

# 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

FARE, Université de Reims Champagne Ardenne, INRAE  
2 Esplanade Roland Garros, 51686 Reims Cedex 2  
francoise.berzin@univ-reims.fr

## Comité de rédaction

### Patrice Estellé

LGCGM, Equipe Matériaux et Thermo-Rhéologie  
IUT Rennes, Département Génie Civil  
3 Rue du clos Courtel, BP 90422, 35704 Rennes Cedex 7  
patrice.estelle@univ-rennes1.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*

*Les informations techniques*

*Editorial*

*Résumés des travaux des candidats au Prix de Thèse du GFR*

*Résumés des présentations au workshop “Mousses Polymères”*

*Articles réguliers*

Mesures de viscosités de bols alimentaires artificiels

1

*F. Gibouin, G. Della Valle, R. van der Sman*

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

*Consignes aux auteurs*

## *Contents*

Viscosity measurements of artificial food bolus <i>F. Gibouin, G. Della Valle, R. van der Sman</i>	1
---	---

# Les informations du GFR

## Réunion du Conseil du GFR du 8 mars 2019

Dans la première partie de cette réunion, les points traditionnels sont présentés et discutés : nouvelles adhésions, manifestations en cours d'organisation et à venir, la revue...

Une place plus large est ensuite laissée à des discussions et échanges sur la vie de l'association, son projet à court et moyen termes, son organisation..., afin de préparer au mieux les prochaines années de vie de l'association. La constitution future du Conseil est également discutée du fait d'un fort renouvellement à venir.

## Réunion du Conseil du GFR du 17 mai 2019

Le conseil, qui se tient à Lyon, débute exceptionnellement par un moment d'échange avec un industriel afin de recueillir son point de vue vis à vis des sociétés savantes.

Après le bilan des dernières adhésions, Christian Ligoure présente les derniers éléments de l'organisation du congrès annuel de Montpellier. Le Conseil établit ensuite l'état des lieux des différentes manifestations parrainées ou organisées par le GFR pour les prochains mois.

Après discussions et débats, le conseil délibère sur le prix Maurice Couette 2019. En fin de séance, les discussions se terminent par la constitution de la revue et le programme de la journée de réflexion sur le GFR et ses activités.

## Réunion du Conseil du GFR du 5 juillet 2019

Après l'étude des nouvelles adhésions, le Conseil discute des modalités à mettre en place pour éviter les doublons et conserver les doctorants comme adhérents à l'issue de leur thèse.

L'état d'avancement des différentes manifestations organisées ou parrainées par le GFR pour le reste de l'année et pour 2020, est présenté et discuté par le Conseil.

Le Conseil délibère sur le prix de thèse de l'année, après l'étude et la présentation par le jury des travaux soumis pour ce prix.

En dernier lieu, le Conseil échange au sujet du prochain séminaire interne, de la composition du prochain numéro de *Rhéologie* et sur l'évolution du bureau de l'ESR.

## WORKSHOP

### Rheology and Processing of Composites and Concentrated Suspensions

**Brest, 26 - 30 août 2019**

Près de 1000 participants issus de 22 pays se sont rendus à la 24<sup>ème</sup> édition du Congrès Français de Mécanique, organisé sous l'égide de l'Association Française de la Mécanique, par l'Institut de Recherche Dupuy de Lôme, UMR CNRS 6027, sur le site de la Faculté des Sciences de l'Université de Bretagne Occidentale à Brest, du 26 au 30 août 2019.

A travers une quarantaine de sessions thématiques et d'événements associés, l'objectif de ce

congrès fut de faire le point sur les avancées scientifiques et techniques autour des problématiques et enjeux de la société de demain, avec un focus particulier sur la Mécanique. Les innovations pédagogiques pour l'enseignement des différents domaines de la Mécanique ont également été abordées.



En marge de cette manifestation, l'un des événements associés fut le workshop « Rheology and Processing of Composites and Concentrated Suspensions », organisé en partenariat avec le Groupe de Français de Rhéologie. Autour de 8 intervenants invités, chercheurs confirmés académiques ou industriels, une quarantaine de participants ont contribué au succès de cette initiative, qui avait pour vocation, entre autres, de donner un nouveau format à la traditionnelle session thématique « Mécanique des Fluides Complexes » du Congrès Français de Mécanique.

Voici le programme de cette manifestation :

*Impregnation of porous glass mat by a non-Newtonian fluid with fillers using knife processing : study of process parameter*, B. Brudieu, J. Teissière, S. Clary-Lespinnasse, A. Prevoteau, G. Cornu, F. Pigeonneau, R. Harmand, R. Castellani

*Compressibilité de mousses polymères syntactiques*, B. Paget, M. Zinet, P. Cassagnau

*HPC, apprentissage et rhéologie numérique appliqués aux suspensions de fibres*, L. Rocha Da Silva

*SMC modeling and simulation : past, present and future*, M. Perez Miguel, E. Abisset-Chavanne, A. Scheuer, J. L. Duval, F. Chinesta

*Automotive view on the processing simulation of chopped fiber reinforced composites*, B. Eck, L. Rouyez

*Rôle des contacts dans la rhéologie des suspensions non-browniennes concentrées*, E. Lemaire, F. Blanc, E. D'Ambrosio, L. Lobry, F. Peters, S. Gallier

*Prediction of the mechanical properties of weld lines in injection-molded short fiber-reinforced thermoplastics*, B. Baradi, C. Cruz, G. Régner

*Advanced numerical framework for melt thermoplastic flow : Applications to slot die coating and composite processing*, Q. Schmid

**Compte rendu du 54<sup>ème</sup>  
Colloque Annuel du Groupe  
Français de Rhéologie**

**Montpellier,  
23-25 Octobre 2018**



Le lendemain des « Short Courses » sur la rhéologie des solides, donnés par Matteo Ciccotti, Luca Cipelletti, Marc Legros Kirsten Maertens et Serge Mora, le 54<sup>ème</sup> Colloque du Groupe Français de Rhéologie, qui a réuni 114 partici-

pants, s'est tenu à SupAgro, à l'occasion d'un épisode méditerranéen spectaculaire qui fit encore plus apprécier la qualité des installations de l'amphi et de son hall. Pendant cette tempête d'un mercredi de fin d'octobre, s'est installé un calme studieux, voire de recueillement, des participants attentifs aux allocutions introductives des instances d'accueil (SupAgro, Labex Numev), puis à la conférence de Thibaud Divoux (UMR CNRS-MIT, Cambridge USA), qui nous a éclairé sur la modulation des propriétés des gels colloïdaux via leur histoire mécanique.



Thomas Divoux

Cette première matinée a été consacrée à des communications très diverses sur la caractérisation du comportement de fluides complexes - modèles ou issus du vivant, suivie par les brèves présentations des exposants d'équipements scientifiques (ThermoFischer, Anton Paar, T&A, Malvern). L'après-midi a fait la part belle aux matériaux à base de biopolymères et produits alimentaires, la rhéologie intervenant pour étudier leur comportement depuis la récolte jusqu'à leur ingestion. Après l'AG du GFR, au cours de laquelle ont été présentés les rapports moraux et financiers et qui a vu le renou-

vement du Conseil, les participants ont pu examiner, un verre à la main, à la faveur d'un convivial buffet de fromages et vins, la trentaine de posters affichés dans le grand hall d'accueil.

Le lendemain matin, retour du beau temps avec la conférence plénière de Lydie Staron (Institut J. Le Rond d'Alembert, Paris), sur les mystères de la ségrégation dans les écoulements granulaires qui a introduit la session consacrée aux milieux granulaires et aux suspensions de particules. L'après-midi dédiée à la rhéologie du sang commencée par la conférence plénière de Sylvie Lhortois (IMF Toulouse) sur les réseaux de microcirculation sanguine.



Sylvie Lhortois

Bon sang ne saurait mentir et, à l'issue de cette journée bien remplie, les participants ont pu suivre une visite guidée de la ville historique (l'Ecusson) avant de se rendre pour le dîner au Corum.



Au cours de cette soirée animée, ont été remis les prix du GFR : prix de la meilleure affiche à Duncan Gilbert (InPhyNi), pour une étude des suspensions de particules molles non-browniennes, prix de thèse à Antoine Gaillard (MSC, Paris VII), pour une étude sur l'écoulement et la stabilité des rideaux viscoélastiques.



Duncan Gilbert recevant le prix de la meilleure affiche

Ensuite, le prix Maurice Couette a été décerné à Anke Lindner (ESPCI, PMMH), pour l'ensemble de ses travaux sur les fluides complexes, et son implication dans le développement de la rhéologie, notamment au niveau européen. Enfin, la qualité de membre d'honneur du GFR a été attribuée à Dominique Dupuis (UHA, Mulhouse) et à Bruno Vergnes (CEMEF, Sophia-Antipolis), pour leur implication sans faille au sein du GFR.

Anke a donc hérité du devoir, comme c'est toujours le cas du récipiendaire, de nous regonfler à bloc dès le lendemain matin, avec la présentation de ses travaux sur les suspensions de fibres semi-flexibles, telles que les filaments d'actine. Cette demi-journée, conclue par une session sur la mise en forme des matériaux polymères, a clôturé la suite des quarante-cinq communications orales de la 54<sup>ème</sup> édition du colloque du GFR.

Gageons que nous aurons également plaisir à nous retrouver dans cette ambiance conviviale, voire chaleureuse, qui caractérise ces réunions, pour la 55<sup>ème</sup> édition à Bordeaux, qui sera organisée sous la conduite de Pierre Lidon (Laboratoire du Futur) avec ses collègues aquitains, comme annoncé au cours de la première journée par Chloé Garat, doctorante au LOF. Mais les plus jeunes d'entre nous peuvent déjà prendre date pour les Young Rheologist Days (ex Journées des Jeunes Rhéologues, JJR, ouvertes pour la première fois aux participants frontaliers d'Europe et d'Afrique), organisées par Khalid Lamnawar (IMP) dans le Bugey (plus exactement à Giron, ce sera donc le YRD n°Ain) en Juin 2020.

Guy Della Valle, président du GFR, et Christian Ligoure, pour le comité d'organisation.

### Assemblée Générale du 23 octobre 2019

L'Assemblée Générale ordinaire de l'association s'est tenue le 23 octobre 2019 à Montpellier, lors du 54<sup>ème</sup> Colloque Annuel du GFR. Les rapports moral et financier du GFR, rappelés ci-après, ont été présentés aux adhérents par Philippe Cassagnau et Julien Ville, puis approuvés par l'assemblée.

A la suite de l'assemblée et face à un large renouvellement de ses membres, Manouk Abkarian, Françoise Berzin, Jean-Baptiste Boitte, Guy Della Valle, René Fulchiron, Isabelle Hénaut, Jean-Charles Majesté, Philippe Marchal, Tetsuharu Narita, Frédéric Pignon et Rudy Valette ont été élus comme nouveaux membres du Conseil.

Le Conseil du GFR, dans sa nouvelle constitution, a ensuite

procédé à l'élection de son bureau. Ainsi, Guy Della Valle a été élu comme nouveau président du GFR. Il sera accompagné dans ses fonctions par Alain Ponton (vice-président) et Elisabeth Lemaire (secrétaire). Julien Ville reste trésorier. Les fonctions des autres membres seront discutées lors du prochain conseil.

### Le mot du Président

Bonjour à toutes et tous,

Lors de notre dernière assemblée générale qui s'est tenue à Montpellier pendant notre 54<sup>ème</sup> Colloque Annuel, nous avons présenté nos actions en cours et, plus globalement, le bilan de ces quatre dernières années.

La politique du GFR depuis ces dernières années est de soutenir, voire d'initier, des ateliers thématiques sur le principe d'une participation équilibrée entre universitaires et industriels. Cette formule a maintenant fait ses preuves et connaît même un réel succès, puisque ces ateliers rassemblent généralement plusieurs dizaines de participants. Cette année 2019, le GFR a soutenu trois ateliers, dont un a été organisé conjointement avec le Groupe Français des Polymères (GFP) à Lyon (30-31 janvier 2019) et un deuxième dans le cadre d'une association avec le congrès de l'Association Française de Mécanique à Brest (27-28 août 2019). Cette ouverture vers les autres sociétés savantes, proches de nos thématiques, est indispensable pour un élargissement de notre communauté afin de continuer à dynamiser ainsi nos activités.

Les résumés des présentations à ces ateliers ont été publiés ou sont en cours d'impression dans notre revue *Rhéologie*. Un

prochain atelier sera organisé cette année à Paris VII (Matériaux complexes et interfaces, 2 et 3 décembre 2019) et le GFR soutiendra d'autres ateliers, Mousses polymères (avril 2020) à Lyon et l'Ecole d'été de Physique à Cargèse (août 2020).

Cette année, nous confirmons de nouveau qu'une journée de « short courses » est une expérience à maintenir en ouverture de notre Colloque Annuel. Cette année, près de trente-cinq personnes ont participé aux cours (thème : rhéologie des solides) du colloque de Montpellier. L'année 2019 a donc été extrêmement riche en manifestations scientifiques.

Ces différentes actions ont pour conséquence, outre le ressourcement et l'enrichissement scientifique, l'augmentation constante ces dernières années du nombre d'adhésions morales (laboratoires, entreprises, associations). Nous devons donc maintenir nos efforts de communication et d'animation pour notre lisibilité et visibilité nationale. Sur cette assise nationale, nous souhaitons élargir nos actions vers la communauté européenne par l'organisation des Journées des Jeunes Rhéologues (JJR) élargies aux autres jeunes chercheurs européens. Cette idée a retenu toute l'attention et le soutien de Peter Fischer, Président de l'European Society of Rheology (ESR). La prochaine édition de ces journées pour les plus jeunes sera donc européenne et sera organisée en 2020 près de Lyon par Khalid Lamnawar.

Pour terminer, je tenais à vous remercier une dernière fois de votre adhésion et de votre implication dans les activités du GFR. Notre conseil a été renouvelé à la suite de cette Assemblée Générale à Montpel-

lier, il sera présidé par Guy Della Valle pour les quatre prochaines années. Au nom de toute l'équipe sortante, je leur adresse tous mes vœux de succès pour la promotion du GFR. Dans l'attente de vous croiser de nouveau dans nos prochaines manifestations, sûrement lors du 55<sup>ème</sup> Congrès Annuel qui se tiendra en octobre 2020 à Bordeaux.

Très cordialement,  
Philippe Cassagnau

---

### Bilan financier

Le bilan financier couvre la période du 1<sup>er</sup> septembre 2018 au 31 août 2019 et porte sur 106 écritures comptables. Le total des avoirs à la clôture de l'exercice est de 89 273,84 €. L'exercice fait apparaître un bénéfice de 5 768,06 €. Les dépenses effectuées (24 899,23 € au total), concernent essentiellement : le soutien aux colloques scientifiques relatifs à la rhéologie (7 731,25 €), les actions en faveur des Jeunes Rhéologues (2 690 €), les frais d'édition de la revue *Rhéologie* (5 064,18 €) et la remise des divers prix (5 750 €). Le budget prévisionnel 2019-2020 est déficitaire ; même si cela s'explique par un soutien croissant aux organisations scientifiques, il est appelé à la vigilance et à la réflexion à engager afin de faire évoluer le modèle économique et ainsi pérenniser les activités de l'association.

Julien Ville, trésorier

---

### Anke Lindner, Prix Maurice Couette 2019

Anke Lindner est la récipiendaire 2019 du Prix Maurice Couette, décerné annuellement par le Groupe Français de

Rhéologie. Elle a reçu ce prix lors du 54<sup>ème</sup> Congrès Annuel qui s'est tenu dernièrement à Montpellier (23-25 octobre 2019).



Anke Lindner recevant son prix des mains du président

Anke est professeure à l'Université Paris Diderot et mène ses recherches au Laboratoire de Physique et Mécanique des Milieux Hétérogènes (PMMH) de l'ESPCI. Après des études en Allemagne et un master en physique théorique à Bayreuth (1997), Anke rejoint l'Ecole Normale Supérieure de Paris pour réaliser sa thèse de doctorat en physique des fluides, sous la co-direction de J. Meunier et D. Bonn. Sa thèse, intitulée « l'instabilité de Saffman-Taylor dans les fluides complexes », est soutenue en 2000. Elle complète sa formation scientifique par un post-doc (décollement d'adhésifs mous) conduit au laboratoire PPMD-SIMM sous la direction de C. Creton. Elle est finalement recrutée en 2002 Maître de Conférence à l'Université Pierre et Marie Curie et est promue en 2013 Professeure à l'Université Paris Diderot.

Anke a donc développé durant toutes ces années une recherche d'excellence dans le domaine des écoulements des fluides complexes, qui recouvre en fait un large éventail de sujets, allant de la rhéologie des suspensions granulaires ou actives à l'adhé-

sion des matériaux viscoélastiques et, plus récemment, aux couplages interactions/structures fluides, à la micro-fluidique et aux instabilités d'écoulement de type élastique. Ses travaux de recherche ont fait l'objet de nombreuses collaborations internationales (USA, Suisse, Portugal, UK) avec des universités et laboratoires réputés (Courant Institute, Amherst University, Princeton, EPFL, UCSD, University of Liverpool and Edinburgh).

Anke est également à l'origine de nombreux projets à l'échelle nationale et européenne. Parmi ses succès les plus marquants, elle a obtenu (2016-2021) une « ERC consolidator grant » PadyFlow (Particle dynamics in the flow of complex suspensions) et, tout dernièrement, un ITN Horizon 2020 pour la période 2019-2023. L'obtention de ces deux projets européens est la reconnaissance à l'échelle internationale de son dynamisme et de son excellence scientifique. On peut citer également ses nombreuses collaborations avec des grands groupes industriels (Sanofi, Schlumberger, Michelin, etc.)

