une époque, au début des années 2000, pendant laquelle je ne me serais jamais autorisé à l'appeler Lionel. En sa présence, c'était M. Choplin. Sur la mezzanine, c'était juste Choplin. Mais je suis maintenant de l'autre côté. De l'autre côté de la barrière. Et il fait partie de ces personnes et personnalités scientifiques qui m'ont aidé à la franchir. Il m'a fait confiance. Il fut l'un des premiers à me faire confiance dans mes premiers pas encore hésitants d'apprenti. Je garde un excellent souvenir de ces années Nancéiennes, de l'ambiance de la mezzanine et du célèbre coffee-break du Gemico souvent associé à la bonne humeur de Lionel. Il a su créer les conditions d'une recherche à taille humaine dans ce « petit » labo où nous faisons de la science. Juste de la science.*

*Merci Lionel. Merci M. Choplin. Merci Choplin.*

*Joachim*

**"Je souhaite rendre hommage à Lionel pour l'excellent travail qu'il a réalisé au plan des Relations Internationales au cours de mon mandat.**

**Je dois le remercier pour tous les services rendus, en soulignant son efficacité, sa grande capacité d'écoute, son esprit d'analyse et sa disponibilité malgré les nombreuses contraintes de ses autres activités.**

**Il a contribué fortement au rayonnement de l'Ecole tant au niveau de ses nombreux contacts internationaux qu'à celui de sa recherche d'excellence, qu'il a développée avec brio.**

**Avec mes meilleurs souvenirs,**

**Salut Lionel.**

**Michel DIRAND"**



*Cher Professeur Choplin,*

*Jamais nous n'oublierons vos contributions dans le domaine scientifique et technologique, mais aussi vos qualités humaines et votre soutien à tant d'étudiants latino-américains, en particulier colombiens et vénézuéliens.*

*C'est avec une immense gratitude et la plus grande estime que nous perpétuerons votre mémoire. Votre héritage continuera à donner vie:*

*"Ce que vous avez donné, en d'autres fleurira.*

*Ce que vous avez semé, en d'autres germera."*

*Je vous suis infiniment reconnaissante et pour toujours redevable.*

*Edeluc*



**Cher Monsieur Choplin,**  
Nous garderons toujours un bon souvenir de vous. Merci pour tous les enseignements. Nous vous tiendrons dans nos cœurs.  
Ronald et Deysi

1140

Bucaramanga, Colombia

December 2, 2021



Universidad  
Industrial de  
Santander

Dr.  
DIMITRIOS MEIMAROGLOU  
Director of International Partnerships  
LRGP-ENSIC CNRS-University of Lorraine  
Nancy, France

On behalf of the Industrial University of Santander, Bucaramanga, Colombia, we express our condolences for the death of the Professor, Dr. Lionel Choplin, who was a professor at our University from 1971 to 1974. Years later, he, alongside other professors from the UIS, promoted academic exchange agreements for research, internships, and double degrees in Chemical Engineering with the University of Lorraine. In addition, he promoted and supported Colombian students to undertake doctoral programs at various French universities. His colleagues and his disciples guard Professor Choplin's memory with feelings of admiration and gratitude.

We attached is a brief acknowledgement to our former rector, Professor Álvaro Ramírez García, who was close to Professor Choplin.

With heartfelt appreciation,

CARLOS ENRIQUE VECINO ARENAS  
Director of External Relations  
Universidad Industrial de Santander

Dr. ARLEX CHAVES GUERRERO  
Director of the School of Chemical Engineering  
Universidad Industrial de Santander

**Relaciones Exteriores**

Ciudad universitaria, Carrera 27 - calle 9, Edificio Administración 2, Piso 1.  
PBX: (7) 6344000 Ext. 2055 A.A 678 Bucaramanga, Colombia.  
E-mail: [relextdir@uis.edu.co](mailto:relextdir@uis.edu.co) <http://www.uis.edu.co>



*Je retiendrai de Lionel son sourire, sa bonne humeur qui fait du bien dans un labo en particulier, et dans la vie en général. Un très grand homme plein d'humanité.*

*Céline Frochot*

Au cours de sa carrière, Lionel a aussi grandement contribué à la vie du GFR, en étant membre du Conseil dès 2010, organisateur du Congrès Annuel à Nancy en 2011 et co-organisateur de l'AERC à Nantes en 2015. En souvenir pour nos lecteurs, quelques photos prises par Romain Castellani lors de l'AERC.



## Workshop “Fluids and Complexity II” 29-30 November 2021, Nice

La seconde édition de la conférence "Fluids and Complexity" s'est tenue fin novembre 2021 à l'hôtel Le Saint-Paul à Nice. Elle a été très largement saluée et a permis d'attirer de nombreux chercheurs. Elle a réuni plus de 100 chercheurs, dont les 2/3 sont venus de l'extérieur des Alpes Maritimes. Le programme était de huit keynotes d'invités de prestige (Carlo Massimo Casciola, Elie Hachem, Sandra Lerouge, Elie Raphaël, Etienne Reyssat, Olivia Du Roure, Anniina Salonen, Alessandro Siria) ainsi que de 25 communications courtes sélectionnées (la sélection a été très rude car nous avons reçu beaucoup de propositions) et de 20 posters. La conférence couvrait les thématiques suivantes, liées à la mécanique des fluides et à la matière molle :

- Fluides non-newtoniens et milieux granulaire ;
- Microfluidique et biophysique, matière active ;
- Capillarité et phénomènes de mouillage ;
- Machine learning pour la mécanique des fluides.



DOEBLIN



## Conférences invitées

### **Rearrangement of two dimensional aggregates of droplets under compression : Signatures of the energy landscape from crystal to glass**

Elie Raphaël

*Laboratoire Gulliver, ESPCI Paris*

We study signatures of the energy landscape's evolution through the crystal-to-glass transition by compressing two dimensional (2D) finite aggregates of oil droplets. Droplets of two distinct sizes are used to compose small aggregates in an aqueous environment. Aggregates range from perfectly ordered monodisperse single crystals to disordered bidisperse glasses. The aggregates are compressed between two parallel boundaries, with one acting as a force sensor. The compression force provides a signature of the aggregate composition and gives insight into the energy landscape. In particular, crystals dissipate all the stored energy through single catastrophic fracture events whereas the glassy aggregates break step by step. Remarkably, the yielding properties of the 2D aggregates are strongly impacted by even a small amount of disorder.

### **Thin sticky films**

Etienne Reyssat

*PMMH, ESPCI, Paris*

The bonding of two solid objects commonly involves the contact of opposing surfaces coated with a layer of adhesive. The dynamics of merging of liquid layers partly determines the quality of adhesion. As both layers of viscous fluid are brought in contact, liquid bridges form and grow, finally leading to complete adhesion. Upon propagation, the adhesive front develops an original fingering instability. I will describe the dynamics of such a front and the characteristics of the associated fingering pattern. I will discuss a series of minimal model experiments to explore some of the physical mechanisms involved in this complex process.

### **Non linear ionic transport in angstrom-scale channel**

Alessandro Siria

*Micromégas, Ecole Normale Supérieure*

Over the past decade, the ability to reduce the dimensions of fluidic devices to the nanometre scale (by using nanotubes or nanopores, for example) has led to the discovery of unexpected water- and ion-transport phenomena. More recently, van der Waals assembly of two-dimensional materials has allowed the creation of artificial channels with angstrom-scale precision. Such channels push fluid confinement to the molecular scale, wherein the limits of continuum transport equations are challenged. Water films on this scale can rearrange into one or two layers with strongly suppressed dielectric permittivity or form a room-temperature ice phase. Ionic motion in such confined channels is affected by direct interactions between the channel walls and the hydration shells of the ions, and water transport becomes strongly dependent on the channel wall material. We explore how water and ionic transport are coupled in such confinement. The transport, driven by pressure and by an applied electric field, reveals a transistor-like electrohydrodynamic effect. Further we will discuss how this novel fabrication technique can lead to the creation of fluidic channels presenting highly non linear ionic transport leading to memory like behaviours and paving the way for complex iontronic functionalities.

## **Dynamics of flexible filaments in microfluidic flows**

Olivia du Roure

*PMMH, ESPCI, Paris*

The dynamics of individual flexible filaments in viscous flows is key to deciphering the rheological behavior of many complex fluids and soft materials. It also underlies a wealth of biophysical processes from flagellar propulsion to intracellular streaming. The interaction between an elongated object and a given flow depends strongly on the properties of the object - flexibility, aspect ratio and dimensions - and the flow geometry. This interaction is governed by the elasto-viscous number comparing elastic and viscous forces. During the last years, we have studied different configurations of this problem by combining microfluidics, microfabrication and microscopy. In this seminar, I will focus more on the dynamics of actin filament, used here as a model filament, in shear and pure straining flows and will describe the different morphologies the filament adopts when the elasto-viscous number varies and the flow geometry becomes more complex.

## **Flow and stability of viscoelastic liquid curtains**

Sandra Lerouge

*Matière et Systèmes Complexes - Université Paris 7/CNRS UMR 7057*

Liquid curtains are sheets of liquid falling freely from an extrusion die. We investigate the flow of curtains made of polymer solutions and we show that gravity is initially balanced by the elastic stress arising from the stretching of polymer chains, after which the classical free-fall behaviour is recovered. We show how this is analogous to Newtonian curtains in which gravity is initially balanced by viscous dissipation. We also describe a varicose modulation of the sheet observed for the most shear-thinning solutions, which is linked to an unsteady three-dimensional flow instability at the planar contraction in the extrusion die.

## **Bubble nucleation in flowing liquids**

Carlo Massimo Casciola

*Department of Mechanical and Aerospace Engineering, University of Roma La Sapienza*

When the pressure falls below a critical level (cavitation) or the temperature raises above a threshold (boiling), the liquid-vapor transition takes place. The process starts with the nucleation phase, a rare event which is deeply rooted in the atomistic nature of the fluid. Successively, depending on the local thermodynamic conditions, the bubble may grow to macroscopic size and couple to the inertial dynamics of the surrounding fluid. In the classical approach each phase is treated separately. Classical Nucleation Theory (CNT) deals with the nucleation rate (number of bubbles formed per unit time and volume). Once the bubble is formed, the celebrated Rayleigh-Plesset equation, or extensions therein, is classically used to describe the bubble dynamics. After reviewing the state of the art in the field, purpose of the talk is discussing a comprehensive model able to provide a unified description of the different phenomenologies described above. The model is based on the capillary Navier-Stokes equation where the liquid-vapor interface is treated by a diffuse interface model accounting for the relevant thermodynamic properties of the fluid (e.g., equation of state, phase change and latent heat). In order to describe the nucleation phase, a noise term is included (fluctuating hydrodynamics) leading to a system of stochastic partial differential equations with the unique capability of describing the nucleation of vapor cavities from the liquid in the context of continuum mechanics. Several examples of numerical solutions will be illustrated, including bubble collapse in free-space and near solid walls and their homogenous and heterogeneous nucleation in different geometries. New results concerning nucleation and bubble dynamics in a flowing liquid will also be presented to finally touch upon the rare event techniques aimed at accurately extracting the cavitation pressure for actual water in a wide range of temperatures.

## **Foamed emulsion ageing : how a viscoelastic emulsion hinders foam coarsening**

Anniina Salonen

*LPS, Université Paris-Saclay*

Foams are gas bubbles in a continuous phase. They are metastable and disappear in time. It is possible to change foam stability through the mechanical properties of the continuous phase, for example using viscoelastic fluids. Indeed foams from viscoelastic fluids can be much more stable, as the different ageing processes slow down or even stop. We want to understand how coarsening of foams is influenced by the viscoelasticity of the continuous phase, a problem important in many applications ranging from foamed food products to aerated construction materials. We use oil in water emulsions as the continuous phase, because this allows us to control the emulsion properties through changing oil volume fraction and drop interactions. We work on pseudo-2D foams, where individual bubble structure and dynamics can be followed. We show that the mechanical properties of the continuous phase strongly influence the ripening of foamed emulsions. The bubble growth rate slows down and the foam cannot relax to its usual equilibrium structure. The complex interplay between the foam and the emulsion gives rise to unusual coarsening phenomena, which still await a complete description.

## **Coupling Machine Learning and Fluid Mechanics : prediction and optimisation**

Elie Hachem

*CEMEF, MINES ParisTech*

The availability of accurate and efficient numerical simulation tools has become of utmost importance for the design and optimization phases of existing industrial processes. The latter requires the computation of multiple physical fields governed by coupled systems of partial differential equations and tends to require large computational resources. Recently, the coupling of machine learning techniques with numerical simulation tools has allowed lifting part of this computational problem, by mimicking the resolution process with pre-trained neural networks, which execution cost is far less than their traditional counterparts. In this talk, we focus on two particular approaches in this field, Deep Learning and Deep Reinforcement Learning, in which neural networks are used in the context of either prediction of a numerical solution related to a specific fluid mechanics problem or even more, of decision-making problems for optimization and control. Several illustrations and applications will be given to illustrate the utility of such coupling between Machine Learning and Computational Fluid Dynamics.

## **Présentations orales : Non-Newtonian fluid mechanics, Granular matter, Suspensions**

### **Void formation study in hybridized and epoxy underfilled microelectronic structure**

Mary-Ann Gasser, Abdenacer Ait Mani, Loïc Vanel

*Département optique et photonique, Service Intégration Systèmes Photonique, Laboratoire Assemblage et Intégration Photonique, LETI, CEA*

This study aims to understand the void formation mechanism occurring while dispensing an epoxy glue within a microstructured chip. This microstructure is typically made of metallic pillars of 20  $\mu\text{m}$  height and 30  $\mu\text{m}$  pitch. In the microelectronic field, the device I am working on is called a flip chip structure with copper pillars and it is used among others in the display technologies. A key step in this chips fabrication is the underfill process. It consists on dispensing an epoxy glue within the flip chip structure by capillarity. To make a fully reliable structure the underfill has to be void free. Nowadays, on big chip of 4  $\text{cm}^2$ , there is a lot of voids in the underfill and even an early end of propagation can occur. Understanding the void formation mechanism could lead to a void free structure. The study presents the characterisation of the epoxy glues, their rheology and surface tension, and also their contact angle with the different materials present in the structure. Future experiments will come to visualize and analyse the glue propagation within the chip and study the void formation mechanism.

## The dusty Kolmogorov flow

Guido Boffetta

*Università degli studi di Torino and Istituto Nazionale di Fisica Nucleare, Sezione di Torino – Italy*

We study the effects of a suspension of small heavy particles on the Kolmogorov flow both in the laminar and in the turbulent regime by using an Eulerian two-way coupling model. By means of analytical and numerical methods, we discover that particles can both stabilize or destabilize the laminar Kolmogorov flow depending on their mass fraction in a non-monotonic way. In the turbulent case, we find that the presence of particles reduces the turbulent fluctuations and increases the turbulent drag and we show that these effects are stronger for particles of smaller size.

## Local origin of the viscoelasticity of liquid foam

Adrien Bussonnière<sup>1</sup>, Isabelle Cantat<sup>2</sup>

<sup>1</sup> *Matière et Systèmes Complexes – UMR CNRS 7057, Université de Paris*

<sup>2</sup> *Institut de Physique de Rennes (IPR) – Université de Rennes 1, UMR CNRS 6251*

When sheared, liquid foam exhibits a viscoelastic behavior with a surprisingly high viscosity, higher than each of its phases. This important dissipation has been rationalized by invoking a geometrical confinement of the shear in the liquid phase. However, the localization of such dissipation, and its mechanism, at the bubble scale is still lacking. Here, we used a dedicated setup mimicking foam film deformation and simultaneously monitored the local flow velocity, film thickness and surface tension. These measurements allow us to build local constitutive relations for this foam elementary building block. We first show that thin films have a purely elastic, reversible behaviour. We then show that the dissipation is induced by a generic frustration at the menisci occurring during the relaxation of the system through interface transfer between films. A model of these frustrated regions is developed and is found in good agreement with the experiments. Our results explain how and where the dissipation is confined in the liquid matrix and provide the missing link between the resulting dissipation and the physico-chemistry of the soap solution.

## Foam flow: Use of non-Newtonian fluid for cleaning of contaminated industrial equipment

Heni Dallagi<sup>1,2</sup>, Christine Faille<sup>1</sup>, Laurent Bouvier<sup>1</sup>, Laurent Wauquier<sup>1</sup>, Fethi Aloui<sup>2</sup>, Thierry Bénézech<sup>1</sup>

<sup>1</sup> *Unité Matériaux et Transformations - UMR CNRS 8207 – Université de Lille, Centrale Lille Institut, UMR INRAE 0638*

<sup>2</sup> *Laboratoire d'Automatique, de Mécanique et d'Informatique industrielles et Humaines - UMR CNRS 8201 – Université Polytechnique Hauts-de-France*

Cleaning in place (CIP), a common operation in the food industry, consumes a significant amount of water and energy, which requires the adoption of new cleaning strategies in order to mitigate the associated environmental impacts. In this study, foam flow cleaning (50% air/water and Sodium Dodecyl Sulphate (SDS, 0.15% w/w)) was proposed to clean surfaces contaminated with micro-organisms (Bacillus spores). Three conditions by increasing the average velocity of foam flow, which could be considered as a non-Newtonian fluid, were tested for their effectiveness in cleaning stainless steel surfaces contaminated with spores. Characterization of the flow at the wall to be cleaned was carried out using conductimetry to measure the thickness of the liquid film between the foam and the solid surface, polarography to measure the local shear stress and image analysis for the bubble size distributions. The results suggested a synergy between the increase in shear stress and the reduction in bubble sizes, resulting in an improvement in the efficiency of cleaning by the fluid foam. This increase in efficiency appears to be due to a conjunction of different mechanisms such as fluctuating shear stress and/or wiping and soaking of the foam. Compared to the CIP process, foam flow cleaning showed a higher efficiency, while significantly reducing water and energy consumption by 13 and 33 times, respectively.

## Controlling rheology of a solid emulsion with phase-changing droplets

Elina Gilbert, Christophe Poulard, Anniina Salonen

*Laboratoire de Physique des Solides – Université Paris-Saclay, UMR CNRS 8502*

Emulsions are interesting systems whose rheological properties depend on the continuous and dispersed phases and the interface between them. By solidifying the continuous phase around the dispersed phase, we obtain a composite viscoelastic material whose rheological properties can be tuned by changing the moduli of both the dispersed phase and the continuous phase, as well as the surface properties between them [1, 2]. We study such a "solid emulsion" with a crosslinked PDMS (poly(dimethyl) siloxane) continuous phase. The dispersed phase is a PEG (poly(ethylene) glycol) which can crystallize at room temperature. This phase change was used to vary the moduli of the dispersed phase. Previous theoretical work has shown that for liquid inclusions we can expect to see different rheological responses depending on the dispersed phase moduli, the size of the droplets in the solid matrix and the volume fraction of dispersed phase [3, 4]. However, when the inclusions are solid, the complex modulus should only depend on the continuous phase and volume fraction [5]. The aim of this work is to show the feasibility of a composite system whose storage and loss moduli can be controlled independently, as opposed to the commonly used viscoelastic materials such as adhesives and gels, and study the mechanisms for such a decorrelation. For our system, we have observed a decoupling of the storage and loss moduli in the rheological response for liquid insertions in the matrix. When the droplets are crystallized, we observe a deviation from the expected behavior solely controlled by the matrix and the volume fraction, that we investigate through rheology and compression-decompression experiments.

[1] A. Giustiniani, *Linking adhesive properties and pore organisation of silicone emulsions obtained by reactive blending*, Université Paris-Saclay, 2018.

[2] R. W. Style, R. Tutika, J. Y. Kim, M. D. Bartlett, *Adv. Funct. Mat.*, 31, 2005804, 2020.

[3] J. F. Paliarne, *Rheol. Acta*, 29, 204-214, 1990.

[4] R. Pal, *Opin. Colloid Interf. Sc.*, 16, 41-60, 2011.

[5] M. Krieger, T. J. Dougherty, *Trans. Soc. Rheol.*, 3, 137-152, 1959.

## Condensation-induced self-patterning of a thin clayey layer.

Frédéric Doumenc, Jérôme Martin

*Fluides, automatique, systèmes thermiques – Université Paris-Sud - Paris 11, UMR CNRS 7608*

Vermiculations are natural patterns commonly observed in caves. They result from displacement of sediment initially at rest on cave walls. Vermiculations are a major concern for the conservation of painted caves, as they can potentially alter valuable prehistoric cave paintings. A previous rheological study was performed on natural cave sediment, a highly polydisperse granular paste with smectite particles in the fine fraction. This study revealed that this material can undergo a solid-to-liquid transition triggered by variations in the chemical composition of the thin water film flowing on cave wall. A spectacular decrease of the yield stress (two orders of magnitude) was observed when the sediment was first soaked for a few hours within a solution enriched in monovalent cations and then exposed to low-mineralized water. The specific behavior of smectite clays binding the sediment accounts for this loss of cohesion.

In the present work, we show through laboratory experiments that the self-patterning of a thin sediment layer, tilted from the horizontal, can be triggered by condensation. An experimental set-up was designed to expose first the sediment layer to a flow of NaCl solution, and then to condensation at a controlled rate. Condensation induces the solid-to-liquid transition of the sediment layer, resulting in the sediment flow and the formation of band structures. The time required for the initiation of self-patterning is inversely proportional to the condensation rate. If the flow of NaCl solution in the first step of the experiment is replaced by a flow of CaCO<sub>3</sub> (with divalent cation Ca<sup>2+</sup> instead of monovalent Na<sup>+</sup>), condensation has no effect on the sediment layer. These results suggest a possible physical mechanism for the formation of vermiculations in caves.

## **Stability analysis of a vaporization front coupled with mass transfer in a porous medium. Application to the lost foam casting process.**

Cynthia Hayek, Rudy Valette, Elie Hachem

*MINES ParisTech, PSL Research University, CEMEF, UMR CNRS, Sophia Antipolis*

The lost foam casting process is a form of evaporative-pattern casting where a polymeric foam pattern, covered by a refractory material permeable to gas and surrounded by sand is replaced by a flowing hot liquid metal. This process involves lots of coupled physical phenomena: liquid metal flow, heat transfer through a vapor in the flow direction, foam phase change into residues (melting, degradation, vaporization), and finally mass transfer of the gaseous residues through porous media in the flow transverse direction. An acceptable regime of the process is defined as a steady and flat front flow of the advancing liquid metal as well as the degradation front of the polymeric pattern. Dimensional analysis allows to give estimates of the front flow velocity and decomposition layer thickness. However, under some operating conditions, the front flow can destabilize and form a curved gas/pattern interface that can lead to undesirable defects. In order to predict this instability, we numerically investigate two scenarios, eventually complementary. First, the thermal and mechanical conditions at the vapor/coating/pattern triple point/line. Second, the effect of transverse heat convection on the curvature of the gas/pattern interface.

### **Breakup dynamics of stretched fluid filaments : Newtonian and viscoplastic**

Kindness Isukwem<sup>1</sup>, Anselmo Pereira<sup>1</sup>, Rudy Valette<sup>1</sup>, Elie Hachem<sup>1</sup>, Malcolm Mackley<sup>2</sup>

<sup>1</sup> *MINES ParisTech, PSL Research University, CEMEF, UMR CNRS UMR 7635, Sophia Antipolis*

<sup>2</sup> *University of Cambridge (CEB) – United Kingdom*

The breakup can be seen as the final stage of a continuous fluid flow. This breakup of a continuous fluid thread or filament, that was initially stable into satellites (or not) is a vital process that impacts many industrial operations, such as in food texture design, container filling process and even in the relatively novel 3D printing process ; applications for which there is a struggle between clean and fast dispensation of the fluids. The continuous thinning and subsequent breakup of a fluid filament is driven primarily by capillarity (by the action of surface tension in directions perpendicular to the extensional flow of the fluid thread) and resisted by inertia, viscosity, plasticity or other physical forces acting on the fluid material. Despite numerous studies and the invaluable industrial applications of fluid thread breakup, the physics is still largely unknown (whether for Newtonian or non-Newtonian fluids); for instance one important question arising from preliminary investigations for this work, is whether we can predict/model the breakup profile of a fluid, considering physical forces acting on the process. This work aims to highlight the physical mechanisms driving fluid filament breakup especially under viscoplastic flow conditions, and finally correlate the final breakup profile of the fluid to these important physical parameters.

This work investigates the breakup dynamics of stretched Newtonian and viscoplastic millimetric filaments through a mixed approach combining experiments and three-dimensional numerical simulations. Concerning the experiments, a double piston stretching apparatus provides a near constant velocity deformation over a wide range of speeds (0 to 2 m/s), while a high-speed camera captured the resulting filament deformation and final breakup profiles. Similar numerical simulations are performed based on an adaptive variational multi-scale method for three materials (liquid, air, and pistons). The simulations are compared to experiments either taken from existing literature or performed using water, glycerol, honey, Carbopol gels, and Nivea cream. Eight different filament final breakup shapes are observed, depending on the force balance between inertia, capillarity, viscosity, and plasticity. The development of each final shape is explored in the light of energy budget analyses and correlated with different filament breakup regimes. The results are summarised in a three-dimensional diagram, whose axes are the Weber number (the ratio of the inertial stress and the capillary stress), the Capillary number (defined as the sum of the viscous and the yield-stress divided by the capillary stress), and the Plastic number (the ratio of the yield-stress stress and sum of the viscous and the yield-stress), indicating the critical dimensionless number values related to each obtained filament final shape.

## Measuring Young's modulus of soft gels in a planar microfluidic device via simple clogging

Charles Paul Moore, Julien Husson, Arezki Boudaoud, Gabriel Amselem, Charles Baroud

*Laboratoire d'hydrodynamique – Ecole Polytechnique, UMR CNRS 7646*

Measuring the elastic modulus of soft gels usually requires complex micro-pipette aspiration or atomic force microscopy, two complex methods. Here we investigate the deformation of a soft hydrogel particle when it is aspirated into a high aspect ratio slit as a way to measure its Young's modulus. This geometry provides a simple analog to micro-pipette aspiration that can be implemented using microfluidic channels. Using a single layer microfluidic chip with a bypass line, microgels are trapped and forced into a narrow constriction. PIV is used to measure the amount of flow passing in the bypass and throughpass channels. The ratio of these flow rates provides a measurement of the resistance of the hydrogel to flow as it is squeezed through the slit. The deformation of the soft particle is also measured, thus providing a relationship between the forcing pressure and the deformation for different elastic properties and particle and slit sizes. These measurements are collapsed onto a master curve by comparing with a Herzian contact model for a rectangular hold, which yields a value of the elastic modulus of the particles.

## An implementation of the fictitious domain method in OpenFOAM for the simulation of non-brownian dense suspensions

Michel Orsi, Laurent Lobry, François Peters

*Université Côte d'Azur (UCA) – Institut de Physique de Nice*

Suspension flows are ubiquitous in industrial as well as in biological or natural flows (e.g. fresh concrete, rocket fuel, blood, mud or lava), and they exhibit a complex rheological behaviour that is far from a complete understanding. Complexity mainly stems from the wide variety of fluid-particle or particle-particle interactions (Brownian, hydrodynamic, frictional or collisional) as well as from the physical properties of particles (roughness, shape, size distribution, etc.).

Even idealised cases involve strong non-Newtonian effects such as shear-thinning, shear-thickening, particle migration and anisotropic normal stresses and microstructures. Numerical simulations can help shed light on these complex physics. For low-Reynolds-number suspensions, different techniques have been previously developed ; some of them are highly specialised and may not tackle any kind of flow or fluid. Therefore, direct numerical simulations (DNS) have emerged as an attractive alternative, allowing to solve particulate flows with arbitrary particle shape, Reynolds number or rheological constitutive equation. In the fictitious domain method the whole domain is mapped onto a fixed grid, the particles are embedded in this regular non-moving mesh and are modelled via a body-force introduced in the momentum equation to enforce a rigid body motion. A peculiar feature of concentrated suspensions is that the average separation distance between particles becomes extremely small. The so-called lubrication forces arise between particles in near-contact because of the draining of interstitial fluid in the gap, and it is singular in the limit of touching particles. Consequently, the rheology of suspensions is modified by lubrication forces and important effects occur. Keeping the grid spacing high enough for large scale simulations while accounting for the low-scale lubrication effects requires the modelling of the latter. A last essential ingredient for accurate simulations of non-Brownian suspensions is the modelling of contact interactions between particles, as contacts inevitably occur despite lubrication because of particle roughness.

The equations are split into two sub-problems. The fluid sub-problem is a standard Navier- Stokes problem whereas the particle sub-problem mainly consists in enforcing the rigid body motion inside the particles and in coupling the interaction and the sub-grid forces to the flow. In the present study, the fluid sub-problem is solved using the open-source finite volume library OpenFOAM on an isotropic Cartesian mesh with a constant grid spacing. The idea is to take benefit from the parallelisation facility available in OpenFOAM to make the simulation of large systems with a high amount of particles possible. The Fictitious Domain Method is adapted to work under the OpenFOAM environment, paying particular attention to the optimisation of the code. Moreover, we propose a new implementation of the lubrication forces, giving the possibility to simulate any kind of ambient flow in a practical way. Different classical particle configurations are studied in order to validate the method.

## Dynamical wetting of monomodal and bimodal suspensions

Alice Pelosse, Elisabeth Guazzelli, Matthieu Roché

*Matière et Systèmes Complexes, UMR CNRS 7057 – Université de Paris*

Dynamical wetting by granular suspensions is investigated experimentally in the monomodal and bimodal cases. In previous work [1], monomodal granular suspensions were shown to obey the classical Cox-Voinov law [2, 3] which relates the capillary number,  $Ca = \nu U/\gamma$ , with the dynamical contact angle,  $\theta_{app}$ , provided one uses an apparent viscosity,  $\nu_w$ , which depends on particle volume fraction,  $\Phi$ , and on particle size. This differs from the bulk viscosity of monomodal suspensions which solely depends on  $\Phi$ . This size effect is due to the confinement of the particles by the contact line and more precisely to the existence of a particle-depleted region at the contact line from which beads have been expelled due to confinement. Ordering of the particles under confinement is also strong in this region and is suspected to matter in the description of the phenomenon. New experiments with bimodal suspensions offer new insights about the wetting dynamics and provide evidence of the interplay between confinement and bulk effects during the spreading of a granular suspension on a solid.

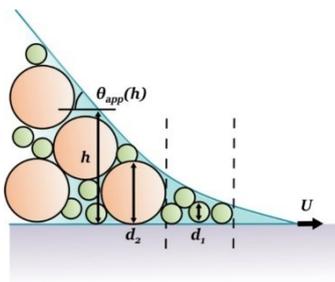


Figure 1: Vicinity of the contact line during spreading of bimodal suspension drops.

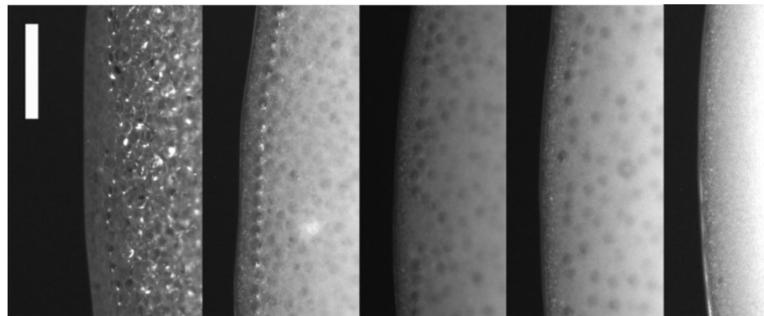


Figure 2: Top view of bimodal drops made of 10 and 80 microns particles with (from left to right) 0, 25, 50, 75 and 100% of small particles in the solid blend. Snapshots are taken at equivalent contact angles. Scale bar: 500  $\mu\text{m}$ .

- [1] Zhao, M et al. *Physical Review Research*, 2, 022031 (2020).  
 [2] Voinov, O. *Fluids Dynamics*, 11, 714-721 (1976).  
 [3] Cox, R. *Journal of Fluid Mechanics*, 168, 169-194 (1986).

## Spirographic motion in a vortex

Sumithra Reddy Yerasi<sup>1</sup>, Rama Govindarajan<sup>2</sup>, Dario Vincenzi<sup>1</sup>

<sup>1</sup> *Université Côte d'Azur, Laboratoire Jean-Alexandre Dieudonné, UMR CNRS 7351*

<sup>2</sup> *International Centre for Theoretical Sciences – India*

Non-spherical solid particles can display rich dynamics even in laminar flows and when the particle inertia is negligible. In particular, particles in shear flows have attracted a lot of attention in the literature. In such flows, periodic orbits are observed for axisymmetric particles, whereas chaotic dynamics can emerge as a consequence of Brownian fluctuations, the non-axisymmetry of the particles, or a time-dependent flow. The case of vortex flows has been less investigated, and the studies have mainly focused on point-like particles. Here, we consider the motion of an extended object that can experience the nonlinearity of a vortex. To this end, we investigate the dynamics of a rigid dumbbell, which consists of two beads connected by a rigid link. It is shown that the centre of mass of the dumbbell exhibits an inwards and outwards spiralling motion which results into spirographic trajectories around the centre of the vortex. More precisely, the motion of the centre of mass of the dumbbell is the superposition of a periodic oscillation in the radial direction and a revolution around the centre of the vortex which is slaved to the radial distance and the orientation of the dumbbell. The shape of the trajectories depends very strongly on the initial position and orientation. The dynamics is explained analytically by studying the fixed points and the periodic orbits of the system in phase space. The analytical results hold for any general vortex flow and are illustrated numerically for the Lamb-Oseen vortex.

## Enhancement of drag and mixing in a dilute solution of rodlike polymers

Leonardo Puggioni, Stefano Musacchio, Guido Boffetta

*Istituto Nazionale di Fisica Nucleare, Sezione di Torino, et Università degli studi di Torino*

We study the dynamics of a dilute solution of rigid rodlike polymers in a viscous fluid at low Reynolds number by means of numerical simulations of a simple rheological model. We show that the rotational dynamics of polymers destabilizes the laminar flow and causes the emergence of a turbulent-like chaotic flow with a wide range of active scales. This regime displays an increased flow resistance, corresponding to a reduced mean flow at fixed external forcing, as well as an increased mixing efficiency. The latter effect is quantified by measuring the decay of the variance of a scalar field transported by the flow. By comparing the results of numerical simulations of the model in two and three dimensions, we show that the phenomena observed are qualitatively independent from the dimensionality of the space.

## Characterization of bubbles deformations and interactions inside a liquid foam flowing through a constriction

Florian Schott<sup>1</sup>, Christophe Raufaste<sup>2</sup>, Benjamin Dollet<sup>3</sup>, Stéphane Santucci<sup>4</sup>, Cyrille Claudet<sup>2</sup>, Rajmund Mokso<sup>5</sup>

<sup>1</sup> *Department of Mechanical Engineering, LTH, Lund University, Lund – Sweden*

<sup>2</sup> *Université Côte d'Azur, Institut de Physique de Nice, UMR CNRS 7010*

<sup>3</sup> *Laboratoire Interdisciplinaire de Physique – Université Joseph Fourier - Grenoble 1, UMR CNRS 5588*

<sup>4</sup> *Laboratoire de Physique, UMR CNRS 5672, Ecole Normale Supérieure de Lyon*

<sup>5</sup> *MAX IV laboratory, Lund, Sweden*

Liquid foams are dispersions of gas bubbles in close contact inside a liquid phase. They are found in various industrial applications including food, cosmetics, oil recovery, or soil remediation. They belong to the class of soft glassy materials that are known to exhibit peculiar rheological behaviors, like nonlinear and non-local dynamics [1], due to plastic rearrangements mechanisms at the scale of the microstructure, here the bubbles. If some mechanisms have been identified in simulation [2], there is no experimental validation up to now for 3D foams. In fact, foams are highly dispersive to optical wavelengths and are challenging to image in 3D. Recently, fast X-ray microscopic tomography has succeeded in extracting both the deformation and displacement fields of bubbles while flowing around an obstacle [3], which opens new opportunities for studying 3D liquid foam rheology. In this context, the project aims at characterizing the deformations and interactions of bubbles inside a foam flowing through a constriction.

Monodisperse bubbles, 300  $\mu\text{m}$  in diameter, were produced by a microfluidic setup. The constriction had a hourglass-like symmetry. The constricted flow was 3D imaged thanks to the TOMCAT (PSI SLS) X-ray tomography facility. For each experiment, high-resolution tomograms are recorded every 0.214 s for 10 s. Each tomogram covers a volume of  $5.9 \times 5.9 \times 5.3 \text{ mm}^3$  with a voxel edge length of 2.92  $\mu\text{m}$ . We will present the specific 3D image analysis novel tools developed to reconstruct the geometry of the bubbles from raw tomograms. Bubble displacement and deformations maps will be shown. Velocity fields will be compared to the ones of simple models to understand the interplay between the bubble deformations and the macroscopic flow ; in particular, we will show that our new analysis tools unravel nontrivial effects at the constriction exit. Finally, we will present how plastic events can be tracked in such systems in order to study in a near future how they relax stress in their vicinity or on a larger scale.

[1] Goyon et al., Spatial cooperativity in soft glassy flows, *Nature*, 454, 84–87 (2008).

[2] Evans et al., Networklike propagation of cell-level stress in sheared random foams, *Phys. Rev. Lett.*, 111, 138301 (2013).

[3] Raufaste et al., Three-dimensional foam resolved by fast X-ray tomographic microscopy, *EPL*, 111, 38004 (2015).

## **Foam coarsening under steady shear: interplay between bubble rearrangement and film thinning dynamics**

Arnaud Saint-Jalmes<sup>1</sup>, Corentin Tregouet<sup>2</sup>

<sup>1</sup> *Institut de Physique de Rennes – Université de Rennes 1, UMR CNRS 6251,*

<sup>2</sup> *MIE Team, Chimie Biologie Et Innovation – ESPCI Paris, PSL Research University*

Aqueous foams are unstable and age by drainage and coarsening. Today, these effects are well described, as well as their impact on foam properties. For instance, the foam viscoelastic properties evolve in time as a consequence of coarsening which tends to increase the mean bubble size. Here, we investigate the reverse coupling, and study if and how the continuous flow of a foam can impact its dynamics of coarsening. We introduce a new protocol in which brief oscillatory measurements are inserted within a steady shear, allowing us to monitor the relative variation of the bubble size with time, and as a function of the applied shear rate. It turns out that the coarsening rate is strongly impacted by the applied shear: this rate is continuously reduced above a critical shear rate, which decreases itself with the bubble size. This coarsening rate reduction can only be interpreted as the result of out-of-equilibrium and shear-dependant film thicknesses, being higher than at rest. The critical shear rate, above which films are sustained at higher thickness than at equilibrium, emerges from the competition between the rate of rearrangements and the time required to drain a thick film created during the rearrangement. We thus report here first experimental proofs and measurements of out-of-equilibrium film thicknesses within a sheared foam, and on the impact this shear has on coarsening.

## **Présentations orales : Microfluidics and Biophysics, Active Matter**

### **Dynamics of semiflexible polymers in oscillatory shear flows**

Francesco Bonacci<sup>1</sup>, Brato Chakrabarti<sup>2</sup>, David Saintillan<sup>3</sup>, Anke Lindner<sup>1</sup>, Olivia du Roure<sup>1</sup>

<sup>1</sup> *Physique et mécanique des milieux hétérogènes UMR CNRS 7636, ESPCI, Université PSL, Sorbonne Université, Université de Paris*

<sup>2</sup> *Flatiron Institute – USA*

<sup>3</sup> *Mechanical and Aerospace Engineering, UCSD – USA*

The fluid-structure interactions between flexible fibers and viscous flows play an important role in a variety of biological phenomena, medical problems and industrial processes. Of particular interest is the case of bioparticles freely transported in time-dependent flows. In this work, we elucidate the dynamics and morphologies of actin filaments under oscillatory shear flows by combining microfluidic experiments, numerical simulations and theoretical modeling. Our work reveals that, in contrast to steady shear flows, in which small orientational fluctuations from a flow-aligned state initiate filament tumbling and deformations, the periodic flow reversal allows to explore many different configurations at the beginning of each cycle. Investigation of filament motion during half time-periods of oscillation permits to highlight the important role of the initial filament orientation on the emergent dynamics. This strong coupling between orientation and deformation results in unexplored deformation regimes and novel higher-order buckling modes, which are absent in steady shear flows. The main outcome of our analysis is the possibility of suppression of buckling instabilities for combined values of the oscillation frequency and the initial filament orientation, even in very strong flows. We explain this remarkable behavior through a weakly nonlinear Landau theory of buckling, in which we treat the filaments as inextensible Brownian Euler-Bernoulli rods whose hydrodynamics are described by local slender-body theory. Finally, the asymptotic behavior over many time periods is investigated through simulations and theory. To this end, we characterize global attractors of filament orientation and associated filament morphologies.

## Intracellular rheology of red blood cells

Alice Briole<sup>1</sup>, Thomas Podgorski<sup>1</sup>, Bérengère Abou<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Université de Grenoble Alpes

<sup>2</sup> Matière et Systèmes Complexes (MSC) – Université Paris Diderot Paris 7, UMR CNRS 7057

Characterizing the rigidity of red blood cells (RBCs) and their heterogeneity in a blood sample is a key parameter in understanding erythrocyte diseases. We propose a method of intracellular rheology based on molecular rotors, viscosity sensitive fluorescent probes [1]. Experiments were conducted on RBCs whose rigidity was varied with temperature. We show that the DASPI molecular rotor can detect variations in their overall rigidity, with a fluorescence signal that increases with cell stiffness. A simple RBC model was developed to separate the cytosol and membrane contributions, allowing a qualitative comparison of the cytosol viscosity variation with independent viscosity measurements of hemoglobin solutions [2]. These experiments show that the rotor is able to detect stiffness heterogeneity at the cellular level within a sample and open up the possibility of new diagnostic techniques, especially in the case of sickle cell disease in which hemoglobin polymerization is directly related to the stiffening of RBCs and to the development of painful vaso-occlusive crises.

Haidekker, M. A., Theodorakis, E. A., Environment-sensitive behavior of fluorescent molecular rotors, *J Biol Eng*, 4, 1–14 (2010).

A. Briole, T. Podgorski, B. Abou, Molecular rotors as intracellular probes of red blood cell stiffness, *Soft Matter*, 17, 4525–4537 (2021).

## Role of solutal free convection on interdiffusion in a horizontal microfluidic channel

Jean-Baptiste Salmon<sup>1</sup>, Frédéric Doumenc<sup>2</sup>

<sup>1</sup> CNRS-SOLVAY – Laboratoire du Futur

<sup>2</sup> Fluides, automatique, systèmes thermiques – Université Paris-Sud - Paris 11, UMR CNRS 7608

We theoretically studied the role of solutal free convection on the diffusion of a buoyant solute at the microfluidic scales, 5 – 500  $\mu\text{m}$ . We first considered a horizontal microfluidic slit, one half of which is initially filled with a binary solution (solute and solvent) and the other half with pure solvent. The buoyant forces generate a gravity current that couples to the diffusion of the solute. We performed numerical resolutions of the 2D model describing the transport of the solute in the slit. This study allowed us to highlight different regimes as a function of a single parameter, the Rayleigh number  $Ra$  which compares gravity-induced advection to solute diffusion. We then derived asymptotic analytical solutions to quantify the width of the mixing zone as a function of time in each regime and established a diagram that makes it possible to identify the range of  $Ra$  and times for which buoyancy influences the transport of solute. Interestingly, we recovered the same succession of regimes as in the case of a 2D porous layer, with the same scaling laws but significantly different numerical prefactors. In a second step, we performed numerical resolutions of the same model but for a 3D microfluidic channel with a square cross section using an in-house made software, specifically optimized for the simulation of free convection in cavities on parallel architectures and based on a multidomain spectral method. We observed the same regimes as in the 2D case and focused on the dispersion regime at long timescales. We then derived analytically the expression of the 1D dispersion coefficient for a channel with a rectangular section and analyzed the role of the transverse flow in the particular case of a square section. Finally, we showed that the impact of this transverse flow on the solute transport can be neglected for most of the microfluidic experimental configurations.

J.-B. Salmon, L. Soucasse, F. Doumenc, *Phys. Rev. Fluids*, 6, 034501 (2021).

## Swimming of bubbles through buckling mechanism

Georges Chabouh, Catherine Quilliet, Gwennou Coupier

*Laboratoire Interdisciplinaire de Physique, UMR CNRS 5588, Université Grenoble Alpes*

We evidenced a swimming motion of encapsulated microbubbles (gas + lipid shell) through a buckling mechanism activated by acoustic waves. When submitted to an increase of external pressure, a spherical elastic shell full of gas first shrinks isotropically then becomes unstable above a certain pressure threshold and undergoes a sudden transition toward a buckled shape, that often grows from a weak point in the shell. This swift buckling transition involves an important volume of fluid set into motion on a short time. The reinflation after external pressure decrease follows a different path, involving a sequence of stable shapes followed by an unbuckling instability of much weaker amplitude. This velocity and shape hysteresis opens several possibilities for triggering swimming motion.

Encapsulated microbubbles (gas + lipid shell) usually used as Ultrasound Contrast Agents (UCAs) were mixed with reference beads (air + glass shell) with a comparable density (do not buckle) and serve as reference particles. They are and introduced in a custom build chambre mounted vertically on a 90 degrees flipped microscope. While floating upwards (buoyancy), the reference beads shows to follow a straight line parallel to the gravity, with additional Brownian motion, while the UCAs deviate from the vertical due to the swimming motion when sound is ON. The analysis of the trajectories reveals the expected efficiency of the mechanism for further developments aiming at designing artificial microcargos able to propel in the blood stream.

## Interactions between a microfluidic droplet and a membrane

Tristan Gilet, Stéphanie Van Loo

*Microfluidics lab (Université de Liège) – Belgium*

In droplet microfluidics, a carrier flow conveys sub-nanoliter droplets through a network of microfluidic channels. Droplet trafficking can be controlled in real-time, e.g. through dielectro-phoretic forces [1] or thanks to pneumatic microvalves. The latter are thin elastomer membranes that locally replace one of the channel walls [3]. When the membranes are pressurised from the outside, they partially obstruct the channel and increase the corresponding hydraulic resistance. In 2016, Jeong et al. [2] proposed a fully addressable droplet array in which each droplet is immobilised at a controlled spot thanks to pneumatic valves. This array can be seen as a microscopic, automated and reusable alternative to the 96-well plate.

In this work, we investigate many possible interactions between a microfluidic droplet and an elastomer membrane. If the membrane is pressurised, the droplet may either stop in front of it or pass under it. It may also split in several droplets with some passing while others are still stopped. The transitions between these regimes are rationalised in terms of a balance between capillary and viscous forces. When the membrane is not pressurised, the droplet may also stop below and deform the latter, in an attempt to decrease its interfacial energy. This regime involves a coupling of capillary, elastic and viscous forces. We provide simple and generic theoretical models to rationalise our experimental data.

[1] Baret, J.-C., Kleinschmidt, F., Harrak, A., Griffiths, A. (2009). Kinetic aspects of emulsion stabilization by surfactants : A microfluidic analysis. *Langmuir*, 25, 6088–6093.

[2] Jeong, H.-H., Jin, B., Jin, S. H., Jeong, S.-G., Lee, C.-S. (2016). A highly addressable static droplet array enabling digital control of single droplet at pico-volume resolution. *Lab Chip*, 16, 1698–1707.

[3] Unger, M. A., Chou, H.-P., Thorsen, T., Scherer, A., Quake, S. R. (2000). Monolithic microfabricated valves and pumps by multilayer soft lithography. *Science*, 288, 113–116.

## Dynamics of Brownian flexible filaments in 2D regular porous media

Zhibo Li, Anke Lindner, Olivia Du Roure

*Physique et mécanique des milieux hétérogènes, UMR CNRS 7636, ESPCI, Université PSL, Sorbonne Université, Université de Paris*

Understanding the dynamics and morphological transitions of polymer chains in viscous fluids is central to decipher rheological phenomena found in polymer solutions, like shear thinning, normal stress differences, and viscoelastic instabilities. On the other hand, the flow of suspensions through porous media plays a crucial role in various applications such as lab-on-chip analysis, enhanced oil recovery, injection molding, and chromatography. Based on our previous studies of the dynamics of elastic filaments in simple shear [2] and strong compressional flow [1], we used actin filaments as a model system to study morphological and orientational dynamics in regularly arranged porous media using a combination of microfluidics and fluorescence microscopy.

The elasto-viscous number, which compares viscous drag forces to elastic bending forces, controls the rich dynamics of the filament. For example, a flexible filament in pure shear experiences tumbling at low elasto-viscous number, above a certain value of this parameter, it starts to buckle while at larger values it will adopt a "snaking" conformation [2]. In strong compressional flow the filament buckles in 3D forming a helicoidal structure [1]. In our model porous media, the flow varies spatially with regions dominated by shear and others by elongation. In such complex flow geometries, we observe even richer dynamics with all the above-mentioned morphological transitions. Besides, we also observe the coexistence of buckling and stretching in one filament which is attractive to elucidate fluid-structure interaction in a complex environment.

[1] B. Chakrabarti et al., Flexible filaments buckle into helicoidal shapes in strong compressional flows. *Nature Physics*, 16, 689-694 (2020).

[2] Y. Liu et al., Morphological transitions of elastic filaments in shear flow. *Proc. National Acad. Sci.*, 115, 9438-9443 (2018).

## Waves and aggregation of phototactic microalgae

Taha Laroussi

*Laboratoire d'hydrodynamique – Ecole Polytechnique, UMR CNRS 7646*

Active particles such as the swimming microalgae *Chlamydomonas Reinhardtii* are inherently out-of-equilibrium systems, able to uptake energy from their environment and convert it into motion. When the algae are placed in a closed environment such as a liquid droplet, they swim randomly in the fluid. It is well known that *C. Reinhardtii* responds to light, but most quantitative work on phototaxis focused on single-cells or dilute suspensions of microalgae. In our work we investigated the motion of dense suspensions of *C. Reinhardtii* confined in microfluidics droplets and exposed to a light stimulus. Two types of behaviors were observed. In one configuration, waves of algae moved successively towards and away from the light source, before reaching a steady-state where all algae have accumulated to one side of the droplet. The accumulated algae generated flows inside and outside the droplet. In another configuration, the algae aggregated to form isolated islands, leading to regions of high-density and low-density in algae. This phenomenon is reminiscent of Motility-Induced Phase Separation. In addition to the fundamental questions in hydrodynamics and statistical physics that this work tackles, the results of this work have vast implications for the development of autonomous and controllable micro-robots, with applications ranging from healthcare to the depollution of soils. Consequently, light-sensitive biological cells could form the basis of controllable active matter through self-driven units that turn energy from the environment into motion.

## **Active mucus–cilia hydrodynamic coupling drives self-organization of human bronchial epithelium**

Etienne Loiseau<sup>1</sup>, Simon Gsell<sup>2</sup>, Aude Nommick<sup>3</sup>, Charline Jomard<sup>4</sup>, Delphine Gras<sup>5</sup>, Pascal Chanez<sup>5</sup>, Umberto D’ortona<sup>2</sup>, Laurent Kodjabachian<sup>3</sup>, Julien Favier<sup>2</sup>, Annie Viallat<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Aix Marseille Univ, CNRS, CINAM, Marseille

<sup>2</sup> Aix Marseille Univ, CNRS, Centrale Marseille, Marseille

<sup>3</sup> Aix Marseille Univ, CNRS, IBDM, Marseille

<sup>4</sup> Aix Marseille Univ, Marseille, France

<sup>5</sup> Aix Marseille Univ, Inserm, INRA, Marseille

The respiratory tract is protected by mucus, a complex fluid transported along the epithelial surface by the coordinated beating of millions of microscopic cilia, hence the name of mucociliary clearance. Its impairment is associated with all severe chronic respiratory diseases. Yet, the relationship between ciliary density and the spatial scale of mucus transport, as well as the mechanisms that drive ciliary-beat orientations are much debated. Here, we show on polarized human bronchial epithelia that mucus swirls and circular orientational order of the underlying ciliary beats emerge and grow during ciliogenesis, until a macroscopic mucus transport is achieved for physiological ciliary densities. By establishing that the macroscopic ciliary-beat order is lost and recovered by removing and adding mucus, respectively, we demonstrate that cilia–mucus hydrodynamic interactions govern the collective dynamics of ciliary-beat directions. We propose a two-dimensional model that predicts a phase diagram of mucus transport in accordance with the experiments. This paves the way to a predictive in silico modelling of bronchial mucus transport in health and disease.

## **Transition from longitudinal to transverse ciliary metachronal waves in reconstituted human bronchial epithelium**

Olivier Mesdjian, Simon Gsell, Etienne Loiseau, Umberto D’ortona, Julien Favier, Annie Viallat

*Centre Interdisciplinaire de Nanoscience de Marseille – Aix Marseille Université, UMR CNRS 7325 / UPR3118*

From swimming microorganisms to major organs, multiciliated cells are ubiquitous in living systems. Active cilia support multiple biological functions such as the motility and feeding of marine microorganisms, circulation of the cerebrospinal fluid in the central nervous system, mucociliary clearance of pathogens and pollutants from airways. The generation of fluid flows at the scale of a microorganism or at the tissue level requires a dense array of cilia that coordinate both their beat directions and their phase. Such coordinations results from hydrodynamic coupling between cilia. When neighboring cilia maintain a constant phase difference, metachronal waves emerge. In marine organisms, ciliated epithelia exhibit metachronal waves propagating in different directions, but the majority present transverse waves. On the contrary, observation made ex-vivo on animal bronchial epithelia report the presence of longitudinal waves. These experimental results suggest that the direction of propagation may play a role to optimise a given biological function.

The relationship between the type of metachronism, the biophysical parameter the living system optimizes and the physiological function are still unclear. An experimental system where the emergence of metachrony can be tuned would be of major asset to decipher such relationship. In this study we managed to control the type of metachronal waves that emerge at the surface of an in-vitro reconstituted bronchial epithelium, by tuning the boundary conditions on top of cilia. We show that longitudinal waves propagate when mucus is transported at the epithelial surface, while the presence of a stuck layer of mucus above cilia results in a transition towards transverse metachronal waves. We compare these results with simulation using a Lattice Boltzmann Method (LBM) with immersed boundaries to solve the fluid structure interactions of flexible beating cilia. We show that longitudinal waves are energetically more efficient to transport fluid while when a no slip condition is imposed on top of cilia, transverse waves minimise the power dissipated by cilia unable to propel mucus.

## Efficient strategy to track a planktonic target from its hydrodynamic signature

Tommaso Redaelli<sup>1</sup>, Christophe Eloy<sup>1</sup>, Eva Kanso<sup>2</sup>

<sup>1</sup> *Institut de Recherche sur les Phénomènes Hors Equilibre – Aix Marseille Université, Ecole Centrale de Marseille, CNRS : UMR7342 / UMR6594 / UMR138*

<sup>2</sup> *University of Southern California (USC) – United States*

Copepods are one of the most successful organisms in the marine ecosystem. Yet, these millimetric planktonic crustaceans are blind. To perceive their neighborhood, they use hydrodynamic signals. Flow velocities are measured with sensitive hairs, called setae, located along a pair of antennae. Experimental evidence show that copepods respond to hydrodynamic signals to escape predators, attack preys or catch passive food particles. Thus, they seem able to track a target in a turbulent environment through its hydrodynamic signature measured along two segments (the antennae). But today, we do not know how they process this information.

To address this question, we model the flow disturbance generated by a target in the Stokes limit assuming the target is an essential singularity of the Stokes equations (a stokeslet, a stressless, etc.). The copepod measures this flow, its gradient or the symmetric part of the gradient (the strain) along the direction of the antennae. The question is whether the copepod is able to locate the target from this information only. We show that an algorithm based on a triangulation from two measures, one on each antenna, is a robust strategy to track the target. This strategy is robust because the flow singularity is always the point where converge the field lines of the vector field, this vector field being the flow velocity itself, its gradient or its symmetric part projected along the antennae direction. This strategy is applicable to any target, whatever the hydrodynamic signature of the target that is always a combination of flow singularities. Moreover, it allows to overcome one of the fundamental difficulties of tracking : the intrinsic symmetries of the measured flow field.

## The ciliated structure as a particle detector

Jean-Baptiste Thomazo, Benjamin Le Reverend, Lea-Laetitia Pontani, Alexis Prevost, Elie Wandersman

*Laboratoire Jean Perrin – Sorbonne Universités, UPMC, UMR CNRS 8237*

In most animals and microorganisms, the senses of hearing and touch involve elongated cellular protrusions called cilia. Under the flow of a surrounding fluid, these cilia bend and can trigger the neural response of mechanosensitive nerve cells embedded at the proximity of their base. But before any neural processing, the mechanical properties of the cilium constitute a first encoding of sensory information. The bending amplitude of a cilium under the flow of a homogeneous liquid allows, for example, a direct measurement of the viscosity of this liquid. In natural environments, however, the surrounding liquid is generally not homogeneous, due to the presence of particles or other microorganisms around. Could cilia be used to detect the presence, concentration and size of surrounding particles ? We approached this question by using an artificial elastomeric cilium, anchored at its base, and submitted to the flow of granular suspensions. By combining imaging experiments and physical modeling, we have shown [1] that the concentration of particles and their size is encoded by the temporal fluctuations of the cilium bending signal and that these mainly result from contact interactions between the particles and the cilium. Our results suggest that biological cilia could detect particles as small as their diameter. These results provide a general theoretical framework for describing the dynamics of ciliated structures in heterogeneous media.

[1] J.B. Thomazo, B. Le Révérend, L.-L. Pontani, A. M. Prevost, E. Wandersman, A bending fluctuation-based mechanism for particle detection by ciliated structures, *Proc. Nat. Acad. Sci.*, 118 (2021).

## Light-controlled bioconvection flows

Aina Ramamonjy, Julien Dervaux, Philippe Brunet

*Matière et Systèmes Complexes, Université de Paris, UMR CNRS 7057*

Bioconvection is a hydrodynamic phenomenon in suspension of motile micro-organisms heavier than water. Self-generated macroscopic convection flows can arise from density gradients and are associated with striking concentration patterns. Early studies on bioconvection have focused on spontaneous (without light excitation) bioconvection patterns. They result from the destabilization of vertical density gradients in suspension of on average upward swimming microorganisms. In suspension of photosynthetic micro-algae *Chlamydomonas Reinhardtii* (CR), it was recently demonstrated that using a light beam to direct the horizontal motion of the cells could locally induce photo-controlled bioconvection. Macroscopic flows were qualitatively highlighted. Here we induce localized photo-controlled bioconvection in suspension of CR cells and we propose the first quantitative experimental study of bioconvection flows. In a 2D-geometry we developed a fluorescence imaging system to track small passive tracers to visualize fluid flows in addition to the concentration field. We investigate the relationship between the bioconvection flows and their associated concentration patterns.

## Crosslinking and depletion determine instabilities in cytoskeletal active matter

Guillaume Sarfati, Jean-Christophe Galas, Andre Estevez-Torres

*Laboratoire Jean Perrin – UMR CNRS 8237, Sorbonne Université, Institut de Biologie Paris Seine (IBPS)*

Active gels made of cytoskeletal proteins are valuable materials with attractive non-equilibrium properties such as spatial self-organization and self-propulsion. Four spatial instabilities have been reported to date in three dimensions : bending and buckling in extensile systems, and global and local contractions in contractile ones. However, these instabilities have been observed in different types of cytoskeletal active gels [1,2,3]. Here we report the observation of the four instabilities in a unique type of active gel and we show that they are controlled by two parameters : the energy supply, controlling the ratio between active and passive linkers, and the depletion force, making cytoskeletal filaments to bundle. As the concentration of active linkers increases, the gel becomes more liquid-like and we observe that bending is selected against buckling, while local contractions are favored over global ones. In turn, as depletion increases, global contraction leads to buckling and local contractions lead to bending. Our work thus provides a unified view of spatial instabilities in cytoskeletal active matter.

[1] Chandrakar et al. 2020, *Physical Review Letters*

[2] Senoussi et al. 2019, *Proceedings of the National Academy of Sciences*

[3] Alvarado et al. 2013, *Nature Physics*

## Swimming gait driven by proprioception

Jesus Sanchez Rodriguez<sup>1</sup>, Franck Celestini<sup>1</sup>, Christophe Raufaste<sup>1,2</sup>, Médéric Argentina<sup>1</sup>

<sup>1</sup> *Université Côte d'Azur, Institut de Physique de Nice, UMR CNRS 7010*

<sup>2</sup> *Institut Universitaire de France – Ministère de l'Éducation Nationale, de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche*

Most of the models describing swimming are based on a kinematic forcing where locomotion is driven by an imposed deformation of the swimmer body or mimicking the actions of the muscles. The energy efficiency is assumed to be the selection mechanism among the possible swimming gaits. The proprioceptive approach is a very recent direction taken in locomotion research : the hypothesis is that the sensing of the environment drives the muscle activity. Proprioception provides information about and representation of a body's position, motion, and acceleration in addition to the usual five senses. We hypothesize that a feedback loop based on this "sixth" sense results in an instability, driving the locomotion. In order to test our assumptions, we use a biomimetic robot that enabled us to validate the idea that underwater swimmers might select their amplitude and beating frequency using mechanical sensors and compare the experimental results to a simple yet generic model with excellent agreement.

## Numerical modelling of reactive suspensions

Francisco Rojas<sup>2,1</sup>, Blaise Delmotte<sup>1</sup>, Sebastien Michelin<sup>1</sup>

<sup>2</sup> *Costa Rica Institute of Technology, Cartago – Costa Rica*

<sup>1</sup> *Laboratoire d'hydrodynamique – Ecole Polytechnique, UMR CNRS 7646*

Reactive suspensions consist of large set of phoretic particles that catalyse chemical reactions generating concentration gradients and surface slip flows along their surfaces. The particles interaction lead to modifications in the effective properties of the suspension (e.g. viscosity) and also to the emergence of complex collective dynamics (e.g. clustering). Numerical simulations of these suspensions involve solving sequentially Laplace and Stokes problems around the particles, and are computationally expensive for large number of phoretic particles. In this work, we present a novel numerical framework called Diffusio-phoretic Force Coupling Method to model these systems which is significantly less costly than exact models, but more accurate than traditional far-field approaches. Once implemented in a parallelized efficient solver, we use it to analyze the micro-structure of semi-dilute suspensions and to characterize their collective motion.

## Présentations orales : Capillarity and Wetting Phenomena

### Simulation of multiphase flows and capillarity phenomena using the mixed and stabilized formulation of the Cahn–Hilliard–Navier–Stokes equations

Ali-Malek Boubaya, Aurélien Larcher, Elie Hachem

*CEMEF – MINES ParisTech, PSL Research University, UMR CNRS 7635*

The development of efficient methods to simulate complex multiphase flows with capillarity phenomena remains a challenge. Amongst interface-capturing methods the use of the phase-field approach [1] has gained attention for the simulation of large-scale industrial problems. In this contribution, we describe a recently developed mixed and stabilized formulation for the phase-field method in multiphase flows with capillarity phenomena. The Korteweg's theory of capillarity [2] favors the coupling of the Navier–Stokes equations, solved numerically by the Variational Multiscale Method [3], and the Cahn–Hilliard equations to well capture the interface separating the fluids using an implicit mixed formulation by the finite element method. Adaptive meshing is leveraged to improve accuracy. Details about the space discretization, the time marching scheme, and the adaptive anisotropic meshing criteria for these equations will be presented. The numerical method is implemented in a massively parallel finite element framework. A detailed convergence analysis of the solver is presented for verification and 2D and 3D tests cases, like the rising bubble case [4] and the dam-break case [5], are proposed for validation of the method, as well as comparison with specific benchmark cases using a level-set approach.

[1] J. W. Cahn, J. E. Hilliard, *J. Chem. Phys.* (1958) 28:258-267.

[2] H. Korteweg, *Archive Néerlandaises des Sciences Exactes et Naturelles* (1901).

[3] E. Hachem, S. Feghali, R. Codina, T. Coupez, *Comput. Struct.*, 122 (2013) 88–100.

[4] S. Hysing, S. Turek, D. Kuzmin, N. Parolini, E. Burman, S. Ganesan, L. Tobiska, *Intern. J. Num. Meth. Fluids* (2009) 60 :1259–1288.