L'ensemble de ses travaux a donné lieu à plus de 60 articles scientifiques, publiés dans les meilleurs journaux de physique ou de la discipline (Nature Communications, Journal of Fluid Mechanics, Physical Review Letters, Physical Review Fluids ou Lab on Chip). Toujours dans le cadre de ses recherches, Anke a dirigé 14 doctorants, dont 3 en collaboration internationale, et 11 post-docs. Elle a également été invitée plus de 30 fois pour donner une conférence dans des workshops ou des congrès internationaux.

Anke contribue également à l'enseignement de la rhéologie et de la micro-fluidique auprès des étudiants en master et de partenaires industriels, ainsi que dans le cadre d'Ecole d'été.

Enfin nous tenons à souligner ses élections récentes en 2019 au poste de secrétaire de l'European Society of Rheology (ESR) et de membre international de la Society of Rheology (SoR), qui témoignent de son engagement pour le rôle d'ambassadrice qu'elle joue pour notre communauté auprès de ces deux sociétés savantes internationales. A ce titre, elle est également membre nommé de l'American Physical Society (Division of fluid dynamics).

Au nom du Groupe Français de Rhéologie et de notre communauté, nous lui adressons toutes nos félicitations pour cette distinction, qui reconnaît en Anke Lindner une valorisation de l'excellence de ses travaux dans le domaine des écoulements des fluides complexes et de son engagement dans différentes sociétés savantes pour la promotion de la Rhéologie.

Philippe Cassagnau, Président du GFR

Bruno Vergnes, Président du comité Maurice Couette

---

#### **Dominique Dupuis et Bruno Vergnes, nommés membres d'honneur du GFR**

Lors du banquet du Congrès Annuel du GFR qui s'est tenu dans les locaux du Corum à Montpellier, Dominique Dupuis et Bruno Vergnes ont été nommés membres d'honneur du GFR. Nous retranscrivons ci-dessous les discours de présentation de Alain Ponton et de Guy Della Valle.



Pour terminer un parcours universitaire brillant à l'Université de Montpellier, Dominique a obtenu un doctorat de troisième cycle en 1978 dans le domaine de la physique théorique en étudiant en particulier la granularité ou « speckle » en éclairage partiellement cohérent. Elle a ensuite intégré l'Ecole Nationale Supérieure des Industries Textiles de Mulhouse (ENSITM) en 1981, dans l'équipe animée par Claude Wolff dont les activités de recherche en rhéologie étaient centrées sur les fluides complexes utilisés dans différents processus textiles. Elle a soutenu son doctorat d'état en 1990, consacré pour une part à l'application du « speckle » à l'effet Weissenberg. Forte de cette expérience, elle a ensuite continué à développer ses activités de recherche sur les fluides ou pâtes utilisés en impression ou en enduction de matériaux textiles, structurés à différentes échelles, en relation avec les propriétés de mouillage.

Très impliquée dans l'enseignement, Dominique a été directrice des études de l'ENSITM pendant 10 ans. A la suite d'une fusion d'écoles, l'ENSITM est devenue l'Ecole Nationale Supérieure d'Ingénieurs Sud Alsace (ENSISA), où elle est responsable de la spécialité Textile et Fibres depuis 2013.

Dominique a piloté l'organisation en 2004 à Mulhouse du 39<sup>ème</sup> Congrès Annuel du Groupe Français de Rhéologie, agré-

menté d'une visite inoubliable du musée national de l'automobile. Elle intègre ensuite en 2005 le conseil du GFR où elle sera une véritable cheville ouvrière durant une quinzaine d'années, en co-présidant le jury de prix de thèse et en contribuant de façon très significative au livre de connaissances dédiée à la rhéologie par la rédaction de plusieurs fiches didactiques (<http://thot.i2m.ubordeaux.fr/Rheologie/>). Ses activités de recherche sur les textiles innovants au sein du Laboratoire de Physique et Mécanique Textiles (LPMT) permettent toujours de promouvoir la rhéologie dans ce secteur en plein développement technologique.

C'est donc pour l'ensemble de ces contributions, réalisées toujours dans la bonne humeur, que le conseil du GFR lui a attribué le titre de membre d'honneur en tenant à la remercier chaleureusement.



Après une jeunesse heureuse quelque part entre le plateau du Larzac et les années cinquante, Bruno effectua des études prometteuses à l'École Nationale Supérieures des Techniques Avancées, longtemps avant que celle-ci ne migrât, avec des gens bons, vers le plateau de Saclay.

En 1975, il entra au Centre de Mise en Forme des Matériaux (CEMEF), de l'École des Mines de Paris à Sophia-Antipolis, et y prépara une thèse de doctorat, sous la direction de Jean-François Agassant, sur le

« Calcul des écoulements dans les filières de câblerie », thèse qu'il soutint en 1979, avant que ne lui fut proposé un poste de permanent au sein du pôle « Polymères & Composites » dont il assuma longtemps la coordination.

Les travaux de Bruno ont été internationalement reconnus, notamment sur les défauts d'extrusion des polymères, où il finit par avoir la peau du requin, et sur l'extrusion réactive où vinrent se greffer de nombreuses collaborations. Les vrombissantes courses au volant de son étincelant bolide sur les routes départementales de l'arrière-pays niçois furent sans doute à l'origine de nombreux travaux, notamment en partenariat avec des fabricants de pneumatiques, sur la dispersion de micro-puis nano-particules dans les matrices polymères. Toujours prêt à se risquer sur le bizarre, Bruno développa des travaux dans le domaine de l'agro-alimentaire, notamment via une collaboration avec l'INRA, sur l'extrusion de l'amidon. Outre des lois de comportement réalistes des biopolymères, grâce à la mise au point de rhéomètres originaux, cette collaboration déboucha sur un logiciel de simulation du procédé, aujourd'hui commercialisé dans de nombreux coins de notre galaxie.

Au-delà de ces brillants résultats et de cette belle carrière, couronnée par le prix Maurice Couette en 2013, les membres du Conseil ont souhaité simplement saluer le rôle constant et inébranlable de Bruno au sein du GFR, et le remercier d'avoir toujours encouragé les travaux dans le domaine de la rhéologie. Si le plagiat est possible dans cette revue de haute tenue, nous concluons avec Michel Audiard, que si « de la rhéologie

dans l'extrudeuse, y en a ! », « de l'amitié dans l'bou-lot, y en a aussi ! ».

---

### Nouveaux membres du GFR

Charlotte Dubois

Doctorante  
Laboratoire IMP Lyon 1

Elie Merveille Nguouamba

Doctorant  
Laboratoire Navier- IFSTTAR

Chloé Larrue

Doctorante  
Laboratoire IMP Lyon 1

Fanny Casteran

Doctorante  
Laboratoire IMP Lyon 1

Blandine Chorein

Responsable formulation  
Institut Textile et Chimique de Lyon

Guilherme De Oliveira Reis

Post-doctorant  
Montpellier SupAgro

Han Wang

Doctorant  
CEMEF, MINES ParisTech

Enzo D'ambrosio Azzara

Doctorant  
Institut de Physique de Nice

Manon Kiesler

Doctorante  
Laboratoire IMP, Saint-Etienne

Romain Thomas

Doctorant  
Laboratoire IMP, Saint Etienne

Nikhil Tembhurnikar

Doctorant  
Laboratoire IMP, Saint-Etienne

Mariam Keskes

Doctorante  
Laboratoire IMP, Saint-Etienne

Noémie Dages

Doctorante  
Laboratoire de Physique - ENS de Lyon

Sébastien Jarny

Maître de conférences  
Institut Pprime, Poitiers

Lourdes Mónica Bravo Anaya

Post-doctorante  
Liphy, Grenoble

Clémentine Beutier

Doctorante  
Laboratoire IMP Lyon 1

Brice Saint-Michel

Post-doctorant  
Imperial College, Londres

Simon Mendez

Chargé de recherche CNRS  
Institut Montpellierain Alexander  
Grothendieck

---

### Nouveautés

Nous signalons à nos lecteurs la sortie chez Hermès – Lavoisier d'un ouvrage susceptible de les intéresser : *Extrusion réactive, des aspects fondamentaux aux applications industrielles*, coordonné par Philippe Cassagnau et Véronique Bounor-Legaré.

L'extrusion réactive, procédé continu et n'utilisant pas de solvants organiques, permettant la transformation de la biomasse et des polymères synthétiques, fait partie d'un domaine d'innovation et de développements industriels en forte croissance.

Seul ouvrage rédigé en français par des spécialistes français et européens reconnus internationalement pour leurs activités de recherche, *Extrusion réactive*

propose une approche pluridisciplinaire alliant les aspects chimie, procédés et matériaux.

Quatre grands chapitres présentent les aspects fondamentaux (à savoir la chimie, la rhéologie et la mise en œuvre), le contrôle des procédés, les applications et développements industriels en cours et à venir.



Ce livre s'adresse aux chercheurs, ingénieurs, étudiants en 2<sup>ème</sup> et 3<sup>ème</sup> cycles ou écoles d'ingénieurs dans le domaine de la chimie, de la formulation et de la transformation de polymères synthétiques et biosourcés, ainsi que tous les professionnels et cadres des domaines industriels précités.

---

*Toutes les photos illustrant ce bulletin sont de Romain Castellani.*

---

### Vos informations

Ces colonnes vous sont ouvertes et dédiées. Vous désirez informer la collectivité :

- soutenance de thèse,
- colloques,
- formations...

Transmettez vos textes et illustrations par m<sup>è</sup>l à :

**Patrice Estellé**

Université Rennes, LGCGM  
patrice.estelle@univ-rennes1.fr

# Les informations techniques

---

## Vos informations

Cette rubrique est ouverte à tous les fournisseurs de matériel, rhéomètres, matériaux, désireux de faire connaître leurs innovations, des évolutions de gammes, des méthodes de traitement ou d'analyse...

Transmettez vos textes et illustrations à :

**Patrice Estellé**

LGCGM

IUT de Rennes

Département Génie Civil

3 rue du clos Courtel

BP 90422

35704 Rennes Cedex 7

[patrice.estelle@univ-rennes1.fr](mailto:patrice.estelle@univ-rennes1.fr)

## ***Editorial***

Comme vous l'annonçait Bruno Vergnes dans son éditorial du numéro 35, nous reprenons donc le flambeau de l'édition de la revue *Rhéologie*... Très impressionnées de lui succéder, nous mesurons aussi la position privilégiée que ce rôle nous donne : celui d'observatrices de la production scientifique de la communauté des rhéologues en France. Nous allons nous employer à être à la hauteur de la fonction, en nous appuyant bien entendu sur les auteurs et les reviewers.

Nous voudrions profiter de ce premier éditorial pour vous rappeler que *Rhéologie*, revue du Groupe Français de Rhéologie, est destinée à publier, de préférence en français, des travaux abordant des aspects théoriques, expérimentaux ou technologiques de la rhéologie. 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.

Nous vous invitons donc à nous soumettre vos articles. A vos plumes ! Le congrès de Montpellier, qui s'est tenu en octobre dernier, nous a une nouvelle fois montré, s'il en était besoin, la richesse des travaux des rhéologues en France. De quoi alimenter les futurs numéros de *Rhéologie* !

Françoise Berzin  
Sylvie Dagréou

*Editrices*

## ***Prix de thèse 2019 du Groupe Français de Rhéologie***

Cette année encore, le jury du prix de thèse n'a reçu que quatre dossiers, mais tous d'excellente qualité. La liste des candidats, ainsi que le titre de leur thèse et le nom du laboratoire d'accueil, est indiquée ci-dessous. Suivant la procédure habituelle, chaque dossier a été examiné par plusieurs rapporteurs et la décision finale a été prise à l'unanimité lors du Conseil du GFR début juillet. Le prix de thèse 2019 a été attribué à Antoine Gaillard, du Laboratoire Matière et Systèmes Complexes de l'Université Paris Diderot – Paris 7. Les résumés de ses travaux, ainsi que ceux de ses autres collègues, sont publiés dans les pages qui suivent.

Antoine GAILLARD, LMSC, Université Paris Diderot - Paris7  
*Ecoulement et stabilité de nappes fluides viscoélastiques*

Cécile CLAVAUD, IUSTI, Université Aix-Marseille  
*Rhéoépaississement des suspensions denses : mise en évidence de la transition frictionnelle*

Marjorie MARCOURT, IMP, Université Lyon 1  
*Développement de méthodes de caractérisation pour la compréhension des mécanismes de déformation en fondu de composites conducteurs électriques*

Maddalena MATTIELLOY, ESPCI, Université Pierre et Marie Curie  
*Etude de la structure et de la dynamique de suspensions colloïdales constituées de particules colloïdales déformables et associatives (gels physiques)*



Antoine Gaillard recevant son prix de thèse des mains d'Alain Ponton

# Écoulement et stabilité d'un rideau liquide viscoélastique

A. Gaillard

Laboratoire Matière et Systèmes Complexes, CNRS UMR 7057 Université Denis Diderot,  
10, rue Alice Domon et Léonie Duquet, 75013 Paris

Directeur de thèse : L. Limat

**Résumé** : Les rideaux liquides sont des nappes de liquide s'écoulant librement par gravité. Pour des solutions de polymères, nous montrons qu'il existe un équilibre initial entre la gravité et les forces élastiques causées par l'étirement des chaînes, suivi par le comportement classique de chute libre. Nous décrivons également une modulation variqueuse de la nappe pour les solutions les plus rhéofluidifiantes, en lien avec la contraction de l'écoulement au sein de la filière d'extrusion.

**Mots-clé** : Écoulement à surface libre, Fluides complexes, Solutions de polymères, Instabilités élastiques.

[Abridged English version on last page]

## 1. Introduction

Les rideaux liquides sont largement utilisés dans l'industrie lors du dépôt d'un revêtement sur une surface (« curtain coating »). Le liquide s'écoule librement depuis une fente sous forme de nappe par gravité avant d'impacter un substrat en mouvement. Cet écoulement élongationnel à surface libre a été largement étudié dans le cas des liquides newtoniens [1, 2]. L'évolution de la vitesse locale  $U$  du liquide en fonction de la distance  $z$  à la sortie de la fente est alors donnée par le bilan de forces :

$$U \frac{dU}{dz} = g + \frac{4\eta U}{\rho} \frac{d}{dz} \left( \frac{1}{U} \frac{dU}{dz} \right) \quad (1)$$

où  $g$  est l'accélération de la pesanteur et  $\rho$  et  $\eta$  sont la densité et la viscosité dynamique du liquide. La dissipation visqueuse ralentit la chute du liquide sur une distance caractéristique donnée par :

$$z_v = ((4\eta/\rho)^2/g)^{1/3} \quad (2)$$

Pour une vitesse d'extrusion  $U_0 \ll \sqrt{gz_v}$ , il existe un équilibre initial entre la gravité et les forces visqueuses où la vitesse varie selon  $U \propto \rho g z^2 / 8\eta$ , suivi par le comportement classique de chute libre en aval du rideau  $U \propto \sqrt{2gz}$ , où l'inertie est la force dominante.

Les rideaux industriels sont en général suffisamment peu visqueux pour pouvoir négliger le ralentissement initial, i.e.  $z_v \ll L_c$  où  $L_c$  est la longueur de chute du rideau. Or, nul ne sait si ce résultat reste valable pour des liquides viscoélastiques, i.e. si  $L_c$  reste la longueur caractéristique de transition vers la chute libre. Les travaux récents sur les

rideaux de solutions de polymères ne traitent pas cette question et se concentrent sur la stabilité de la nappe en termes de dynamique d'ouverture de trous [3].

L'objectif de nos travaux a été de caractériser la vitesse de chute d'un rideau de solution de polymères et de comprendre la déstabilisation de la nappe observée pour certaines solutions. Après introduction du protocole expérimental et de la caractérisation rhéologique des solutions, nous présentons les principaux résultats expérimentaux.

## 2. Matériel et méthodes

Nous utilisons des solutions diluées et semi-diluées de polyoxyde d'éthylène (PEO) flexible, de masse molaire  $8 \times 10^6$  g/mol, ainsi que des solutions semi-diluées de polyacrylamide partiellement hydrolysé (HPAM) semi-rigide, de masse molaire  $15-20 \times 10^6$  g/mol et d'anionité 30% molaire. Le solvant des solutions de PEO est de l'eau épaissie avec du polyéthylène glycol (PEG), de masse molaire 8000 g/mol en concentration massique 20 ou 40 wt%. La concentration de PEO est variée entre 0 et 0,4 wt%. Le solvant des solutions de HPAM est de l'eau salée dont on fait varier la concentration en sel afin de jouer sur la flexibilité des chaînes [4], tandis que la concentration en polymère est fixée à 0,1 wt%.

La viscosité de cisaillement et la première différence de contraintes normales sont mesurées avec un rhéomètre (ARES-G2) muni d'une géométrie cône-plan. La viscosité de cisaillement est ajustée par une loi de type Carreau-Yasuda  $\eta = \eta_0 [1 + (\dot{\gamma}/\dot{\gamma}_c)^{a_1}]^{(n-1)/a_1}$  donnant accès à la viscosité à

cisaillement nul  $\eta_0$  et au degré de rhéofluidification  $n$ . Les solutions de PEO sont peu rhéofluidifiantes ( $n \approx 1$ ), tandis que les solutions de HPAM peu salées le sont fortement ( $n \approx 0,2$ ). Les propriétés élongationnelles des solutions sont mesurées à l'aide d'un rhéomètre CaBER (Capillary Breakup Extensional Rheometer) [5], donnant accès au temps de relaxation  $\tau_{fil}$  pertinent pour décrire la réponse des chaînes sous fort taux d'élongation [6], ainsi qu'à la viscosité élongationnelle terminale  $\eta_E$ .

Le liquide circule à débit constant dans un circuit hydraulique fermé alimenté par une pompe péristaltique. Il alimente une filière d'extrusion où le liquide subit une contraction de rapport 14 avant de passer par une longue fente d'épaisseur  $a = 1$  mm, puis de couler librement sous forme de nappe sur une distance  $L_c$  comprise entre 15 et 200 cm avant d'impacter une surface solide immobile. Le champ de vitesse du liquide au sein du rideau est mesuré par vélocimétrie par images de particules.

### 3. Résultats

#### 3.1 Écoulement

Nous étudions l'influence des différents paramètres du problème tels que le débit d'injection, la longueur du rideau et les propriétés rhéologiques du liquide. Nous montrons que le profil de vitesse  $U(z)$  est principalement influencé par la valeur du temps de relaxation  $\tau_{fil}$  de la solution. Comme pour les liquides newtoniens, il y a une transition entre un régime sous-gravitaire près de la fente ( $UdU/dz < g$ ) et un régime asymptotique de chute libre ( $UdU/dz = g$ ), à condition que le rideau soit suffisamment long et n'impacte pas le substrat avant d'avoir atteint ce régime. On montre alors que la longueur caractéristique de transition entre ces deux régimes est donnée par :

$$z_e = g\tau_{fil}^2 \quad (3)$$

qui peut être bien supérieur à la longueur de transition visqueuse  $z_v$  (Eq. (2)) des liquides newtoniens. Cela se traduit par une chute potentiellement très lente pour des solutions de viscosité de cisaillement pourtant modérée. Un argument physique simple permet de retrouver l'expression de la longueur de transition élastique  $z_e$ . Une chaîne de polymère au sein d'un écoulement de chute libre  $U \propto \sqrt{2gz}$  subit un taux d'élongation décroissant  $\dot{\epsilon} = dU/dz = \sqrt{g/2z}$ . Or, on sait que les chaînes s'allongent considérablement lorsqu'elles sont étirées à un taux d'élongation tel que  $\dot{\epsilon}\tau_{fil} > 1/2$  (« coil-stretch transition ») [8], auquel

cas les contraintes élastiques peuvent dominer la dynamique de l'écoulement. On s'attend donc à ce que cela se produise pour  $z < z_e = g\tau_{fil}^2$ . Par analogie avec les rideaux newtoniens, on peut alors superposer tous les profils de vitesse expérimentaux sur une seule courbe maîtresse adimensionnée, présentée en Figure 1 en échelle log-log. Le régime élastique correspond à un profil de vitesse quasi-linéaire  $U \propto Kz/\tau_{fil}$  où  $K$  est une constante numérique proche de 1. Ainsi, on a bien  $\dot{\epsilon}\tau_{fil} = O(1)$  dans le régime élastique. On montre que ces résultats ne dépendent que très faiblement de la géométrie de la filière d'extrusion et peuvent être en partie retrouvés par un analyse théorique du problème utilisant le modèle d'Oldroyd-B. Ce travail a été soumis au Journal of Fluid Mechanics et est actuellement en cours de révision [7].

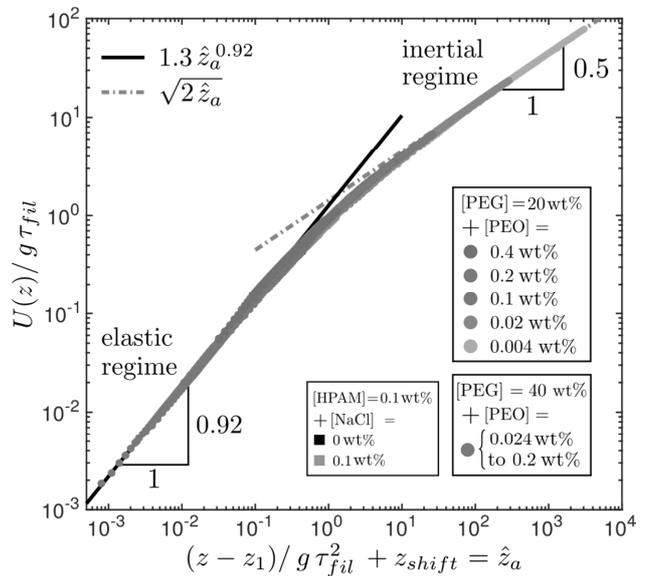


Figure 1. Courbe maîtresse de la chute d'un rideau liquide viscoélastique. Les profils de vitesse adimensionnés sont traduits le long de l'axe de abscisse d'une distance  $z_{shift}$  qui dépend de la vitesse initiale en sortie de fente.

#### 3.2 Stabilité

L'étude de la stabilité du rideau nous amène à montrer que la présence des polymères rend la nappe moins fragile et permet de diminuer le débit minimal en deçà duquel la nappe se brise. Cependant, nous montrons que la dynamique d'ouverture de trou n'est pas influencée par les effets élastiques, i.e. les trous s'ouvrent à la vitesse de Taylor-Culick  $\sqrt{2\gamma/\rho h}$  où  $\gamma$  est la tension de surface du liquide et  $h$  est l'épaisseur du rideau [9].

Nous mettons également en lumière un phénomène de déstabilisation de la nappe qui n'avait pas été reporté dans la bibliographie. Il se caractérise par

une modulation horizontale instationnaire de l'épaisseur de la nappe et de la vitesse du liquide. Le rideau s'organise en une succession de bandes épaisses rapides et de bandes fines plus lentes. Ces dernières étant plus fragiles, et donc particulièrement sujettes à la formation de trous, les rideaux modulés se brisent donc plus facilement. On montre que cette instabilité n'existe que pour les solutions les plus rhéofluidifiantes (typiquement  $n < 0,7$ ) comme les solutions de HPAM non salées. Une visualisation de l'écoulement au sein de la filière d'extrusion permet de lier cette modulation à la déstabilisation de l'écoulement au niveau de la contraction plane à l'entrée de la fente. On observe en effet des structures en jets rapides qui s'«engouffrent» dans la fente, donnant alors naissance à des bandes épaisses rapides une fois sorties de la fente. Des structures tridimensionnelles plus modestes ont été rapportées pour des solutions rhéofluidifiantes de polyacrylamide (PAA) [10]. Nous montrons alors que, contrairement aux solutions à viscosité de cisaillement constante, la stabilité de l'écoulement de contraction plane n'est pas uniquement gouvernée par le nombre de Weissenberg  $Wi = \tau_{fil} U_s / a$  qui compare le temps de relaxation de la solution au temps  $a/U_s$  passé près de la contraction.

#### 4. Conclusion

Les rideaux de solutions de polymères ont une dynamique d'écoulement différente des rideaux newtoniens. La chute du liquide est initialement ralentie par les contraintes élastiques développées par les chaînes qui subissent un fort taux d'élongation. Par ailleurs, la nappe se déstabilise pour les solutions les plus rhéofluidifiantes, révélant ainsi la présence d'une instabilité tridimensionnelle au sein de la filière d'extrusion, et mettant ainsi en lumière

une nouvelle forme d'instabilité pour l'écoulement de contraction plane d'une solution de polymères.

#### Références

- [1] Brown D. R., A study of the behaviour of a thin sheet of moving liquid. *J. Fluid Mech.*, 10, 297-305 (1961).
- [2] Ramos J. I., Planar liquid sheets at low Reynolds numbers. *Int. J. Numer. Methods Fluids*, 22, 961-978 (1996).
- [3] Mohammad Karim A., Suszynski W. J., Griffith W. B., Pujari S., Francis L. F., Carvalho M. S., Effect of viscoelasticity on stability of liquid curtain. *J. Non-Newt. Fluid Mech.*, 257, 83-94 (2018).
- [4] Zhang Q., Zhou J., Zhai Y., Liu F., Gao G., Effect of salt solutions on chain structure of partially hydrolyzed polyacrylamide. *J. Cent. South Univ. Technol.*, 15, 80-83 (2008).
- [5] Anna S. L., McKinley G. H., Elasto-capillary thinning and breakup of model elastic liquids. *J. Rheol.*, 45, 115-138 (2000).
- [6] Entov V. M., Hinch E. J., Effect of a spectrum of relaxation times on the capillary thinning of a filament of elastic liquid. *J. Non-Newt. Fluid Mech.*, 72, 31-53 (1997).
- [7] Gaillard A., Roché M., Lerouge S., Gay C., Lebon L., Limat L., Viscoelastic liquid curtains: Experimental results on the flow of a falling sheet of polymer solution. *J. Fluid Mech.*, submitted and in revision.
- [8] De Gennes P. G., Coil-stretch transition of dilute flexible polymers under ultrahigh velocity gradients. *J. Chem. Phys.*, 60, 5030-5042 (1974).
- [9] Culick F. E. C., Comments on a ruptured soap film. *J. Appl. Phys.*, 31, 1128-1129 (1960).
- [10] Chiba K., Sakatani T., Nakamura K., Anomalous flow patterns in viscoelastic entry flow through a planar contraction. *J. Non-Newt. Fluid Mech.*, 36, 193-203 (1990).

#### [Abridged English version]

##### Flow and stability of a viscoelastic liquid curtain

Liquid curtains are sheets of liquid falling freely at constant flow rate from a slot under gravity. 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 strong stretching of polymer chains, after which the classical free-fall behaviour is asymptotically recovered. We also describe a varicose modulation of the sheet observed for the most shear-thinning solutions, which is linked to a three-dimensional and unsteady flow instability arising inside the die where the liquid undergoes a planar contraction at the slot entrance.

# Origine physique du rhéoépaississement des suspensions denses : une transition frictionnelle

C. Clavaud

Aix Marseille Univ, CNRS, Institut Universitaire des Systèmes Thermiques et Industriels,  
13453 Marseille

École Supérieure de Physique et de Chimie Industrielles de la Ville de Paris (ESPCI)  
PSL Research University, Sciences et Ingénierie de la Matière Molle, CNRS, F-75231  
Paris Cedex 05

Directeurs de thèse : Y. Forterre, B. Metzger

**Résumé** : Le rhéoépaississement est un phénomène apparaissant dans certaines suspensions concentrées en particules. Il consiste en une augmentation brutale de la viscosité de la suspension au-delà d'une contrainte critique. Bien qu'important dans de nombreuses applications industrielles (béton, agro-alimentaire), ce phénomène est longtemps resté incompris. Récemment, des travaux théoriques et numériques ont proposé un modèle microscopique selon lequel le rhéoépaississement provient d'une transition frictionnelle due à la présence d'une force répulsive entre les particules. Dans cet article, nous expliquons tout d'abord le principe de ce modèle de transition frictionnelle. Nous présentons ensuite une validation expérimentale de ce mécanisme. Ce travail ouvre la voie au développement d'une nouvelle génération de rhéomètres permettant d'accéder aux propriétés frictionnelles des suspensions. La réalisation et l'utilisation d'un tel rhéomètre fait l'objet de la dernière partie de l'article.

**Mots-clé** : Rhéologie, Milieux granulaires, Suspensions denses, Rhéoépaississement, Fluides complexes, Colloïdes.

[Abridged English version on last page]

## 1. Introduction

Les fluides complexes en écoulement présentent toute une gamme de comportements. Parmi ceux-ci, le phénomène de rhéoépaississement est particulièrement impressionnant. Il s'agit de l'augmentation, parfois brutale, de la viscosité du fluide avec la contrainte imposée. Un exemple typique de fluide rhéoépaississant est le mélange d'amidon de maïs et d'eau. Cette suspension réagit tantôt comme un liquide, tantôt comme un solide, selon l'intensité de la sollicitation.

Le rhéoépaississement des suspensions est connu depuis une centaine d'années, mais son origine a été longtemps débattue. En 2013-2014, des simulations numériques et des travaux théoriques [1-3] ont mis en avant un nouveau mécanisme qui met en jeu à la fois le frottement et une force répulsive courte, portée entre les particules. Comme illustré sur la Figure 1, une telle suspension de particules frottantes et répulsives a accès à deux branches rhéologiques différentes [4]. Lorsque le cisaillement est dominé par la répulsion, les particules ne peuvent pas entrer en contact. Elles se comportent alors comme des particules non frottantes et la viscosité de la suspension est faible.

A l'inverse, lorsque le cisaillement vainc la répulsion, les particules sont poussées au contact solide et frottent les unes sur les autres. La suspension atteint alors une viscosité élevée. Selon ce mécanisme, le rhéoépaississement provient donc d'une transition frictionnelle due à la présence d'une échelle de force répulsive entre les particules.

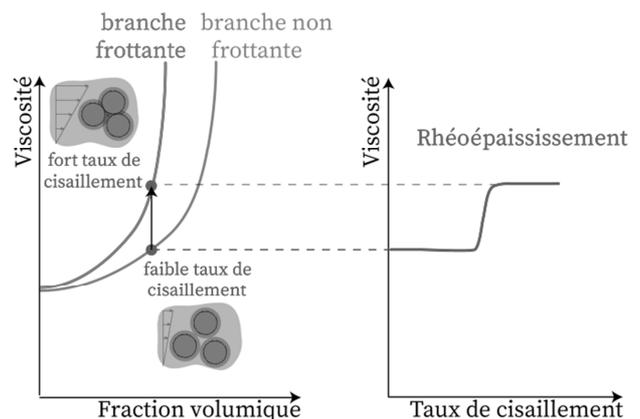


Figure 1. Principe du modèle de transition frictionnelle.

La difficulté principale pour tester expérimentalement ce scénario vient du fait que les rhéomètres standards ne donnent pas accès aux propriétés frictionnelles des suspensions. Dans

nos travaux [5], nous adoptons une approche inspirée de la rhéologie des milieux granulaires. En effectuant des mesures à contrainte imposée et non à volume imposé, nous remontons à ces propriétés frictionnelles.

## 2. Première validation expérimentale du mécanisme de transition frictionnelle

### 2.1 L'angle d'avalanche stationnaire, une signature du frottement microscopique

Un moyen indirect mais robuste d'accéder au frottement microscopique entre grains est de mesurer l'angle d'avalanche d'une suspension non isodense dans un tambour tournant. Pour une suspension standard de grains frottants, dont la rhéologie est newtonienne, il vaut environ  $25^\circ$  (Fig. 2). Nous avons mesuré cet angle pour une suspension rhéoépaississante typique : de l'amidon de pomme de terre dans de l'eau. Comme on peut le voir sur la Figure 2, l'angle d'avalanche dans ce cas est beaucoup plus faible, de l'ordre de  $8^\circ$ , ce qui traduit un comportement non frottant des grains d'amidon à la surface du tas. C'est en accord avec le modèle de transition frictionnelle, qui prédit un tel comportement non frottant si les contraintes appliquées aux particules sont dominées par la répulsion inter-particules. Nous avons confirmé ce résultat en étudiant les propriétés de compaction et de dilatance de cette suspension rhéoépaississante.

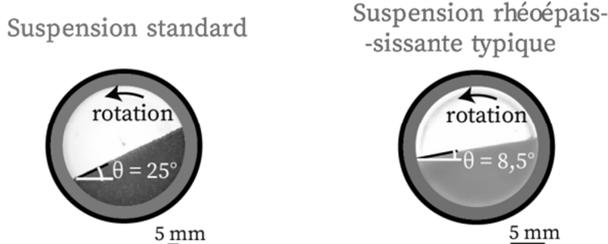


Figure 2. Comparaison d'angles d'avalanche : suspension standard à gauche, suspension rhéoépaississante à droite.

### 2.2 Contrôle de la force répulsive avec une suspension modèle

Afin d'étudier plus précisément le lien entre transition frictionnelle et rhéoépaississement, nous nous sommes tournés vers une suspension modèle de billes de silice dans des solutions aqueuses de NaCl. Dans ce cas, il existe une force de répulsion entre les grains, d'origine électrostatique, dont la portée est donnée par la longueur de Debye :

$$\lambda D \text{ (nm)} = (0,304)/\sqrt{[\text{NaCl}]} \quad (1)$$

où  $[\text{NaCl}]$  ( $\text{mol.L}^{-1}$ ) est la concentration en sel. Ce système permet donc de contrôler la force de répulsion entre grains : plus la solution est concentrée en sel, plus la portée de la force de répulsion est faible.

Une étude systématique de l'évolution de l'angle d'avalanche de ces suspensions modèles en fonction de la salinité du milieu nous a permis de mettre en évidence l'existence d'une transition frictionnelle dans ce système (Fig. 3). Le modèle théorique prédit que celle-ci a lieu lorsque la contrainte ressentie par les grains est égale à la contrainte de répulsion. Dans notre cas, cela se produit lorsque la portée de la force de répulsion est du même ordre que la rugosité moyenne  $l_r$  des particules. C'est bien ce que l'on observe expérimentalement sur la Figure 3.

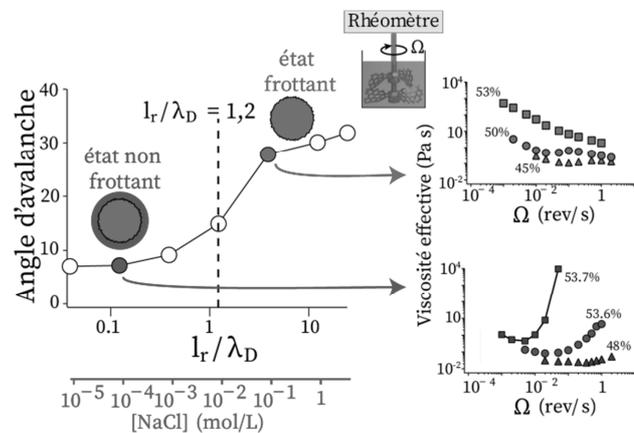


Figure 3. Transition frictionnelle d'une suspension de particules de silice. Lien avec le rhéoépaississement.