[5] J.C. Martin, W. J. Moyce, W.G. Penney, A.T. Price, C Thornhill, *Phil.Trans. Royal Soc. London* (1952), 244 : 312-324.

### Pulling films or ligaments out of a viscous liquid bath : what's the difference ?

Benoît Scheid

*Université Libre de Bruxelles, TIPs laboratory – Belgium*

How high can a film or a ligament can be pulled out of a viscous liquid bath ? How much it depends on the pulling speed, the holder size and the liquid properties ? How decisive is the origin of the break-up mechanism ? These questions will be answered during the talk in light of both modelling and experimental results.

## Impact on a breath figure

Lorenzo Betti, Céline Cohen, Xavier Noblin

*Institut de Physique de Nice –UMR CNRS 7010, Université Cote d’Azur*

A breath figure describes the droplet pattern formed when a vapor condenses onto a surface. First, nanometric droplets of spherical cap shape are created by heterogeneous nucleation. When vapor is constantly provided (supersaturated atmosphere, cold enough surface...), this breath figure evolves with time, the average droplets radii increase. This evolution has been actively studied in the last decades, motivated by understanding nucleation effects [1], thin film vapor deposition, development of anti-dew surfaces and dew recovery system [2-3]. We present here the effect of a mechanical impact on a solid substrate supporting a breath figure. A falling spherical metallic ball impacts the top of the plate, the droplets being on its bottom part. We changed the drop height of the projectile and we observed at different locations the evolution of the breath figure with time and compared the droplets size distribution before and after impact with the droplet number reduction ( $D_{nr}$ ). We show that, for a given mean radius of the droplets, when the acceleration of the substrate exceeds a threshold, the final number of droplets starts to decrease and keeps on decreasing as acceleration is increased as shown on figure 1a. We interpret this result knowing that droplets vibrate, their contact line unpin above a threshold in acceleration [4], presenting oscillations of their radius which make them contact and coalescing with neighbours, as shown on figure 1b. The impact accelerates the natural aging of a breath figure. This could provide a new solution to increase the efficiency of dew recovery processes.

[1] Beysens, D. Dew Nucleation and Growth. *Comptes Rendus Physique*, 7 : 1082– 1100 (2006).

[2] Lee, A. et al. Water harvest via dewing. *Langmuir*, 28 : 10183–91 (2012).

[3] Garimella, M. M. et al. Difference in growth and coalescing patterns of droplets on bi-philic surfaces with varying spatial distribution. *J. Colloid Interf. Sci.*, 505 : 1065–73 (2017).

[4] X. Noblin, A. Buguin, F. Brochard-Wyart. Vibrated sessile drops : Transition between pinned and mobile contact line oscillations. *Europ. Phys. J. E*, 14, 395-404 (2004).

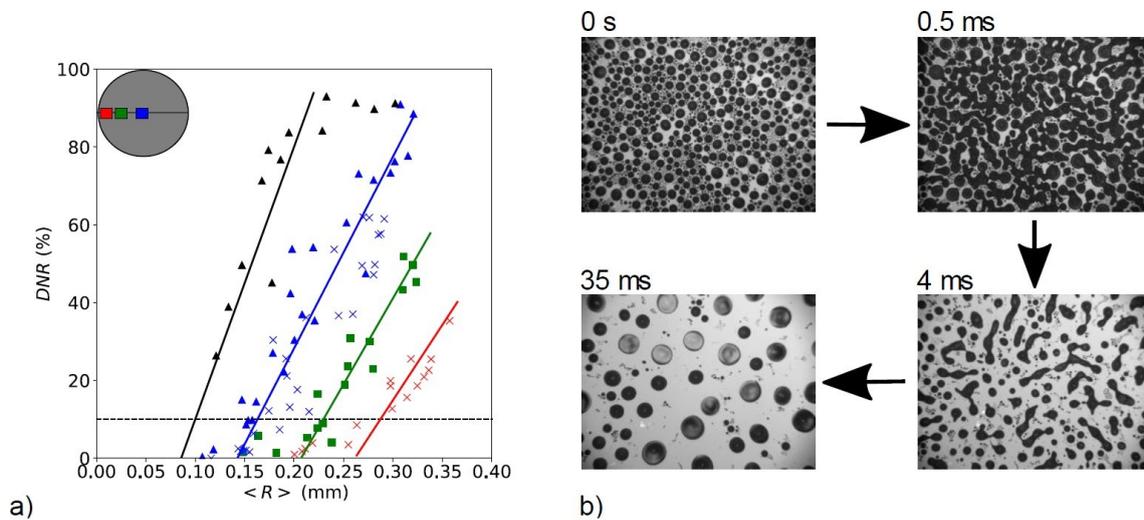


Figure 1: a) Droplet number reduction ( $D_{nr}$ ) as a function of the mean droplet radius under four different accelerations (colours). b) Images of the coalescence in a breath figure during an impact.

## Dew formation on soft surfaces

Ambre Bouillant, Jim Scheefhals, Jacco H. Snoeijer

*Physics of Fluids, University of Twente, The Netherlands*

Vapor molecules can nucleate and grow on cool substrates, provided the surrounding humidity is high enough. Dew formation has been extensively investigated both on rigid solids and on liquids. However, it remains elusive how the elasticity of the substrate affects the condensation process. Breath figures on soft, elastic, smooth on a nanometer-scale gels are found to differ significantly. Tuning the elastomers cross-linking density enables to vary the storage modulus. Although elasticity should be marginal at the nanometric scale at which drops form, the initial nuclei density markedly increases with the gel softness. The energy barrier to nucleation being sensitive to the drop contact angle, the influence of elasticity is accounted for the Young to Neumann's transition on soft gels. The growing dynamics that follow are rich. Neighbouring drops can then interact, in particular, attract each other through elastocapillary interactions. They gather into clusters that exhibit a reluctance to coalesce that we try to understand. This yields to a persistent 2D-foam like structure on very soft gels.

## Foam rise in a tube induced by the Laplace pressure

Alexis Commereuc<sup>1</sup>, Manon Marchand<sup>2</sup>, Frédéric Restagno<sup>1</sup>, Emmanuelle Rio<sup>1</sup>, François Boulogne<sup>1</sup>

<sup>1</sup> *Laboratoire de Physique des Solides – Université Paris-Saclay, UMR CNRS 8502*

<sup>2</sup> *Universität Freiburg – Switzerland*

The capillary ascension in a tube has been derived in pioneering works by Bell, Lucas and Washburn in the early of the 20<sup>th</sup> century by considering the viscous dissipation in the liquid flow driven by the capillary suction. Several studies focused on non-Newtonian fluids as well. In particular, Geraud et al. studied the rise of carbopol gels, a yield-stress fluid, and revealed that the dynamics is significantly influenced by the wall roughness [1]. We propose to study another type of yield stress fluid : a monodisperse liquid foam. The main- difference with carbopol gels relies on the lengthscale of the material structure compared to the tube size. For foams, the bubble size can be commensurable with the tube size and we show that this property leads to a different dynamics. By moving a tube into contact with the surface of a monodisperse foam, we observe the rise of soap film lamellae forming a so-called bamboo foam. The dynamics exhibits a stepwise ascension made of a continuous rise of the soap film train, each time a bubble goes in the tube, separated by pauses of uncorrelated duration. To describe the rising dynamics, we performed a model experiment consisting of a single bubble emptying at a tube mouth. We successfully described the time evolution of the system by considering the Laplace pressure and the Bretherton's friction force [2]. We generalized this approach to the case of foams, for which we varied experimentally the liquid fraction. Our measurements show that the foam dryness leads to an increased friction force. Besides the fact that the driving force is located at the bottom of the tube, in contrast with most of fluids, we expect that this study can be useful to better understand the motion of a foam in a porous media.

[1] A. A. Duarte, D. E. Strier, D. H. Zanette. The rise of a liquid in a capillary tube revisited : A hydrodynamical approach. *Amer. J. Phys.*, 64 : 413-418 (1996).

[2] F. P. Bretherton. The motion of long bubbles in tubes. *J. Fluid Mech.*, 10 :166– 188 (1961).

## Spreading and freezing : how solidification arrests contact lines

Rodolphe Grivet<sup>1</sup>, Antoine Monier<sup>2</sup>, Axel Huerre<sup>3</sup>, Christophe Josserand<sup>1</sup>, Thomas Séon<sup>2</sup>

<sup>1</sup> *LadhyX - Ecole Polytechnique*

<sup>2</sup> *Institut Jean Le Rond d'Alembert – Sorbonne Université, UMR CNRS 7190*

<sup>3</sup> *MSC – Université de Paris, UMR CNRS 7057*

The interaction between capillary flows and solidification plays a decisive role in many industrial and natural phenomena, such as aircraft icing, 3D printing or icefall genesis. In these situations, the flow spatial boundary conditions are determined by the solidification process, giving rise to very particular geometries. Nonetheless, the mechanism behind the arrest of a contact line due to solidification is yet still unclear. To elucidate the physics behind this phenomenon, we experimentally investigate the spreading of a water drop over a cold surface, below water freezing temperature. In agreement with literature, we find that the colder the substrate, the faster the drop gets arrested. We also validate the fact that solidification does not affect the spreading dynamics prior to the arrest : the wetting radius follows a 1/2 power law in time, corresponding to the inertial-capillary regime. In situ visualisation of the ice front at the water/substrate interface evidences that ice grows in crystal-like shapes. The growth rate of these crystals determines the velocity at which the contact line will stop, and hence the final radius of the deposit : the spreading stops when the crystals catch the contact line. We finally emphasize that the crystals growth rate is strongly influenced by the heat flux at the ice/substrate interface, and hence very different from dendritic growth in bulk undercooled water.

## Freezing a foam

Krishan Bumma<sup>1</sup>, Thomas Séon<sup>1</sup>, Christophe Josserand<sup>2</sup>, Juliette Pierre<sup>1</sup>, Axel Huerre<sup>3</sup>

<sup>1</sup> *Institut Jean Le Rond d'Alembert, Sorbonne Université, UMR CNRS 7190*

<sup>2</sup> *Laboratoire d'hydrodynamique – Polytechnique - X, UMR CNRS 7646*

<sup>3</sup> *MSC – Université de Paris, UMR CNRS 7057*

Foam solidification is of major interest as an ideal candidate to study the freezing dynamics of a multi-scale object and also as a promising path in the design of new metamaterials. Here, we present an experimental and theoretical study on the solidification of a slab of liquid foam. A foam of controlled liquid fraction (between 5 and 15%), with a bubble size around 100  $\mu\text{m}$  in diameter is produced. We use fluorinated gas C6F14 and a concentration of surfactant (SDS at 5 g/L) so that the foam is stable under normal conditions for several tenth of minutes. In a typical experiment, a column of such a foam is placed on a copper substrate held at temperatures between -20 and -80°C with a liquid nitrogen bath. A solidification front advances through the foam from the bottom, following a classical Stefan law  $h_f(t) = \sqrt{Dt}$  at early times.  $D$  is an effective heat diffusion coefficient in the frozen foam, which we found smaller than the one in pure ice. Surprisingly, it does not vary with the liquid fraction, a consequence of the insulating property of the air in the bubbles. Its dependence with the bubble size is also explored. Moreover, the foam-air interface at the top of the column collapses during the freezing experiment while it does not evolve if resting at ambient temperature. A measurement of the air-content in the solidified slab show an enrichment of liquid of a factor 2 at least. The freezing process drains water toward the solidification front, similarly to the frost heave mechanism (the presence of the solid decreases the pressure through the Clapeyron effect).

## Deformation of thin elastic ribbons in quasi-2D foam columns

Manon Jouanlanne, Jean Farago, Antoine Egele, Wiebke Drenckhan-Andreatta, Aurélie Hourlier-Fargette

*Institut Charles Sadron, Université de Strasbourg, CNRS UPR 22*

Liquid foams usually exhibit well-defined structural features. In the low-density limit, bubble arrangements are governed by Plateau's laws : throughout the foam, three films meet at 120 degrees forming a liquid channel, referred to as Plateau border, and four Plateau borders meet in a tetrahedral geometry [1]. Confining bubbles into tubes to form foam columns leads to periodically ordered foam structures which are controlled by the ratio of tube width to bubble diameter [2]. Such foam columns are particularly well-suited to investigate quantitatively their interaction with deformable objects. It was shown that the competition between elasticity and capillarity allows to assemble, orient or spontaneously bend slender elastic structures [3].

We are interested in elastomeric ribbons which deform under the action of capillary forces in periodically ordered foam. More precisely, we consider a model experiment, consisting of the so-called "staircase" structure formed in a square section tube where bubbles of equal volume are rearranged in a staggered pattern [4]. This quasi-2D structure has central soap films connected with 120° angles, in which we introduce elastic ribbons of different bending rigidities. We focus on the elasto-capillary interactions between the ribbons and the periodically ordered foam to find out which parameters lead to the deformation of the ribbon (capillarity dominated) or to the deformation of the foam (rigidity dominated). Using X-ray micro-tomography, we quantify the equilibrium shapes of the quasi-2D foam/ribbon systems. We provide a detailed analysis of the ribbon profile, that compares well with theoretical predictions in the whole range of bending rigidities.

Finally, we discuss proof-of-concept experiments showing that such setup can be used as a method to mold materials with characteristic shapes and curves imprinted by the foam structure.

[1] Cantat I, Cohen-Addad S, Elias F, Höhler R, Pitois O, et al. *Foams - Structure and Dynamics*. Oxford University Press (2013).

[2] Pittet N, Rivier N, Weaire D. Cylindrical packing of foam cells. *Forma* 10, 10 :65–73 (1995).

[3] Roman B, Bico J. *J. Phys. Cond. Matter*, 22, 493101 (2010).

[4] Hutzler S, Barry J, Grasland-Mongrain P, Smyth D, Weaire D. Ordered packings of bubbles in columns of square cross-section. *Colloids Surf A*, 344 : 37–41 (2009).

## Solidification of water rivulets

Antoine Monier<sup>1</sup>, Axel Huerre<sup>2</sup>, Thomas Séon<sup>1</sup>, Christophe Josserand<sup>3</sup>

<sup>1</sup> *Institut Jean Le Rond d'Alembert – Sorbonne Université, UMR CNRS 7190*

<sup>2</sup> *MSC lab, Université de Paris*

<sup>3</sup> *LadhyX - Ecole Polytechnique*

We experimentally and theoretically explore the freezing of a water capillary river flowing down an inclined plane cooled at subzero temperatures. The rivulet is formed by continuously feeding an initial water drop with a syringe pump. When it starts flowing, the drop leaves behind a water thread that starts to solidify. At this time, transverse to the flow direction, we observe a peculiar phenomena: the water film dewets the ice previously formed. This phenomenon lasts a few seconds and eventually the water stops retracting: a first steady state is obtained. After that, the rest of the ice growth takes place orthogonal to the cooled substrate. Ice growth is very fast at first, then slows down and finally converges to a second steady state, after a few minutes, where no more ice forms. Indeed, water continues to flow on top of the ice previously formed without solidifying anymore. All these observations can be rationalised with heat transfer and wetting arguments and the models compare well to our measurements performed with highspeed imaging and thermal camera.

## Superhydrophobic surfaces: contact line dynamics

Amandine Lechantre, Lorenzo Betti, Yann Bouret, Xavier Noblin, Céline Cohen

*Institut de Physique de Nice – UMR CNRS 7010, Université Côte d’Azur*

Superhydrophobic surfaces feature remarkable water repellency which are widely known to be governed by a combination of roughness at the micro/nano scale and low surface energy. Textured superhydrophobic surfaces have been the center of intensive research in the last 25 years, in particular, about surface microfabrication methods or in the static regime. However, the contact line dynamics on those surfaces remains weakly explored. The role of the apparent advancing and receding contact angles dependencies with contact line speed has yet to be explained. This study aims to investigate the dynamical wetting properties of textured surfaces at the different scales involved in this phenomenon. We used the capillary bridge technique to explore large surfaces (centimetric) [1] and a sessile drop setup for the microscopic contact line shape on pillars.

We have shown recently that capillary bridge technique is an effective way to measure advancing and receding contact angles as function of contact line speed, for microtextured surfaces without edge effect (Fig. 1a) [2]. Even more recently, we have implemented this setup to study more precisely the contact line morphology over time during contact line motions (Fig. 1b).

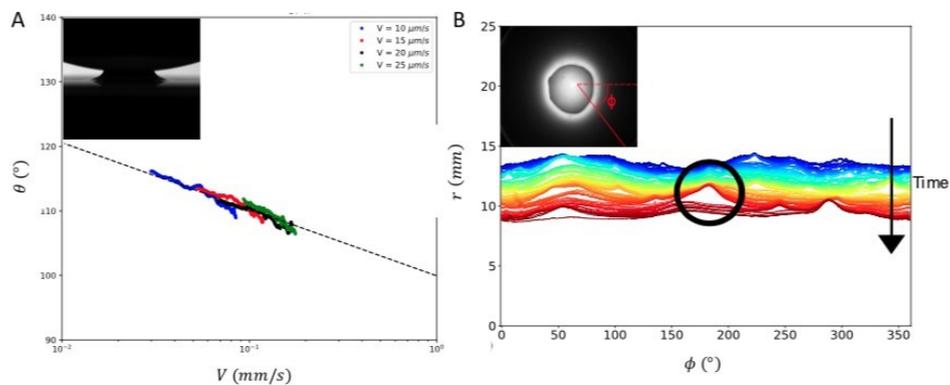


Figure 1: Measurement provided by the improved capillary bridge technique. (a) Receding contact angle on a textured superhydrophobic surface as function of contact line speed. Three colors correspond to three different pull-off speeds of the substrate. (b) Radial analysis of the contact line position over time. The black circle highlights the effect of a defect.

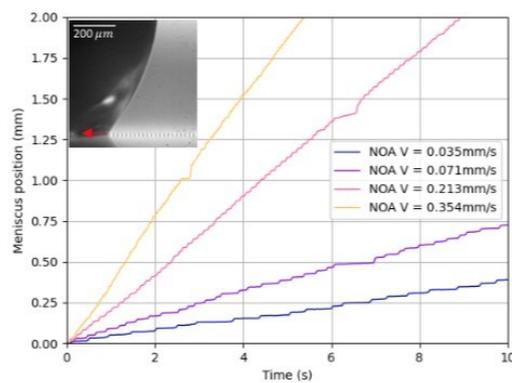


Figure 2: Meniscus position of a water drop on a superhydrophobic surface (silanized NOA square pillars, 25  $\mu\text{m}$  in height and 20  $\mu\text{m}$  diameter, spaced by 20  $\mu\text{m}$ ) over time for different drop velocities.

To complete these measurements, we have mounted a sessile drop setup on a microscope to study the contact line dynamics at micropillars scale. Here we aim to explore contact line shape when it advances and recedes on micropillars (Fig. 2), as the effect of those local deformations on macroscopic contact angles.

[1] Restagno F., Poulard C., Cohen C., Vagharchakian L., L’eger L., *Langmuir*, 25, 11188- 11196 (2009).

[2] Cohen C., Bouret Y., Izmaylov Y., Sauder G., Forestier E., Noblin X., *Soft Matter*, 15, 2990-2998 (2019).

## Toward magnetically driven superhydrophobic and slippery surfaces

Sarra Nouma, Jerome Fresnais

*Physicochimie des Electrolytes et Nanosystèmes Interfaciaux – Sorbonne Université, UMR CNRS 8234*

Lotus leaves are the most iconic example of superhydrophobic surfaces, exhibiting nanoscale and micrometric roughness covered with wax, that give the leaves their self-cleaning properties [1]. The pitcher plant is one of the most known examples of natural slippery surfaces where the roughness is covered by a non-wetting fluid. The project ANR MADNESS aims at analyzing superhydrophobic and slippery states under magnetic actuation, using arrays of magnetic elastic pillars potentially wetted with a magnetic hydrophobic oil. Classical methods of microfabrication are developed using dry photoresists films that ensure a more reliable deposition of the resin on a wafer. Pillars with aspect ratio up to nearly 8 are produced. The flexible and magnetic pillars are then obtained by means of a PDMS counter-mold [2]. Once the pillars were obtained, their geometric characteristics were determined (image analysis), as well as their trajectories (image sequence analysis). In appropriate cases, a high-strength magnetic field can induce interactions between the pillars, which greatly modifies their trajectories [3].

Regarding slippery surfaces, we have experimented the impact of the imbibition of a highly viscous hydrophobic silicon oil made with iron oxide nanoparticles covered with a functional silicon block copolymer (namely poly-dimethylsiloxane-b-aminopropylmethylsiloxane) [PDMS-co-APMS] [4]. We can then follow the evolution of the wetting of the magnetic oil front as a function of time and at the same time the pillar movements [5]. When the oil front passes around a pillar, it is possible to see its trajectory changing over time, without changing its movement amplitude.

[1] J. L. Digabel, N. Biais, J. Fresnais, J.-F. Berret, P. Hersen, B. Ladoux, *Lab Chip*, 11, 2630 (2011).

[2] Z. Yang, J. K. Park, S. Kim, *Small*, 14, 1702839 (2018).

[3] D.-M. Drotlef, P. Blümmler, P. Papadopoulos, A. del Campo, *ACS Appl. Mat. Interf.*, 6, 8702 (2014).

[4] L. Wang, C. Gao, Y. Hou, Y. Zheng, L. Jiang, *J. Mater. Chem. A*, 4, 18289 (2016).

[5] T. Wong et al., *Nature*, 477, 443 (2011).

## Wetting at the nanoscale: molecular desorption induced by a moving contact line

Sylvain Franiatte, Philippe Tordjeman, Thierry Ondarçuhu

*IMFT, CNRS, Université de Toulouse*

It is well established that the wetting properties of a surface by a given liquid largely depend on the topographic and chemical nature of the substrate, down to the nanometer scale. The coupling with the liquid can also trigger a modification of the substrate properties leading to complex situations of adaptative wetting [1]. The interplay between the substrate modification and the dynamics of the drop is an open question in wetting science, which requires new specific experiments at the molecular scale. Atomic force microscopy (AFM) is a unique tool to study the dynamics of contact line or nano-meniscus at the nanometer scale. The monitoring of the capillary force exerted by the liquid on a nano-needle carved at the apex of the AFM tip allows measurement of surface energy, pinning on individual defects [2] or dissipation in a nano-meniscus [3]. In a recent study [4], we monitored the change of surface wettability when the tip is continuously dipped and withdrawn from the liquid a large number of times. We demonstrate that this leads to a change of the wettability of the surface while keeping the topography intact. Since the initial surface can be recovered when left in air, we interpret this behavior as a desorption of airborne contaminants by the liquid. Interestingly, using specific experiments, we unambiguously demonstrate that the desorption of physically sorbed molecules is induced at the contact line. The mechanism of molecules desorption is directly determined by the capillary force exerted at the contact line on the molecules. We also emphasize the potential of AFM to clearly decouple the effects of topographical and chemical defects and monitor, with a subsecond time resolution, the dynamics of molecules adsorption on a surface.

[1] Butt, H.-J. et al., *Langmuir*, 34 (2018) 11292.

[2] Delmas M. et al., *Phys. Rev. Lett.*, 106 (2011) 136102.

[3] Mortagne C. et al., *Phys. Rev. Fluid*, 2 (2017) 102201.

[4] Franiatte S. et al., *Phys. Rev. Lett.*, 107 (2021) 065501.

## Drop impact on thin film: mixing, thickness variations and ejections

Justine Parmentier<sup>1</sup>, Vincent Terrapon<sup>2</sup>, Tristan Gilet<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Microfluidics lab (Université de Liège) – Belgium

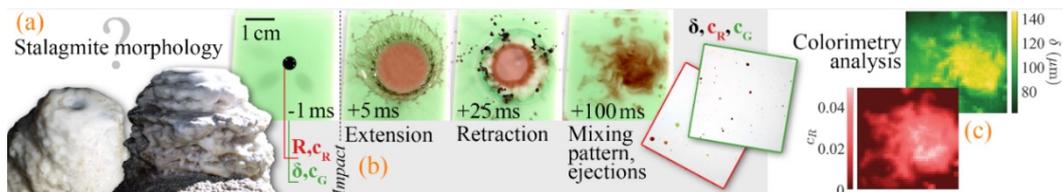
<sup>2</sup> University of Liege – Belgium

Stalagmites of all shapes and sizes (Fig. 1a) grow on the floor of caves by precipitation of calcium ions. These ions are found in the residual water film covering the top of the stalagmite, which is progressively drained away at the same time. Drops dripping from stalactites ensure the renewal of these ions and of the liquid film. Over short timescales, the distribution of calcium ions, which dictates subsequent stalagmite growth rate and morphology, is affected by the way drops impact this film. The residual film thickness  $\delta$  varies in time and space in response to both drop impacts and drainage. It is of the order of  $[50, 500] \mu\text{m}$  thus  $\delta/R \ll 1$ , where  $R = 2.6 \text{ mm}$  is the drop radius [1]. Cave ceiling heights sometimes reach several tens of meters, yielding impacting drop velocities to range in  $[1, 10] \text{ m/s}$ . High velocity drop impacts on very thin, miscible films have been described in [2, 3]. They are mostly characterized by i) prompt splash accompanied by a large amount of secondary droplet ejections before and during the jetting phase, ii) a crown inclined at a small angle with the horizontal, developing and fragmenting in a similar manner as on a dry wall, iii) a retraction phase (Fig. 1b). The latter is not similar to that of impacts on a dry wall and does not yield the formation of a large Worthington jet as for drop impacts on a deep bath either, although for larger values of  $\delta$  a collapse on the crown with air entrapment causing the apparition of a bubble can already be observed. The retraction phase is at the very heart of the film thickness variability post-impact. We investigate how this film thickness is affected, as well as how would ions be redistributed in the solution following the impact. We proceed by recording high-speed impacts on films of controlled thickness in a lab environment. By using two different colors for the drop and the film and applying a colorimetry technique (Fig. 1c), we assess the mixing between the drop and the film. We also measure the film thickness  $\delta$  right after impact in all points from the impact position up to the unperturbed free surface, and deduce how much liquid would be added following one impact. In a second time, we collect and take pictures of post-impact ejections in an area of radius 100 times larger than  $R$  (Fig. 1b). Based on the same technique, we evaluate which ejected proportion comes from either the drop or the film. We finally relate all these parameters to the various regimes observable in situ.

[1] J. Parmentier, S. Lejeune, M. Maréchal, F. Bourges, D. Genty, V. Terrapon, J.-C. Maréchal, T. Gilet, *Proc. Roy. Soc. A*, 475, 2231 (2019).

[3] G. Cossali, A. Coghe, M. Marengo, *Exp. Fluids*, 22 (1997).

[4] N. Ersoy, M. Eslamian, *Phys. Fluids*, 31, 012107 (2019).



## Drop motion on a swellable fiber

Suzie Protière, Pierre Van De Velde, Camille Duprat, Julien Dervaux

Institut Jean Le Rond d'Alembert – Sorbonne Université, UMR CNRS 7190

When a fluid starts to imbibe a fibrous material, three phenomena can be observed at various scales: a fluid front which can usually be described by Darcy's law, the deformation of the fibers and finally the swelling of the individual fibers. In this talk we will focus on the behavior of neighboring drops placed on swellable fibres. We find that when two drops are placed far apart from each other they each swell a portion of the fiber independently and the tension within the fiber decreases. However, when the drops are placed next to each other, the two swollen regions merge thus modifying the dynamics of absorption. The drops can interact via the swollen regions of the fiber, which induces some surprising drop motion. We explain this behavior by the oversaturation of the swelling in the fiber and call this phenomenon "deswelling". We propose a linear poroelastic model to predict the absorption dynamics and when the "deswelling" occurs.

## Surfactants kill the bubble bursting jet

Juliette Pierre, Mathis Poujol, Thomas Séon

*Institut Jean Le Rond d'Alembert – Sorbonne Université, UMR CNRS 7190*

Sea spray aerosol is a crucial mechanism in the ocean-atmosphere exchange. Bubble bursting at the surface of the sea water is the main source of those tiny droplets. The mechanisms underlying the droplets production have been intensively studied for homogeneous liquid, and the influence of the bubble size and liquid parameters has been unified [1]. But what happens for complex liquid ? Despite the diversity of the surfactant molecules present in the oceans, their influence has been overlooked. Surfactant molecules change the static surface tension, but this is not their only action. Indeed, as they are inhomogeneously distributed in the liquid, they migrate continuously from the liquid-gas interface to the liquid bulk, and the time scale of these rearrangements is comparable to that involved in the bubble burst. In this presentation we will show that the concentration of sodium dodecyl sulfate (SDS) can drastically change the dynamic of the cavity collapse, turn off the jet and thus prevent the drop production.

[1] A. Berny, L. Deike, T. Séon, S. Popinet, Role of all jet drops in mass transfer from bursting bubbles, *PRF*, 5, 3 (2020).

## Coupled flow and surfactant dynamics in sheared 2D foam simulations

Yedhir Mezache<sup>1</sup>, François Detcheverry<sup>1</sup>, Peter Spelt<sup>2</sup>, Bastien Di Pierro<sup>2</sup>, Anne-Laure Bianco<sup>1</sup>, Marie Le Merrer<sup>1</sup>

<sup>1</sup> *Institut Lumière Matière, Université Claude Bernard Lyon 1, UMR CNRS 5306*

<sup>2</sup> *Laboratoire de Mécanique des Fluides et d'Acoustique (LMFA) – UMR CNRS 5509, Université Claude Bernard - Lyon I, Ecole Centrale de Lyon, Institut National des Sciences Appliquées - Lyon*

Liquid foams are dispersions of gas bubbles in a surfactant solution. They are also yield-stress fluids, intermediate between solids and liquids, used in various applications for their large specific area, light weight, and insulating properties. In particular, their stability and rheology strongly depend on the type of surfactants used to generate them. To link these macroscopic properties to the microscopic dynamics at the bubble and surfactant scale, we investigate bubble rearrangements, called T1 events, under shear through numerical simulations. We use a level-set method adapted to take into account the coupled flow and surfactant dynamics [1] and investigate the role of the adsorption depth, a measure of surfactant distribution between the bulk and surface, on surfactant transport and dissipation due to viscous and surface (Marangoni) effects. We discuss possible interpretation in terms of simplified models.

[1] Titta et al. *J. Fluid Mech.* (2018)

## Présentations orales : Machine Learning for Fluid Mechanics

### Swimming gait optimized by Machine Learning

Li Fu<sup>1</sup>, Jesus Sanchez Rodriguez<sup>1</sup>, Christophe Raufaste<sup>1,2</sup>, Médéric Argentina<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Université Côte d'Azur, Institut de Physique de Nice, UMR CNRS 7010

<sup>2</sup> Institut Universitaire de France – Ministère de l'Éducation Nationale, de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche

Swimmer's locomotion is usually modeled as a balance of kinematic forces, driven by the imposed body deformation and surrounding fluid environment. The possible swimming gaits, often observed in a sinusoidal form, are assumed to be selected by the swimming target and the energy efficiency. However, for other swimming gaits such as intermittent ones, the underlying mechanism is still unclear. On the other hand, the field of fluid mechanics progresses rapidly thanks to the unprecedented experimental data and advanced simulations. Machine Learning techniques play a pivotal role in data treatment and help to model fluid systems. Here we use the Reinforcement Learning (RL) technique, both in simulations and in real experiments, to optimize the swimming strategies. The RL method gives very similar results in the simulation to those obtained from analytical solutions. It shows further advantages in real world experiments by enabling a biomimetic fish robot to learn from its environment and to update its swimming strategies. This gives new insights into the future underwater vehicles design.