### 2.3 Lien entre transition frictionnelle et rhéoépaississement

Nous avons enfin étudié la rhéologie de cette suspension modèle, afin de la relier à son comportement frictionnel (Fig. 3). La suspension est effectivement rhéoépaississante lorsqu'il existe un état non frottant sous faible contrainte. Lorsque la salinité est trop élevée, la force de répulsion entre grains est écrantée et cet état disparaît en même temps que le comportement rhéoépaississant. Ces résultats, qui font le lien entre la nature physico-chimique des interactions entre grains et le rhéoépaississement, constituent une des premières preuves expérimentales du modèle de transition frictionnelle [6].

## 3. Vers une rhéologie à contrainte imposée des suspensions rhéoépaississantes : le Darcytron

La transition frictionnelle mise en évidence grâce aux tambours tournants a lieu lorsque la force de répulsion entre particules varie, alors que la contrainte imposée reste la même (fixée par le poids des grains dans la couche d'avalanche). Nous avons par la suite développé un nouveau rhéomètre adapté aux suspensions rhéoépaississantes, nous permettant d'accéder au frottement entre particules en contrôlant la contrainte exercée sur celles-ci.

Le principe de ce rhéomètre est d'imposer la contrainte sur les particules via un écoulement de Darcy, d'où son nom : le Darcytron (Fig. 4). Il nous permet de mesurer le coefficient de frottement effectif  $\mu$  des suspensions étudiées.

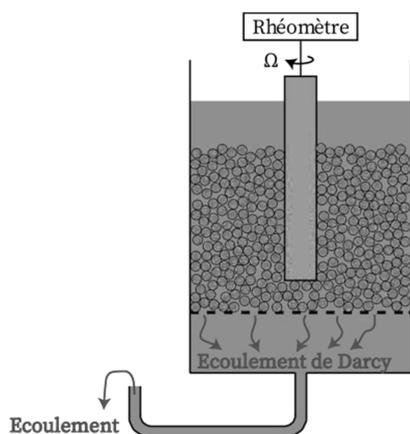


Figure 4. Principe de fonctionnement du Darcytron.

Nous avons dans un premier temps validé son principe de fonctionnement sur une suspension frottante standard. Dans ce cas,  $\mu$  est indépendant de la contrainte imposée (Fig. 5), comme attendu. Nous avons ensuite étudié la suspension rhéoépaississante modèle de billes de silice dans l'eau pure vue précédemment, pour laquelle il existe une force de répulsion courte portée entre les grains.

On constate que, pour une faible contrainte imposée, le coefficient de frottement de la suspension est très faible, égal à 0,1, ce qui correspond au frottement macroscopique prédit pour un ensemble de sphères dures non frottantes (Fig. 5) [7]. Lorsqu'on augmente la contrainte sur les particules, la force de répulsion est vaincue et le coefficient de frottement de la suspension augmente fortement.

En adimensionnant la contrainte appliquée sur les particules par la contrainte venant de la force de répulsion, nous avons regroupé sur la Figure 6 les résultats obtenus avec le Darcytron et ceux

obtenus en tambours tournants. Comme on peut le voir, ces deux jeux de résultats sont en bon accord.

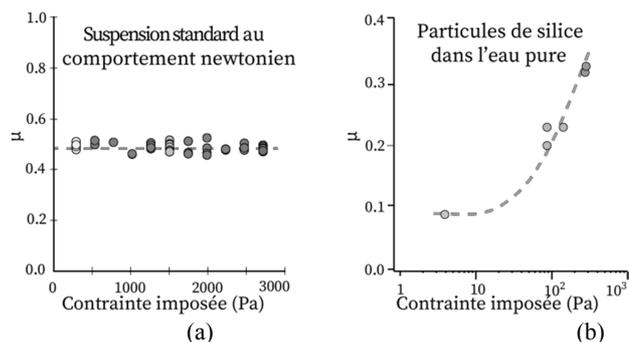


Figure 5. Coefficient de frottement effectif en fonction de la contrainte imposée : (a) suspension standard, (b) suspension rhéoépaississante à droite.

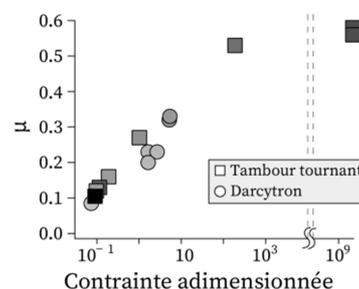


Figure 6. Comparaison des résultats en tambours tournants et du Darcytron, sur les suspensions de particules de silice.

## 4. Conclusion

En utilisant des approches inspirées de la physique des milieux granulaires (tambour tournant, rhéologie à contrainte imposée) nous avons établi la validité du modèle de transition frictionnelle proposé récemment pour expliquer le rhéoépaississement spectaculaire observé dans certaines suspensions denses. Ces résultats font le lien entre les propriétés physico-chimiques, en particulier le frottement, à l'échelle des particules, et la rhéologie macroscopique de la suspension. Ils ouvrent la voie au développement de nouveaux dispositifs à contrainte imposée pour étudier la rhéologie des suspensions colloïdales.

## Remerciements

Ces travaux ont été financés par l'European Research Council (ERC 647384) et par le Labex MEC (ANR-10-LABX-0092, ANR-11-IDEX-0001-02).

## Références

[1] Seto, R., Mari, R., Morris, J. F., Denn, M. M. Discontinuous shear thickening of frictional hard-spheres suspensions, *Phys. Rev. Lett.*, 111 (2013).

- [2] Mari, R., Seto, R., Morris, J. F., Denn, M. M. Shear thickening, frictionless and frictional rheologies in non-Brownian suspensions, *J. Rheol.*, 58, 1693-1724 (2014).
- [3] Wyart, M., Cates, M. E. Discontinuous shear-thickening without inertia in dense non-Brownian suspensions, *Phys. Rev. Lett.*, 112 (2014).
- [4] Guazzelli, E., Pouliquen, O. Rheology of dense granular suspensions, *J. Fluid Mech.*, 852 (2018).
- [5] Clavaud, C. *Rhéoépaississement des suspensions denses : mise en évidence de la transition frictionnelle*, Thèse de doctorat, Aix-Marseille Université (2018).
- [6] Clavaud, C., Bérut, A., Metzger, B., Forterre, Y. Revealing the frictional transition in shear-thickening suspensions, *Proc. National Acad. Sci.*, 114 (2017).
- [7] Peyneau, P.-E., Roux, J.-N. Frictionless bead packs have macroscopic friction but no dilatancy, *Phys. Rev. E*, 78 (2008).

### [Abridged English version]

#### Shear-thickening suspensions

Shear thickening is an impressive property of some suspensions, which consists in a brutal increase of the suspension viscosity with the applied stress. The most iconic example of such a suspension is the mix of cornstarch particles in water. The physical origin of shear thickening has long remained a mystery. Several explanations were put forward, but no consensus could be reached. Quite recently, in 2013–2014, a coherent scenario describing the microscopic origin of shear thickening emerged from numerical and theoretical works [1-3]. They described shear thickening as a frictional transition, which requires taking into account both colloidal interactions and solid friction at the grains scale. In this article, we present one of the first experimental investigations of this frictional transition model. The works presented here are detailed in [5, 6]. Using [4] as a reference on dense suspensions rheology, we summarize the principle of the frictional transition model in Figure 1.

We first investigate three macroscopic signatures of microscopic friction: the avalanche angle, and the compaction and subsequent transient dilation properties of a suspension. Using a standard suspension with a known Newtonian behavior as a control experiment, we show (see Figure 2 for the avalanche angle) that a shear-thickening suspension possesses a frictionless state at low stress. These results are consistent with the frictional transition model. In order to link this frictional behavior to the rheology, we use a model shear-thickening suspension composed of silica particles in aqueous solutions of varying salinity. Indeed, silica in water develops a negative surface charge, which gives rise to an electrostatic repulsive force between the particles. We can see in Figure 3 that indeed, the frictional behavior is closely linked to the rheological one. This work was published in [6].

We then developed a new stress-imposed rheometer called the Darcytron. Its concept is illustrated on Figure 4. In Figure 5, we show the frictional behavior of a standard suspension and a model shear-thickening one, as a function of the applied stress. These results are fully consistent with the frictional transition model. Finally in Figure 6, we plot both our data from [6] and those obtained with the Darcytron on the same graph, and show that there is a good collapse.

Using experimental techniques inspired by granular matter physics, we validated the frictional transition model put forward to explain shear thickening in dense suspensions. This work links the particles behavior at the microscopic scale to the suspension rheology at the macroscopic scale. It also paves the way to the development of new, stress-imposed rheometers to study colloidal suspensions.

# Étude de l'évolution de la conductivité électrique de matériaux composites sous déformations élongationnelles : application au thermoformage

M. Marcourt

Univ Lyon 1, CNRS, Ingénierie des Matériaux Polymères (IMP UMR 5223)  
15 Boulevard Latarjet 69622 Villeurbanne Cedex

Directeur de thèse : R. Fulchiron

**Résumé :** L'ajout en faible quantité de nanotubes de carbone (NTC) aux polymères permet d'obtenir des matériaux composites conducteurs électriques. Cependant, le thermoformage de ces composites ne permet pas toujours l'obtention de pièces finies suffisamment conductrices. Ces travaux ont pour objectif d'étudier l'évolution de la conductivité électrique de composites lorsqu'ils sont soumis à des déformations élongationnelles. Dans ce but, un rhéomètre a été modifié pour permettre le suivi de la conductivité électrique de l'éprouvette lors de sa déformation.

**Mots-clé :** Rhéologie, Elongation, Conductivité électrique, Nanotubes de carbone, Polystyrène

[Abridged English version on last page]

## 1. Introduction

La miniaturisation des composants électroniques a entraîné le développement de packagings suffisamment conducteurs afin d'assurer l'intégrité de ces composants tout au long de leurs étapes de fabrication et de transport. Ces packagings agissent comme des cages de Faraday afin de dissiper les charges électrostatiques. Pour les réaliser, la solution retenue est de charger des matrices thermoplastiques, couramment utilisées pour les packagings, avec des charges dérivées du carbone : les nanotubes de carbones (NTC).

Cette particule, caractérisée par un facteur de forme très élevé (100 à 1000 fois supérieur à celui du noir de carbone) permet l'obtention d'un réseau percolant, conférant ainsi au composite une certaine conductivité électrique, et ce pour une très faible teneur en particules. Ce type de composites a fait l'objet d'un grand nombre d'études ces dernières années. Les étapes d'incorporation des particules au sein de la matrice polymère sont maîtrisées. Ainsi, il est possible d'obtenir des semi-produits, sous forme de granulés ou de feuilles, ayant de bonnes conductivités électriques. Cependant, la mise en forme de ces semi-produits, par des procédés couramment utilisés pour les thermoplastiques (en particulier le thermoformage), ne permet pas la réalisation de produits finis ayant les propriétés souhaitées.

## 2. Méthode expérimentale et compréhension de l'évolution structurale du réseau de NTC

Ces travaux de thèse ont pour objectifs d'analyser et de comprendre l'évolution du réseau de NTC lors de la mise en forme à l'état fondu du matériau composite. Ainsi, une méthode de caractérisation innovante a été mise en place au laboratoire IMP afin de caractériser la déformation du réseau de charges lorsque le matériau à l'état fondu subit des déformations en élongation uniaxiale [1]. Pour cela, un appareil de mesure de viscosité élongationnelle a été modifié afin de mesurer la conductivité électrique de l'éprouvette pendant sa déformation à l'état fondu. La Figure 1 présente l'appareil d'élongation avec le montage électrique.

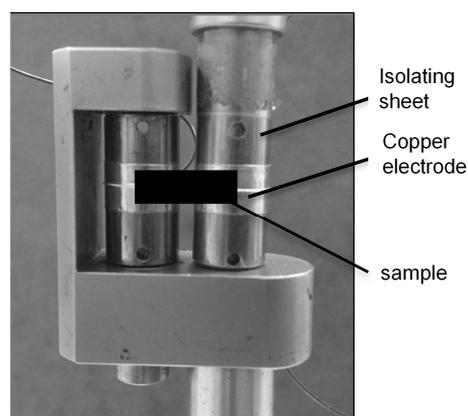


Figure 1. Système d'élongation (monté sur un rhéomètre ARES), modifié pour permettre la mesure de la conductivité électrique de l'éprouvette.

La Figure 2 illustre les variations de conductivité électrique et de la contrainte élongationnelle en fonction de la déformation.

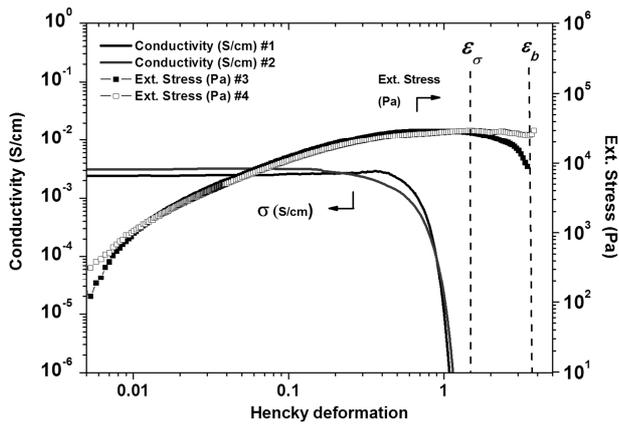


Figure 2. Evolution de la conductivité électrique d'un composite en polystyrène chargé en NTC sous déformation élongationnelle.

Cette méthode rend possible le suivi des variations de conductivité électrique du composite tout en contrôlant la vitesse de déformation, la température, et en mesurant la contrainte élongationnelle. Nous avons ainsi pu observer les pertes de conductivité électrique d'un composite pendant sa déformation à l'état fondu. Ce résultat confirme des observations faites pendant le thermoformage de composites et complète les études réalisées sur le suivi de conductivité sous cisaillement. De plus, cette expérience a permis de mettre en exergue l'importance des conditions expérimentales sur les variations de conductivité électrique et de mettre en lumière les phénomènes de recouvrances électriques. En effet, un matériau qui a subi de grandes déformations va pouvoir retrouver, en partie ou totalement, ses propriétés électriques initiales s'il reste à l'état fondu. Ce phénomène a été expliqué par la dynamique moléculaire de la matrice. La mobilité des chaînes va permettre la restructuration du réseau par le biais de la formation de connexions entre agrégats. La Figure 3 illustre ces mécanismes.

Pendant la déformation du matériau, une compétition entre la structuration et la destruction du réseau de nanotubes va avoir lieu. Suivant les conditions d'étirage, cette compétition sera plus ou moins importante. Nous avons montré que le nombre de Weissenberg ( $Wi$ ), qui est le produit d'un temps de relaxation caractéristique de la matrice (dynamique moléculaire qui dépend de la température) et de la vitesse d'étirage, permet de décrire cette compétition. Ainsi, pour des  $Wi$  élevés, la destruction du réseau sera prédominante et la limite de mise en forme dépendra uniquement de la concentration en CNTs qui régit la conductivité initiale du matériau. Au contraire, pour des faibles  $Wi$ , une forte compétition entre la structuration et la destruction du réseau a lieu. Dans ces conditions, le matériau

pourra subir des déformations plus importantes avant de perdre ses propriétés électriques. Ainsi, nous avons montré qu'en jouant sur la température et la vitesse de déformation, il était désormais possible d'obtenir un matériau étiré avec une conductivité électrique maîtrisée.

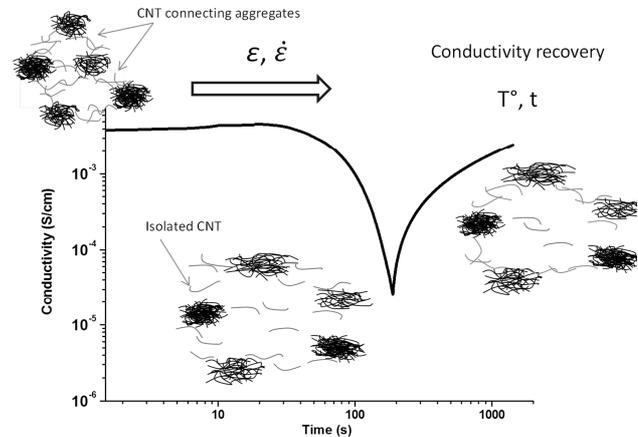


Figure 3. Evolution de la conductivité électrique sous déformation et au repos à l'état fondu.

### 3. Modèle

À partir de ces résultats, nous avons également développé un modèle qui permet de décrire l'évolution de la conductivité électrique des composites lorsqu'ils subissent des déformations [2]. Ce modèle relie l'évolution microscopique du matériau (réseau percolant de charges qui permet le passage des électrons) à ses propriétés macroscopiques (sa conductivité électrique). L'évolution de la population de nanotubes de carbone qui participent au réseau peut être décrite par une équation cinétique. Cette équation prend en compte les mécanismes de structuration et de destruction du réseau lorsque le matériau est déformé à l'état fondu :

$$\frac{d\varphi_{eff}}{dt} = k_{build}(\varphi - \varphi_{eff}) - 2k_{break}\dot{\varepsilon}^2 \varphi_{eff}t \quad (1)$$

Pour la structuration, nous avons fait l'hypothèse que l'ensemble des NTC appartenant au réseau percolant de charges  $\varphi_{eff}$  sont des sites potentiels pour la formation de nouvelles connexions avec des agrégats qui sont isolés. La vitesse de formation de nouvelles connexions est proportionnelle à la proportion de NTC qui n'appartient pas au réseau percolant (la teneur totale en NTC  $\varphi$  moins celle participant à la conductivité  $\varphi_{eff}$ ). La destruction du réseau conducteur, quant à elle, dépend uniquement de la déformation subie par le matériau. Tout d'abord, les charges vont s'orienter et s'allonger dans le sens de la déformation. Puis, petit à petit, les agrégats vont se séparer les uns des autres. Les

jonctions qui les relient vont être détruites et la conductivité électrique du composite va diminuer progressivement jusqu'à ce que le matériau devienne isolant électrique car la population de NTC qui participent au réseau sera devenue inférieure au seuil de percolation  $\varphi_c$ . La solution de cette équation cinétique qui décrit l'évolution de la population de NTC appartenant au réseau percolant est ensuite injectée dans une loi de percolation qui décrit l'évolution de la conductivité électrique  $\sigma$  du matériau en fonction de sa concentration en charge :

$$\sigma = \sigma_0(\varphi_{eff} - \varphi_c)^\beta \quad (2)$$

Nous avons montré que les phénomènes de structuration dépendent uniquement de la température par l'intermédiaire du temps de relaxation du polymère dans lequel les nanotubes sont dispersés. La destruction dépend uniquement de la déformation appliquée au matériau. Ainsi, en connaissant la concentration de nanotubes de carbone, la conductivité initiale du matériau (qui rend compte de l'état d'équilibre initial), la température et la vitesse d'éti-rage nous pouvons déterminer l'évolution de la conductivité du composite en fonction de la déformation, ainsi que la déformation maximale que le matériau peut subir avant de devenir isolant. Ce modèle s'est montré performant pour une large gamme de conditions expérimentales (Wi élevés et faibles), de concentrations en nanotubes de carbone et de type de matrice.

Ces résultats ont été appliqués à un matériau plus complexe : un polystyrène choc chargé en nanotubes de carbone [3]. Cette matrice se compose d'une phase PS dans laquelle se trouvent des nodules de polybutadiène (morphologie type salami) issus de la réticulation de la phase élastomère. La phase polystyrène présente des propriétés rhéologiques proches de la matrice qui a été étudiée dans le premier

chapitre scientifique. Pour ce composite, les charges sont exclusivement localisées dans la phase PS qui constitue un peu moins de 60% du volume total du matériau. Ce confinement des NTC permet de réduire le taux massique de charges nécessaire à la conduction. Cette étude nous a permis de confirmer les phénomènes de restructuration (sans déformation) qui sont gouvernés par la dynamique moléculaire de la matrice dans laquelle sont dispersées les charges. Nous avons également observé que la présence des nodules n'influence pas la restructuration du réseau de charges après avoir subi une forte déformation. Lors de la déformation à l'état fondu, les nodules engendrent des gradients de vitesse localement, ce qui perturbe la déformation du réseau de nanotubes de carbone.

Enfin, nous avons thermoformé des feuilles de polystyrène chargé en nanotubes de carbone pour réaliser des coupelles. Une cartographie précise de la déformation et de la conductivité a été réalisée sur les produits finis. Nous avons pu, *in fine*, montrer que le modèle donne des résultats en accord avec les variations de conductivité électrique observées en thermoformage.

## Références

- [1] Marcourt, M., Cassagnau, P., Fulchiron, R., An original combined method for electrical conductivity measurement of polymer composites under extensional deformation. *J. Rheol.*, 61, 845 (2017).
- [2] Marcourt, M., Cassagnau, P., Fulchiron, R., High Impact Polystyrene/CNT nanocomposites: Application of volume segregation strategy and behavior under extensional deformation. *Polymer*, 157, 156-165 (2018).
- [3] Marcourt, M., Cassagnau, P., Fulchiron, R., A model for the electrical conductivity variation of molten polymer filled with carbon nanotubes under extensional deformation. *Comp. Sci. Tech.*, 168, 111-117 (2018).

## [Abridged English version]

### **A comprehensive study on molten conductive polymer composites under extensional deformation: relationship between filler network structure and electrical conductivity**

The addition of Carbon Nanotubes (CNT) to polymer has paved the way to ultra-low filled conductive polymer composites. However, the thermoforming of such composites remains a thorny challenge and give birth to insulating parts. In this work, we present a complete study of the electrical conductivity evolution of molten composites under extensional deformation. For this specific purpose, an Extensional Viscosity Fixture accessory of a rotational rheometer ARES has been modified to allow the sample conductivity measurement. This new set-up gives access to the measurement of the electrical conductivity simultaneously with the extensional stress under extensional deformation. From a substantive viewpoint, this allows the determination of the maximal Hencky deformation that nanocomposites can undergo before becoming electrically insulating.

# Suspensions concentrées de colloïdes déformables avec attraction à courte portée: liaison entre adhésion et instabilités d'écoulement

M. Mattiello

Laboratoire Matière Molle et Chimie, (UMR 7167) ESPCI Paris, CNRS, PSL Research University,  
10 rue Vauquelin, 75005 Paris

Directeur de thèse : M. Cloître

**Résumé** : Nous étudions la structure et les propriétés d'écoulement d'un système colloïdal constitué de microgels polyélectrolytes en suspension aqueuse. Le greffage de chaînes alkyles lors de la polymérisation permet l'introduction d'interactions adhésives de type hydrophobe entre les microgels, dont l'intensité et la portée sont dépendantes de la longueur et de l'architecture des chaînes alkyles. Lorsque la concentration en microgels augmente, la transition vitreuse a lieu ; dans ce domaine de concentration, ces suspensions ont un caractère viscoplastique dont l'élasticité est à la fois due à l'encombrement (cage) et à la présence de l'adhésion entre particules voisines (cage collante). L'existence de cette double élasticité joue un rôle clé dans le mécanisme d'écoulement. Pour cette raison, ce système constitue un modèle unique pour étudier les relations existant entre la présence d'interactions attractives et les instabilités d'écoulement dans les suspensions colloïdales (glissement, écoulement en bandes de cisaillement, etc).

**Mots-clé** : Colloïdes déformables; Colloïdes associatifs; Rhéologie; Suspensions colloïdales; Encombrement; Instabilités d'écoulement.

[Abridged English version on last page]

## 1. Introduction

Les microgels sont des particules déformables constituées d'un réseau polymère gonflé par un solvant [1]. De nombreuses études existantes, y compris celles de notre groupe [2, 3], concernent les colloïdes mous de type microgel, avec des interactions purement répulsives ; en revanche, le cas de figure où des interactions attractives entrent en jeu est très peu exploré. Cependant, il existe des preuves expérimentales que des potentiels attractifs sont responsables de plusieurs phénomènes nouveaux [4]. De plus, les microgels attractifs sont couramment utilisés dans l'industrie, comme additifs de texture. Dans cette perspective, l'objectif principal de cette thèse est triple: (i) concevoir des microgels mous avec des attractions accordables à courte portée, (ii) étudier et modéliser la rhéologie linéaire des suspensions de microgels attractifs et (iii) relier les propriétés d'écoulement à l'existence et à la force des interactions. Pour mener à bien ce programme, notre choix a été de développer une nouvelle classe de microgels polyélectrolytes que nous appellerons microgels « associatifs » dans la suite. Les microgels associatifs portent des groupes hydrophobes qui induisent des interactions attractives à courte portée, dites adhésives. L'architecture et la taille de ces

groupes déterminent l'intensité et la portée des interactions adhésives.

## 2. Microgels associatifs : synthèse et comportement en solution diluée

Les microgels étudiés sont obtenus par polymérisation en émulsion (réalisée par la société Coatex) d'acide méthacrylique et acrylate d'éthyle en présence d'un réticulant acrylique, le triméthylolpropane triacrylate (TMPTA). Les groupes hydrophobes sont des chaînes alkyles constituées par 22 carbones qui sont attachées au squelette des microgels par l'intermédiaire d'une chaîne hydrophile de polyoxyde d'éthylène (POE), qui constitue un espaceur entre les chaînes du squelette et les groupes associatifs. L'ajout d'hydroxyde de sodium à une solution aqueuse de ces microgels provoque la ionisation des groupements acides portés par le squelette. Ceci s'accompagne du gonflement des microgels à cause de la pression osmotique exercée par les contre-ions [3]. Dans la suite, nous présentons le comportement rhéologique des solutions de microgels associatifs, dont les fonctions acides sont complètement neutralisées, et les comparons à celui des solutions de microgels non associatifs, c'est à dire constitués par les mêmes microgels sans grou-

pes hydrophobes. Nous avons vérifié au préalable que la présence de groupes hydrophobes n'a aucun effet sur la taille des microgels (déterminée par DLS en régime dilué). Lorsque la concentration des microgel augmente, les solutions passent de l'état de liquide visqueux à un état vitreux, quelle que soit la nature des microgels en solution. La concentration massique  $C_g$  à laquelle la transition de solidification a lieu (déterminée par rhéologie et par DLS) est la même pour les deux familles de microgels.

### 3. Régime linéaire des suspensions concentrées : double origine de l'élasticité

Au delà de la transition vitreuse, le spectre viscoélastique des suspensions de microgels associatifs est caractérisé par la présence d'une relaxation intermédiaire, qui a lieu pour une fréquence caractéristique,  $\omega_A$ . Nous présentons l'allure de ce spectre à une concentration donnée en Figure 1a ; la figure montre aussi que la relaxation intermédiaire est absente sur le spectre des microgels non associatifs.

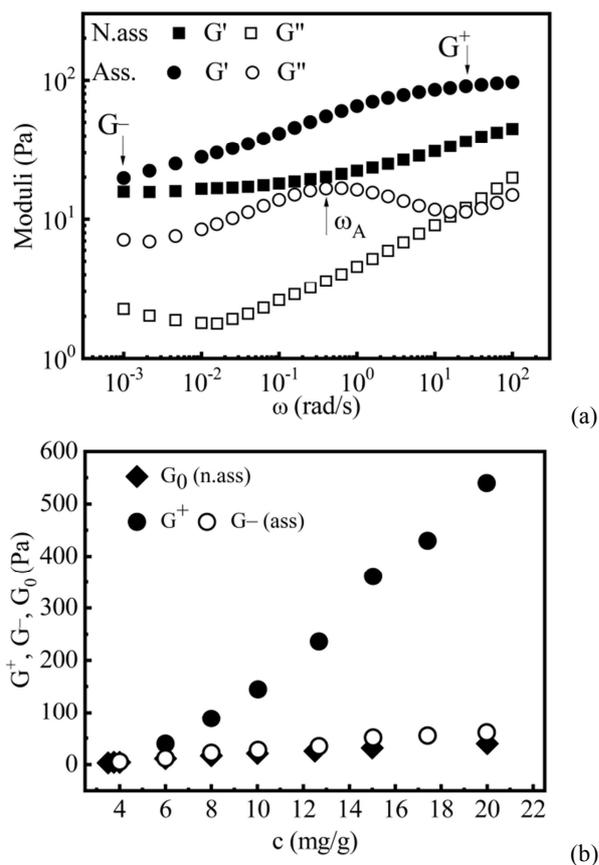


Figure 1. Suspensions de microgels associatifs en régime linéaire. (a) Modules élastiques (●, ■) et visqueux (○, □) en fonction de la fréquence de suspensions de microgels associatifs (●, ○) et non associatifs (■, □) à  $C = 0,8 \text{ mg.g}^{-1}$ . (b) Modules de basses (○, ◆) et hautes fréquences (●) en fonction de la concentration de microgels associatifs (●, ○) et non-associatifs (◆).

Cette fréquence caractéristique discrimine un régime à haute fréquence ( $G^+$ ), où l'élasticité est importante, d'un régime de basse fréquence ( $G^-$ ), où l'élasticité est plus faible. La variation du module  $G^-$  avec la concentration en particules suit celle du module élastique  $G_0$  des suspensions de microgels non associatifs (Fig. 1b). Ce comportement met en évidence l'existence d'une double origine d'élasticité : le simple encombrement (ou effet de cage), responsable de l'élasticité à basse fréquence et les associations inter-particulaires, responsables pour le surplus de rigidité à haute fréquence. Dans ce dernier cas nous introduisons le concept de « cage collante » en analogie avec le tube de reptation collant des polymères associatifs [5].

### 4. Suspensions concentrées sous écoulement

Dans le régime vitreux, l'écoulement est affecté par la présence des associations. Nous avons d'abord réalisé des mesures à gradient de cisaillement imposé. Sur la Figure 2, nous présentons l'allure d'une courbe d'écoulement typique ainsi obtenue et la comparons avec la courbe d'écoulement d'une suspension de microgels non-associatifs à la même concentration massique en particules.

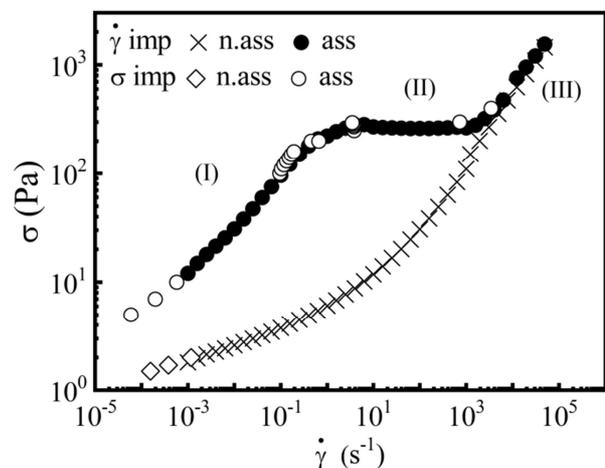


Figure 2. Courbes d'écoulement de microgels associatifs (courbe supérieure) et non associatifs (courbe inférieure) pour  $C = 1,5 \text{ mg.g}^{-1}$  mesurées dans différentes conditions expérimentales : gradient de cisaillement imposé (symboles pleins) et contrainte imposée (symboles vides).

A partir de cette courbe, nous avons schématisé l'écoulement des microgels associatifs en trois régimes : (I) un régime d'écoulement *associatif*, où la contrainte de déformation mesurée est plus élevée que celle qui correspond aux microgels non associatifs, manifestation de la présence des associations ; (II) un régime *plateau*, où la contrainte est constante et (III) un régime d'écoulement, *non*

*associatif*, où l'effet des associations est négligeable. Lorsque nous effectuons des mesures de fluage à contrainte imposée, nous trouvons que le cisaillement mesuré appartient soit au régime I soit au régime III. Ce phénomène, ainsi que la présence d'un plateau, sont associés à la présence d'instabilités d'écoulement [6].

## 5. Ecoulement microscopique : les instabilités d'écoulement

Pour étudier l'écoulement local dans le régime II, nous avons réalisé un montage de microscopie à fluorescence monté sous un rhéomètre Anton Paar Physica MCR 501. Nous avons dispersé dans nos suspensions de microgels des traceurs fluorescents qui nous permettent de suivre l'écoulement du fluide. Grâce à une caméra rapide, nous avons pris des séquences d'images à différentes hauteurs dans l'entrefer du rhéomètre. À partir de ces séquences, nous avons calculé la vitesse moyenne à chaque distance par corrélation d'images. Ce montage nous a permis de reconstruire les profils de vitesse des suspensions de microgels associatifs dans le rhéomètre lorsque la vitesse de cisaillement est imposée. Les profils de vitesses ainsi obtenus sont présentés en Figure 3. Nous observons que lorsque la vitesse de cisaillement imposée est faible ou modérée, les profils de vitesse sont linéaires et continus. À vitesses plus élevées, les profils apparaissent discontinus et comprennent deux parties linéaires, l'une caractérisée par une faible vitesse de déformation et l'autre par une vitesse de déformation plus importante. Ces derniers profils sont caractéristiques d'une instabilité d'écoulement qui s'appelle écoulement en bandes de cisaillement ou *shear banding* [7, 8].

## 6. Conclusion

Les microgels polyelectrolytes avec modifications hydrophobes constituent une nouvelle classe de colloïdes. Dans le cadre de ce travail, les suspensions constituées par ces particules déformables et adhésives nous ont permis de démontrer la connexion existant entre la présence de potentiels d'interaction attractifs et les instabilités d'écoulement de type glissement et écoulement en bandes de cisaillement. Nous avons exploré un matériau modèle qui se situe à l'interface entre un milieu granulaire et un matériau de type solide cohésif. Ces suspensions de microgels constituent non seulement

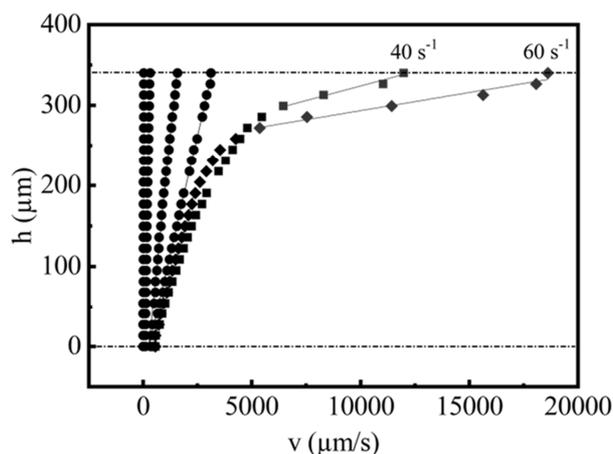


Figure 3. Profils de vitesse obtenus par rhéo-microscopie à différents gradients de cisaillement imposés :  $0,1 \text{ s}^{-1}$ ,  $1 \text{ s}^{-1}$ ,  $5 \text{ s}^{-1}$ ,  $10 \text{ s}^{-1}$ ,  $40 \text{ s}^{-1}$ ,  $60 \text{ s}^{-1}$ .

le candidat idéal pour un système colloïdal modèle, mais peuvent en même temps être utilisées pour imiter des matériaux plus complexes, tels que des gels « physiques » ou réversibles, des gels de protéines, etc. Étant donné que ces suspensions conjuguent différentes propriétés intéressantes, telles que la versatilité de la synthèse, une faible teneur en polymère, la possibilité de rester en suspension dans l'eau et la sensibilité aux stimuli extérieurs, les suspensions de microgels sont des matériaux prometteurs pour le développement de nouveaux matériaux stimulables.