### Learning pursuing and evasion strategies at low Reynolds number

Massimo Cencini<sup>1</sup>, Francesco Borra<sup>2</sup>, Luca Biferale<sup>3</sup>, Antonio Celani<sup>4</sup>

<sup>1</sup> Istituto Sistemi Complessi, CNR [ROME] – Italy

<sup>2</sup> University Sapienza Rome – Italy

<sup>3</sup> University Tor Vergata Rome – Italy

<sup>4</sup> ICTP, Trieste – Italy

We investigate an idealized prey-predator problem in a low Reynolds hydrodynamic environment using reinforcement learning techniques. The problem is formalized in a game theoretic framework. Two microswimmers (the agents) - the pursuer (predator) and the evader (prey) - play the following game : the pursuer has to capture the evader in the shortest possible time and the latter to stay away from its predator as long as possible. The game terminates either upon capture (pursuer wins) or if the game duration exceeds a given time (evader wins). To accomplish its goal each agent is equipped with limited steering abilities and is capable to sense the hydrodynamic disturbances generated by the swimming opponent, which provides only partial information on its position and direction of motion. Such hydrodynamic disturbances also modify the motion of the microswimmers, making the environment dynamically complex. We show that learning through reinforcement both agents find non-trivial and co-evolving (with the learning process) strategies to accomplish their goals. This work offers a proof-of-concept for the use of Reinforcement Learning to discover prey-predator strategies in aquatic environments.

F. Borra, L. Biferale, M. Cencini, A. Celani. Reinforcement learning for pursuit and evasion of microswimmers at low Reynolds number. *arXiv* :2106.08609 (2021).



## Only Lyon Rhéologie !

**Workshop (27 et 28 janvier 2022)**

**Organisé par Thibaut Divoux, Philippe Connes & Phillippe Cassagnau**

**Avec le soutien de l'ENS de Lyon, du Groupe Français de Rhéologie,  
de l'Université Lyon 1 & de TA Instrument**

Le workshop "Only Lyon Rheology" s'est déroulé en distanciel les 27 et 28 janvier 2022 avec le soutien du Groupe Français de Rhéologie, de l'ENS de Lyon, de l'Université Claude Bernard Lyon 1 et de TA instrument. Cet événement, qui a réuni plus d'une centaine de participants, a offert une vue d'ensemble des activités expérimentales et théoriques ayant trait à la rhéologie sur les sites de Lyon et de St-Etienne. Le workshop était divisé en cinq sessions intitulées (i) Procédés et fabrication de matériaux, (ii) Rhéologie des systèmes biologiques, (iii) modélisation des fluides complexes, (iv) méthodes expérimentales et (v) rhéologie interfaciale, écoulement confiné et glissement. Les divers exposés ont permis d'identifier des problématiques transverses, d'intérêt commun aux différents laboratoires représentés. Celles-ci comprennent par exemple le développement de techniques originales, ou encore le lien entre le comportement rhéologique de suspensions, de pâtes et de gels, et la nature des interactions microscopiques entre les constituants qui les composent. Les discussions ont fait émerger de grands défis pour les sites de Lyon/St-Etienne, tels que la mesure des propriétés viscoélastiques des caillots sanguin au cours de leur formation, le contrôle de la microstructure des gels colloïdaux en appliquant des conditions temporelles de cisaillement soigneusement choisies, ou encore la modélisation des lois de puissance qui caractérisent la réponse viscoélastique des tissus biologiques mous. Cette manifestation sera pérennisée sous la forme d'une à deux réunions annuelles d'une journée sur un thème précis. Ces journées auront lieu sur l'un des sites de Lyon/St-Etienne, permettant de consolider la synergie entre les différents laboratoires du site. Les deux thématiques pressenties pour ces prochaines rencontres sont les gels supramoléculaires et la rhéologie du sang.

Les organisateurs tiennent à remercier l'ensemble des participants à ce workshop pour leur participation active aux différentes discussions scientifiques. A très bientôt !

## SESSION 1 - PROCÉDES ET FABRICATION DE MATERIAUX

### Rhéologie des systèmes polymériques avec interactions dynamiques

Jean-Charles Majesté

*Ingénierie des Matériaux Polymères, UMR CNRS 5223, UJM, Campus Métare, 42023 Saint-Etienne.*

Lorsque des liaisons non covalentes existent dans un système polymérique, de nouvelles et diverses propriétés globales émergent, liées à la nature dynamique des interactions intra ou inter-chaînes. Ces liaisons sont principalement introduites par modification chimique sur des macromolécules à architecture contrôlée par une chimie supramoléculaire, mais peuvent aussi exister nativement comme dans le cas de polymères naturels (polysaccharides, protéines, etc.). L'un des avantages les plus attrayants et les plus pratiques de l'ajout de liaisons dynamiques est la réversibilité et le caractère dynamique de la structure polymérique induite, qui leur permet d'être à l'origine de matériaux adaptatifs intelligents, sensibles aux stimuli, auto-cicatrisants, optoélectroniques, biocompatibles, etc. Parmi les interactions que l'on retrouve, on peut citer les liaisons hydrogène, ioniques, métal ligand, hôte-invité,  $\pi$ - $\pi$ .

Parce qu'elle est capable de détecter les mouvements moléculaires à toute échelle et sur une large plage de température, la rhéologie fournit des outils expérimentaux et théoriques puissants pour étudier ces systèmes dynamiques et faire la lumière sur les mécanismes sous-jacents.

Nous présenterons ainsi une série d'études sur des systèmes comprenant des interactions dynamiques de différente nature (ioniques, hydrogène, etc.). Nous exposerons la variété des comportements rhéologiques observés associés à la structure des chaînes et la nature des interactions présentes. Nous démontrerons l'apport de la rhéologie pour confirmer les mécanismes chimiques, préciser la dynamique moléculaire particulière de ces systèmes, optimiser leur mise en forme et, dans certains cas, modéliser leur association dynamique.

### Shear-induced memory effects in boehmite gels

Iana Sudreau

*IFP Energies Nouvelles, Rond-point de l'échangeur de Solaize, BP 3, 69360 Solaize*

*Univ Lyon, Ens de Lyon, Univ Claude Bernard, CNRS, Laboratoire de Physique, 69342 Lyon*

Colloidal gels are formed by the aggregation of Brownian particles into clusters that are, in turn, part of a space-spanning percolated network. In practice, the microstructure of colloidal gels, which dictates their mechanical properties, strongly depends on the particle concentration and on the nature of their interactions. Yet another critical control parameter is the shear history experienced by the sample, which controls the size and density of the cluster population, via particle aggregation, cluster breakup, and restructuring. Here, we investigate the impact of shear history on acid-induced gels of boehmite, an aluminum oxide. We show that following a primary gelation, these gels display a dual response depending on the shear rate  $\dot{\gamma}_p$  used to rejuvenate their microstructure. We identify a critical shear rate  $\dot{\gamma}_c$ , above which boehmite gels display a gel-like viscoelastic spectrum upon flow cessation, similar to that obtained following the primary gelation. However, upon flow cessation after shear rejuvenation below  $\dot{\gamma}_c$ , boehmite gels display a glassylike viscoelastic spectrum together with enhanced elastic properties. Moreover, the nonlinear rheological properties of boehmite gels also differ on both sides of  $\dot{\gamma}_c$ : weak gels obtained after rejuvenation at  $\dot{\gamma}_p > \dot{\gamma}_c$  show a yield strain that is constant, independent of  $\dot{\gamma}_p$ , whereas strong gels obtained with  $\dot{\gamma}_p < \dot{\gamma}_c$  display a yield strain that significantly increases with  $\dot{\gamma}_p$ . Our results can be interpreted in light of the literature on shear-induced anisotropy, which accounts for the reinforced elastic properties at  $\dot{\gamma}_p < \dot{\gamma}_c$ , while we rationalize the critical shear rate  $\dot{\gamma}_c$  in terms of a dimensionless quantity, the Mason number, comparing the ratio of the strength of the shear flow with the interparticle bond force.

## La gestion des fluides non-newtoniens : un verrou au cœur du développement de procédés

Marion Servel

IFPEN, Rond-point de l'échangeur de Solaize, BP 3, 69360 Solaize

Les fluides non-newtoniens sont présents dans de nombreuses applications traitées à l'IFPEN. Ils sont un verrou à la fois dans la gestion directe des unités industrielles et dans le développement de nouveaux procédés. Ces deux phases nécessitent l'usage de modèles pour optimiser la conduite du procédé. Les dimensions des procédés en jeu (d'environ 100 L jusqu'à plusieurs m<sup>3</sup>), couplés à la complexité des phénomènes physicochimique des fluides non-newtoniens, représentent un réel verrou dans la modélisation, puis dans la conduite des procédés.

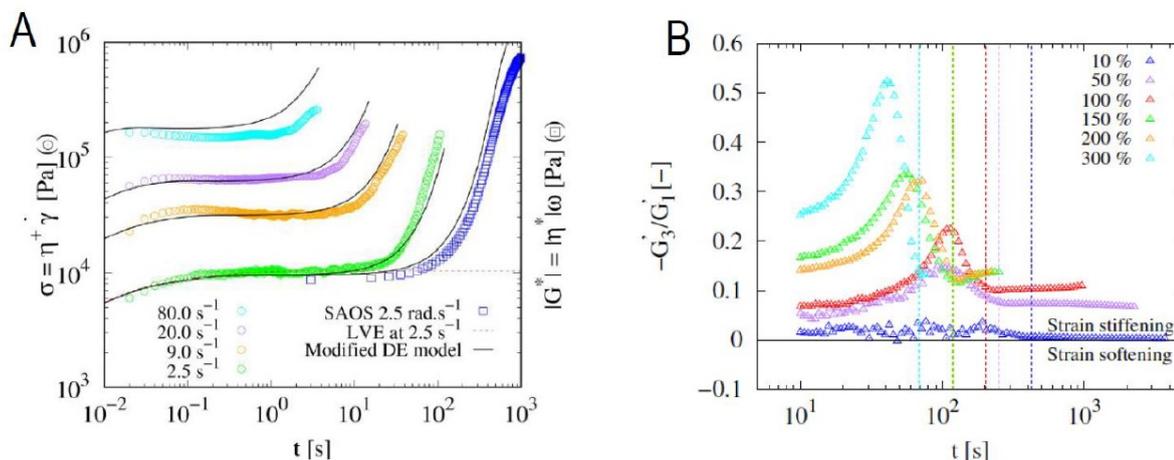
Des collaborations scientifiques régionales et internationales sont déjà en cours pour traiter des sujets de fond de l'IFPEN, comme la synthèse de matériau par exemple. De nombreuses collaborations sont à développer pour relever des défis technologiques abordés plus récemment, par exemple à travers le recyclage des plastiques dont les procédés d'agitation ou d'extraction sont polyphasiques, avec une rhéologie non constante au cours du temps.

## Flow induced crystallization of a multi-block copolymer under steady shear and LAOS solicitations

M. Nébouy, A. de Almeida, J. Morthomas, C. Fusco, L. Chazeau, G.P. Baeza

MATEIS, INSA-Lyon

We propose to extend the well-known Doi–Edwards theory to model the viscosity divergence caused by shear-induced crystallization occurring upon startup flow experiments in segmented block copolymers (Figure 1A) [1]. Unlike models such as Convective Constraint Release in which the chain relaxation is accelerated by the shear, we propose to increase the final relaxation time of the polymer within the memory function to take into consideration the progressive association of the hard-segments. To this aim, we make use of the Avrami equation in which we parametrize the crystallization rate to depend on the shear rate in a linear way. In this context and contrary to what is generally proposed for supramolecular polymers, we consider the hard-segments aggregation as an irreversible process (infinite lifetime) due to the crystalline nature and the high-functionality of the resulting topological nodes. The exponential trend of the Avrami process is then validated by stress relaxation experiments performed at different levels of strain. We further apply our model to fit data measured at different temperatures, well-confirming the development of hard-segments' crystallites from the very first stages of the isothermal shearing process. Last but not least, we show similar shear induced crystallization effects in LAOS, where a careful FT analysis enables to extract structural information (Figure 1B) that we correlate with SAXS/WAXS data [2].



[1] Nébouy, M., et al., Modeling shear-induced crystallization in startup flow: The case of segmented copolymers; *J. Rheol.*, 63, 837-850 (2019).

[2] Nébouy, M. et al., Flow-induced crystallization of a multiblock copolymer under large amplitude oscillatory shear: Experiments and modeling; *J. Rheol.*, 65, 405-418 (2021).

## **Prise d'une mousse minérale : cinétique chimique et solidification de la structure**

Marie Le Merrer

*Université de Lyon, Université Claude Bernard Lyon 1, CNRS, Institut Lumière Matière, 69622, Villeurbanne*

Les mousses minérales obtenues par incorporation d'air dans un liant hydraulique (ciment, plâtre, etc) permettent d'obtenir des matériaux intéressants pour leur légèreté, leur porosité et leur pouvoir isolant. Ces propriétés sont en partie déterminées par la morphologie des pores, elle-même fixée par la compétition entre la déstabilisation de la mousse fraîche et la dynamique de prise, qui s'effectue par dissolution-précipitation. Pour comprendre comment cette dynamique est affectée par la géométrie de la mousse et le procédé de foisonnement, nous combinons des mesures de spectroscopie Raman et de tailles de bulles par imagerie pour suivre et comparer la réaction chimique d'hydratation et la solidification de la structure de la mousse.

## **Les co-malaxeurs comme outils de mélange des polymères fondus**

Christian Carrot

*Ingénierie des Matériaux Polymères, UJM, Campus Métare, 42023, Saint-Etienne*

Pour leur conférer des propriétés fonctionnelles nouvelles, les polymères sont souvent mélangés à des additifs organiques ou minéraux dispersés ou avec d'autres polymères. Le mélange est alors réalisé en amenant les polymères à l'état fondu ou plastique et en assurant à la fois la dispersion et la distribution des phases en présence. Compte tenu de la viscosité élevée des polymères à l'état liquide, et pour assurer le mélange en continu, des outillages particuliers doivent être utilisés. La viscosité élevée se traduit aussi par une dissipation d'énergie qui peut conduire à des échauffements indésirables, pouvant conduire à la dégradation du polymère. Des outils d'extrusion spécifiques et modulaires sont donc utilisés pour le mélange et l'additivation des polymères : les extrudeuses double vis et les co-malaxeurs (traduction abusive du nom allemand initial « Ko-Kneter », pour malaxeur continu). Ces derniers sont des extrudeuses monovis spéciales combinant un mouvement de rotation et un mouvement de translation à l'origine d'effets convectifs forts. Le fonctionnement de ces co-malaxeurs sera expliqué et des résultats expérimentaux montreront comment cette cinématique favorise les effets distributifs. La rhéologie appliquée aux procédés permet de mieux comprendre comment la géométrie particulière de ces systèmes permet aussi de limiter l'auto-échauffement et ses effets. La comparaison avec les autres familles de mélangeur sera proposée.

## **SESSION 2 - RHEOLOGIE DES SYSTEMES BIOLOGIQUES**

### **Rhéologie des tissus biologiques mous**

Stéphane Nicolle

*Laboratoire de Biomécanique et Mécanique des Chocs, Université Eiffel - Campus de Lyon, 69675 Bron*

La caractérisation mécanique des tissus biologiques mous est une phase de recherche importante dans le développement d'outils numériques, tels que par exemple les modèles par éléments finis de l'être humain destinés aux crash-tests ou encore les simulateurs du geste chirurgical, de plus en plus utilisés dans le domaine des transports et de la santé. Le réalisme des modèles d'un point de vue mécanique et haptique va en effet dépendre étroitement de la qualité des lois de comportement des différents tissus impliqués dans la simulation. Depuis quelques années nous faisons à cet effet des tests rhéométriques sur différents tissus (cerveau, rein, foie, rate, pancréas, peau) et les données obtenues aux petites et grandes déformations nous ont permis de développer une loi de comportement en cisaillement pour chaque tissu. Il ressort en particulier qu'un comportement viscoélastique universel semble caractériser les différents tissus, puisque leur module de relaxation se présente systématiquement sous la forme d'une double loi de puissance, exprimant à la fois une infinité de temps de relaxation dans le régime de déformation linéaire et un raidissement du tissu plus ou moins prononcé dans le régime non-linéaire. La peau sort toutefois du lot en montrant un régime de déformation intermédiaire, décrivant un ramollissement avant son raidissement.

## **Étude de la rhéologie du sang : principes et applications physiologiques et pathologiques**

Elie Nader<sup>1,2</sup>, Camille Boisson<sup>1,2,3</sup>, Céline Renoux<sup>1,2,3</sup>, Emeric Stauffer<sup>1,2</sup>, Alexandra Gauthier<sup>1,2,4</sup>, Philippe Joly<sup>1,2,3</sup>, Philippe Connes<sup>1,2</sup>

<sup>1</sup>Université Claude Bernard Lyon 1, Laboratoire Interuniversitaire de Biologie de la Motricité (LIBM EA7424), Équipe « Biologie Vasculaire et du Globule Rouge », Faculté de Médecine, Lyon

<sup>2</sup>Labex GR-Ex (Globule Rouge Excellence), Paris

<sup>3</sup>UF « Biochimie des pathologies érythrocytaires », Laboratoire de Biochimie et Biologie moléculaire Grand-Est, Groupement hospitalier Est, Hospices Civils de Lyon, Bron

<sup>4</sup>Institut d'Hématologie et d'Oncologie Pédiatrique, Hospices Civils de Lyon, Lyon

Le sang est un fluide non-newtonien, rhéofluidant, thixotrope et viscoélastique. Sa viscosité est influencée par la concentration en éléments figurés (hématocrite), la viscosité plasmatique et les propriétés rhéologiques des globules rouges (déformabilité et agrégation). Il existe un grand nombre de pathologies où l'une, voire plusieurs, de ces propriétés hémorhéologiques sont affectées, conduisant à une augmentation de la viscosité sanguine qui parfois ne peut pas être compensée par la vasomotricité, engendrant ainsi des complications. Nous verrons quelques-unes des méthodes utilisées par notre équipe pour caractériser les propriétés rhéologiques du sang et de ses constituants, ainsi que les associations avec la sévérité clinique dans plusieurs maladies (drépanocytose, Covid-19, sphérocytose...). Nous présenterons également les conséquences de différentes situations physiologiques (exercice physique, haute altitude) sur les propriétés rhéologiques du sang.

## **Signatures mécaniques de cellules s'écoulant dans des constriction microfluidiques**

Magali Faivre

*Institut des Nanotechnologies de Lyon INL – UMR CNRS 5270, Université Lyon 1, 69622, Villeurbanne*

Grâce à une adéquation entre dimension cellulaire et tailles typiques accessibles par les techniques de microfabrication, la technologie microfluidique propose des micro-environnements attractifs pour l'étude des comportements sous écoulement. Ces dispositifs peuvent se baser sur des géométries et des écoulements biomimétiques ou totalement nouveaux afin de mettre en évidence des réponses dynamiques particulières. Nous exploitons notamment, la relation étroite entre réponse dynamique des cellules sous écoulement et leur phénotypes mécaniques pour designer des géométries microfluidiques permettant d'identifier certains états physio-pathologiques des cellules.

## **SESSION 3 – MODÉLISATION DES FLUIDES COMPLEXES**

### **Elastoplastic flow of amorphous solids: How to better anchor the mesoscopic behaviour in the microscopic dynamics?**

Alexandre Nicolas

*Université de Lyon, Université Claude Bernard Lyon 1, CNRS, Institut Lumière Matière, 69622, Villeurbanne*

Research on metallic and colloidal glasses, foams and other dense amorphous materials has unveiled a variety of macroscopic responses to mechanical loading, despite the similarity in their microscopic deformation scenario. How to connect these two scales quantitatively is still an open question. Our efforts have been aimed at narrowing this gap by studying the mechanical response of mesoscopic regions from the perspective of their potential energy landscape (PEL) and analysing the bifurcations in the PEL exploration that are caused by plastic events. This will allow us to complement existing mesoscale models for flowing amorphous materials with coarse-grained PEL substitutes that are more clearly rooted in the microscopic properties of the system.

## Dynamic oil-bleeding model for lubricating grease in static apparatus

Léa Camousseigt<sup>1,2</sup>, Aurélie Galfre<sup>2</sup>, Françoise Couenne<sup>2</sup>, Camella Oumahi<sup>1</sup>, Sandrine Muller<sup>1</sup>, Melaz Tayakout<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Ingénierie du Matériel - Agence d'Essai Ferroviaire. SNCF, 94407, Vitry-sur-Seine

<sup>2</sup>Université Claude Bernard Lyon 1, Laboratoire d'Automatique de Génie des Procédés et de Génie Pharmaceutique (LAGEPP) UMR CNRS 5007, 69100, Villeurbanne

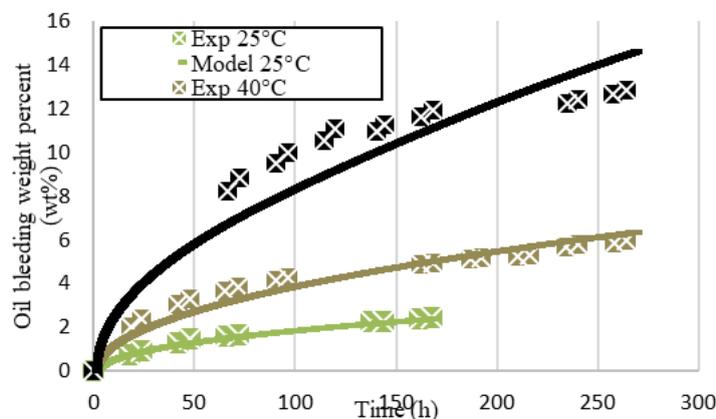
Grease is a lubricant used in rolling bearings, composed of a thickener (3-30 wt%), oil (65–95% wt%), and additives (5wt%). It is described as a porous network in which the thickener (typically a polymer or a lithium soap) traps the oil [1,2]. Grease role is to ensure a long life and low friction of the bearing and the rolling element move through the formation of an oil lubricating film between metallic surfaces in contact [1].

The dominating mechanism supplying new oil to the lubricated contact is assumed to be “oil bleeding”. Grease acts as a reservoir of oil and by applying mechanical actions such as gravity, pressure force or centripetal body force, the thickener is crushed and releases the oil into the lubricating contact [2]. Experimental data of oil bleeding has been collected by using the apparatus of the ISO 22285:2018F standard procedure [3] for different temperatures. In this procedure, the grease is compacted between a mass and a sieve. Then under the effects of gravity and pressure force, its thickener’s network is retracting and its oil is bleeding out through the sieve. A 1D physical dynamical model of oil-bleeding rate of grease based on both mass and momentum balance equations, has been built. The simulation gives the oil bleeding weight percent with time. By using a parameter estimation procedure, the permeability value, which is a parameter characteristic of the oil bleeding, has been estimated according to the grease type and the experimental conditions. Finally, a good agreement between simulation with estimating permeabilities and experimental results has been observed, as shown in the figure.

[1] Lugt, P. M., *Grease lubrication in rolling bearings*, John Wiley (2013).

[2] Baart, P., van der Vorst, B., Lugt, P. M., van Ostayen, R. A. J., Oil-bleeding model for lubricating grease based on viscous flow through a porous microstructure, *Tribol. Trans.*, 53, 340-348 (2010).

[3] Standard test method for oil separation from lubricating grease during storage. ASTM international D1742, 2002.



## Méthodes de rhéologie inverse dans le domaine de la formulation des polymères

Philippe Cassagnau

Université Claude Bernard Lyon 1, Ingénierie des Matériaux Polymères, UMR CNRS 5223, 69622 Villeurbanne

L’objectif est de présenter des méthodes dites de rhéologie inverse pour déterminer différents paramètres indispensables pour aller plus loin en termes de modélisation et/ou simulation dans le domaine de la mise en œuvre des polymères et de leur structuration à plusieurs échelles. Les systèmes suivants, issus de nos travaux antérieurs, sont ainsi présentés: i) Détermination de la structure moléculaire d’une poly( $\epsilon$ -caprolactone) polymérisée in-situ par ouverture de cycle; ii) Mesure du coefficient mutuel de diffusion : deux cas seront considérés, à savoir la diffusion d’un plastifiant dans un polymère à l’état fondu et la diffusion d’un peroxyde organique dans un polymère fondu ; iii) Détermination de la longueur moyenne de nanofibres de polymères en suspension et étude du comportement universel de nanofibres de natures différentes en suspensions diluée et semi-diluée. L’application de ces différentes études dans le domaine de la mise en œuvre, du mélange et de la structuration multi-échelle sera présentée et discutée.

## **Grease flow based on a two-component mixture model**

John Tichy<sup>1</sup>, Marine Menut<sup>2</sup>, Camella Oumahi<sup>3</sup>, Sandrine Muller<sup>3</sup>, Benyebka Bou-Saïd<sup>4</sup>

<sup>1</sup>*Department of Mechanical, Aerospace, and Nuclear Engineering, Rensselaer Polytechnic Institute, Troy, NY, USA*

<sup>2</sup>*Centre d'Ingénierie pour la Santé, la Tribologie Expérimentale et Numérique (CISTEN) Centre d'Entreprise et d'Innovation, 69603, Villeurbanne*

<sup>3</sup>*Ingénierie du Matériel - Agence d'Essai Ferroviaire. SNCF, 94407, Vitry-sur-Seine*

<sup>4</sup>*Université de Lyon, Laboratoire de Mécanique des Contacts et des Structures (LaMCoS), INSA-Lyon, UMR CNRS 5259, 69621, Villeurbanne*

Rolling element bearings are the most common type of bearings and about 90% of them are lubricated with grease. In flow modeling grease has almost always been treated as a homogeneous single-component material described by a shear-thinning rheological model. The present modeling paper attempts to incorporate key features not addressed by existing models: the two-component nature of the grease, and the fact that the thickener is a sort of delivery system of oil to the contact. In the present approach, the thickener is modeled as a medium containing the oil. Oil flows through the thickener according to the Darcy-Brinkman law. The thickener is regarded as a sort of porous medium, but the key feature is a linear interaction force between the two components. The model is conceptual and speculative but could provide inspiration for alternate ways of thinking about grease flow behavior. Three idealized cases are considered: flow in simple configurations of rheological devices, flow in a contact completely composed of grease, and flow in a contact with a layer of grease and a layer of oil. For illustrative purposes the rigid cylinder-plane contact is considered, and a beneficial effect of the grease is seen. Many extensions of the model itself are possible, and it can be applied to more realistic problems. Although validation is not provided, the conceptual framework could likely be tested by relatively straightforward experiments.

## **Modélisation du comportement rhéologique des matériaux viscoélastiques**

Liviu Palade

*Institut Camille Jordan, UMR CNRS 5208, INSA-Lyon, Université de Lyon, Pôle de Mathématiques, 69621 Villeurbanne*

Nous allons présenter une courte revue des résultats que nous avons obtenus dans le passé récent portant sur les lois de comportement basées soit sur des concepts de la mécanique des milieux continus, soit inspirés par les théories cinétiques.

## **SESSION 4 – MÉTHODES EXPÉRIMENTALES**

### **Soft matter under ultrasound: from flow imaging to structural changes**

Sébastien Manneville

*Laboratoire de Physique, Ecole Normale Supérieure, Univ Lyon, Univ Claude Bernard, UMR CNRS 5672, Lyon*

Ultrasound is commonly used in medicine both at low intensity for diagnosis (echography) and at high intensity for therapy (lithotripsy or tumour treatment). These two sides of ultrasound may also provide key fundamental insights into the mechanical behaviour of soft materials. In particular, we have developed an ultrafast echography setup that provides access to the local deformation and velocity fields in complex fluids and soft solids under simple shear. On the other hand, we use ultrasound in the high-power regime to interact with the structure of soft materials, e.g. to fluidise locally wet granular packings or to tune the viscoelastic behaviour of colloidal gels.

## **Couplage mesures rhéologiques et électriques. Evolution d'un réseau percolant de CNT en matrice polymère fondu sous déformation**

René Fulchiron

*Ingénierie des Matériaux Polymères, UCBL, Bât. Polytech, 69622 Villeurbanne*

Les nanocomposites de nanotubes de carbone (CNT) à matrice polymère thermoplastique sont utilisés pour des applications où une certaine conductivité électrique du matériau est recherchée, afin d'éviter une accumulation de charges électrostatiques (tuyaux de transport d'hydrocarbure, barquettes de transport de composants électroniques...).

Cette conductivité électrique est assurée grâce à la percolation du réseau de CNT. Cependant, lors de la mise en forme, comme la fabrication de tuyaux par extrusion ou des barquettes par thermoformage, le matériau subit de fortes déformations et le réseau de nanocharges est perturbé. Il s'agit donc d'analyser, en vue de le prévoir, le comportement du réseau de CNT dans des conditions de déformations bien définies.

Dans cette optique, nous avons adapté les cellules de mesures pour suivre l'évolution de la conductivité électrique des matériaux fondus pendant ou après déformation, en élongation ou en cisaillement.

A partir de ces mesures, un modèle a été développé en considérant la fraction de CNT participant effectivement au réseau. Cette fraction est la résultante d'une composante de destruction, principalement due à la déformation et d'une composante de reconstruction pilotée par la mobilité moléculaire dans le polymère constituant la matrice.

## **Mesure de viscosité de liquides surfondus par microscopie dynamique différentielle**

Bruno Issenmann

*Université de Lyon, Université Claude Bernard Lyon 1, CNRS, Institut Lumière Matière, 69622 Villeurbanne*

Les liquides surfondus sont des systèmes qui sont maintenus liquides à une température inférieure à leur point de fusion. Cet état métastable, très fréquent dans la nature, est difficile à caractériser à cause de sa relative instabilité. En particulier, mesurer la viscosité d'un tel liquide est particulièrement difficile car imposer une déformation au système tend à faire cristalliser le liquide. Dans cet exposé, nous présenterons des mesures réalisées par microscopie dynamique différentielle (DDM) sur différents liquides surfondus et montrerons comment cette méthode permet de mesurer des viscosités pour des températures particulièrement basses, par comparaison avec d'autres méthodes comme la mesure d'écoulement de Poiseuille par exemple.

## **Tuning colloidal gel viscoelasticity with preshear**

Thomas Gibaud

*Université de Lyon, Université Claude Bernard Lyon 1, CNRS, Institut Lumière Matière, 69622 Villeurbanne*

Colloidal gels are out of equilibrium soft solids composed of attractive colloids that form a space spanning network at low volume fractions. In such systems, the elasticity of the gels is imprinted in the structure of the network, in particular its correlation length  $\xi$ . The interplay between rheology and structure remains however far from being understood. As a rule of thumb, small  $\xi$  leads to stronger and more elastic gels. Here using a peculiar gelation protocol composed of a preshear followed by a flow cessation, we are able to tune the elasticity of a carbon black gels by almost two orders of magnitude. Counterintuitively, the stronger gels are obtained at low preshears when  $\xi$  is the largest. In our case,  $\xi$  corresponds to the size of a fractal cluster composed of the carbon black colloids. Using rheology coupled to Small Angle X-ray Scattering (SAXS), we shows that the large clusters interpenetrate each other all the more that the preshear is low. Using a minimalist model we demonstrate that this cluster interpenetration adds to the elasticity of the gels and can counterbalance the cluster size effect.

## SESSION 5 – RHEOLOGIE INTERFACIALE, ECOULEMENT CONFINE ET GLISSEMENT

### **Interfacial rheology: a tool to probe interfaces at a molecular scale**

Jean-Luc Bridot

*Teclis Scientific - France Head Office & Laboratory, 69380, Civrieux d'Azergues*

Besides decreasing the value of interfacial tension, the presence of surface-active molecules at a fluid/fluid interface confers rheological properties radically different from the ones exhibited by an equivalent bare interface. The behavior of surfactant-laden interfaces can hence be characterized by a two-dimensional viscoelasticity. First, we will define elastic and viscous interfacial dilatational moduli and explain the mechanisms at their origin. We will then present the experimental method used to measure these moduli and explain how interfacial rheology results can be interpreted and linked to phenomena at different scales.