## Références

- [1] Vlassopoulos, D., Cloitre, M., *Curr Op. Coll. Int. Sci.*, 19, 561-574 (2014).
- [2] Pellet, C., Cloitre, M., *Soft Matter*, 12, 3710–3720 (2016).
- [3] Cloitre, M., Borrega, R., Monti, F., Leibler, L., *Phys. Rev. Lett.*, 90 (2003).
- [4] Irani, E., Chaudhuri, P., Heussinger, C., *Phys. Rev. E*, 94 (2016).
- [5] Leibler, L., Rubinstein, M., Colby, R. H., *Macromol.*, 24, 4701–4707 (1991).
- [6] Divoux, T., Fardin, M. A., Manneville, S., Lerouge, S., *Ann. Rev. Fluid Mech.*, 48, 81–103 (2016).
- [7] Olmsted, P. D. *Rheol. Acta*, 47, 283–300 (2008).

**[Abridged English version]**

**Concentrated suspensions of soft colloids with short-range attraction: link between adhesion and flow instabilities**

We hereby study the structure and the flow properties of a colloidal system consisting of polyelectrolyte microgels in aqueous suspension. The grafting of alkyl chains at the periphery of these objects during the polymerization allows the introduction of adhesive interactions of hydrophobic nature among these colloids, whose intensity and range are strongly dependent on the length and architecture of the grafting. As the concentration of these suspended objects increases, the glass transition takes place; beyond the glass transition, the suspensions have a viscoplastic behaviour where the elasticity is due both to jamming and to the presence of attractions. This kind of double elasticity plays a key role in the mechanism through which these suspensions flow. For this reason, this system is a unique model for the investigation of the relationships existing between the presence of attractive interactions and flow instabilities (slip, shear banding, etc.).



## Workshop Mousses polymères : Formulation, procédés et modélisation/simulation

**ENSAM, Paris  
11 - 12 avril 2019**

Cet atelier, organisé par Francisco Chinesta (PIMM, ENSAM Paris) et Philippe Cassagnau (IMP, Lyon) a porté sur les mousses polymères. Ces deux demi-journées de travail, animées par des orateurs invités de l'industrie et du monde universitaire, ont été consacrées à l'étude de la potentialité de développement des mousses polymères. Outre les aspects fondamentaux régissant la formation d'une mousse, cet atelier a porté également sur les derniers outils de modélisation et de simulation, ainsi que sur les perspectives qu'offrent les méthodes d'intelligence artificielle. Les résumés de ces présentations sont publiés dans les pages suivantes.

<b>Jeudi, 11 avril 2019</b>	
13h00-13h15	<b>Accueil</b>
13h15-13h30	<b>Introduction</b> : Francisco Chinesta
<b>Formulation</b>	
13h30-14h00	<b>Ph Cassagnau (IMP, Lyon)</b> : Mousses PMMA et mousses silicones par CO <sub>2</sub> : Pourquoi une si grande différence dans les morphologies?
14h00-14h30	<b>R. Perrin (SOPREMA, Strasbourg)</b> : Mousse polyisocyanurate rigide aux propriétés améliorées grâce à un polyol biosourcé original
14h30-15h00	<b>B. Abbes (GRESPI, Reims)</b> : Caractérisation expérimentale et modélisation numérique par une méthode sans maillage du procédé de moussage d'un polyuréthane
15h00-15h30	<b>D. Mariot (Elkem, Lyon)</b> : Polyvalence et performance des mousses silicones : Quel impact de la formulation ?
15h30-16h00	<b>Pause café</b>
<b>Procédés</b>	
16h00-16h30	<b>D. Della Valle (Oniris, Nantes)</b> : Les procédés de foisonnement : principes et limites
16h30-17h00	<b>J. Fages (Ou M Sauceau, Mines, Albi)</b> : Extrusion-foaming of biopolymers using supercritical carbon dioxide: the example of PLA
17h30-18h00	<b>R. Deleurence (Saint-Gobain)</b> : Ordre et confinement : deux leviers pour optimiser la mécanique des mousses industrielles
18h00-18h30	<b>C. Forest (Hutchinson)</b> : Material foaming as a lightweighting lever for Hutchinson applications
18h30-19h00	<b>T. Roland (ICS, Strasbourg)</b> : Structuration des mousses solides par microfluidique et simulation des propriétés mécaniques
19h00-21h00	<b>Buffet dînatoire/Discussions conviviales</b>
<b>Vendredi 12 avril 2019</b>	
<b>Morphologies/Propriétés</b>	
8h30-9h00	<b>Ph Viot (ENSAM, Bordeaux)</b> : Mousse composite : de l'analyse de la structure multi-échelles aux propriétés mécaniques
9h00-9h30	<b>C. Fretigny (ESPCI, Paris)</b> : Mousses élastomères obtenues par polymérisation d'émulsions fortement concentrées
9h30-10h00	<b>E. Maire (MATEIS, Lyon)</b> : Microstructure 3d des mousses polymères déterminée par tomographie aux rayons x
10h00-10h30	<b>Pause café</b>
<b>Modélisation/Simulation</b>	
10h30-11h00	<b>F. Chinesta (ENSAM, Paris)</b> : Mousses: du procédé aux propriétés, des propriétés au procédé.
11h00-11h30	<b>L. Mebarek (ESI Group)</b> : Modélisation vibro-acoustique intérieur d'un véhicule habillé
11h30-12h00	<b>D. Jeulin (Mines, Paris)</b> : Modélisation probabiliste des mousses
12h00-12h30	<b>A. Duval (Trèves)</b> : Product-process optimization of foam microstructure morphologies through micro-macro surface response computations
12h30-13h00	<b>Discussions et conclusions</b>



## Mousses PMMA et mousses silicones par CO<sub>2</sub> : pourquoi une si grande différence dans les morphologies?

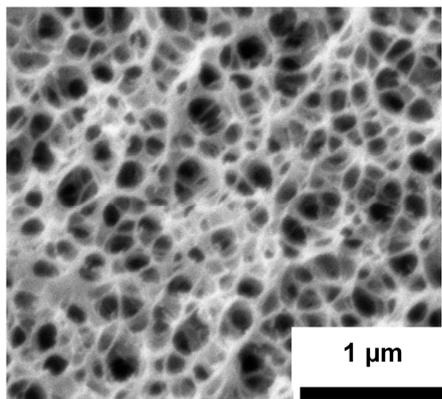
Charlène Forest, Thibaud Métivier, Philippe Cassagnau

Université de Lyon, IMP, Ingénierie des Matériaux Polymères,  
CNRS UMR 5223, 15 Bd Latarjet, 69622 Villeurbanne, France

philippe.cassagnau@univ-lyon1.fr

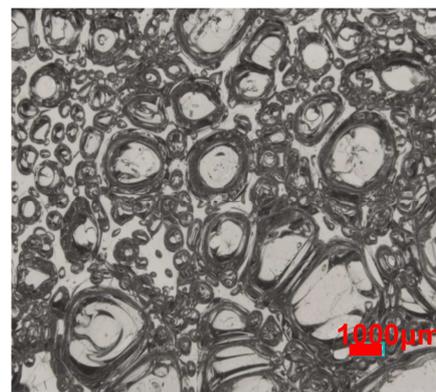
L'objectif de ces travaux est d'étudier l'élaboration de mousses polymères par un procédé batch sous CO<sub>2</sub>. Nous nous sommes particulièrement intéressés à deux types de polymères extrêmement différents : le PMMA et le silicone. Nous montrons que la nano-structuration du PMMA, par l'ajout de copolymères à blocs, permet d'élaborer des mousses dont la densité des cellules est proche de 10<sup>15</sup>/cm<sup>3</sup> avec des tailles de 100 nm. Le silicone apparaît plus difficile à « dompter » du fait que, malgré plusieurs approches consistant à le structurer pour augmenter la densité de nucléation, la densité des cellules est faible et modeste (10<sup>8</sup>/cm<sup>3</sup>), avec des tailles moyennes de 100 µm. Pourquoi alors une telle différence dans les morphologies finales ? Est-ce un problème de nucléation et de croissance des cellules ? Surement, mais on pourrait alors y répondre par la formulation. Et si tout simplement cette grande différence provenait de la diffusion des gaz, dont le CO<sub>2</sub>, qui est extrêmement élevée dans le silicone ?

PMMA



Charlène

SILICONE



versus

Thibaud



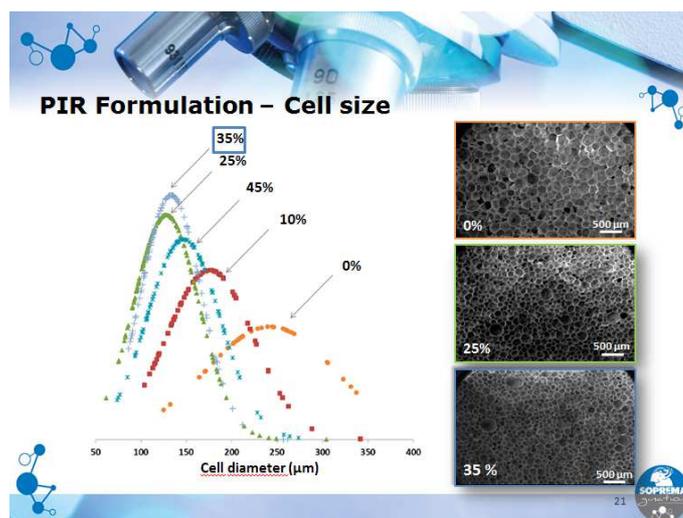
## Mousse polyisocyanurate rigide aux propriétés améliorées grâce à un polyol biosourcé original

Rémi Perrin<sup>a</sup>, Pierre Furtwengler<sup>b</sup>, Luc Averous<sup>b</sup>, Alexandru Sarbu<sup>a</sup>

<sup>a</sup> SOPREMA, 14 rue de St Nazaire, 67025 STRASBOURG Cedex

<sup>b</sup> BioTeam /ICPEES-ECPM, UMR CNRS 7515, Université de Strasbourg,  
25 rue Becquerel, 67087 STRASBOURG Cedex 2

L'objectif de ces travaux est d'étudier l'élaboration de mousses polyisocyanurate rigides réalisées à partir d'un polyol original à base de sorbitol. Après synthèse de ce polyol, nous avons étudié son impact sur des mousses polyisocyanurates rigides d'isolation thermique. Différentes mousses ont été complètement caractérisées et comparées. Les mousses contenant 25% de ce polyol présentent des améliorations de performances mécaniques de plus de 90% en comparaison avec la même mousse utilisant un polyol pétrosourcé. Ces propriétés mécaniques sont corrélées avec la structure microscopique de la mousse qui présente des tailles de cellules plus fines et une densité équivalente ( $30 \text{ kg/m}^3$ ). Les mousses partiellement biosourcée grâce à ce polyol original présentent aussi des conductivités thermiques plus faibles. Ces résultats sont confirmés sur des mousses fabriquées sur une ligne pilote industrielle.



Taille des cellules en fonction du pourcentage de polyol biosourcé

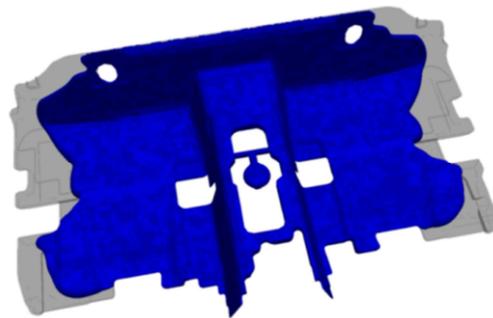
## Caractérisation expérimentale et modélisation numérique par une méthode sans maillage du procédé de moussage d'un polyuréthane

Boussad Abbès

*Université de Reims Champagne-Ardenne, GRESPI, UFR SEN,  
Campus Moulin de la Housse, BP 1039, 51687 REIMS Cedex 2*

boussad.abbes@univ-reims.fr

Dans l'industrie automobile, la complexité des pièces insonorisantes en mousse polyuréthane augmente continuellement et, de ce fait, le procédé de moussage se complexifie également. De nombreuses heures de R & D sont nécessaires dans les phases d'innovation, de conception et de mise au point pour faire des essais-corrections sur des prototypes afin de faire converger l'ensemble produit/outillage/process. La simulation numérique du procédé de moussage du polyuréthane permet d'analyser la faisabilité d'une pièce aux premières étapes de son développement et d'en optimiser les paramètres process. Un modèle prenant en compte les deux principales cinétiques chimiques de la formation du polyuréthane, l'effet exothermique de celles-ci ainsi que le couplage thermo-rhéo-cinétique caractérisant ce procédé est présenté. Ce modèle a été implémenté dans le logiciel NOGRID-points, basé sur une méthode sans maillage (FPM). Des essais d'expansion libre ont été réalisés avec le système FOAMAT permettant de suivre la hauteur d'expansion de la mousse et l'augmentation de la température au cœur d'un tube cylindrique. La viscosité de la mousse a été mesurée à différentes températures à l'aide d'un rhéomètre rotatif dynamique en configuration plan-plan. Les paramètres du modèle thermo-rhéo-cinétique ont été identifiés en utilisant une méthode inverse. Les résultats numériques ont été validés en réalisant des moulages d'incomplets dans un sous-système de forme simple et ensuite dans un moule d'une pièce industrielle de forme complexe. Cette validation permet de comparer les positions des fronts de la mousse obtenues expérimentalement et par simulation numérique.



Comparaison des incomplets : expérimental (à gauche) et numérique (à droite).

## Polyvalence et performance des mousses silicones : quel impact de la formulation ?

Estelle Dervieux, Julie Dubois, David Mariot

*Elkem Silicones, Laboratoire Textile Coating et Elastomères,  
55, avenue des Frères Perret, 69192 SAINT-FONS*

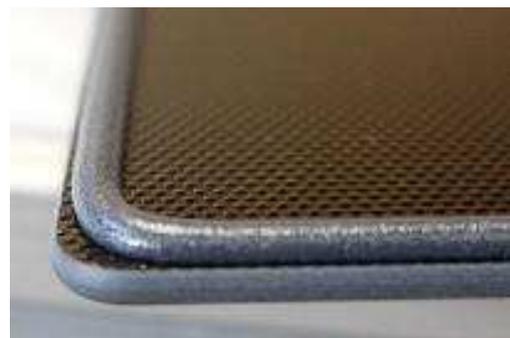
david.mariot@elkem.com

Dans le contexte actuel de recherche de durabilité et d'évolution des réglementations, l'intérêt des industriels pour les mousses silicones est croissant car ces matériaux polyvalents permettent de combiner, à la fois :

- les bénéfices des élastomères silicones (large gamme de température d'utilisation, bonnes propriétés mécaniques comme de basses déformations rémanentes à la compression (DRC) et de bonne résistance à la fatigue, importante tenue au feu associée à de faibles émissions de fumée et une faible toxicité des fumées...);
- et les bénéfices des mousses (allègement, amortissement, confort, isolation thermique ou acoustique...)

L'objectif de cette présentation est de montrer comment, à partir d'une même technologie de moussage, il est possible, grâce à la formulation :

- de contrôler les propriétés intrinsèques des mousses silicones tels que la densité, la taille des cellules et le type de porosité ;
- mais également de modifier significativement les propriétés des matériaux obtenus, afin de proposer une large gamme d'application.



## Les procédés de foisonnement : principes et limites

Dominique Della Valle

*Oniris, département de génie des procédés alimentaires  
Rue de la Géraudière BP82225 Nantes F-44322*

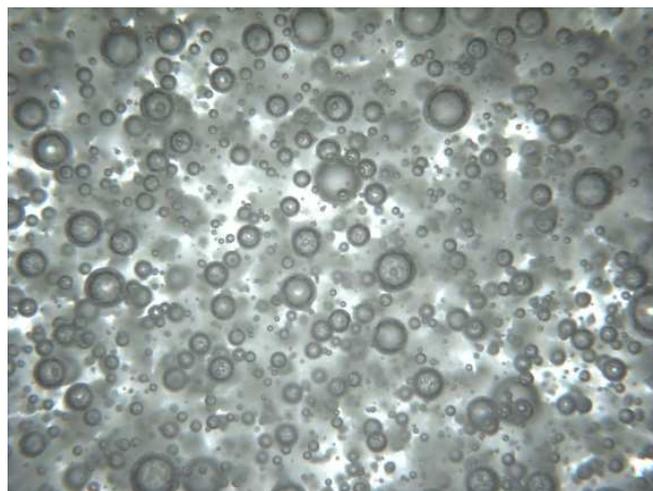
dominique.dellavalle@oniris-nantes.fr

La mousse est une structure aérée de la matière, qui lui est généralement conférée par un procédé de foisonnement. Les procédés qui permettent l'incorporation de gaz par action mécanique, que ce soit en cuve ou en continu, appliquent à la matrice liquide ou pâteuse des vitesses de déformation élevées, indispensables pour fractionner le gaz sous forme de bulles de taille capillaire.

Quelles sont les géométries et principes des procédés qui permettent cette agitation suffisamment intense pour permettre le mélange entre liquide et gaz ? Quels sont les phénomènes physiques mis en jeu ? Existe-t-il une fraction de gaz « indépassable » dans les procédés de foisonnement ? Une viscosité importante est-elle un atout pour faire une « bonne » mousse ? Quel est le rôle de la formulation dans le procédé ?

Ces questions seront traitées et illustrées sur la base de résultats obtenus dans notre laboratoire avec le mélangeur statique, le rotor-stator et les microcanaux, autant de procédés utilisés pour élaborer des mousses alimentaires.

Sirop de glucose + CMC



Mousse obtenue avec un foisonneur RS à 20% de fraction d'air (ONIRIS)



## Phénoménologie de l'extrusion-moussage par CO<sub>2</sub> supercritique : exemple du PLA

Martial Sauceau, Fabien Baillon, Jacques Fages

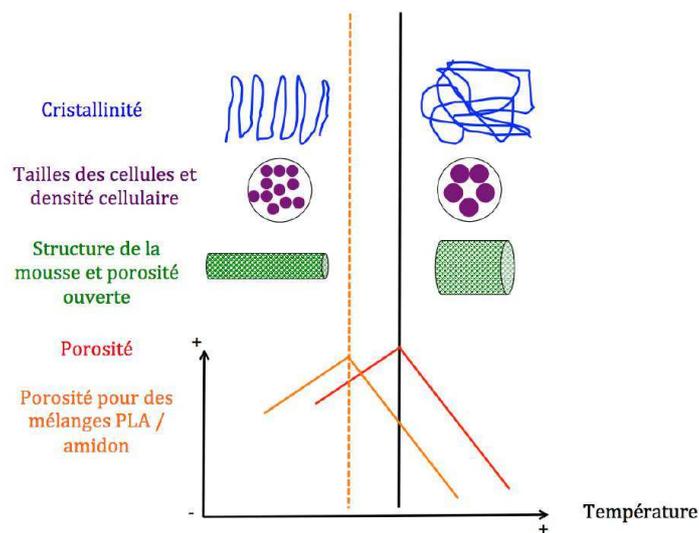
*Université de Toulouse, IMT Mines Albi, CNRS, Centre RAPSODEE, Campus Jarlard, 81013 Albi*

[martial.sauceau@imt-mines-albi.fr](mailto:martial.sauceau@imt-mines-albi.fr)

L'objectif de ces travaux est d'étudier le moussage de polymères par un procédé continu d'extrusion assisté par CO<sub>2</sub> supercritique. Le PLA a été utilisé comme matériau de référence, seul et en mélange avec de l'amidon (plastifié ou natif sous forme de poudres).

Une température seuil a pu être identifiée. Cette température correspond à un maximum de porosité, de l'ordre de 97 %, et sépare des zones pour lesquelles la phénoménologie du moussage est différente. Au dessus de cette température, le CO<sub>2</sub> crée une forte expansion radiale, donnant lieu à de la porosité ouverte. En dessous de cette température seuil, la mousse présente une forte expansion longitudinale, accompagnée de cellules fermées de plus petites tailles. Il a également été montré que cette température peut être ajustée par l'ajout de l'amidon dans le PLA.

En parallèle à la partie expérimentale, un modèle de nucléation et de croissance de bulles basé sur la méthode dite du « volume d'influence » a été développé. L'influence du profil de pression a été étudiée et la comparaison avec les résultats expérimentaux a montré la très grande sensibilité du taux de nucléation aux propriétés physiques, notamment la tension de surface, souvent difficiles à déterminer.





## Ordre et confinement : deux leviers pour optimiser la mécanique des mousses industrielles

Aymeric Mouquet<sup>1</sup>, Yacine Khidas<sup>2</sup>, Xavier Château<sup>1</sup>, Jean-Yvon Faou<sup>3</sup>, Tamar Saison<sup>3</sup>, Rémi Deleurence<sup>3</sup>, Olivier Pitois<sup>1</sup>

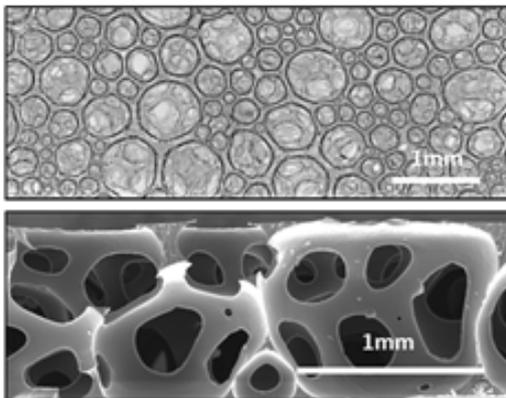
<sup>1</sup> Université Paris Est, Laboratoire Navier, UMR 8205 CNRS – École des Ponts ParisTech – IFSTTAR  
Cité Descartes, 2 allée Kepler, 77420 Champs-sur-Marne  
aymeric.mouquet@gmail.com ; olivier.pitois@ifsttar.fr

<sup>2</sup> Université Paris Est, Laboratoire Navier, UMR 8205 CNRS – École des Ponts ParisTech – IFSTTAR  
5 bd Descartes, 77454 Marne-la-Vallée Cedex 2  
yacine.khidas@u-pem.fr

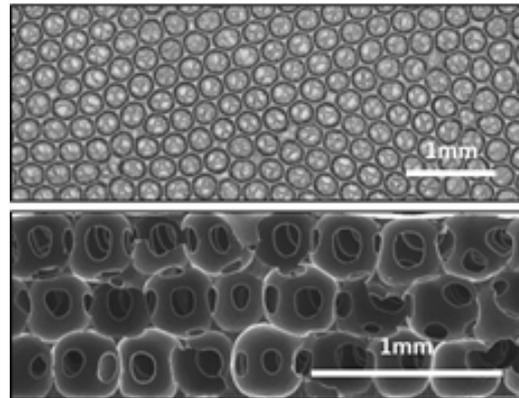
<sup>3</sup> Saint-Gobain Research Paris, 39 Quai Lucien Lefranc, 93300 Aubervilliers  
tamar.saison@saint-gobain.com ; jean-yvon.faou@saint-gobain.com ; remi.deleurence@saint-gobain.com

L'objet de ce travail expérimental est l'étude de la mécanique de films de mousses dont la structure est confinée par leur faible épaisseur. A partir d'une méthode de moussage de dispersion de particules de polyuréthane, nous sommes parvenus à contrôler, de façon indépendante, la fraction d'air de ces films, leur épaisseur et la distribution des tailles de leurs pores. Nous montrons qu'en plus de l'effet classique de la densité, le nombre moyen de pores à travers l'épaisseur de la mousse est un paramètre déterminant pour la résistance à la traction (dans le plan du film) et à la compression (hors plan du film). D'autre part, nous montrons que le confinement permet de conserver un ordre cristallin pour les pores de la mousse. Ces mousses de pores ordonnés présentent une résistance à la compression supérieure à des mousses de pores désordonnés, en raison de leur densité de défaut réduite.

Mousse désordonnée



Mousse ordonnée





## Material foaming as a lightweighting lever for Hutchinson applications

Charlène Forest

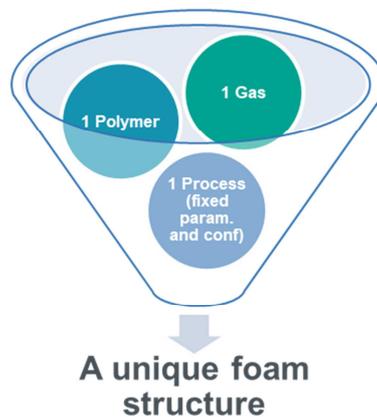
*Hutchinson S.A. - Center for Research & Innovation  
Rue Gustave Nourry – BP 31. 45120 Chalette-Sur-Loing*

charlene.forest@hutchinson.com

Hutchinson designs and produces customized materials to respond to the needs of its global customers, on land, in the air and at sea. The foaming of materials is a technical lever to decrease weight while integrating new functions to the Hutchinson's products.

The control of the foaming appears as a key point to reach good lightweighting levels with required material/product properties. Nevertheless, the use of several materials (formulated thermoplastics, thermoplastic vulcanizates, rubbers,...) with different foaming processes (injection-based, extrusion-based,...), depending on applications, makes this control difficult. Indeed, each material/blowing agent/process system leads to the production of a unique foam structure :

Even though, the standard foaming-thermodynamic laws allow to predict global foaming behaviors, the issues regarding complex material formulation, production lines design and scale-up processes are still concern and research areas.



## Structuration des mousses solides par microfluidique et simulation des propriétés mécaniques

Sébastien Andrieux, Gaétan Dalongeville, Lamine Dabo, Damien Favier, Wiebke Drenckhan, Thierry Roland

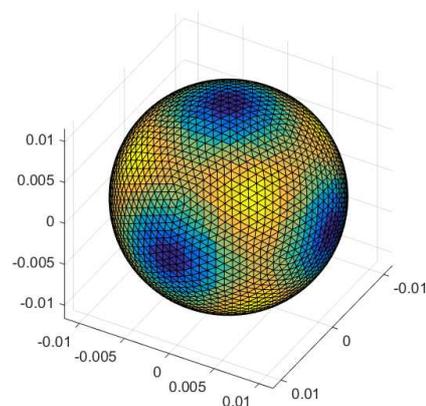
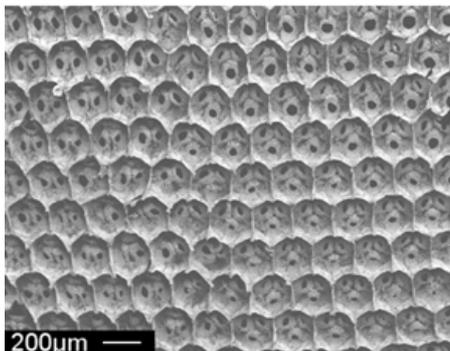
*Institut Charles Sadron (ICS), UPR22 CNRS, 23 Rue de Læss, 67034 Strasbourg*

thierry.roland@ics-cnrs.unistra.fr

De nombreuses propriétés des mousses solides dépendent de la distribution de taille de pores et de leur organisation dans l'espace. Cependant, il est très difficile de contrôler ces deux paramètres par les méthodes de moussage traditionnelles. Nous montrons ici comment il est possible d'utiliser des techniques microfluidiques pour contrôler la polydispersité des mousses (mono- vs. polydisperse) et l'organisation spatiale des pores (ordonnés vs. désordonnés). Pour atteindre cet objectif, nous avons détourné la fonction originale de la microfluidique en appliquant une pression oscillant périodiquement, ce qui se traduit par des bulles dont la taille varie périodiquement dans la mousse liquide modèle.

Les mousses liquides sont produites à partir de solutions de chitosan pour être ensuite réticulées avec de la génipine, puis lyophilisée afin d'obtenir des mousses aérogels avec des structures spécifiques. D'autre part, nous avons obtenu une mousse solide avec des pores dodécaèdres rhombiques, une structure qui n'a pas encore été observée pour des mousses générées à partir de mousses liquides.

Le fait de pouvoir contrôler la variation de la structure de la mousse solide permet une étude systématique des relations structure/propriétés. A partir d'essais de compression *in situ* en tomographie RX et d'un modèle numérique spécifiquement développé pour générer des microstructures de mousses réalistes sur une large gamme de porosité, nous verrons comment la topologie des cellules peut affecter les propriétés mécaniques des mousses solides. En particulier, les performances obtenues avec la structure rhombododécaèdre seront comparées à celles obtenues avec des structures plus classiques, telles que la structure de Kelvin ou de Weaire-Phelan.



Structure monodisperse (VFCC) obtenue par microfluidique et propriétés élastiques associées

# Mousse composite : de l'analyse de la structure multi-échelles aux propriétés mécaniques

Philippe Viot, Louise Le Barbenchon, Jean-Benoît Kopp, Jérémie Girardot

*Arts et Metiers ParisTech, CNRS, I2M Bordeaux  
Esplanade des Arts et Métiers, F-33405 Talence Cedex*

philippe.viot@ensam.eu  
louise.le\_barbenchon@ensam.eu

Une mousse bio-sourcée, le liège aggloméré, a été choisie pour évaluer l'influence des fibres courtes sur le comportement mécanique des matériaux cellulaires. Pour obtenir le matériau, des grains de liège ont été mélangés avec une résine thermodurcissable. Des fibres courtes ont ensuite été ajoutées avant la compression uniaxiale du mélange (suivant l'axe Oz, Fig. 1). Cette étape du procédé produit alors une anisotropie transverse à l'échelle des grains de liège. On distingue alors trois échelles d'observation : l'aggloméré, les grains et les cellules. Grâce à des observations au microscope à balayage électronique (MEB), on peut voir que les fibres se placent aux interfaces tangentiellement aux grains de liège (Fig. 2).

Le comportement en compression uniaxiale de la mousse renforcée à une vitesse de déformation de  $4 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  a été étudié et comparé à un agglomérat de liège non renforcé. Chaque direction a été testée, soit hors-plan (correspondant à la direction Oz) et dans-le-plan (DP) correspondant aux directions contenues dans le plan de compression du procédé (Oxy). Il est noté des différences de comportement, tant dans la réponse élastique avec une augmentation du module de Young que dans l'énergie absorbée lors de la compression.

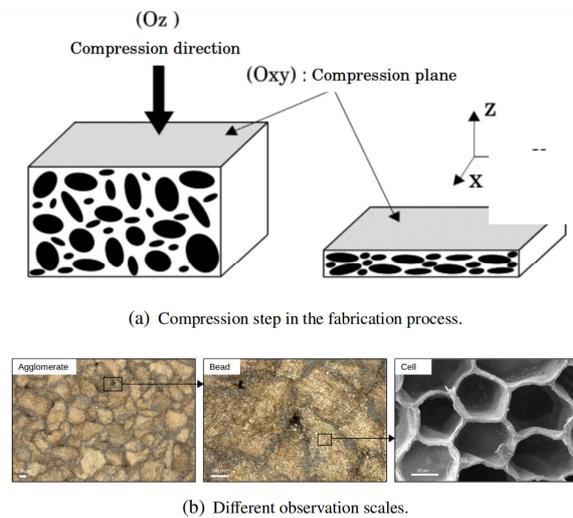


Figure 1 : Étape de compression dans la fabrication du liège aggloméré et les différentes échelles d'observation

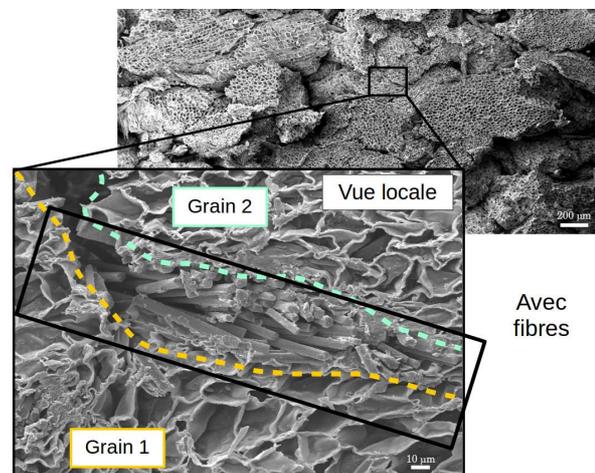


Figure 2 : Présence des fibres aux interfaces.



## Mousses élastomères obtenues par polymérisation d'émulsions inverses hautement concentrées

Charles Barrand<sup>1</sup>, Antoine Chateauminois<sup>1</sup>, Véronique Schmitt<sup>2</sup>,  
Christian Fréty<sup>1</sup>, Nadège Pantoustier<sup>1</sup>

<sup>1</sup> *Sciences et Ingénierie de la Matière Molle, Ecole Supérieure de Physique et de Chimie Industrielles  
CNRS, Sorbonne Université, 10 rue Vauquelin, 75005 Paris*

<sup>2</sup> *Centre de Recherche Paul Pascal, CNRS,  
Université de Bordeaux, 115 Avenue du Dr Albert Schweitzer, 33600 Pessac*

nadege.pantoustier@espci.fr  
christian.fretigny@espci.fr

Nous présentons la synthèse de mousses élastomères obtenues par polymérisation d'émulsions inverses hautement concentrées (HIPE) de monomères méthacrylates d'alkyle. Nous montrons que l'ajustement des conditions de synthèse (fraction volumique de la phase dispersée, nature des monomères et des réticulants, concentration du tensioactif et des réticulants) permet un bon contrôle, à la fois de la morphologie et, indépendamment, des propriétés mécaniques des mousses de polymères.

Nous décrivons ainsi des séries de mousses ouvertes modèles d'élastomères avec différentes températures de transition vitreuse, taux de réticulation et diamètres de pores. Les réponses mécaniques en compression sont analysées. Le comportement mécanique aux temps longs fait, en particulier, l'objet d'une étude spécifique.

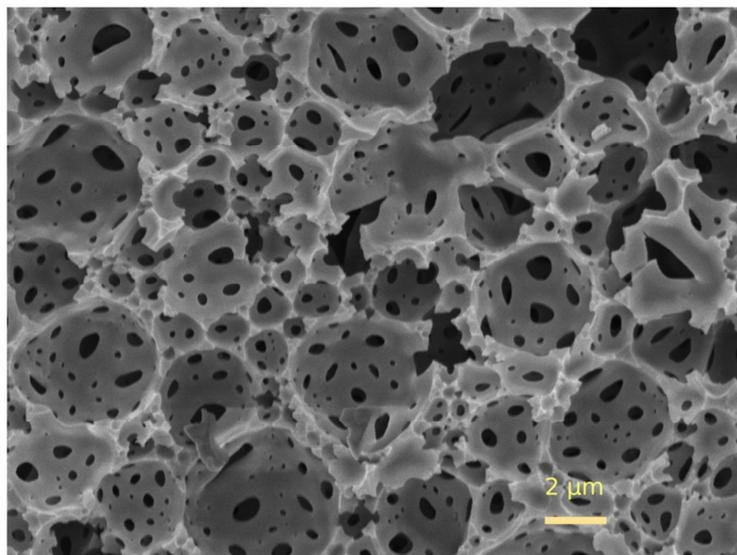


Image obtenue en cryo-MEB d'une mousse de méthacrylate de lauryle réticulé.