### **Rhéologie interfaciale de matériaux multicouches modèles : Etudes fondamentales et modélisation multi-échelle des interfaces/interphases**

Khalid Lamnawar

*Ingénierie des Matériaux Polymères, UMR CNRS 5223, INSA Lyon, 69621, Villeurbanne*

Les travaux que nous allons présenter concernent des études fondamentales liées à la rhéologie et dynamique des chaînes aux interfaces/interphases dans des structures polymères multi- micro- et nano-couches confinées obtenues par le procédé de coextrusion. Des couples de matériaux modèles présentant une compatibilisation physique et/ou chimique aux interfaces ont été investigués. Ces systèmes ont été étudiés sous sollicitations en cisaillement et en élongation suivant les deux régimes en viscoélasticité linéaire (VEL) et non-linéaire (VENL). On démontre ainsi que la rhéologie joue le rôle d'une sonde très fine pour explorer les propriétés aux interfaces des matériaux multicouches. Ces propriétés ont été également étudiées en mettant en œuvre des couplages « rhéologie- spectroscopie diélectrique à l'état fondu ». Les résultats obtenus ont été modélisés en se basant sur les concepts de la dynamique moléculaire. Dans un premier temps, un nouveau modèle rhéologique a été développé pour quantifier les coefficients de diffusion mutuelle, en tenant compte de la dynamique des chaînes de chaque couche. Les coefficients de friction des chaînes et les propriétés rhéologiques de l'interphase ont été quantifiés à leur tour. Dans un second temps, un modèle original en VENL a été également proposé pour décrire le comportement relatif à la relaxation des multicouches et de l'interphase. La sensibilité de la densité d'enchevêtrement a été étudiée et l'on démontre que sa présence retarde l'écoulement interfacial, surtout sous hautes amplitudes de déformation. La raison physique du dit phénomène pourrait être ainsi être avancée en termes de mécanismes basés sur les théories moléculaires (CCR, Wang...). En outre, la rhéologie élongationnelle se révèle très sensible à la contribution des interfaces/interphases réactives. De plus, nous avons démontré que la formation du copolymère greffé au niveau de ces interphases réactives présente une influence sur la dynamique moléculaire (et/ou de charges ionique) aux échelles micro- et nanométriques. Par conséquent, un nouveau processus de relaxation interfaciale diélectrique est démontré.

### **Wall slip in jammed suspensions of polymer microgels**

Catherine Barentin

*Université de Lyon, Université Claude Bernard Lyon 1, CNRS, Institut Lumière Matière, 69622, Villeurbanne*

We characterize microfluidic flows of jammed suspensions of soft microgels behaving as yield-stress fluids. Using micro-PIV (particle image velocimetry), we quantify both the local rheology and the wall slip friction, i.e., the slip velocity versus the stress at the wall. Using fluorescent imaging to characterize the microgel size, we rationalize the measured friction regimes for various samples by estimating viscous and elastic forces at the scale of the microgel particle. We thus show that only local arguments are thus necessary to predict wall slip friction. Finally, by comparing local rheology and macroscopic rheology, confinement effects can be evidenced for sufficiently small micro-channel.

### **Rhéologie hautes pressions pour les contacts lubrifiés**

Nathalie Bouscharain, Laetitia Martinie, Nicolas Fillot, David Philippon

*Univ Lyon, INSA Lyon, UMR CNRS 5259, LaMCoS, 69621, Villeurbanne*

L'équipe TMI (Tribologie et Mécanique aux Interfaces) du LaMCoS (INSA de Lyon) s'intéresse aux contacts secs et lubrifiés. Dans ce dernier cas, la prédiction du frottement et des épaisseurs de films nécessite de connaître le comportement rhéologique des huiles lubrifiantes, en fonction de la pression, de la température et du taux de cisaillement.

Les approches adoptées par l'équipe sont numériques (dynamique moléculaire) et expérimentales (rhéologie hautes pressions et spectroscopie). Elles permettent de caractériser les huiles sur de larges plages de conditions expérimentales.

### **Rhéologie des membranes lipidiques confinées et cisillées**

Olivier Pierre-Louis

*Université de Lyon, Université Claude Bernard Lyon 1, CNRS, Institut Lumière Matière, 69622, Villeurbanne*

Les membranes lipidiques sont omniprésentes dans le vivant, notamment dans systèmes entrant en jeu dans la biolubrification. Afin de mieux comprendre les mécanismes élémentaires qui gouvernent ces systèmes, nous avons modélisé la dynamique d'une membrane lipidique unique cisillée entre deux murs. La réponse morphologique de la membrane induit des comportements complexes, rhéofluidifiants ou thixotropes.

### **Rhéologie de polymères fondus dans des entrefers micrométriques : approche expérimentale et numérique**

Claire Barrès

*INSA-Lyon, Ingénierie des Matériaux Polymères, UMR CNRS 5223, 69621, Villeurbanne*

L'objectif est de présenter une méthodologie d'étude d'écoulements de mise en oeuvre couplant le développement d'une méthode expérimentale permettant d'obtenir les données pertinentes et la simulation numérique. L'exemple illustré ici est celui de l'écoulement dans des entrefers micrométriques (i.e., une dimension inférieure à 100  $\mu\text{m}$ ) tels que ceux rencontrés le domaine de la microplasturgie. Afin de caractériser de façon approfondie le comportement des matériaux polymères dans des géométries très minces, une filière à fente plate d'entrefers micrométrique a été conçue et instrumentée pour être utilisée sur un rhéomètre capillaire. L'entrefers a été rendu modulable afin de disposer de fentes de même longueur et d'épaisseur différente (50  $\mu\text{m}$  à 170  $\mu\text{m}$ ) et de fentes destinées à appliquer la méthode de Mooney pour étudier le phénomène de glissement à la paroi. Afin de décrire au mieux la physique de tels écoulements, nous avons réalisé des simulations numériques, soit en utilisant des lois de comportement classiques, soit à l'aide de modèles se référant à la dynamique moléculaire. L'écart constaté entre ces calculs et les résultats expérimentaux est expliqué et discuté en lien avec l'effet de la pression, et il modifie les perspectives d'étude de ce type d'écoulements.

## Fabrice Toussaint

### Prix Maurice Couette 2021

Après une formation d'ingénieur à l'INSA de Lyon, Fabrice Toussaint passe quatre ans au Laboratoire de Rhéologie de Grenoble, avant de rentrer chez Lafarge (aujourd'hui Holcim) en 1996, entreprise dans laquelle il travaille toujours aujourd'hui.

Fabrice est l'un des plus fervent utilisateur, défenseur et promoteur de la rhéologie chez Lafarge depuis près d'un quart de siècle. Il est toujours prompt à développer des dispositifs expérimentaux astucieux et des modèles de comportement rhéologique *ad hoc* pour aborder efficacement, et souvent avec originalité, les problématiques de recherche qui lui sont confiées au sein de son entreprise. Il fait preuve d'un esprit très curieux et très ouvert à toutes les techniques et disciplines susceptibles d'être utiles au développement des recherches qu'il mène au sein de Lafarge depuis plus de vingt ans.

Il est important de souligner que, en dépit des contraintes industrielles inhérentes à sa position chez Lafarge, Fabrice n'a jamais manqué une occasion de communiquer, en participant régulièrement à des colloques ou congrès et en publiant les résultats de ses travaux dès que cela s'avère possible.





# Une approche rhéologique du béton : du laboratoire jusqu'au terrain

Fabrice Toussaint

*Holcim Innovation Center*

**Résumé :** Le béton est un matériau universel, à la fois basique, et complexe. Sa composition va devoir évoluer considérablement pour améliorer son bilan carbone. La quantité de ciment et la quantité d'eau de ces nouvelles générations de bétons est fortement réduite. Cela affecte notablement les propriétés rhéologiques, et le client a besoin de nouveaux repères car les changements profonds sont difficiles à mettre en œuvre dans le métier de la construction. Il est nécessaire de mesurer les propriétés clés avec précision, pour optimiser les formules au laboratoire, mais aussi de valider l'atteinte des cibles une fois sur le terrain, devant le client. C'est dans cet esprit que des outils de mesure rhéologique simples à utiliser, dédiés à une utilisation sur chantier, ont été développés. Cet article présente une démarche visant à trouver le compromis entre la rigueur scientifique attendue par le rhéologue, et les contraintes du terrain, dans l'objectif d'atteindre les grandeurs physiques clés.

**Mots clés :** Béton, Rhéologie, Mesures gravitaires.

## 1. Introduction

Les véhicules thermiques d'aujourd'hui utilisent des technologies développées pour la compétition automobile il y a quelques années. Et le béton d'aujourd'hui ? C'est un peu le même que celui d'hier... Mais parions que ce n'est pas celui de demain ! Notre monde change, la prise de conscience des enjeux environnementaux conduit (bien heureusement) à des contraintes et donc à des challenges nouveaux. Le béton est un fort émetteur de CO<sub>2</sub>, nous devons revisiter complètement sa composition.

Le béton du quotidien est un matériau aisément façonnable. Il peut être pâteux, liquide, visqueux, collant, trop sec, trop mou, trop raide, granuleux, sportif... Les termes du terrain abondent pour décrire son ouvrabilité (encore un terme du terrain). Il est pourtant bien utile d'écouter ces mots du terrain car ils décrivent un matériau complexe que l'on ne pourra sans doute pas représenter avec une seule équation, fut-elle un peu fournie. La très grande gamme de taille de particules n'y est pas pour rien : de quelques centimètres à quelques dizaines de nanomètres, suivant les matériaux utilisés. Des mécanismes variés se déroulent et, pour compliquer tout ça, le matériau évolue aussi d'un point de vue chimique, avec des gammes d'échelles de temps allant de quelques secondes, après le premier contact avec l'eau, à quelques heures pour l'état frais, et plusieurs années pour l'état durci. Huit ordres de grandeurs à considérer dans l'espace et dans le temps pour qualifier ce matériau du quotidien, c'est beaucoup. Il est évidemment nécessaire de simplifier et, pour cela,

une démarche pragmatique consiste à partir des problématiques issues du terrain, des attentes et des retours des clients, sans jamais oublier les propriétés finales attendues du matériau, qui concernent l'état durci. Il s'agit des propriétés mécaniques et de durabilité depuis toujours, mais aussi de nombreuses considérations environnementales à prendre en compte de façon prioritaire aujourd'hui.

La formulation du béton devra composer avec un ensemble constitué par les propriétés à l'état durci, l'empreinte environnementale (les émissions de CO<sub>2</sub>, mais aussi la circularité) et la facilité de mise en place, qui donne tout son intérêt à ce matériau. La cinétique relative à ces différents aspects est parfois complexe, les propriétés mécaniques évoluant sur plusieurs années et l'empreinte carbone aussi, car le béton peut absorber du CO<sub>2</sub> tout au long de sa vie par un phénomène de carbonatation, après une forte émission lors de la fabrication du ciment. Mais concentrons-nous sur les propriétés du béton à l'état frais. Sa mise en œuvre se fait généralement dans les deux heures suivant sa production. Le client verra et subira les propriétés du matériau à ce moment-là. Le béton aura été transporté, dans une ambiance froide ou chaude, sur un temps plus ou moins long, dépendant des aléas de circulation. Et c'est à ce moment-là que les qualificatifs évoqués pour décrire son ouvrabilité vont apparaître. Souvent, un seul essai est réalisé sur le site d'arrivée, il s'agit de la mesure d'affaissement au cône d'Abrams, dite mesure du slump. Cette mesure permet d'accéder indirectement à une grandeur essentielle, qui est le seuil de contrainte, et qui peut suffire pour qualifier un béton

« classique », mais qui est complètement insuffisante sur des bétons techniques, comme les bétons à haute performances, les bétons à faible empreinte environnementale ou encore la nouvelle génération des bétons imprimables.

C'est pour cette raison qu'au-delà de la caractérisation nécessaire en laboratoire, il devient également indispensable de développer des outils facilement utilisables sur le terrain. Ils doivent être simples, robustes, peu onéreux, et capables de fournir une réponse rapide et lisible. On décrira essentiellement le développement d'une approche permettant, à partir d'outils de terrain, de donner une information proche de celle obtenue à partir d'une mesure de laboratoire. On essaiera de garder la substantifique moelle, c'est-à-dire de caractériser les grandeurs physiques attendues et représentatives des problématiques observées, quitte à faire quelques concessions sur une parfaite rigueur scientifique.

## 2. Description des problématiques observées sur le béton à l'état frais

### 2.1. Quelques problématiques des bétons classiques

Les bétons classiques, ou bétons courants, sont des bétons dédiés à la construction de bâtiments. Leur résistance garantie est modérée, de l'ordre de 25 MPa, et leur teneur en ciment relativement élevée, en raison des normes en vigueur et aussi d'une facilité à les formuler ainsi. Cela conduit à des teneurs en eau assez importantes (la résistance est essentiellement pilotée par le ratio eau/ciment).

Ces bétons ont un seuil de contrainte assez élevé, de l'ordre de 1000 Pa, du fait de la floculation de la pâte de ciment. Un ajustement de ce seuil reste possible grâce à l'emploi d'adjuvants, mais leur mise en œuvre nécessite cependant une vibration (Fig. 1), pour « casser » ce seuil. La viscosité plastique des bétons courants est relativement peu élevée et, sous l'impact de la vibration, la mise en place est plutôt aisée.



Figure 1. Vibration d'un béton à l'aiguille.

Les problèmes concernent le plus souvent l'évolution du seuil de contrainte avec le temps. Cette grandeur est évaluée par la mesure d'affaissement au cône d'Abrams, dite mesure de slump (Fig. 2).



Figure 2. Mesure de l'affaissement du béton au cône d'Abrams.

La mise en œuvre classique du béton se fait par un déchargement à la benne, avec une vibration manuelle, mais il est également courant de pomper le béton. Le pompage du béton est un thème passionnant mais nous ne l'aborderons pas ici. Mentionnons simplement que l'approche souvent empirique pour déterminer les pressions de pompage avec des abaques n'est plus valable avec des formulations « non classiques ». Des mesures de tribologie réalisables sur le terrain permettent des prédictions très réalistes.

### 2.2. Quelques problématiques des bétons autoplaçants

Dans les années 90, une nouvelle génération de bétons a vu le jour. Il s'agit des bétons autoplaçants. Ces bétons ne nécessitent pas de vibration pour finaliser leur mise en place et leur compaction. Leur seuil de contrainte est beaucoup plus faible que celui des bétons courants, il est typiquement inférieur à 100 Pa. Cet abaissement du seuil de contrainte a été rendu possible grâce à l'emploi de nouvelles générations d'adjuvants, permettant une défloculation beaucoup plus poussée. L'appréciation classique du seuil de contrainte se fait au travers d'une mesure très similaire à celle des bétons courants. Le cône d'Abrams est toujours utilisé, mais l'affaissement est cette fois-ci remplacé par un étalement, dont le diamètre peut être mesuré. Une bonne corrélation globale de l'étalement, tout comme de l'affaissement, avec le seuil de contrainte, peut être réalisée, comme on pourra le voir au paragraphe 4.1.

Le simple fait d'assurer une meilleure défloculation sur un béton courant ne conduit pas à un béton autoplaçant de qualité. En effet, une simple analyse montre que la pâte du béton autoplaçant a un seuil de

contrainte de l'ordre de quelques pascals, ce qui ne suffit pas du tout pour maintenir en suspension des granulats de taille centimétrique selon les travaux portant sur la sédimentation [1-3]. Les effets collectifs [4] sont prépondérants, car un béton autoplaçant peut être stable alors qu'un gravillon sédimente dans une phase de taille inférieure, tel que le mortier issu de béton. Dans la pratique, il est nécessaire d'assurer une bonne continuité granulaire pour que chaque grain soit suspendu par un milieu de taille inférieure possédant la contrainte seuil juste nécessaire pour assurer sa stabilité.

D'autres phénomènes, tels que la migration dynamique de particules, peuvent être observés dans certains cas, comme par exemple lors d'une décharge rapide dans la goulotte d'un camion toupie. Une bonne continuité granulaire peut là encore limiter ce problème. Si les phénomènes fondamentaux sont connus [5, 6], peu d'études se sont portées sur un matériau aussi complexe et multigranulaire que le béton. Des outils ont néanmoins été développés pour mesurer l'étendue du phénomène [7-8].

Un problème spécifique aux bétons autoplaçants concerne la pression exercée sur les coffrages. En effet, le faible seuil de contrainte ne permet pas de réduire la pression hydrostatique par reprise d'efforts verticaux sur les parois des coffrages, comme sur un béton courant.

De manière très simple, on comprend aisément qu'en faisant une hypothèse d'adhérence aux parois, une partie du poids va s'exercer directement de manière verticale sur la banche et ne sera donc pas transmis sous forme de pression hydrostatique. La contrainte maximale exercée par une épaisseur de béton  $e$  sur une paroi verticale avec conditions adhérentes sera égale au seuil de contrainte de ce béton et vaut :

$$\tau_y = \rho g e \quad (1)$$

Donc, entre deux parois, la reprise d'effort correspond à une diminution du poids de deux fois cette épaisseur :

$$2e = \frac{2\tau_y}{\rho g} \quad (2)$$

Finalement, la pression équivalente peut être approximée :

$$P \approx H \left( \rho g - \frac{2\tau_y}{L} \right) \quad (3)$$

pour une banche de largeur  $L$  et une hauteur de béton  $H$ .

Pour un béton courant de densité  $2400 \text{ kg/m}^3$  et d'un seuil de  $1000 \text{ Pa}$ , on obtient ainsi une réduction de 42% de la pression sur la largeur d'une banche typique de  $20 \text{ cm}$  par rapport à un béton autoplaçant qui transfère la quasi-totalité de son poids sous forme de pression hydrostatique. Les concepteurs de banquettes sont ainsi amenés à redimensionner cet élément essentiel et coûteux qu'est le coffrage sur un chantier avec des bétons autoplaçants. On montre ici l'intérêt d'une simple analyse d'ordre de grandeur. Les phénomènes physiques sont en réalité plus complexes. En effet, la clause d'adhérence n'est pas garantie, ce qui peut encore augmenter la pression. Par ailleurs, des phénomènes de voutes granulaires (voutes de Jansen) peuvent se produire, ce qui va cette fois réduire la pression et, d'autre part, la thixotropie du béton permet une augmentation du seuil de contrainte avec le temps, ce qui permet d'optimiser la vitesse de remplissage des coffrages. Une littérature assez fournie existe sur le sujet [9-10], mais elle ne fait pas forcément consensus, au vu des nombreux phénomènes précédemment évoqués.

On comprend que la formulation du béton autoplaçant doit prendre en compte de nombreux critères, tels que la continuité granulaire, la recherche d'un niveau de thixotropie appropriée et bien d'autres encore. Une fois ces critères satisfaits, le béton autoplaçant est un matériau remarquable pour sa mise en œuvre, tant du point de vue des équipements, de l'ergonomie, de la réduction des nuisances et de la sécurité.

### 2.3. Quelques problématiques des bétons à haute performance

La définition des bétons à haute performance (BHP) correspond à des critères de performance mécanique, que l'on peut résumer par une résistance à la compression élevée, supérieure à  $60 \text{ MPa}$ .

D'autres propriétés, de durabilité, de fluage, de module élastique, sont également beaucoup plus élevées que sur des bétons ordinaires.

Pour atteindre ces niveaux de performances, il est nécessaire d'abaisser le ratio eau/ciment et, fatalement, il faut donc réduire la teneur en eau. S'il est possible de continuer à contrôler la contrainte seuil par l'usage de superplastifiants adaptés, il est beaucoup plus complexe de conjuguer l'augmentation de la viscosité. Les modèles de viscosité en milieu non dilué prédisent tous une variation en fonction du ratio entre fraction volumique et fraction volumique maximale. La nécessaire réduction d'eau nous conduit donc à essayer d'augmenter la fraction volumique maximale pour permettre une mise en œuvre convenable et surtout acceptable par les

clients. Cette augmentation peut  tre obtenue par plusieurs leviers : l'augmentation de l' tendue granulaire est un levier de premier ordre, l'optimisation de la distribution de taille des grains,   toutes les  chelles, repr sente le c ur de l'optimisation, et la forme des grains influe  galement sur ce potentiel d'optimisation. Aux  chelles les plus fines, cette optimisation n'est possible que si les grains ne sont pas li s par des forces attractives. Il est donc n cessaire de d floculer pour ne pas emprisonner d'eau au sein de floccs. *On n'empile pas les floccs !* La limite du grain le plus gros est li e   l'ouvrage,   la largeur des banches et   la dimension des ferrailages, en particulier. Pour ce qui concerne l' tendue granulaire, les plus gros grains ne d passent gu re 20 mm dans des ouvrages classiques. Pour la taille minimum, il n'y a pas de limite *a priori*, mais des contraintes industrielles, de disponibilit  et de prix, imposent des limitations et, d'autre part, des particules de tailles extr mement petites induisent une dissipation visqueuse diff rente de la classique approche de type « Navier-Stokes ». En effet,   l' chelle de particules tr s petites, dans un syst me serr , les distances interparticulaires sont du m me ordre de grandeur que les cha nes de polym res entourant la particule couverte par le superplastifiant [11]. Des forces de friction/lubrification complexes peuvent alors appara tre et pr dominer sur la viscosit  observ e macroscopiquement [12, 13] (Fig. 3). La nature et la quantit  des superplastifiants deviennent alors des param tres pr pond rants.

Avec une casquette plus industrielle, nous comprenons qu'il faut composer avec toutes sortes de contraintes mais il est  videmment n cessaire d'avoir une compr hension globale des ph nom nes pour faire les bons choix. Les BHP ne repr sentent pas une part tr s importante du volume des b tons produits, mais l' volution li e   la n cessit  imp rieuse de d carboner l'industrie des mat riaux de construction fait qu'une nouvelle forme de b tons pourrait bien appara tre. Nous pourrions les qualifier de « B tons   Haute Performance Environnementale »,   mettre en face des plus classiques « B tons   Haute Performance M canique ». Et l'objectif et les moyens ne sont pas si diff rents. En effet, il s'agit d'am liorer le rendement du liant ou du ciment, qu'il soit compos  ou non. Et pour cela, la recette est assez similaire   celle des BHP : il faut r duire la quantit  d'eau. Du point de vue rh ologique, la probl matique est donc comparable. Du point de vue industriel, c'est tr s diff rent car il pourrait s'agir du b ton courant de demain et donc concerner des volumes consid rables. Le client n'est pas forc ment pr t   un tel changement et il a au moins besoin de nouveaux rep res. La mesu-

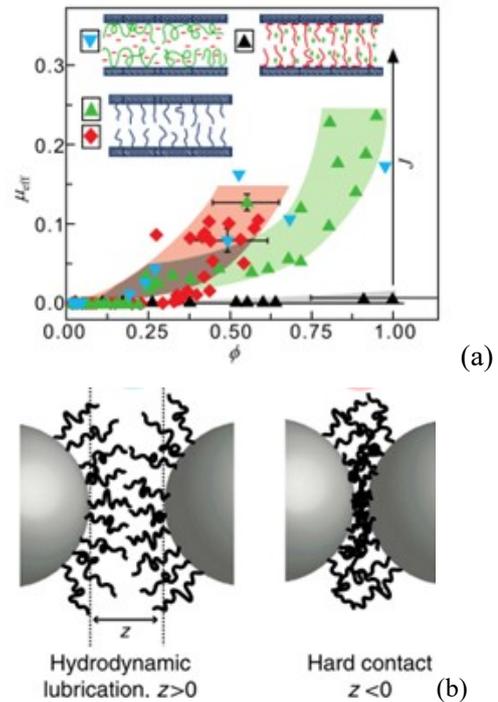


Figure 3. Illustration de l'impact des cha nes polym res sur les forces de lubrification, selon (a) Raviv et al. [12] et (b) Comtet et al. [13].

re du traditionnel affaissement, ou m me d'un  talement, ne suffit plus car la limite pratique provient de la viscosit  du b ton et non pas de son seuil de contrainte. Nous devons donc passer d'une mesure statique   une mesure dynamique. Il conviendra de fournir au client un moyen facile de mesurer la viscosit  du b ton sur le terrain. De m me, ces b tons sont plus difficiles   pomper et peuvent  tre utilis s pour des ouvrages de grande hauteur dans le cas des BHP. Il devient alors crucial de pouvoir  valuer les pressions et dimensionner convenablement les pompes et les circuits de pompage. Par ailleurs, ces b tons sont souvent qualifi s de tr s collants, ce qui pose des probl mes de nettoyage et de perte de mati re. Ils sont  galement plus longs et plus difficiles   malaxer, ce qui n cessite une bonne compr hension des m canismes mis en jeu durant les diff rentes phases de malaxage. On comprend que les probl matiques de ces b tons techniques ne peuvent pas  tre abord es de la m me mani re que pour les b tons classiques. *Le slump ne suffit pas.*

#### 2.4. Quelques probl matiques des b tons imprimables

Nous n'aborderons que bri vement la probl matique des b tons imprimables. Une nouvelle g n ration de m thodes de construction commence   voir le jour, au travers de l'impression 3D d'ouvrages et d' l ments de gros c uvre de b timents. Il s'agit ainsi de robotiser cette industrie, d'acc l rer les cadences de produc-

tion, tout en laissant une grande liberté d'expression aux architectes.

Il ne s'agit plus de couler le béton dans des banches, d'attendre la prise avant de retirer celles-ci, pour démarrer le cycle suivant. L'impression 3D de béton, et en particulier la technique dite « d'additive manufacturing », consiste à extruder des couches de bétons à l'aide d'un robot extrudeur et à les superposer avec la forme désirée (Fig. 4). Cette technique pose un nombre considérable de problématiques, parmi lesquelles le pompage, l'extrusion, la dépose des couches, la liaison intercouches, la stabilité de l'ouvrage durant sa construction, les effets de séchage, retrait et fissurations. On comprend aisément que les spécifications sont très différentes de celles d'un béton ordinaire. Il est nécessaire d'avoir un seuil de contrainte assez élevé pour assurer le maintien de la forme d'un cordon après sa dépose, mais pas trop cependant afin d'assurer une bonne cohésion avec les couches inférieures. Plusieurs stratégies sont possibles, conduisant à des niveaux de seuil variables aux premières échéances. Mais il est clair que l'élévation rapide d'une structure nécessite une augmentation rapide du seuil de contrainte et du module élastique au fur et à mesure que les couches s'empilent pour limiter les risques de ruine de l'ouvrage, liés à l'affaissement sous poids propre ou au flambement de la structure non encore consolidée par la prise du matériau.



Figure 4. Construction par impression 3D d'un élément d'éolienne

La mesure des propriétés clés du béton imprimable en temps réel, est un élément primordial, au-delà de leur maîtrise industrielle. Ces propriétés dépendent bien évidemment de la formulation du béton, mais aussi des conditions environnementales et du procédé lui-même. En particulier, on va par exemple rechercher une forte thixotropie pour assurer une augmentation importante du seuil de contrainte après la dépose des cordons. L'état du matériau sera donc particulièrement sensible à son historique : malaxage, pompage,

extrusion en particulier. Il sera donc nécessaire de caractériser le matériau dans un état représentatif de son histoire et de son temps après le début de l'hydratation. La meilleure mesure est donc une mesure réalisée « en ligne », tout au long de l'histoire du matériau. Un champ très important s'ouvre alors au niveau de la mesure, voire des spécifications sur les propriétés du matériau. Nous devons considérer que nous sommes aujourd'hui au début de cette histoire ; nous ne décrirons pas ces outils en cours de développement dans cet article.

### 3. Un aperçu de mesures réalisées sur le béton au laboratoire

Le développement d'un matériau, et d'un nouveau béton en particulier, se fait souvent en partant des problématiques observées par les utilisateurs sur le terrain. Parfois, la démarche peut être inverse, avec un développement sur la base d'idées innovantes, d'un point de vue technologique ou marketing, et l'on essaie alors de l'amener sur le terrain.

Dans tous les cas, une phase de mise au point est nécessaire, avec très généralement une optimisation multicritère, parmi lesquels la rhéologie tient souvent une place de choix. Mais il est évidemment nécessaire de considérer toutes les contraintes liées aux autres propriétés clés, telles que les propriétés de retrait, de mécanique et de durabilité.

Une première phase de développement du matériau se déroule en général au laboratoire. On va rechercher une bonne précision dans les mesures pour garantir une bonne optimisation, mais aussi pour connaître la reproductibilité ou l'évolution des propriétés avec des sources de matières premières ou des conditions externes variables. La robustesse d'une formule est un élément clé pour le client et son évaluation impose des mesures précises.

Pour cette raison, nous avons développé des outils de laboratoire qui sont plus évolués et plus précis que les outils qui seront utilisés sur le terrain. Les deux niveaux sont complémentaires. Une mesure de laboratoire doit permettre d'obtenir une grandeur physique avec une bonne précision.

#### 3.1. La mesure du seuil de contrainte

La mesure du seuil de cisaillement est clé pour le béton mais elle reste relativement simple et le développement d'outils sophistiqués ne paraît pas nécessaire. On distinguera simplement le seuil statique, c'est-à-dire après un certain temps de repos, et le seuil dynamique, que l'on pourra extrapoler sur la base d'un rhéogramme, mais qui sera également

assez bien représenté par la mesure d'affaissement ou d'étalement.

Pour la mesure de la contrainte seuil statique, l'outil simple, représentatif et bien validé, est le Vane-Test, ou scissomètre. Pour nous adapter aux différentes échelles de matériau, des pales de scissomètre de toutes tailles ont été développées (Fig. 5).

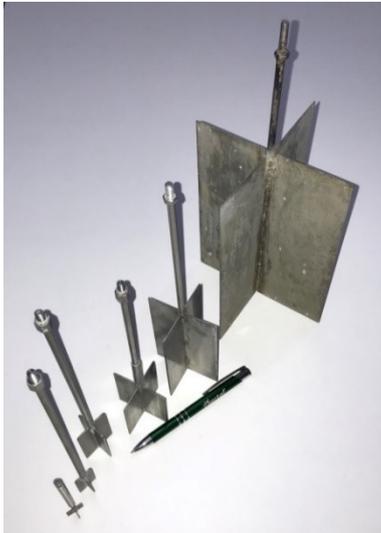


Figure 5. Pales de scissomètre adaptées à différents matériaux.

La mesure est assez simple mais peut devenir délicate lorsque le ratio seuil/viscosité diminue. Pour une mesure précise, la pale est accouplée à un rhéomètre ou viscosimètre à la sensibilité adaptée. Notons que la vitesse de mesure doit être particulièrement lente pour les matériaux dont la viscosité est élevée et le seuil faible. C'est le cas par exemple des Bétons à Ultra Haute Performance (BUHP), qui sont autonivellants et fortement visqueux du fait de leur teneur en eau très réduite. Il est cependant nécessaire de mesurer avec précision le seuil de contrainte et son évolution dans le temps car des fibres métalliques sont souvent ajoutées et qu'un seuil minimum est requis pour éviter toute sédimentation de ces fibres.

Prenons l'exemple d'un BUHP, qui peut être approximé comme un matériau dont la viscosité plastique est de 100 Pa avec un seuil de contrainte inférieure à 1 Pa. Il est clair qu'il faut atteindre un gradient très inférieur à  $\tau_0/\eta_{pl}$  pour une mesure de seuil statique, soit pour notre exemple de l'ordre de  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  pour augmenter le nombre de Bingham afin que la mesure soit sensible au seuil de contrainte et non à la viscosité. On arrive ainsi à des vitesses de rotation très faibles, de l'ordre de 0,01 tr/mn, voire moins pour les seuils les plus faibles. Ces mesures sont tout à fait réalisables avec un rhéomètre classique mais beaucoup moins avec des rhéomètres à

bétons par exemple. L'idée est surtout de préciser qu'un protocole bien adapté à un matériau donné doit toujours être challengé avant son utilisation. Pour des bétons classiques, le seuil de contrainte est de l'ordre de quelques dizaines ou quelques centaines de Pa et la viscosité généralement inférieure à 100 Pa.s. Il est donc beaucoup plus facile de mesurer le seuil statique avec un scissomètre et des vitesses de rotation de l'ordre de 1 tr/min.

L'intérêt de la mesure du seuil statique réside dans la possibilité d'analyser l'impact d'un temps de repos, comme on peut le voir sur l'exemple d'un matériau à évolution rapide de la Figure .

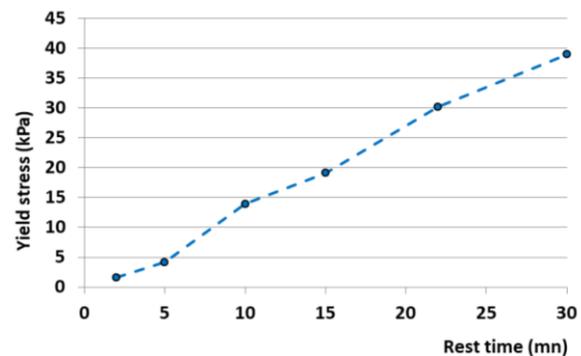


Figure 6. Evolution du seuil de contrainte d'un béton dédié à l'impression 3 D en fonction du temps.

La mesure du seuil dynamique peut être obtenue par extrapolation sur un rhéogramme et sera souvent légèrement sensible au protocole choisi, qui confère un historique de cisaillement au matériau.

### 3.2. Mesure de viscosité sur les bétons et mortiers

De nombreux travaux ont montré la difficulté de mesurer la viscosité des bétons. En particulier, plusieurs Round Robin tests se sont déroulés afin de comparer les appareils existants [14-16].

Le problème de la mesure rhéologique sur béton est essentiellement lié à la taille des grains, mais aussi à la concentration très élevée en particules. Ces deux paramètres vont favoriser la migration des grains dans un champ hétérogène de cisaillement, en particulier dans des systèmes de type cylindre coaxiaux ou similaire. L'approche proposée, tout d'abord sur mortier, puis sur béton, consiste à accepter un champ de cisaillement complexe, hétérogène et peu maîtrisé, mais permettant un malaxage durant la mesure ou, de manière alternative, entre chaque point de mesures.

Nous avons ainsi mis au point plusieurs outils de rhéomalaxage depuis la fin des années 90. Plusieurs outils ont été développés en partenariat avec la société CAD.

L'objectif n'est pas ici de détailler chacun d'entre eux, nous nous contenterons de décrire brièvement trois outils.

Le premier appareil, RHEOCAD (**Erreur ! Source du renvoi introuvable.**), est destiné au mortier, c'est-à-dire avec des grains de dimension inférieure à 5 mm. La vitesse de rotation est pilotable de 0,1 à 280 tr/min. L'appareil est équipé d'un couplemètre d'une capacité maximum de 3 Nm. L'intérêt de l'appareil réside dans l'existence d'un moteur et d'une pale secondaire permettant un remalaxage pour réduire l'effet de migration dynamique qui se produit quel que soit l'outil utilisé. On préférera des outils de type hélice pour limiter à la fois le glissement et la sédimentation gravitaire.



Figure 7. Rhéomètre à mortier RHEOCAD, avec une pale rugueuse en forme d'hélice et une contre-pale.

Il est possible d'arrêter pendant quelques secondes la pale secondaire. Cela conduit à un cisaillement qui peut approximativement être assimilé à un écoulement de type Couette, ce qui permettra une calibration assez aisée.

Le second appareil (Figure 8), destiné également aux mortiers, est un malaxeur équipé d'une mesure d'intensité calibrée, pour assurer une proportionnalité avec le couple exercé sur l'outil. Le design de l'appareil est similaire à celui d'un malaxeur à mortier de type Perrier, assurant un mouvement épicycloïdal. La vitesse est pilotée assez finement mais les vitesses très faibles n'ont que peu d'intérêt car le mouvement complexe conduit à une réponse cyclique.

L'intérêt d'une telle géométrie est qu'elle permet un réel malaxage, assez représentatif de ce qui se passe industriellement. Il devient possible d'étudier toutes les phases transitoires du malaxage ou l'impact d'ajouts secondaires. Le cisaillement dans un tel système est très hétérogène, avec un mouvement qui

ne peut pas être assimilé à un système simple. La calibration d'un tel système est plus délicate et moins

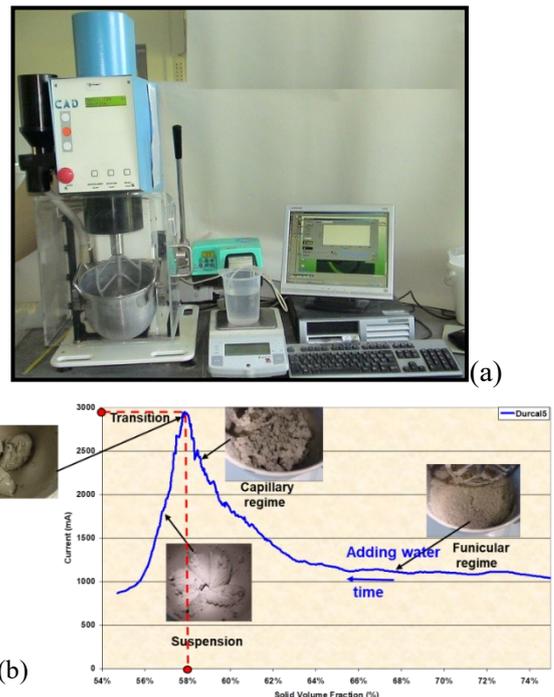


Figure 8. (a) Rhéomètre à mortier et (b) étude des phases de malaxage après ajout d'eau.

précise car il devient nécessaire d'effectuer des moyennes sur des spectres très larges avec des matériaux qui n'ont pas un comportement linéaire, ce qui crée inévitablement des erreurs.

Le troisième appareil est un rhéomètre à béton, développé en 2007 (Fig. 9). Il s'agit d'un appareil hybride entre un rhéomètre et un malaxeur béton. L'outil est conçu à partir d'un malaxeur à béton de type Zyklos d'une capacité de 30 litres de béton. Cet appareil possède deux moteurs. Le premier actionne l'arbre principal auquel est accouplé un ensemble de pales de malaxage. Le second permet de faire tourner l'ensemble de la cuve externe afin d'éviter les zones mortes en particulier et d'éliminer les effets liés à la migration dynamique des granulats. Le moteur principal d'origine a été remplacé par un ensemble moto-réducteur piloté par un variateur de fréquences. Cette modification permet une variation et un contrôle précis de la vitesse de rotation, entre 0,01 et 60 tr/mn.



Figure 9. Rhéomètre à béton RheoZyklos.

Un couplemètre d'une capacité de 100 Nm a été installé dans l'axe de l'arbre du moteur. Par ailleurs, un système spécifique permet d'installer différentes géométries d'outils afin de s'adapter à chaque typologie de bétons. Enfin, une régulation fine de la vitesse de la cuve tournante a été rendu possible grâce à un variateur de fréquence. L'ensemble est piloté par un logiciel dédié.

### 3.3. Calibration des rhéomètres

Nos appareils ont été calibrés en termes de gradient de cisaillement et de contrainte, respectivement en fonction de la vitesse de rotation et du couple ou de l'intensité électrique mesurée. Des méthodes issues de la bibliographie fonctionnent assez bien mais sont parfois un peu lourdes à mettre en œuvre, telle que la méthode Otto-Metzner [17]. La méthode d'analogie de Couette, développée par Ait-Kadi et al. [18], est séduisante car elle ne nécessite qu'un fluide newtonien.

Nous avons développé une méthode de calibration d'outils qui se rapproche conceptuellement de la méthode Otto-Metzner mais dont la mise en œuvre est assez simple. Deux matériaux de comportement différents sont nécessaires. L'un d'entre eux peut être newtonien, mais ce n'est pas indispensable. Ces deux matériaux doivent pouvoir être mesurés avec un rhéomètre traditionnel déjà calibré. Le principe dit de « croisement de courbes » (Figure 10) consiste à trouver un point de fonctionnement pour lequel la contrainte est identique pour les deux matériaux à un gradient de cisaillement donné.

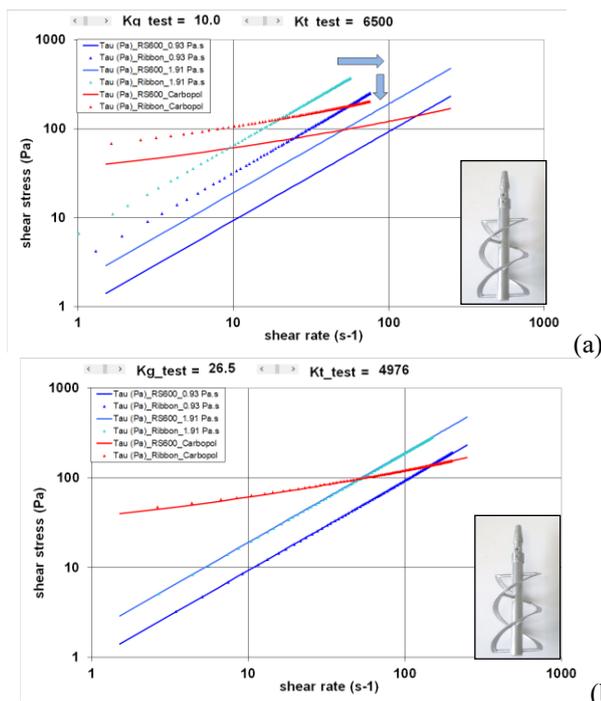


Figure 10. Mise en œuvre de la méthode de croisement de courbe, avant (a) et après (b) calibration.

Il est souvent aisé d'obtenir plus de points de croisement en diluant l'un des deux matériaux par exemple, ce qui peut être réalisé directement par exemple avec une petite phase de mélange sur un rhéomalaxeur. Dans ce type de géométrie, il peut être utile de calibrer avec différents niveaux de remplissage, ce qui peut être réalisé également en une seule série d'essais.

En prenant l'exemple d'une géométrie et d'une cinématique relativement simple, il est possible de comparer les méthodes entre elles. Elles donnent des résultats proches comme on peut constater sur le Tableau 1 pour une pale de type « hélice »

Tableau 1. Coefficients de calibration d'une pale de type « hélice », issus de trois méthodes

Méthode	$K_\gamma$ (s <sup>-1</sup> vs. rad/s)	$K_\tau$ (Pa/Nm)
Analogie de Couette	27,6	5238
Otto-Metzner	27,1	5027
Croisement de courbes	26,5	4976



### 3.4. Hétérogénéité de malaxage

Le malaxage est une phase essentielle et cruciale de la vie des matériaux cimentaires. Un bon malaxage consiste à bien distribuer les particules et à bien les disperser. « On ne peut distribuer que ce qui est dispersé ». Les particules les plus fines sont généralement les plus difficiles à disperser. Un bon niveau de dispersion nécessite l'obtention d'un gradient de cisaillement très élevé, même sur un temps très court. Si le cisaillement est homogène, un tel niveau de cisaillement conduit à une puissance très élevée par unité de volume. Une autre option consiste à avoir un niveau de cisaillement moyen plus modeste, avec une bonne distribution grâce à une cinématique bien étudiée, mais aussi un niveau de cisaillement élevé sur une faible fraction du volume de mélange, et donc de courts temps de passage. Les gradients de cisaillement sont alors fortement distribués. Plusieurs stratégies sont possibles, telle que par exemple l'ajout d'un tourbillon au sein du champ de cisaillement. Le passage régulier du matériau dans un entrefer faible est une autre alternative, comme dans le cas du malaxeur Perrier.

Nous proposons une méthode d'évaluation du niveau d'hétérogénéité de cisaillement dans un malaxeur, ou un autre élément en rotation, sans recourir à la

description de l'ensemble des lignes de courant, ce qui nécessiterait une simulation numérique assez lourde.

Le principe est le suivant : il s'agit de comparer la puissance volumique moyenne avec une puissance volumique locale, autour d'un outil spécifique.

La puissance volumique moyenne est facile à obtenir si l'on a une mesure électrique ou une mesure de couple sur l'outil ou l'ensemble des outils tournants. On obtient ainsi facilement un gradient de cisaillement moyen sur l'ensemble du volume  $\dot{\gamma}_p^*$  si l'on calibre l'outil avec un matériau newtonien par exemple :

$$P = \int_V \eta \dot{\gamma}^2 dV = \eta \dot{\gamma}_p^{*2} V \quad (4)$$

Dans le cas d'une mesure de couple, on accède facilement à la puissance :

$$P = T \Omega \quad (5)$$

où  $T$  est le couple (en Nm) et  $\Omega$  la vitesse de rotation (en rad.s<sup>-1</sup>).

$\dot{\gamma}_p^*$  est considéré comme le gradient de cisaillement moyen sur l'ensemble du volume, du point de vue de la puissance.

On obtient le gradient de cisaillement moyen en configuration newtonienne :

$$\dot{\gamma}_p^* = \sqrt{\frac{T \Omega}{\eta V}} \quad (6)$$

et l'on peut écrire un coefficient  $K_{\gamma}$  pour la puissance :

$$K_{\gamma P} = \frac{T}{\eta V \Omega} \quad (7)$$

Le gradient de cisaillement local est défini comme étant celui qui est représentatif autour de l'outil considéré, et non pas moyenné sur l'ensemble du volume. Nous utilisons l'approche de calibration proposée au paragraphe 3.3. On définit ainsi un gradient moyen de cisaillement local  $\dot{\gamma}_{loc}^*$  représentant le gradient de cisaillement moyen dans un volume équivalent  $V_{loc}$  pour lequel toute la puissance serait dissipée au gradient de cisaillement issu de cette calibration.

$$P = \eta \dot{\gamma}_{loc}^{*2} V_{loc} \quad (8)$$

Dans cette approche, le ratio  $\lambda = V/V_{loc}$  définit le niveau d'hétérogénéité de cisaillement :

$$\lambda = \frac{V_{loc}}{V} = \frac{\dot{\gamma}_{loc}^{*2}}{\dot{\gamma}_p^{*2}} = \left( \frac{K_{\gamma_{loc}}}{K_{\gamma P}} \right)^2 \quad (9)$$

Plus ce niveau est élevé, plus le cisaillement se localise autour de l'outil et plus le niveau de dispersion sera élevé, potentiellement avec un déficit au niveau de la distribution, comme représenté schématiquement sur la Figure .

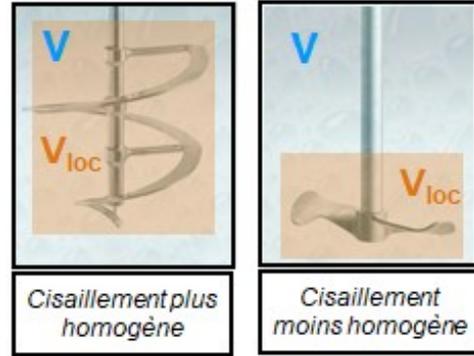


Figure 11. Schématisation de la localisation du cisaillement.

D'un point de vue expérimental, on pourra comparer, par exemple, un outil de type hélice avec un outil malaxeur de type Perrier qui localise fortement le cisaillement dans un petit entrefer sous la pale. Le premier donne un coefficient  $\lambda$  de 3,4 ( $K_{\gamma P} = 15$ ,  $K_{\gamma_{loc}} = 27,6$ ), tandis que le second atteint la valeur très élevée de 14,9 ( $K_{\gamma P} = 7,8$ ,  $K_{\gamma_{loc}} = 30,1$ ). Le malaxeur Perrier cisaille moins en moyenne pour une même vitesse de rotation que la pale en hélice, mais le cisaillement local près de l'outil est supérieur. Un test sur cylindre coaxiaux à faible entrefer donne une valeur logique, très proche de 1.

Le coefficient d'hétérogénéité dépend légèrement des fluides utilisés pour la calibration, du fait de localisations différentes, par exemple en fonction du nombre de Bingham. On a donc intérêt à utiliser des fluides de calibration qui ne sont pas trop éloignés en termes de comportement des matériaux pour lesquels l'appareil est dédié. Cet indicateur d'hétérogénéité n'est certes pas universel mais fournit tout de même une information clé sur les outils de malaxage.

### 3.5. Le squelette : le dernier étage du malaxeur

Nous voyons que le rhéomètre, ou le malaxeur, peut être décrit macroscopiquement comme un outil de cisaillement. On peut envisager d'aller plus loin dans le cas d'un béton, en faisant l'hypothèse simplificatrice d'une discontinuité entre le squelette granulaire (l'étage des gravillons et sables) et la pâte cimentaire, pour laquelle la floculation intervient et dont l'état final sera sensible au niveau de cisaillement auquel elle est soumise. *Le squelette est le dernier étage du malaxeur* ; il est alors nécessaire de décrire le niveau de cisaillement auquel est soumise la pâte cimentaire au sein de ce squelette.

Des hypothèses simplificatrices sont nécessaires. On va considérer que la dissipation est purement visqueuse, sans friction granulaire, et l'on va là encore raisonner sur des moyennes, ce qui est raisonnable avec une pâte au comportement newtonien mais qui peut trouver ses limites dans certaines configurations.

Nous appliquerons l'indice 0 en référence au milieu solvant de la suspension et l'indice \* en référence à un Volume Élémentaire Représentatif (VER) de la suspension.

Sous réserve des hypothèses décrites, la puissance dissipée dans une suspension de volume  $V$ , de viscosité  $\eta(\phi)$ , soumise à un gradient de cisaillement moyen  $\dot{\gamma}^*$  avec un solvant newtonien, s'écrit :

$$P = \eta(\phi) \dot{\gamma}^{*2} V \quad (10)$$

où  $\phi$  représente la fraction volumique solide du squelette granulaire.

En considérant que la puissance est dissipée uniquement dans le fluide solvant newtonien de viscosité  $\eta_0$  et de volume  $V_0$ , on a aussi :

$$P = P_0 = \int_{V_0} \eta_0 \dot{\gamma}_0^2 dV \quad (11)$$

En définissant une échelle d'homogénéisation du cisaillement dans le solvant, on peut écrire :

$$P = \eta_0 \dot{\gamma}_0^{*2} (1 - \phi) V \quad (12)$$

$\dot{\gamma}_0^*$  représente la vitesse de cisaillement moyenne à l'échelle du solvant.  $(1 - \phi) V$  est le volume du milieu solvant.

D'après (10) et (12), on peut calculer un gradient de cisaillement relatif entre le milieu solvant et la suspension :

$$\dot{\gamma}_r = \frac{\dot{\gamma}_0^*}{\dot{\gamma}^*} = \sqrt{\frac{\eta(\phi)}{\eta_0(1-\phi)}} = \sqrt{\eta_r \frac{1}{(1-\phi)}} \quad (13)$$

On peut écrire la vitesse de cisaillement moyenne au sein du milieu solvant en fonction de celle de la suspension :

$$\dot{\gamma}_0^* = \dot{\gamma}^* \sqrt{\frac{\eta(\phi)}{\eta_0(1-\phi)}} \quad (14)$$

On considèrera que cette équation (14) est assez générale, car principalement représentative de considérations cinématiques liés à la topologie du système, tout comme les pales d'un malaxeur. A ce titre, on considère qu'elle reste globalement utilisable avec des fluides non-newtoniens, même si des limites doivent exister pour des fluides fortement rhéofluidifiants (ou rhéoépaississants) ou en présence d'un seuil élevé, avec de faibles vitesses de cisaillement, à cause d'une trop forte localisation des déformations, rendant l'approche de moyenne contestable. Cette même limite est par ailleurs valable pour les coefficients de passage dans les malaxeurs.

Le gradient de cisaillement relatif représente par analogie le coefficient de passage entre les pales du malaxeur (ici, les grains de la suspension) et le fluide cisailé (ici, le milieu solvant). Augmenter la fraction volumique solide revient donc à augmenter le nombre de pales dans le malaxeur.

En raisonnant du point de vue des contraintes et en généralisant à un fluide solvant non-newtonien, l'approche donne l'équation suivante :

$$\tau(\phi, \dot{\gamma}) = \tau_0(\dot{\gamma}_0^*) \frac{\dot{\gamma}_0^* V_0}{\dot{\gamma}^* V} \quad (15)$$

$$\tau(\phi, \dot{\gamma}) = \sqrt{(1-\phi)\eta_r(\phi)} \tau_0(\dot{\gamma}_0) \quad (16)$$

$\tau_0(\dot{\gamma}_0)$  est une équation représentative du comportement du fluide suspendant.  $\eta_r(\phi)$  est obtenu à partir de la calibration du squelette avec un fluide newtonien.

Notons que cette calibration peut être réalisée en un seul essai, en augmentant progressivement la fraction solide par ajouts successifs de grains dans un rhéomalaxeur. Par ailleurs, les gros grains ne posent pas de problème de sédimentation dans cette configuration. Notons qu'il n'y a rien de surprenant puisque ce résultat est cohérent avec le modèle de Château et al. [19].

Afin de valider la démarche, nous avons testé différents grains, modèle ou industriels, avec différents fluides, allant du fluide newtonien pour la calibration du squelette à des fluides simples non thixotropes et une pâte cimentaire au comportement plus complexe. Nous montrons ici un exemple réalisé avec un milieu solvant composé d'eau et d'agents viscosants, induisant un comportement complexe (Figure 12)). Au vu de ce comportement, une interpolation à base d'un polynôme  $\log(\tau) = f(\log(\dot{\gamma}))$  a été réalisée pour le décrire, mais celle-ci n'est pas forcément nécessaire car on peut aussi travailler en « point par point » pour passer de la description du milieu solvant à la description attendue de la suspension calibrée avec le milieu newtonien.

Nous montrons en Figure 13 le résultat de calibration de trois grains de natures différentes dans un fluide newtonien. Il est clair que cette démarche trouve ses limites aux fractions volumiques les plus élevées car

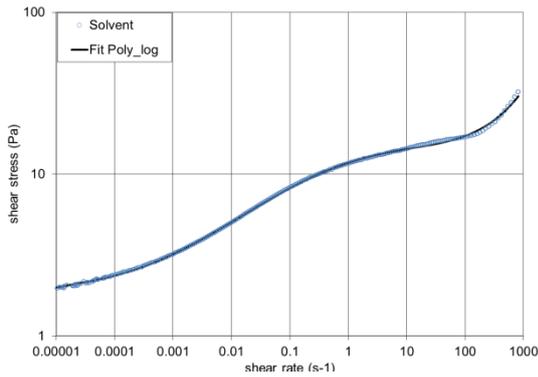


Figure 12. Rhéogramme du milieu solvant complexe.

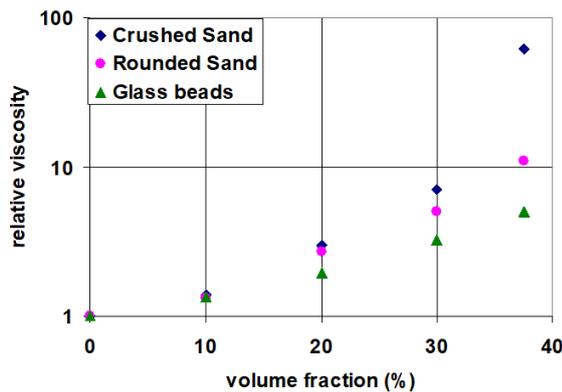


Figure 13. Calibration de différents sables avec un fluide newtonien.

la notion de viscosité relative suppose que la suspension reste newtonienne, ce qui est le cas avec les données présentées ici mais qui ne l'est plus à des fractions volumiques très élevées.

Les équations (14) et (16) reviennent à déterminer un ratio de gradient de cisaillement entre la suspension et le fluide suspendant, et un ratio de contrainte en fonction de la fraction volumique. Sur un graphe log/log, il suffit donc de faire une translation sur chaque axe pour déterminer le comportement attendu de la suspension.

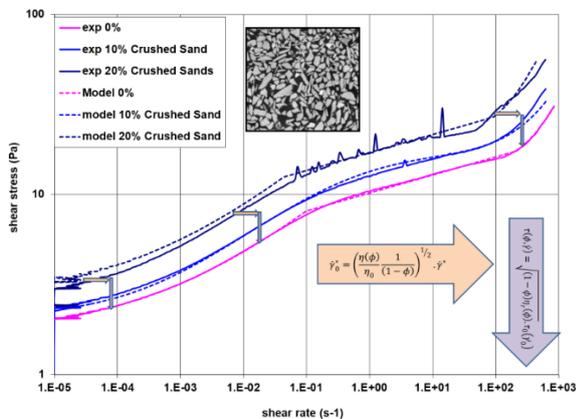


Figure 14. Prédiction et mesures expérimentales du comportement de suspensions avec un sable concassé.

La démarche fonctionne bien au vu de la comparaison avec les résultats expérimentaux mesurés avec un rhéomètre, comme on le constate sur la Figure 14.

#### 4. Vers une simplification des outils pour des mesures sur le terrain

##### 4.1. Le slump : le moteur gravitaire pour mesurer la contrainte seuil

L’affaissement ou l’étalement au cône d’Abrams est la mesure qui est systématiquement réalisée sur le terrain. C’est généralement l’unique référence quantitative attendue par le client, qui aura, nous l’avons dit, toutes sortes de bons mots pour qualifier la rhéologie du béton par ailleurs.

Plusieurs travaux ont été publiés sur la corrélation entre le slump ou l’étalement [20, 21] et le seuil de contrainte. Ils possèdent une bonne assise théorique mais ne prennent pas en compte les conditions réelles de mise en œuvre de l’essai. Pour cette raison, nous avons choisi de réaliser des tests sur différents matériaux cimentaires représentatifs d’échelles variées, allant de la pâte de ciment au mortier, puis au béton, avec des conditions opératoires représentatives du terrain (test sur une plaque humide, par exemple). La mesure a été réalisée avec des cônes de dimensions adaptées à chaque matériau (Tableau 2). Une mesure de seuil sans temps de repos a été réalisée en parallèle avec des scissomètres de différentes échelles. Pour assurer une bonne précision de mesure, des mortiers avec un seuil de contrainte élevé ont été réalisés, plutôt que des bétons, permettant à la fois un étalement ou un affaissement au cône d’Abrams et une mesure au scissomètre avec un rhéomètre à mortier (Rheocad) piloté à une vitesse de 0,1 tr/min.

Tableau 2. Dimensions des cônes d’étalement ou affaissement

Cône	Cône Pâte	Cône Mortier	Béton (cône d’Abrams)
$H$ (mm)	57	150	300
$D$ (mm)	37,5	100	200
$d$ (mm)	20	50	100
Volume (L)	0,038	0,687	5,50

Les pâtes de ciment testées ont conduit à un étalement sur le « cône ciment », de même que les mortiers sur le « cône mortier », et d’autres mortiers avec un seuil beaucoup plus élevé, qui ont conduit à un étalement ou à un affaissement sur le cône d’Abrams, selon leur seuil de contrainte.

A partir d'une hypothèse simplificatrice de continuité de forme entre affaissement et étalement, par simple homothétie du cône (Figure 15), nous pouvons considérer une unique mesure d'étalement équivalent lorsqu'un affaissement est mesuré. La relation s'écrit très simplement, par conservation du volume :

$$H D^2 = H_0 D_0^2 \quad (17)$$

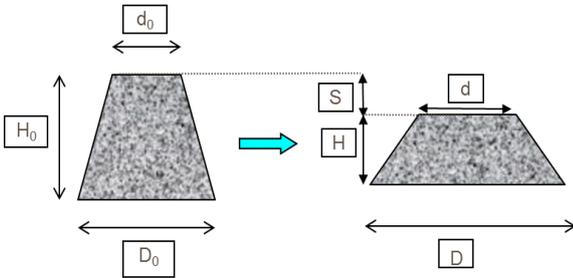


Figure 15. Principe d'homothétie du cône.

Les seuils de contrainte mesurés (Figure 16) se sont échelonnés sur une large gamme, allant de 0,1 Pa à 3500 Pa. Pour la calibration, nous retiendrons les essais pour lesquels la tension de surface n'intervient pas, ce qui nous limite aux contraintes seuil supérieures à 1 Pa.

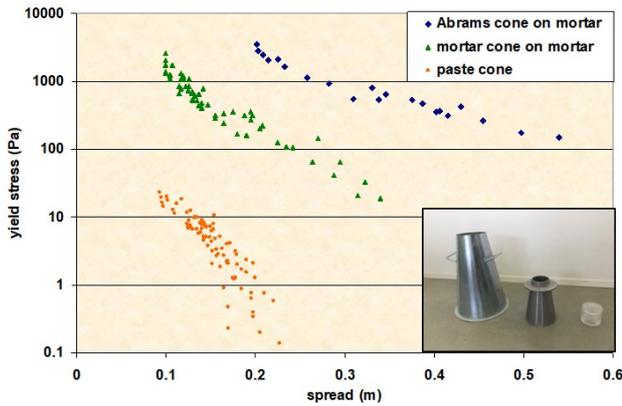


Figure 16. Gamme de contraintes seuil mesurées sur les trois cônes.

La contrainte gravitaire est réduite par :

$$\tau^* = \frac{\tau}{\rho g H_0} \quad (18)$$

L'étalement est également réduit :

$$D^* = \frac{D}{D_0} \quad (19)$$

L'ensemble des données réduites non affectées par la tension de surface sont alignées sur une loi puissance (Fig. 17) :

$$\tau_y^* = a D^{*b} \quad (20)$$

On obtient  $a = 0,483$  et  $b = -3,51$ .

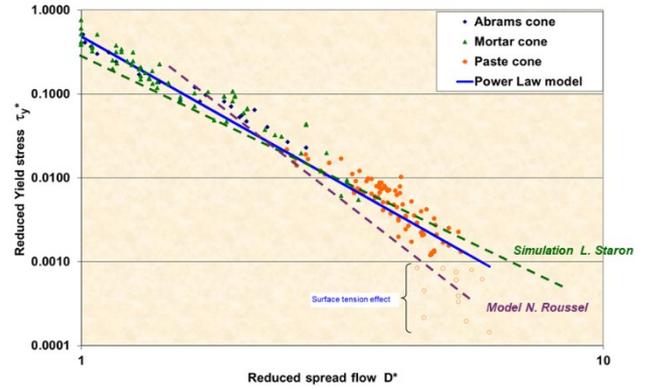


Figure 17. Corrélation entre seuil et étalement expérimentaux réduits.

Les résultats sont conformes à la théorie qui prévoit effectivement une loi puissance selon Roussel et Coussot [20] :

$$\tau_y = \frac{225 \rho g V^2}{128 \pi R^5} \quad (21)$$

Toutefois, la pente de ce modèle est assez nettement différente, avec une valeur de -5 au lieu de -3,51 pour nos données expérimentales.

Les simulations de Staron et al. [21] sont plus proches des résultats observés expérimentalement :

$$\frac{H}{H_0} = 3,01 \left( \frac{\tau_y}{\rho g R_0} \right)^{0,66} \quad (22)$$

L'intérêt de cette corrélation expérimentale est qu'elle permet de couvrir un spectre très large de comportement de matériau, en couvrant toute la gamme des bétons et mortiers observés couramment sur le terrain, tant pour les affaissements que pour les étalements.

#### 4.2. Le scissomètre : un thixomètre



Figure 18. Banc de pales scissométriques permettant de mesurer le seuil à 9 échéances successives.

La mesure de l'évolution du seuil après un certain temps de repos est fondamentale pour certaines applications. Le scissomètre manuel est un outil tout à fait approprié pour une utilisation de terrain. Une première option consiste à planter la pale à différents

emplacements dans un r cipient. Cependant, pour une meilleure pr cision, et surtout si le mat riau devient moins plastique, il est n cessaire de planter plusieurs pales   l'avance et de visser l'embout du scissom tre sur la pale juste avant l' ch ance correspondante   chaque  chantillon. Un dispositif simple de porte-pale a  t  con u   cet effet (Figure 18).

4.3. eFlow : toujours la gravit 

L'obtention d'un indicateur de viscosit    partir d'une mesure de terrain est assez facile sur un mat riau peu seuill , de type autopla ant en particulier. Des mesures de temps de vidange d' coulement dans un c ne sont faciles   r aliser. Un seul point de mesure est obtenu, ce qui ne permet pas de caract riser convenablement le mat riau pour certaines applications. Il en est de m me de la mesure du  $t_{50}$  (temps pour atteindre un  talement de 50 cm) lors de l' talement au c ne d'Abrams. Cette mesure est classique, mais elle est tr s sensible   l' talement final et peu r p table.

Nous proposons de conserver la mesure la plus basique et repr sentative de la r alit  du terrain, qui est donc l' talement au c ne d'Abrams, mais d'essayer de tirer le maximum d'informations   partir de cette mesure.

Le principe est simple : il s'agit de filmer l' talement du b ton, avec ou sans pied photo, en utilisant une plaque dot e d'une mire pour corriger les effets de boug  lors de la prise de la vid o.

Une application, appel e « eFlow », a  t  d velopp e sur une base Android, en consid rant qu'un smartphone est capable de remplir toutes les t ches attendues. Il est accessible, peu on reux, capable de r aliser des vid os, poss de une capacit  d'analyse d'image et de calcul et permet de restituer et communiquer un r sultat (Figure 19). Une fois la m thodologie fix e, nous nous int resserons   la capacit  de mesure et   la calibration de l'outil pour obtenir un rh ogramme avec de vraies grandeurs physiques.

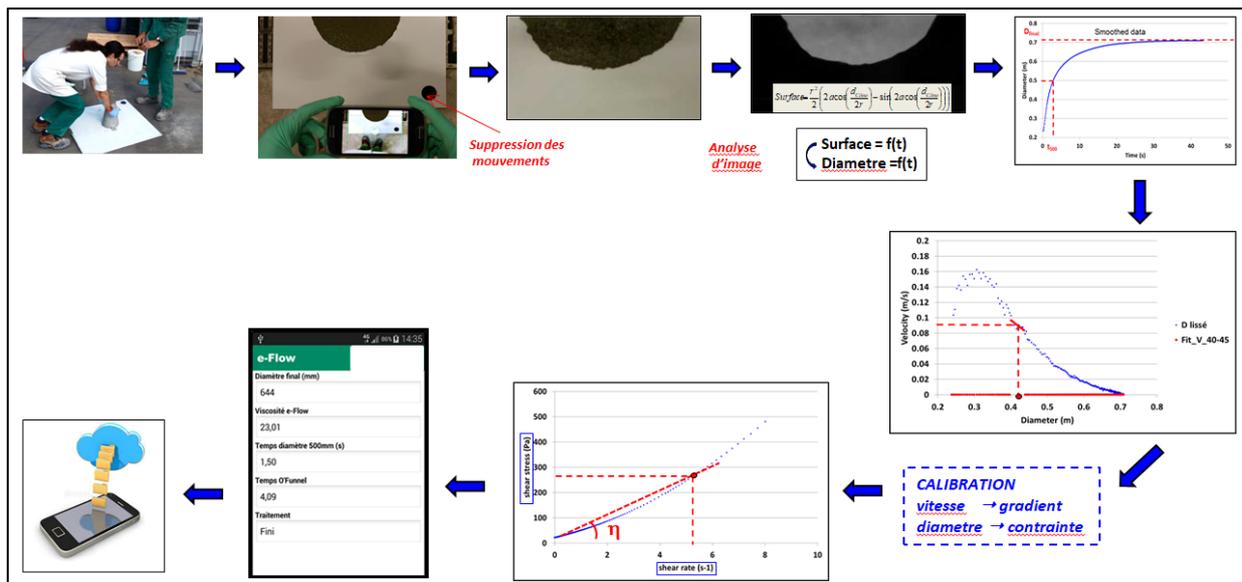


Figure 19. Principe de fonctionnement d'eFlow.

Il va de soi que la mesure permet d'analyser des niveaux de contrainte et de gradients de cisaillement d croissants au fur et   mesure de l'essai, qui dure de quelques secondes   une minute environ selon le b ton test .

Le principe de calibration est le suivant : en repartant de l'hypoth se d'homoth tie de forme du c ne au fur et   mesure de l' talement, il est possible de d finir la position du centre de gravit  en fonction du temps (Fig. 20). Ceci nous permet donc de calculer la diminution d' nergie potentielle, qui peut  tre contenu en termes d'effets inertiels et de dissipation visqueuse. Dans une approche simplificatrice, on ne

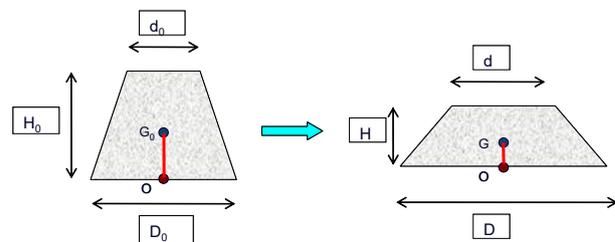


Figure 20. G om trie du probl me.

retiendra pas la composante inertielle, qui n'est sensible qu'aux premiers instants. Nous acc dons ainsi   la puissance dissip e en fonction du temps, ce qui permet de d finir un gradient de cisaillement moyen

dans l' echantillon.

Approche quantitative pour le c one d'Abrams avec  $D_0/d_0 = 2$  :

$$\text{Volume du c one : } V = \frac{7\pi}{48} HD^2 \quad (23)$$

$$\text{Centre de gravit e : } OG = \frac{11}{28} H \quad (24)$$

$$\text{Energie potentielle : } E_{pot} = \frac{132}{49\pi} \rho g \frac{V^2}{D^2} \quad (25)$$

D'o u la puissance dissip ee par d erivation de l' nergie potentielle :

$$P_{diss} = \frac{264}{49\pi} \rho g \frac{V^2}{D^3} \frac{\partial D}{\partial t} \quad (26)$$

avec la vitesse d' etalemt  $v_{spread} = \frac{\partial D}{\partial t}$ .

Cette puissance s' ecrit aussi  $P_{diss} = \eta \dot{\gamma}_P^{*2} V$ ,  $\dot{\gamma}_P^*$   tant consid er e comme le gradient moyenn e sur le volume par la puissance dissip ee.

D'o u la forme de  $K_{\gamma P}$  :

$$K_{\gamma P} = \frac{\dot{\gamma}_P^*}{v_{spread}} = \sqrt{\frac{264 \rho g V}{49\pi} \frac{1}{\eta D^3 v_{spread}}} \quad (27)$$

Il est coh erent que  $\eta v_{spread}$  soit constant pour une contrainte et donc pour un  etalemt donn e, mais cette grandeur doit varier en fonction de cet  etalemt. Il est donc n ecessaire de la calibrer. Nous calibrons en fait « un rh eom etre   g eom etrie variable ».

La grandeur  $K_{\gamma P}$  est donc calibr ee avec deux fluides newtoniens, ce qui est repr esent e sur la Figure . On voit que l'on conserve une d ependance au diam etre. Nous retenons la courbe du fluide   18 Pa.s car les effets d'inertie  taient cons equents sur le fluide le moins visqueux et que cette cible de 18 Pa.s est plus proche d'une viscosit e de b eton.

Du point de vue des contraintes, on ne peut pas vraiment se r ef erer aux travaux effectu es sur la contrainte seuil car il s'agit ici de contraintes moyenn ees lors de la dissipation sur l'ensemble du volume. La d emarche est cependant assez similaire, en r eduisant la contrainte (Eq. (18)).

La contrainte moyenne est obtenue   partir de la puissance selon  $P = \tau \dot{\gamma}_P^* V$ . On obtient deux courbes   partir des fluides de calibration (Figure 22). Comme pour la calibration du gradient de cisaillement, nous retenons la courbe du fluide   18 Pa.s.

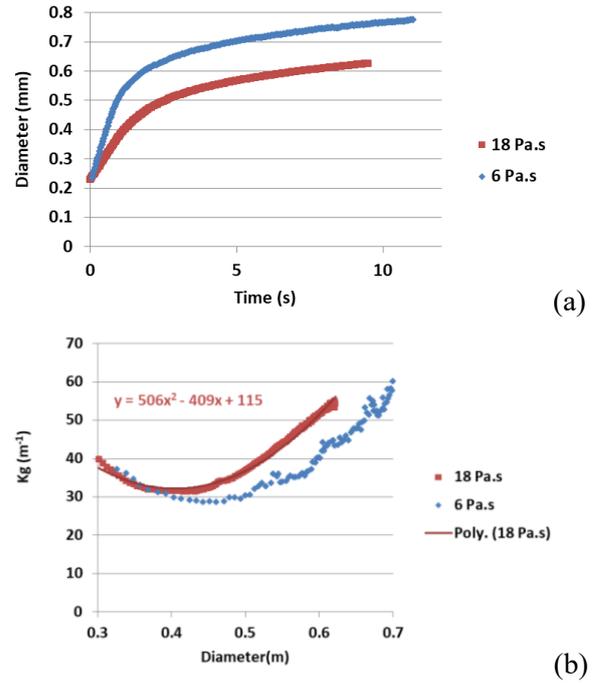


Figure 21. (a) Courbes d' etalemt en fonction du temps et (b) valeurs de  $K_{\gamma P}$  obtenues sur deux fluides newtoniens.

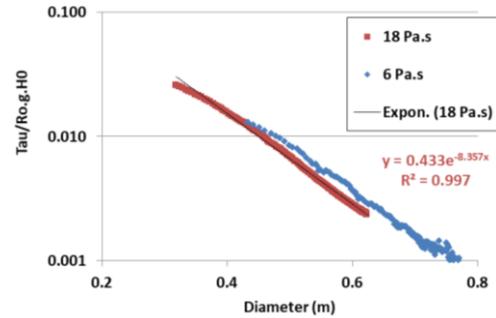
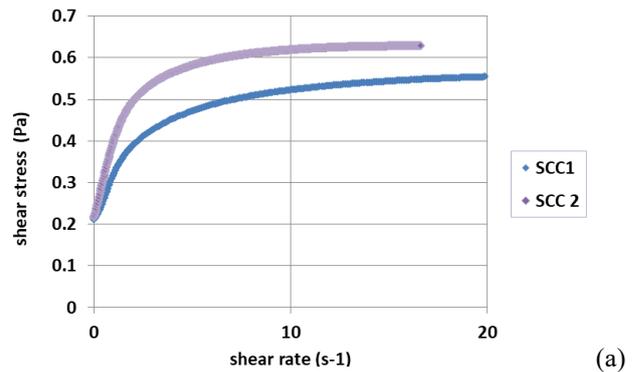


Figure 22. Calibration des contraintes en fonction du diam etre.

Ces calibrations sont imparfaites, mais elles permettent tout de m eme d'approcher convenablement des grandeurs rh eologiques vraies et de comparer des b etons sur une gamme de cisaillement assez large, comme on peut le voir sur l'exemple de la Figure .



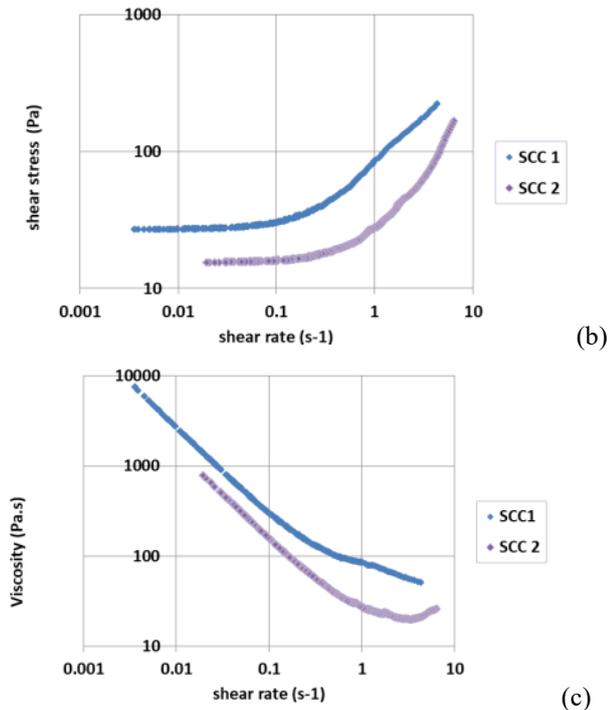


Figure 23. (a) Courbes d'étalement, (b) rhéogrammes et (c) courbes de viscosité eFlow de deux bétons autoplaçants.

## 5. De nouveaux besoins

### 5.1. Des bétons seillés mais visqueux

Les bétons à faibles empreintes environnementales seront idéalement autoplaçants, afin de bénéficier de la meilleure réduction d'eau, grâce à une forte défloculation, ce qui permettra de réduire également la quantité de ciment et donc les émissions de CO<sub>2</sub>. Mais ces bétons sont plus techniques à mettre en œuvre et ne correspondent pas toujours aux attentes de clients. Un compromis de formulation peut être trouvé, mais peut conduire à des bétons à seuil, dont la viscosité est non mesurable avec les outils tels que eFlow, ou le cône inversé, mais qui représente une grandeur essentielle pour la mise en œuvre. Si un rhéomètre à béton peut permettre la mesure de la viscosité de tels bétons, des outils terrains de qualification de la viscosité de bétons seillés restent à développer.

### 5.2. Les bétons imprimables

Le champ de développement d'outil de caractérisation des bétons imprimables est très conséquent. Leur comportement est spécifique et les réponses à étudier également : élasto-plasticité, thixotropie, évolution temporelle semi-réversible, coefficient de friction interne, effet de collant, tout ceci avec une forte sensibilité au procédé.

Il est nécessaire de bien caractériser les propriétés clés pour optimiser les formules au laboratoire, mais

il est tout aussi important de pouvoir les mesurer en ligne, sur site industriel, pour adapter ou régler les paramètres d'impression, voire des paramètres de formulation en direct.

### 5.3. Les effets d'interface

Un certain nombre d'applications font appel au comportement d'interface du matériau béton avec différents matériaux. C'est le cas de la technique des coffrages glissants, pour lesquels la tribologie prend le pas sur la rhéologie, mais tout est question d'échelle d'observation. Il en est de même pour le pompage du béton. Une approche macroscopique relève de la tribologie mais l'observation fine des couches de lubrification relève plus de la rhéologie. Les nouvelles générations de bétons à teneur en eau réduite et bien défloculés ont la réputation d'être collants et difficiles à nettoyer. A l'échelle industrielle, c'est une vraie problématique qui nécessite d'être regardé aussi avec un esprit scientifique.

## 6. Conclusions

La rigueur scientifique n'est pas facilement compatible avec le monde industriel du béton. Ce matériau peut être vu comme un matériau de commodité, pour lequel des ajustements sont toujours possibles, et qui présente des marges de sécurité importantes. Mais le monde change, nous devons concevoir les bétons ordinaires de demain comme des bétons à haute performance d'aujourd'hui. Et ces bétons à teneur en eau réduite seront plus pointus, plus exigeants à formuler et à optimiser mais aussi plus difficiles à mettre en œuvre. Dans un tel cadre, la mesure rhéologique devient un élément clé vis-à-vis du client qu'il faudra convaincre. L'optimisation des formules passe par une bonne compréhension globale des mécanismes et par une qualification poussée au laboratoire. Mais les matériaux naturels qui le composent restent variables par nature et la mesure sur le terrain reste la référence et se doit d'être d'un niveau de qualité très supérieur à ce qui se fait traditionnellement sur des bétons ordinaires. Pour toutes ces raisons, nous avons tenté de réaliser un compromis entre les exigences du terrain, une facilité de mesure et un coût modique des outils, avec l'impérieuse nécessité de mesurer au mieux des grandeurs physiques réelles et représentatives des problèmes rencontrés. L'idée maitresse reste d'utiliser un moteur « gratuit », qui est la gravité, pour piloter les contraintes et de mesurer de la façon la plus simple possible les déformations, comme dans le cas d'eFlow, qui permet de remonter à un rhéogramme sans changer vraiment les habitudes de chantier. D'autres développements dans un esprit similaire

sont en cours dans l'idée de mesurer une grandeur physique avec les outils les plus simples possibles. Par ailleurs, l'impression 3D pourrait bien révolutionner le monde de la construction d'ici à quelques années. Un immense champ de possibilités et autant de nouveaux challenges surviennent. La rhéologie apparaît comme une science et une discipline clé pour le développement de cette nouvelle technologie.

### Remerciements

Mes remerciements vont en direction de tous mes collaborateurs, avec une mention spéciale à Cédric Juge, technicien au Centre de Recherche Holcim, qui m'a accompagné depuis plus de vingt ans sur le développement et la fiabilisation de nombreux outils. Je dois beaucoup aussi aux échanges passionnants que j'ai pu avoir avec de nombreux chercheurs académiques, qui se reconnaîtront.

### Références

- [1] A.N. Beris, J.A. Tsamopoulos, R.C. Armstrong, R.A. Brown, Creeping motion of a sphere through a Bingham plastic, *J. Fluid Mech.*, 158, 219-244 (1985).
- [2] L. Jossic, A. Magnin, Drag of an isolated cylinder and interactions between two cylinders in yield stress fluids, *J. Non-Newt. Fluid Mech.*, 164, 9-16 (2009).
- [3] H. Tabuteau, P. Coussot, J.R. de Bruyn, Drag force on a sphere in steady motion through a yield-stress fluid, *J. Rheol.*, 51, 125-137 (2007).
- [4] E. Guazzelli, J. Hinch. Fluctuations and instability in sedimentation. *Ann. Rev. Fluid Mech.*, 43, 97-116 (2011).
- [5] R.J. Phillips, R. Armstrong, R. Brown, A. Graham, J.R. Abbott, A constitutive equation for concentrated suspensions that accounts for shear-induced particle migration, *Phys. Fluids A*, 4, 30-40 (1992).
- [6] C. Kang, P. Mirbod, Shear-induced particle migration of semi-dilute and concentrated Brownian suspensions in both Poiseuille and circular Couette flow, *Intern. J. Multiph. Flow*, 126, 103239 (2020).
- [7] H. Süleyman Gökçe, Ö. Andiç-Çakır, A new method for determination of dynamic stability of self-consolidating concrete: 3-Compartment sieve test, *Construct. Build. Mat.*, 168, 305-312 (2018).
- [8] L. Shen, H.B. Jovein, Z. Sun, Q. Wang, W. Li, Testing dynamic segregation of self-consolidating concrete, *Construct. Build. Mat.*, 75, 465-471 (2015).
- [9] P. H. Bilberg, N. Roussel, S. Amziane, M. Beitzel, G. Charitou, B. Freund, J. Gardner, G. Grampeix, C. A. Graubner, L. Keller, K. Khayat, D. A. Lange, A. F. Omran, A. Perrot, T. Proske, R. Quattrociochi, Y. Vanhove, Field validation of models for predicting lateral form pressure exerted by SCC, *Cement Concr. Comp.*, 54, 70-79 (2014).
- [10] G. Ovarlez, N. Roussel, A physical model for the prediction of lateral stress exerted by self-compacting concrete on formwork, *Mater. Struct.*, 39, 269-279 (2006).
- [11] O. Ahmadah, H. Bessaies-Bey, A. Yahia, N. Roussel, A new mix design method for low-environmental-impact blended cementitious materials: Optimization of the physical characteristics of powders for better rheological and mechanical properties, *Cement Concr. Comp.*, 128, 104437 (2022).
- [12] U. Raviv, S. Giasson, N. Kampf, J.F. Gohy, R. Jérôme, J. Klein, Lubrication by charged polymers, *Nature*, 425, 163-165 (2003).
- [13] J. Comtet, G. Chatté, A. Niguès, L. Bocquet, A. Siria, A. Colin, Pairwise frictional profile between particles determines discontinuous shear thickening transition in non-colloidal suspensions. *Nature Comm.*, 8, 15633 (2017).
- [14] C. F. Ferraris, L. Brower, D. Beaupre, F. Chapdelaine, P. Domone, E. Koehler, L. Shen, M. Sonebi, L. Struble, D. Tepke, O. Wallevik, J. Wallevik, Comparison of concrete rheometers: International tests at LCPC, *NIST Internal Report* (2000).
- [15] D. Beaupré, F. Chapdelaine, P. Domone, E. Koehler, L. Shen, M. Sonebi, L. Struble, D. Tepke, O. Wallevik, Comparison of concrete rheometers: International tests at MB, Cleveland, *NIST Internal Report* (2003).
- [16] S. Amziane, C. Djelal, K. El-Cheikh, F. Fabbris, S. Fataei, D. Feys, M. Greim, I. Ivanova, H. Keller, K. Khayat, L. Libessart, V. Mechcherine, I. Navarette, A. Perrot, E. Secrieru, M. Sonebi, Y. Vanhove, An overview of RILEM TC MRP round-robin testing of concrete and mortar rheology in Bethune, *Proc. Intern. RILEM Workshop* (2018).
- [17] A.B. Metzner, R.E. Otto, Agitation of non-Newtonian fluids, *AIChE J.*, 3, 3-10 (1957).
- [18] A. Ait-Kadi, P. Marchal, L. Choplin, A.S. Chrisse-mant, M. Bousmina, Quantitative analysis of mixer-type rheometers using the Couette Analogy, *Can. J. Chem. Eng.*, 80, 1166-1174 (2002).
- [19] X. Chateau, G. Ovarlez, K.L. Trung, Homogenization approach to the behavior of suspensions of noncolloidal particles in yield stress fluids, *J. Rheol.*, 52, 489-506 (2008).
- [20] N. Roussel, P. Coussot "Fifty-cent rheometer" for yield stress measurements: from slump to spreading flow, *J. Rheol.*, 49, 705-718 (2005).
- [21] L. Staron, P.Y. Lagree, P. Ray, S. Popinet, Scaling laws for the slumping of a Bingham plastic fluid, *J. Rheol.*, 57, 1265-1280 (2013).

# Superposition temps/masse molaire pour décrire le comportement des polypropylènes à rhéologie contrôlée

F. Berzin<sup>1</sup>, B. Vergnes<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Université de Reims Champagne Ardenne, INRAE, FARE, UMR 0614, 51686 Reims

<sup>2</sup> MINES ParisTech, PSL Research University, CEMEF, UMR CNRS 7635, CS 10207, 06904 Sophia-Antipolis

Reçu le 9 janvier 2022 - Version finale acceptée le 2 mars 2022

**Résumé :** Pour permettre l'utilisation des polypropylènes issus des réacteurs de polymérisation dans les procédés de transformation usuels (extrusion, injection...), ces polymères sont dégradés par des peroxydes lors de procédés d'extrusion réactive ultérieurs. Ceci permet de réduire leur masse molaire et donc leur viscosité et leur élasticité. Dans une étude précédente, une série de polypropylènes homo- et copolymères de différentes masses molaires avaient été préparés en extrusion bivis et caractérisés en rhéométrie oscillatoire. Il avait été montré que leur comportement pouvait être décrit par des lois de Carreau-Yasuda, éventuellement à seuil, dont tous les paramètres dépendaient de la masse molaire. En reprenant ces données expérimentales, nous montrons dans la présente étude comment une superposition temps/masse molaire permet de réduire drastiquement le nombre de paramètres à prendre en compte pour décrire précisément le comportement de ces matériaux. Ce concept est ensuite validé en l'appliquant à diverses données expérimentales issues de la bibliographie.

**Mots clés :** Polypropylène, Peroxyde, Masse molaire, Viscosité, Courbe maîtresse.

[Abridged English version on last page]

## 1. Introduction

En sortie de réacteur de polymérisation, les polypropylènes ont en général une masse molaire et une polymolécularité élevées, ce qui leur confère des valeurs importantes de viscosité et d'élasticité. Pour les rendre plus faciles à transformer dans les procédés d'extrusion ou d'injection, on les traite alors avec des peroxydes, qui vont casser les chaînes polymères par  $\beta$ -scission et donner ce que l'on appelle des polypropylènes à rhéologie contrôlée (CR-PP, controlled-rheology polypropylene, en anglais) [1-4]. Dans un article publié en 2001, Berzin et al. [5] avaient caractérisé le comportement rhéologique de CR-PP, à la fois homo- et copolymères, produits par extrusion réactive. Ils avaient montré que la viscosité de ces matériaux pouvait être décrite par une loi de Carreau-Yasuda, éventuellement avec un seuil d'écoulement, dont tous les paramètres (viscosité newtonienne, temps caractéristique, indice de rhéofluidité, paramètre de Yasuda, seuil d'écoulement) étaient des fonctions plus ou moins simples de la masse molaire moyenne en poids  $M_w$ . Dans le présent article, l'objectif est de reprendre ces données expérimentales et de montrer comment une superposition temps/masse molaire, fondée sur le même principe

que la classique superposition temps/température, permet d'obtenir des courbes maîtresses et de proposer une loi de viscosité générale pour une série de CR-PP avec un nombre très réduit de paramètres.

## 2. Résultats expérimentaux

Les résultats de Berzin et al. [5] concernent une série de CR-PP obtenus à partir d'un homopolymère et d'un copolymère contenant environ 7% en masse de polyéthylène (PE). Ces échantillons ont été réalisés par extrusion avec différentes quantités de peroxyde (DHBP, Trigonox 101) et caractérisés en termes de distribution de masses molaires par chromatographie d'exclusion stérique [6]. Les mesures rhéologiques ont été effectuées en mode dynamique dans le domaine linéaire sur un rhéomètre RMS 800 (Rheometrics) à cinq températures entre 185 et 245°C. Les Figures 1 et 2 montrent les courbes maîtresses de viscosité complexe, obtenues par superposition temps/température, des différents échantillons. Les diverses masses moyennes correspondantes sont indiquées Tables 1 et 2. Pour l'homopolymère (Fig. 1), on observe le passage progressif d'un comportement de type Carreau-Yasuda à un comportement newtonien, avec une di-

Echantillon	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Peroxyde (%)	0	0,01	0,02	0,06	0,10	0,15	0,25	0,35	0,50
$M_w$ (kg/mol)	301,6	209,3	190,5	135,6	114,8	104,9	87,5	78,8	63,0
$M_n$ (kg/mol)	47,1	45,9	40,6	36,2	34,7	33,6	29,1	27,2	25,2
$M_z$ (kg/mol)	1125,0	482,3	425,8	278,1	224,8	202,6	175,5	148,3	112,6
$I_p$ (-)	6,4	4,6	4,7	3,7	3,3	3,1	3,0	2,9	2,5

Table 1. Masses molaires moyennes et indice de polymolécularité des échantillons d'homopolymère pour différents taux de peroxyde.

Echantillon	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Peroxyde (%)	0	0,01	0,02	0,06	0,10	0,15	0,25	0,35	0,50
$M_w$ (kg/mol)	256,1	210,4	181,4	168,9	150,1	116,9	104,7	89,3	74,4
$M_n$ (kg/mol)	47,1	44,8	41,8	36,7	36,1	30,0	29,8	24,0	21,8
$M_z$ (kg/mol)	850,5	559,7	456,0	612,3	488,9	285,4	305,0	218,9	231,7
$I_p$ (-)	5,4	4,7	4,3	4,6	4,2	3,9	3,5	3,7	3,4

Table 2. Masses molaires moyennes et indice de polymolécularité des échantillons de copolymère pour différents taux de peroxyde.

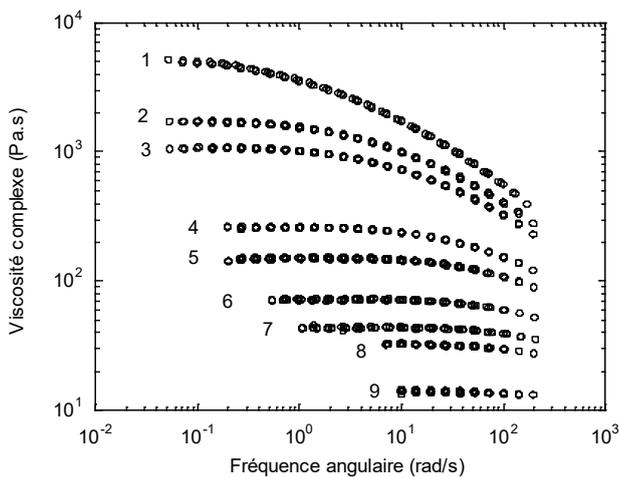


Figure 1. Courbes de viscosité complexe à 215°C pour l'homopolymère.

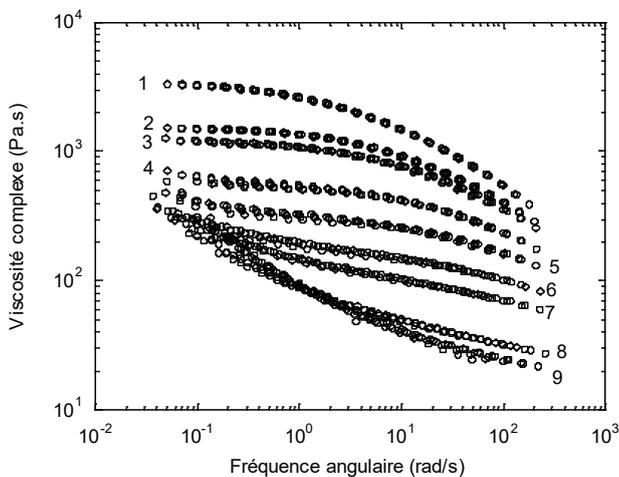


Figure 2. Courbes de viscosité complexe à 215°C pour le copolymère.

minution de viscosité de presque trois décades. Ce genre de comportement est observé par tous les auteurs ayant caractérisé des CR-PP, que ce soit en mode dynamique ou en écoulement continu [2, 4, 7-9].

Pour le copolymère, les choses sont très différentes : si la viscosité diminue à haute fréquence, elle augmente au contraire à basse fréquence, entraînant un croisement des courbes. Ce comportement particulier a été expliqué par l'effet différent du peroxyde sur le PP et le PE : alors qu'il casse les chaînes de PP par  $\beta$ -scission, il réticule et crée de nombreux branchements sur celles de PE [10, 11], entraînant un effet de seuil sur les produits les plus dégradés. Il est toutefois difficile de trancher entre réticulation et branchements. Les courbes de chromatographie ne montrent pas de double distribution mais, à 0,5% de peroxyde, le pourcentage de chaînes de masse supérieure à 300 kg/mol est de 3,6% pour le copolymère contre 0,7% pour l'homopolymère. Par ailleurs, des mesures de taux de gel par extraction Soxhlet dans le xylène pendant 24 heures n'ont pas permis d'identifier leur éventuelle présence, même dans les produits les plus dégradés. La présence de nombreux branchements sur ces matériaux initialement linéaires peut aussi être confirmée par les valeurs de l'énergie d'activation, qui passe de 37-46 kJ/mol pour l'homopolymère à plus de 60 kJ/mol pour le copolymère le plus dégradé [12, 13].

Chaque courbe de la Figure 1 peut être décrite par une loi de Carreau-Yasuda :

$$\eta^* = \eta_0 \left[ 1 + (\lambda \omega)^a \right]^{-\frac{m-1}{a}} \quad (1)$$

où  $\eta_0$  est la viscosité newtonienne,  $\lambda$  le temps caractéristique,  $m$  l'indice de rhéofluidité et  $a$  le paramètre de Yasuda, Pour celles de la Figure 2, il faut ajouter un seuil d'écoulement apparent  $\sigma_0$  pour traduire qualitativement la remontée de viscosité complexe à basse fréquence :

$$\eta^* = \frac{\sigma_0}{\omega} + \eta_0 \left[ 1 + (\lambda\omega)^a \right]^{\frac{m-1}{a}} \quad (2)$$

Dans l'article initial de Berzin et al. [5], les paramètres de ces lois avaient été ajustés pour chaque courbe et les valeurs de  $\eta_0$ ,  $\lambda$ ,  $m$ ,  $a$  et  $\sigma_0$  exprimées en fonction de la masse moyenne  $M_w$ , par des fonctions polynomiales ou des lois puissance. Ceci conduisait à des formes de lois complexes et délicates à utiliser, avec de très nombreux paramètres. Dans ce qui suit, nous présentons donc une nouvelle façon de traiter ces données, pour aboutir à des lois aussi précises mais beaucoup plus simples. Ceci a un intérêt évident pour utiliser ces lois dans des modèles de simulation des écoulements.

### 3. Principe de superposition temps/masse molaire

L'idée de base est de considérer qu'une diminution de masse liée à une diminution de longueur des chaînes macromoléculaires leur donne plus de mobilité, comme le ferait une augmentation de température. En 1966, Vinogradov et Malkin [14] proposent de tracer  $\eta/\eta_0$  en fonction de  $\dot{\gamma}\eta_0$  pour obtenir un comportement « universel »,  $\eta_0$  étant la viscosité newtonienne. Ce concept a ensuite été appliqué par Minoshima et al. [15] à des polypropylènes de masse et de polymolécularité différentes, qui ont montré que cela fonctionnait bien pour des matériaux de largeurs de distribution voisines, mais que la polymolécularité avait un effet important. Dans le domaine des CR-PP, à notre connaissance seuls Barakos et al. [9] ont tenté ce genre d'approche, avec des résultats pas totalement convaincants. On va donc essayer d'appliquer ce principe à nos résultats expérimentaux, afin d'obtenir des courbes maîtresses en utilisant un facteur de glissement  $a_M$  pour superposer les courbes des différents échantillons.

#### 3.1 Cas de l'homopolymère

La Figure 3 montre le résultat obtenu en traçant la viscosité complexe réduite  $\eta^*/a_M$  en fonction de la fréquence réduite  $\omega a_M$ , en prenant comme référence le polymère initial. On constate que la superposition est correcte à basse fréquence, mais avec une dispersion plus importante à la transition newtonien / rhéofluidifiant. Ce résultat, semblable à ceux de Barakos et al. [9], est donc moyennement acceptable.

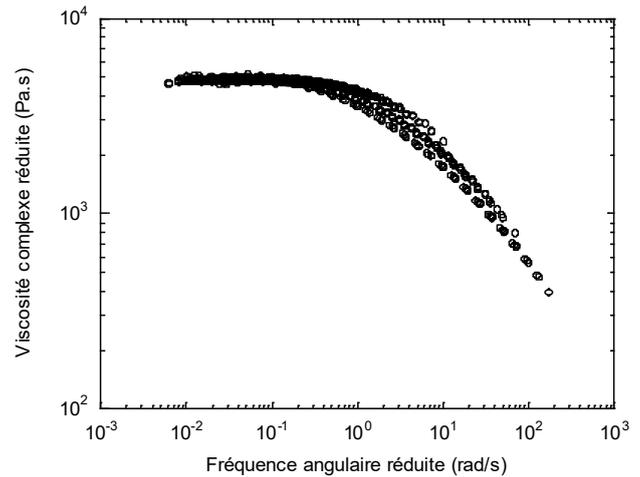


Figure 3. Courbe maîtresse de viscosité complexe à 215°C pour l'homopolymère, obtenue avec un facteur de glissement  $a_M$ .

En fait, en prenant le même facteur de glissement pour la viscosité et la fréquence, on suppose que la viscosité newtonienne et le temps caractéristique ont la même dépendance par rapport à la masse moyenne, ce qui est le cas en théorie pour les polymères monodisperse. Or, Berzin et al. [5] avaient montré que ce n'était pas vérifié pour ces matériaux, avec les dépendances suivantes :

$$\eta_0 = AM_w^{3,9} \quad (3)$$

$$\lambda = BM_w^{4,9} \quad (4)$$

où  $A$  et  $B$  sont des constantes.

Au vu des équations (3) et (4), il est donc licite d'effectuer une superposition avec deux facteurs de glissement, l'un  $a_M$  pour la viscosité, l'autre  $b_M$  pour la fréquence angulaire. En faisant cela, on obtient le résultat de la Figure 4.

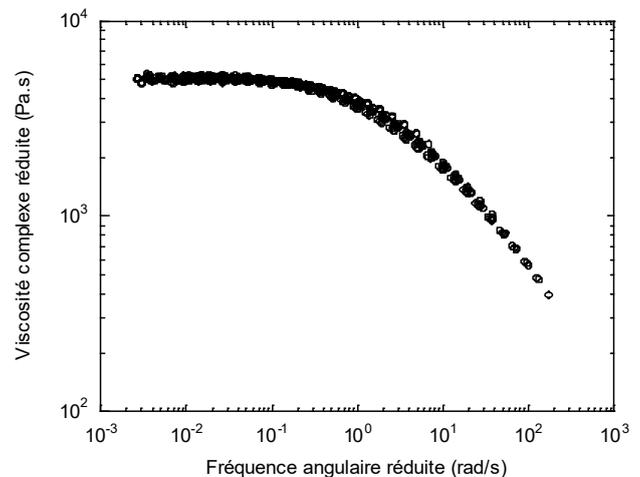


Figure 4. Courbe maîtresse de viscosité complexe à 215°C pour l'homopolymère, obtenue avec deux facteurs de glissement  $a_M$  et  $b_M$ .

Cette fois, le résultat est très satisfaisant : on obtient une courbe unique, forte de 873 points expérimentaux, couvrant plus de quatre décades de fréquence angulaire.

Les variations des facteurs de glissement  $a_M$  et  $b_M$  avec la masse molaire sont indiquées à la Figure 5. Ils suivent tous deux une évolution en loi puissance :

$$a_M = 3,5 \times 10^{-10} M_w^{3,83} \quad (5)$$

$$b_M = 1,06 \times 10^{-12} M_w^{4,87} \quad (6)$$

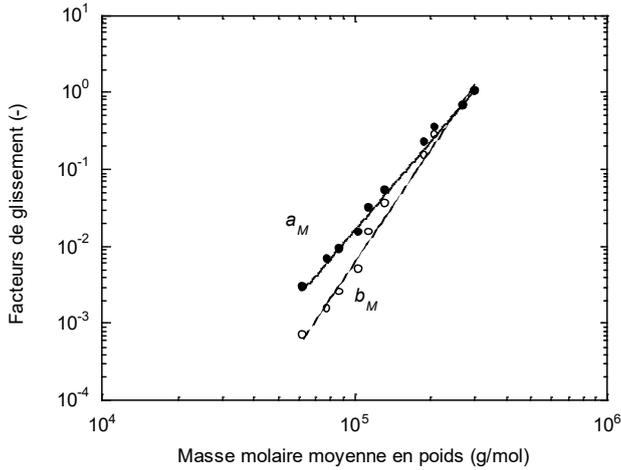


Figure 5. Evolution des facteurs de glissement  $a_M$  et  $b_M$  en fonction de la masse molaire.

Pour les polymères peu dégradés, les valeurs sont très proches, mais l'écart augmente au fur et à mesure que la masse molaire diminue.  $a_M$  et  $b_M$  traduisant les dépendances de  $\eta_0$  et  $\lambda$  avec la masse molaire, il est normal de retrouver des expressions proches de celles proposées par Berzin et al. [5] et rapportées aux équations (3) et (4). L'exposant égal à 3,83 de la dépendance de la viscosité newtonienne avec la masse est plus faible que celui de 4,65 obtenu par Carrot et al. [16] sur une série de CR-PP. Ceci est dû au fait que la polymolécularité de nos matériaux ( $I_p$  de 6,4 à 2,5) est plus faible que celle des matériaux de Carrot et al. [16] ( $I_p$  de 10,6 à 4,4).

Finalement, la courbe maîtresse de la Figure 4 peut être ajustée par une loi de Carreau-Yasuda intégrant les effets de masse et de température :

$$\eta^* = \eta_0 a_T a_M \left[ 1 + (\lambda a_T b_M \omega)^a \right]^{\frac{m-1}{a}} \quad (7)$$

où  $a_T$  est le facteur de glissement thermique, défini par une loi d'Arrhenius, et  $a_M$  et  $b_M$  sont définis par les équations (5) et (6). Les paramètres de cette loi sont les suivants :

$$\eta_0 = 5010 \text{ Pa.s à } 215^\circ\text{C} ; \lambda = 0,28 \text{ s} ; a = 0,7, \\ m = 0,40 ;$$

Pour la loi d'Arrhenius, on peut choisir une valeur moyenne de l'énergie d'activation  $E/R$  (ici,  $E/R \approx 5500 \text{ K}^{-1}$ ), ou prendre en compte sa légère dépendance avec la masse molaire [5].

On aboutit donc à une forme de loi très simple, avec un nombre limité de paramètres, permettant de décrire précisément et complètement le comportement rhéologique des CR-PP homopolymères.

### 3.2 Cas du copolymère

On pourrait imaginer effectuer le même type de traitement sur le copolymère pour exploiter les courbes de la Figure 2. Le résultat est présenté Figure 6. Comme on pouvait s'y attendre, la superposition n'est pas satisfaisante.

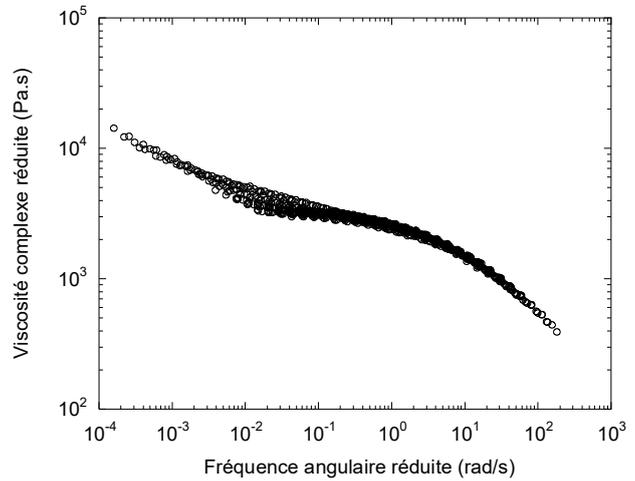


Figure 6. Courbe maîtresse de viscosité complexe à  $215^\circ\text{C}$  pour le copolymère, obtenue avec deux facteurs de glissement  $a_M$  et  $b_M$ .

En effet, comme indiqué précédemment, la remontée de viscosité à basse fréquence est liée à l'apparition de branchements longs et multiples sur la phase PE, donc à une modification importante de la structure du copolymère. Il est donc illusoire de vouloir dans ce cas obtenir une courbe maîtresse.

Par contre, on peut voir Figure 7 que, sur les échantillons peu dégradés qui ne présentent pas de seuil d'écoulement marqué (échantillons 1 à 4), la superposition temps/masse molaire fonctionne aussi bien que pour l'homopolymère.

Les facteurs de glissement suivent là aussi des lois puissance comme celles des équations (5) et (6), mais avec des exposants un peu différents, respectivement 3,74 pour  $a_M$  et 4,66 pour  $b_M$ .

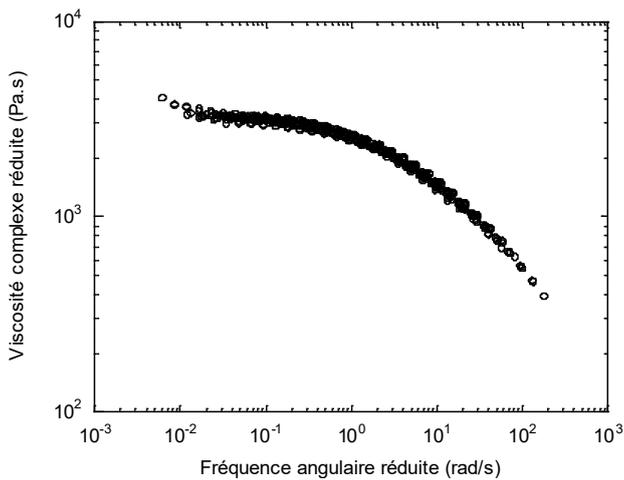


Figure 7. Courbe ma tre de viscosit  complexe   215 C pour le copolym re peu d grad , obtenue avec deux facteurs de glissement  $a_M$  et  $b_M$ .

#### 4. Validation sur des donn es bibliographiques

On trouve dans la bibliographie quelques exemples de courbes d' coulement exp rimentales pour des CR-PP de masses molaires vari es, que ce soit en mode dynamique ou continu [2, 8, 9]. Nous avons repris ces donn es pour leur appliquer le protocole pr c dent.

En 1999, Hammerschmid et Galheitner [2] proposent les courbes de viscosit  de six CR-PP ( $M_1$     $M_6$ ) obtenus   partir d'un homopolym re  $M_0$  avec des taux de peroxyde allant de 0,026   0,24% (Fig. 8). L'allure des courbes est similaire   celles de la Figure 1.

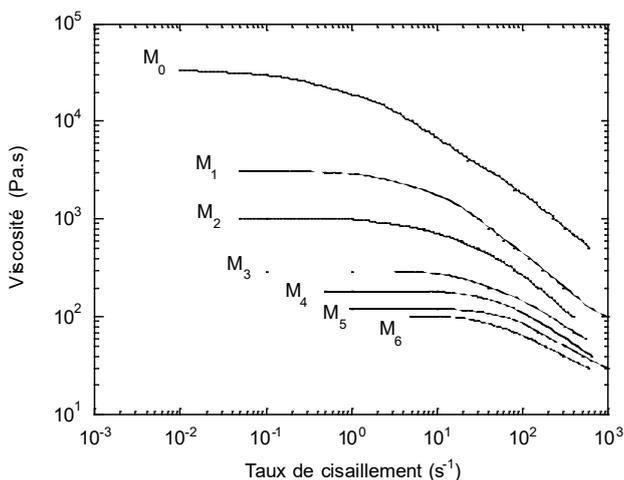


Figure 8. Courbes de viscosit    230 C pour l'homopolym re ( $M_0$ ) et les CR-PP ( $M_1$     $M_6$ ) (d'apr s [2]).

La Figure 9 montre que le principe de superposition temps/masse molaire avec deux coefficients fonctionne ici aussi tr s correctement. Comme dans les exemples pr c dents,  $a_M$  et  $b_M$  suivent des lois puissance, avec des valeurs respectives des exposants

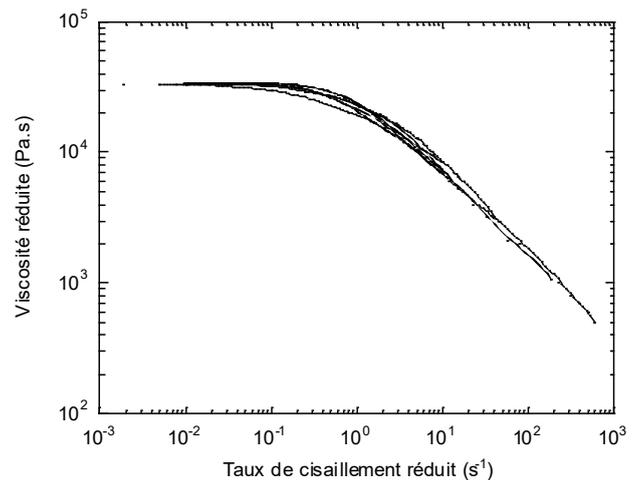


Figure 9. Courbe ma tre obtenue   partir de la Figure 7 avec deux facteurs de glissement  $a_M$  et  $b_M$ .

de 3,35 et 2,83.

Barakos et al. [8] ont  galement publi  des courbes de viscosit  obtenues en rh om trie capillaire, pour un polypropyl ne lin aire PP1 et 3 CR-PP (PP2   PP4) r alis s avec des taux de peroxyde de 0,02   0,1%. La Figure 10 montre les courbes obtenues par superposition temps/temp rature des donn es mesur es   190, 210 et 230 C. Par rapport aux exemples pr c dents, on est ici   plus fort taux de cisaillement, ce qui explique l'absence de plateau newtonien.

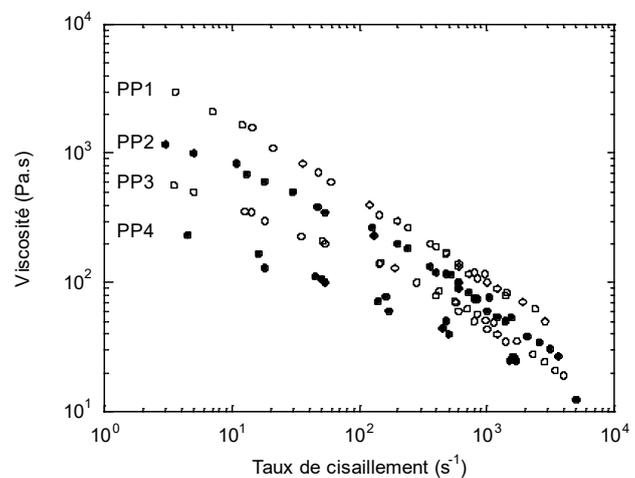


Figure 10. Courbes de viscosit    210 C pour l'homopolym re (PP1) et les CR-PP (PP2   PP4) (d'apr s [6]).

La Figure 11 permet de constater que le principe de superposition propos  s'applique encore parfaitement, avec toutefois des valeurs plus  lev es pour la d pendance des facteurs  $a_M$  et  $b_M$  avec la masse molaire, respectivement de 5,33 et 7,06. Ce dernier point peut s'expliquer par le fait que les mat riaux de Barakos et al. [8] ont une polymol cularit  tr s  lev e, de 11 pour le PP1   4,9 pour le PP4, alors qu'elle est beaucoup plus faible pour Hammerschmid

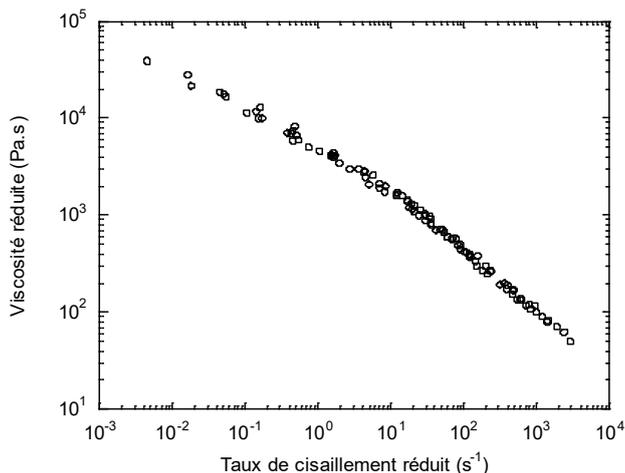


Figure 11. Courbe maîtresse obtenue à partir de la Figure 9 avec deux facteurs de glissement  $a_M$  et  $b_M$ .

et Galheitner [2] (de 5,5 à 2,5) et pour Berzin et al. [5] (de 6,4 à 2,5).

Enfin, nous avons tracé à la Figure 12 les courbes de viscosité complexe obtenues par Azizi et al. [9] sur un homopolymère A et quatre CR-PP (B à E) obtenus avec des taux de peroxyde de 0,02 à 0,6%.

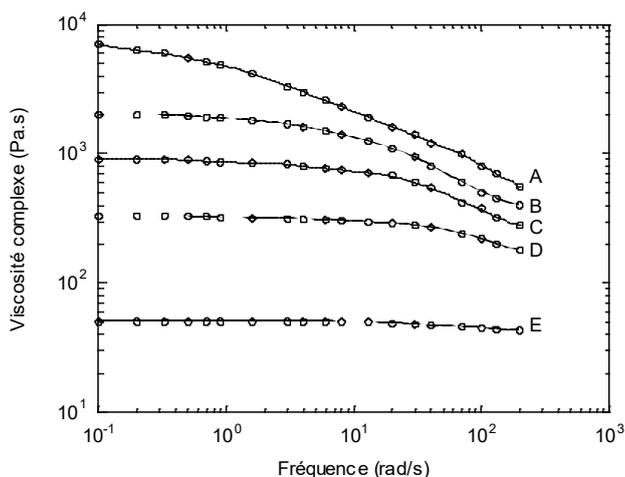


Figure 12. Courbes de viscosité complexe à 230°C pour l'homopolymère (A) et les CR-PP (B à E) (d'après [9]).

La Figure 13 confirme une fois de plus la validité du concept de superposition temps/masse molaire, avec des expo-sants respectifs de 4,95 et 6,23 pour  $a_M$  et  $b_M$ . Ces valeurs élevées sont liées au fait que, dans cet article, les masses n'ont pas été mesurées, mais calculées de manière très approchée.

## 5. Conclusion

Nous avons montré que les courbes de viscosité de polypropylènes homopolymères dégradés par des peroxydes pouvaient être rassemblées sous forme de courbe maîtresse, en utilisant deux facteurs de glissement fonctions de la masse molaire moyenne,

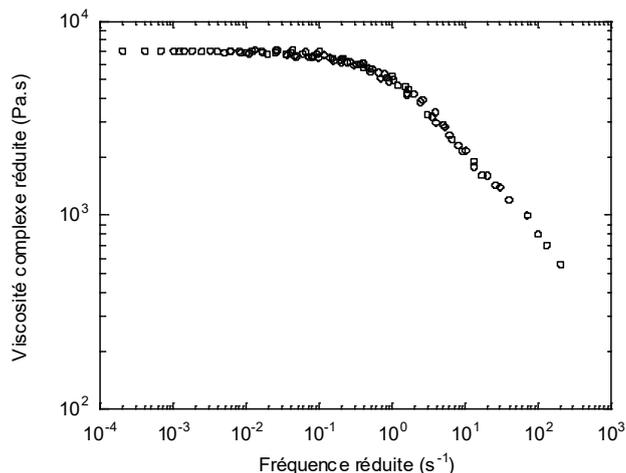


Figure 13. Courbe maîtresse obtenue à partir de la Figure 10 avec deux facteurs de glissement  $a_M$  et  $b_M$ .

l'un pour la viscosité newtonienne, l'autre pour le temps caractéristique. Ce principe s'applique aussi au cas des copolymères tant que ceux-ci ne sont pas trop dégradés, c'est-à-dire avant l'apparition d'un seuil d'écoulement. Les deux facteurs de forme obéissent à des lois puissance en fonction de la masse, avec des valeurs d'exposant différentes, d'autant plus que les masses sont faibles. Ce principe de superposition, établi sur nos propres données, a ensuite été validé en l'appliquant à des résultats issus de la bibliographie. Il permet d'établir des lois de comportement où la viscosité est fonction du taux de cisaillement, de la température et de la masse molaire, avec un nombre réduit de paramètres.

## 6. Références

- [1] C. Tzoganakis, J. Vlachopoulos, A.E. Hamielec, Production of Controlled-Rheology Polypropylene resins by peroxide promoted degradation during extrusion, *Polym. Eng. Sci.*, 28, 170-180 (1988).
- [2] K. Hammerschmid, M. Galheitner, Controlled rheology polypropylene, in: *Polypropylene: An A-Z Reference*, J. Karger-Kocsis Ed., Kluwer, Dordrecht (1999).
- [3] M. Fernanda, B. Coutinho, C. Marisa, G. Rocha, Polypropylene controlled degradation, in: *Concise Polymeric Encyclopedia*, J.C. Salamon Ed., CRC Press, Londres (1999).
- [4] C. Tzoganakis, J. Vlachopoulos, A.E. Hamielec, D.M. Shinozaki, Effect of molecular weight distribution on the rheological and mechanical properties of polypropylene, *Polym. Eng. Sci.*, 29, 390-396 (1989).
- [5] F. Berzin, B. Vergnes, F. Delamare, Rheological behavior of controlled-rheology polypropylenes obtained by peroxide-promoted degradation during extrusion: comparison between homopolymer and copolymer, *J. Appl. Polym. Sci.*, 80, 1243-1252 (2001).

- [6] F. Berzin, B. Vergnes, P. Dufossé, L. Delamare, Modelling of peroxide initiated controlled degradation of polypropylene in a twin screw extruder, *Polym. Eng. Sci.*, 40, 344-356 (2000).
- [7] G. He, C. Tzoganakis, A UV-initiated reactive extrusion process for production of controlled-rheology polypropylene, *Polym. Eng. Sci.*, 51, 151-157 (2011).
- [8] H. Azizi, I. Ghasemi, M. Karrabi, Controlled-peroxide degradation of polypropylene: Rheological properties and prediction of MWD from rheological data, *Polym. Test.*, 27, 548-554 (2008).
- [9] G. Barakos, E. Mitsoulis, C. Tzoganakis, T. Kajiwara, Rheological characterization of controlled-rheology polypropylenes using integral constitutive equations, *J. Appl. Polym. Sci.*, 59, 543-556 (1996).
- [10] Y. Tang, C. Tzoganakis, A.E. Hamielec, J. Vlachopoulos, Peroxide crosslinking of LLDPE during reactive extrusion, *Adv. Polym. Tech.*, 9, 217 – 226 (1989).
- [11] V.D. Ramos, H.M. da Costa, A.O. Pereira, M.C.G. Rocha, A. de S.Gomes, Study of low concentrations of dicumyl peroxide on the molecular structure modification of LLDPE by reactive extrusion, *Polym. Test.*, 23, 949-955 (2004).
- [12] P. Wood-Adams, S. Costeux, Thermorheological behavior of polyethylene: effects of microstructure and long chain branching, *Macromol.*, 34, 6281-6290 (2001).
- [13] F.J. Stadler, C. Gabriel, H. Münstedt, Influence of short-chain branching of polyethylenes on the temperature dependence of rheological properties in shear, *Macromol. Chem. Phys.*, 208, 2449–2454 (2007).
- [14] G.V. Vinogradov, A.Y. Malkin, Rheological properties of polymer melts, *J. Polym. Sci. Part A-2*, 4, 135-154 (1966).
- [15] W. Minoshima, J.L. White, J.E. Spruiell, Experimental investigation of the influence of molecular weight distribution on the rheological properties of polypropylene melts, *Polym. Eng. Sci.*, 20, 1166-1176 (1980).
- [16] C. Carrot, P. Revenu, J. Guillet, Rheological behavior of degraded polypropylene melts: from MWD to dynamic moduli, *J. Appl. Polym. Sci.*, 61, 1887-1897 (1996).

### [Abridged English version]

#### Time/molar mass superposition to describe the behavior of controlled rheology polypropylenes

To improve the processability of polypropylenes issuing from polymerization reactors, they are degraded by peroxides in subsequent reactive extrusion processes. This reduces their molar mass and thus their viscosity and elasticity. In a previous study, a series of homo- and copolymer polypropylenes of different molar masses were prepared in twin-screw extrusion and characterized by oscillatory rheometry. It was shown that their behavior could be described by Carreau-Yasuda laws, possibly with a yield stress, in which all parameters depended on the molar mass. By using these experimental data, we show in the present study how a time/molar mass superposition allows to drastically reduce the number of parameters to be taken into account in order to precisely describe the behavior of these materials. This concept is then validated by applying it to various experimental data from the bibliography.



## **PRIX DE THESE**

### **GROUPE FRANÇAIS DE RHEOLOGIE**

Le Groupe Français de Rhéologie décerne annuellement un prix destiné à récompenser des travaux de recherche effectués dans le cadre d'une thèse de doctorat

**Montant du Prix : 1 500 Euros**

#### **REGLEMENT :**

Le prix sera attribué à un candidat ayant soutenu une thèse en France ou en co-tutelle avec la France, soit spécifiquement dans le domaine de la Rhéologie, soit dans un domaine où les outils théoriques et/ou expérimentaux de rhéologie auront été largement utilisés.

Les candidats doivent avoir soutenu leur thèse entre le 1<sup>er</sup> janvier et le 31 décembre de l'année précédente. Ils devront faire acte de candidature avant le 15 mars de l'année en cours.

Le dossier de candidature sera constitué d'un résumé de trois pages rédigé selon les consignes aux auteurs de la revue *Rhéologie*, de la copie des rapports de thèse et de soutenance, d'un curriculum vitae et de deux exemplaires de la thèse. Tous ces documents seront envoyés par voie électronique sauf les deux exemplaires de thèse qui seront transmis par voie postale.

#### **REMISE DU PRIX :**

Le lauréat s'engage à faire une communication orale lors du colloque annuel du GFR durant lequel il recevra son prix de thèse. Le jury est composé de spécialistes du secteur de la recherche académique ou industrielle.

Les dossiers de candidatures devront être adressés à :

Alain Ponton – Matière et Systèmes Complexes  
**alain.ponton@univ-paris-diderot.fr**  
UMR CNRS et Université Paris Diderot-Paris 7  
Bâtiment Condorcet – Case 7056  
75205 Paris Cedex 13



## **BOURSE de CONGRES**

### **GROUPE FRANCAIS DE RHEOLOGIE**

Le Groupe Français de Rhéologie offre des bourses destinées à faciliter la participation de jeunes chercheurs souhaitant présenter une communication à des congrès internationaux dans le domaine de la Rhéologie. Dans la limite des frais réels, cette bourse pourra être de

**750 €**

#### **CANDIDATURE**

La bourse sera attribuée à un jeune chercheur, membre du GFR, doctorant ou post-doctorant dans une université ou un centre de recherches public, en France ou dans un pays en émergence.

La candidature devra être accompagnée d'un CV, du résumé soumis au congrès et d'une lettre de motivation soulignant la pertinence du congrès vis-à-vis des recherches du demandeur. Le candidat pourra joindre toute lettre de recommandation utile à l'appui de son dossier.

La candidature sera transmise avant le 1<sup>er</sup> mars, le 1<sup>er</sup> mai ou le 1<sup>er</sup> novembre, la commission d'examen se réunissant pour étudier les demandes en cours trois fois par an, en mars, mai et novembre. Les dossiers de candidatures devront être adressés à :

Secrétaire Général du GFR- Elisabeth Lemaire

InPhyNi, UMR 7010

Université Nice-Sophia Antipolis, Parc Valrose, 06108, Nice Cedex 2

#### **VERSEMENT de la BOURSE**

Les lauréats recevront leur bourse dès que leur participation au congrès sera assurée et sous réserve que les engagements pris aient été tenus. Notamment, et au plus tard trois mois après la clôture du congrès, les lauréats devront avoir soumis un article dans la revue Rhéologie et un compte rendu d'une page sur ce que le congrès leur a apporté sur le splan scientifique, professionnel, humain... Ce témoignage pourra être publié dans la revue Rhéologie ainsi que sur le site web du GFR.

Plus d'infos : [www.leqfr.org](http://www.leqfr.org)

## Consignes aux auteurs de *Rhéologie* (18 pts, après: 10)

P. Coussot et J.L. Grossiord (12 pts, après : 6)

*Groupe Français de Rhéologie* (10 pts Italiques, après : 30)

**Résumé :** Les auteurs sont invités à respecter les consignes décrites ci-après qui, compte tenu du mode d'édition actuel de la revue *Rhéologie*, faciliteront le processus éditorial. (10 pts, après : 10)

**Mots-clé :** Rhéologie, consignes, auteurs (10 pts, après : 10)

**[Abridged English version on last page]**  
(mention à conserver, Arial Narrow, 12 pts)

### 1. Introduction (12 points, après : 8)

Les auteurs sont encouragés à limiter la longueur de leurs articles à une dizaine de pages de texte, figures incluses, selon le format détaillé ci-dessous. Cependant la longueur des articles de synthèse n'est pas limitée. Le texte comprend un résumé court en français (500 caractères maximum) suivi du texte principal, la dernière page étant constituée d'une version abrégée en anglais. Les articles en anglais sont organisés de la même manière, avec une version abrégée en français en dernière page.(après : 6)

### 2. Organisation (avant : 10 ; après : 8)

Le texte principal comporte une introduction, plusieurs paragraphes et une conclusion, suivie éventuellement de remerciements, puis la liste des références bibliographiques. La version abrégée (anglais ou français) en fin de texte comporte au moins un titre, un résumé et fait référence à l'ensemble des figures et références bibliographiques du texte principal, dans un format analogue. Les paragraphes, introduction incluse, ainsi que les sous-parties éventuelles, sont numérotées dans l'ordre, sous la forme 1., 1.1, 1.2, etc. Les équations sont numérotées et alignées à gauche :

$$\frac{d\lambda}{dt} = \dot{\lambda} + \frac{\partial h}{\partial x} \dot{\gamma}^2 \quad (\text{après : 6}) \quad (1)$$

Les légendes des figures sont en Times New Roman 10. Pour une bonne qualité de reproduction les photos ou dessins doivent être fournis sous forme papier aux dimensions prévues pour une intégration directe dans le texte (l'espace correspondant doit être laissé libre). Les références sont numérotées et citées (entre crochets) dans le texte par ordre d'apparition. Le format des principaux types de références est le suivant :

[1] John, P. Rheology for the rich. *J. Rheol.*, 12, 153-189 (2002).

[2] John, P.K. *Rheology for the poor*. (EDP Sciences, Paris, 2003).

[3] Jean, J. *Rhéologie pour tous les autres*. Thèse de doctorat, Université de Bordeaux, Bordeaux, France (2004).

### 3. Style (avant : 10 ; après : 8)

#### 3.1 Divers (12 points, après : 6)

L'ensemble du document est contenu dans un espace de 17 cm de large sur 25,7 cm (retraits de 2 cm de chaque côté). Le début de l'article (titre, auteurs, résumés) est contenu dans une colonne de 17 cm de large. Le reste du texte (sauf la version abrégée) est affiché sur deux colonnes de 8,25 cm de large séparées de 0,5 cm. Mis à part le titre ainsi que les noms et adresses des auteurs qui sont centrés, l'ensemble du texte est justifié. Seuls les titres des paragraphes principaux sont en gras.

#### 3.2 Autres (avant : 6 ; après : 6)

Les figures ou photos sont insérées dans le texte sous forme d'images, impérativement avec une définition de 300 dpi, et de préférence supérieure.

Sauf mention spéciale (entre parenthèses) pour certains titres et paragraphes spéciaux, les caractères du texte sont en Times New Roman 11 points. Les lignes de texte au sein d'un paragraphe sont séparées par un interligne simple. L'espacement "avant" les paragraphes est de zéro sauf mention spéciale. Les espacements "après" sont mentionnés entre parenthèses dans ce modèle.

Une feuille de style sera à terme disponible sur le site web du GFR. Après acceptation par le comité éditorial, il est demandé à l'auteur de fournir le texte final de préférence sous forme électronique. Aucune épreuve ni tiré-à-part ne seront envoyés aux auteurs.