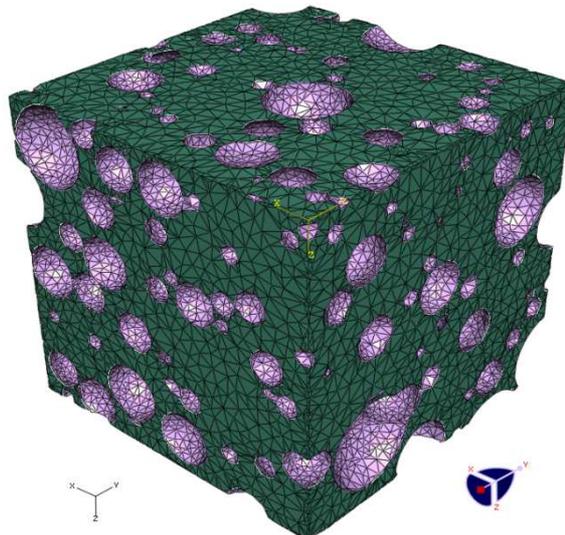
## Microstructure 3D des mousses polymères déterminée par tomographie aux rayons X

Eric Maire, Jérôme Adrien, Joel Lachambre\*, Justine Papillon

*Université de Lyon, MATEIS et \* MATEIS/LAMCOS  
CNRS UMR 5510, 23 Av J Capelle, 69621 Villeurbanne*

Eric.Maire@insa-lyon.fr

La structure interne des mousses polymères n'est pas triviale à caractériser. L'imagerie classique (optique, MEB) peut être utilisée à cet effet mais présente ses limites à cause de problèmes de préparation des échantillons. La complexité et la nature tri-dimensionnelle des structures à étudier est également une limite de l'emploi de ces méthodes. L'imagerie 3D non destructive par tomographie aux rayons X est apparue durant les 20 dernières années comme une solution pratique et utile pour ce type de caractérisation. L'exposé donnera des exemples de microstructures cellulaires à l'état initial de mousses polymères de diverses natures (dont des mousses syntactiques comme présentées sur la figure). Cette caractérisation peut être qualitative mais aussi quantitative grâce à l'analyse d'image 3D. Nous donnerons aussi des exemples de résultats d'essais in situ sur ce type de matériaux et montrerons les apports de la corrélation volumique pour les mesures de déplacements ainsi que de la simulation numérique directe à partir des volumes reconstruits.



Polymère renforcé de sphères creuses en verre, scanné en tomographie RX puis maillé en vue d'un calcul par éléments finis.



## Mousses : du procédé aux propriétés, des propriétés au procédé

Francisco Chinesta<sup>1</sup>, Agathe Reille<sup>1</sup>, Clara Argerich<sup>1</sup>, Anais Barasinski<sup>2</sup>, Jean Louis Duval<sup>3</sup>

<sup>1</sup> *ESI Group Chair @ PIMM Lab, Arts et Métiers ParisTech*

<sup>2</sup> *GeM, Ecole Centrale de Nantes*

<sup>3</sup> *ESI Group*

francisco.chinesta@ensam.eu

La riche microstructure d'une mousse est difficilement décrite (quels descripteurs vis à vis de quelles quantités d'intérêt ?), appréhendée et reliée par des modèles mathématiques aux matériaux d'origine évoluant lors du procédé.

De même, les nombreuses échelles présentes (sans séparation nette) mettent en défaut les techniques permettant de relier les propriétés intrinsèques des matériaux et les caractéristiques morphologiques, topologiques et structurelles, avec les propriétés et performances au niveau des produits élaborés.

Devant un tel constat, une ambition est d'utiliser des techniques dites d'apprentissage machine (intelligence artificielle) pour : (i) extraire des descripteurs « goal-oriented » à partir des données ; (ii) relier ces descripteurs aux propriétés mesurées (techniques apprentissage de modèles) ; (iii) relier ces descripteurs aux paramètres matériaux et procédés mis en jeu (apprentissage de modèles); pour ainsi enfin (iv) relier matériau/procédé avec propriétés/performances ; (v) extraire ensuite une connaissance en interrogeant les modèles ainsi construits (utilisation des techniques d'apprentissage machine).

La manipulation des modèles permettra d'extrapoler pour concevoir d'autres systèmes dans un cadre virtuel ayant les propriétés souhaitées (par exemple un stratifié avec des couches mousses de différentes propriétés pour une atténuation multi-fréquences ou des mousses fractals pour des atténuations de large bande,...).

Les modèles appris (apprentissage de modèles) seront ensuite assimilés à des modèles dynamiques ou de transport convectif et diffusifs, pour certains sans doute non locaux (fractionnaires).



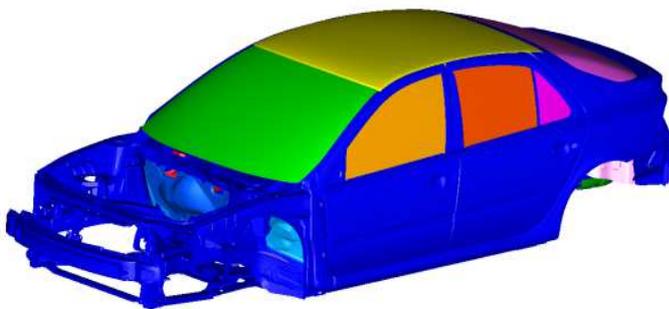
## Vibro-acoustic modelisation of a fully trimmed vehicle

Lassen Mebarek, Marc Anciant

*ESI Group Compiègne  
ESI Group, 8 rue Clément Bayard Bâtiment 3, 60200 Compiègne*

lme@esi-group.com

In the automotive industry, the influence of poro-elastic components on acoustic comfort has been mostly investigated for air borne noise at mid and high frequency ranges; however, due to the lack of adequate theoretical formulations, the influence of porous elastic in numerical vibro-acoustic simulation at lower frequency range has often been ignored or simplified. In years 2000, theoretical developments enabled to overcome this limitation by providing an efficient FEM formulation for porous elastic material modeling. This FEM approach, implemented in Vibro-Acoustic software developed by ESI-Group, enables to compute the coupled response of a full trimmed vehicle, by taking into account the structure (Body In White), the acoustic cavity and the porous elastic components (headliner, dash insulator, seats, carpet,...). The purpose of this presentation is to give an overview on the methodology used in a vibro-acoustic modelisation to take into account the porous elastic material in a passenger compartment of a motor vehicle.



Full Trimmed Vehicle



Trim Components



## Modélisation probabiliste des mousses

Dominique Jeulin

*PSL Research University, MINES ParisTech, CMM-Centre de Morphologie Mathématique  
35, rue Saint Honoré, F-77305 Fontainebleau*

dominique.jeulin@mines-paristech.fr

Les mousses sont des milieux poreux hétérogènes. Leur comportement macroscopique est lié aux caractéristiques morphologiques de ces milieux, ainsi qu'aux propriétés physiques de la matrice.

La morphologie d'une mousse est accessible par analyse d'images (2D, et de plus en plus 3D grâce aux microtomographies). Les mesures de base (fraction volumique, surface spécifique, intégrales de la courbure moyenne et de la courbure totale) peuvent être complétées de caractéristiques morphologiques comme la distribution granulométrique des cellules. D'autres caractéristiques telles que la probabilité pour une figure géométrique donnée (segment, disque, sphère...) d'être incluse dans une cellule sont utiles pour identifier un modèle probabiliste.

Les fluctuations locales de la morphologie d'une mousse peuvent être modélisées et simulées à partir de modèles de partitions aléatoires. Une mousse ouverte peut être simulée en supprimant tout ou partie des frontières entre cellules de la partition de départ, les arêtes communes à trois cellules étant ensuite épaissies par dilatation [3] ou par des opérations plus complexes [4]. Les modèles de partitions aléatoires utilisées pour engendrer des simulations de mousses sont les partitions de Voronoï, de Johnson-Mehl, ou de Laguerre [3, 4]. Des modèles plus réalistes, généralisant ces modèles classiques, mettent en oeuvre une métrique locale associée à chaque germe aléatoire à l'origine des cellules [1, 2].

A partir d'images de mousses simulées, il est possible d'estimer par homogénéisation numérique leurs caractéristiques de transport ou micromécaniques (par exemple par des calculs par éléments finis en [3]) et leurs fluctuations à différentes échelles. Par cette approche, en modifiant les paramètres d'entrée d'un modèle probabiliste, on accède à des outils numériques d'optimisation de la microstructure, pour des propriétés physiques visées.

### Références

- [1] Altendorf, H., Latourte, F., Jeulin, D., Faessel, M., Saintoyant, L. (2014). 3D reconstruction of a multiscale microstructure by anisotropic tessellation models. *Image Analysis & Stereology*, 33(2), 121-130.
- [2] Jeulin, D. (2014). Random tessellations generated by Boolean random functions. *Pattern Recognition Letters*, 47, 139-146.
- [3] Nie, Z., Lin, Y., Tong, Q. (2018). Computational modeling of the elastic property of three-dimensional open cell foams. *Archives of Metallurgy and Materials*.
- [4] Redenbach, C. (2009). Modelling foam structures using random tessellations. In: *Stereology and Image Analysis. Proc 10th Eur Conf ISS (ECS10)* (Vol. 4).



# Product-process optimization of foam microstructure morphologies through micro-macro surface response computations

Arnaud Duval, Fran ois Choquart

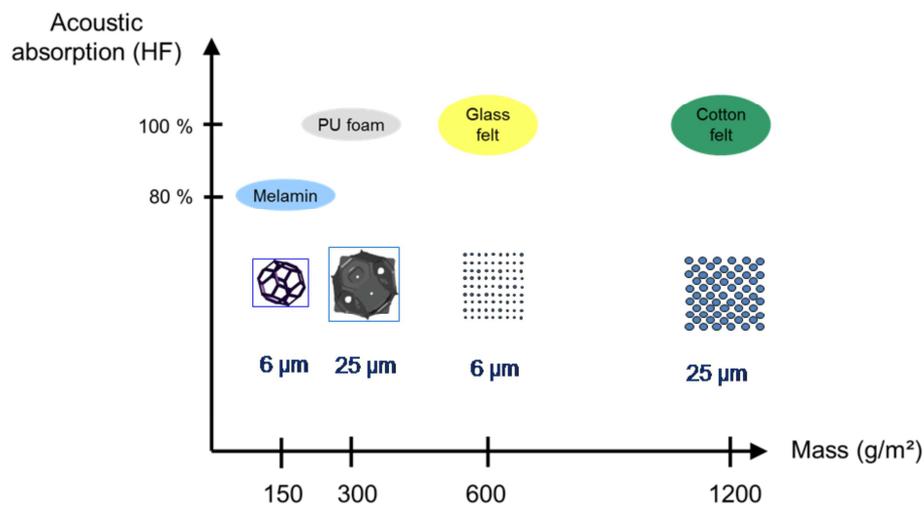
TREVES Products, Services & Innovation, Reims

arnaud.duval@treves-group.com

Optimizing porous noise treatments requires understanding the sources characteristics and their transfers as well as identifying which dissipation mechanisms one should foster: absorption, insulation or vibration damping? For the latter phenomena improvements, a link between the ideal porous media properties and a feasible porous standard or meta-material has to be built using micro-macro approaches for example.

In order to determine these feasible microstructure morphological changes, it is necessary to understand deeply what each manufacturing process permits to control. Simulating the processes like foaming or thermoforming and link the corresponding results with the performance of the future feasible acoustic package is now key.

A review of these various porous media manufacturing processes and potential associated process simulations, as well as experimental and numerical optimization techniques using surface responses will be presented and discussed.



Engine absorber ranking for a 20 mm blank with fiber or ligament diameter size vs. weight



# Mesures de viscosités de bols alimentaires artificiels

F. Gibouin<sup>1</sup>, G. Della Valle<sup>1</sup> et R. van der Sman<sup>2</sup>

<sup>1</sup> INRA, *Biopolymères Interactions et Assemblages (UR1268 – BIA)*, Nantes, France

<sup>2</sup> *Wageningen-Food Biobased Research, Wageningen University & Research, the Netherlands*

Reçu le 13 mai 2019 - Version finale acceptée le 17 octobre 2019

-----

**Résumé** : Afin d'élaborer un modèle phénoménologique de la viscosité en cisaillement des bols alimentaires, celle-ci est étudiée, pour des bols alimentaires artificiels, en fonction de quatre facteurs principaux : la teneur en eau du bol, la taille des particules, la température et la viscosité de la salive. La teneur en eau et la température ont un impact significatif sur la viscosité du bol. La modélisation de l'influence de la teneur en eau met en exergue des coefficients d'interaction salive/aliment, dont la valeur de l'ordre de 12 est proche de celles obtenues dans le cas eau/amidon fondu ( $10 < \alpha < 20$ ). La comparaison des mesures de viscosité sur les bols artificiels avec celles réalisées précédemment sur des bols réels conduit à un bon accord. Enfin, des mesures de viscosité élongationnelle ont été effectuées sur les bols artificiels. Un nombre de Trouton a alors été calculé et des valeurs très élevées, de l'ordre de 100, sont obtenues.

**Mots-clés** : Bols alimentaires, Rhéométrie capillaire, Salive, Modèle phénoménologique.

[Abridged English version on last page]

## 1. Introduction

La déstructuration orale des aliments (Food Oral Processing – FOP) est une étape essentielle pour leur assimilation et le bénéfice de leurs propriétés nutritionnelles, notamment chez les personnes âgées dont la physiologie orale est altérée. L'objectif principal du « FOP » est de former un bol alimentaire [1] qui puisse être avalé sans danger.

Deux mécanismes principaux conduisent à la formation d'un bol : la fragmentation de l'aliment et son insalivation. De ce fait, de nombreuses études se sont focalisées sur la taille des particules et l'état bucco-dentaire pour caractériser les bols alimentaires [2-6]. En effet, la distribution de la taille des particules des aliments a été identifiée comme une variable importante pour la formation du bol et le déclenchement de la déglutition [7].

La relation entre la salive et les propriétés des bols est moins étudiée, et plutôt pour des produits humides, tels que les gels [8-10]. La salive a une composition complexe qui lui confère une grande variabilité inter et intra-individuelle [11-12]. Elle est composée en majeure partie d'eau (99%) et de constituants organiques et inorganiques, comme les ions sodium, potassium, calcium et chlorures. Les constituants organiques sont, pour l'essentiel, des protéines extrinsèques, comme des albumines

d'origine sérique, et des protéines intrinsèques, comme les enzymes salivaires (par exemple l' $\alpha$ -amylase), les protéines riches en proline et les mucines. Au contraire, les salives artificielles ne sont pas aussi complexes et ne contiennent généralement que quelques ions, de la mucine et éventuellement de l' $\alpha$ -amylase [11, 13].

Ce n'est que récemment que des études sont menées pour déterminer des liens entre la texture des aliments et les propriétés rhéologiques des bols alimentaires [14-16]. Il en résulte un manque de connaissances sur la variation des propriétés physiques, comme la viscosité, des bols alimentaires pendant le « FOP », alors que cette variable est directement reliée à l'aptitude à déglutir [17-18]. Toutefois, pour des produits céréaliers, il a été montré que les variations de viscosité du bol, mesurées pendant le « FOP », sont principalement gouvernées par l'incorporation de salive [5, 18]. En revanche, l'impact d'autres facteurs tels que la viscosité de la salive et la température sur la viscosité du bol alimentaire est méconnu. L'absence de travaux à ce sujet est vraisemblablement imputable à la grande variabilité physiologique, tant sur les propriétés de la salive, que sur les mécanismes individuels de formation du bol.

L'objectif de ce travail est donc de proposer un modèle phénoménologique pour la viscosité des bols

alimentaires en prenant en compte l'influence de chacun de ces paramètres. Cette étude est réalisée sur des bols alimentaires artificiels afin d'éviter les difficultés inhérentes à la variabilité physiologique inter-individuelle et ainsi pouvoir étudier indépendamment l'influence de chaque facteur.

## 2. Matériels et Méthodes

### 2.1 Les bols alimentaires artificiels

Les variations des propriétés rhéologiques de bols artificiels sont déterminées en fonction de quatre paramètres : la teneur en eau du bol ( $WC$ ), le diamètre moyen des particules ( $D_m$ ), la température du bol ( $T$ ) et la viscosité de la salive ( $\eta_s$ ).

La teneur en eau est mesurée après séjour du bol dans une étuve Chopin à 130°C, pendant 2 heures et est calculée, en base humide, à partir des masses humide et sèche des échantillons :

$$WC = \frac{\text{masse humide} - \text{masse sèche}}{\text{masse humide}} \quad (1)$$

L'aliment sélectionné pour cette étude, la génoise, provient du projet ANR-14-CE20-003 AlimASSenS « vers une offre Alimentaire Adaptée et Saine à destination des populations SeniorS ». Les génoises sont préparées au fournil du laboratoire et sont composées d'un mélange de coule d'œufs entiers (49,5%), de sucre (25,3%), de farine (24,2%) et de poudre levante (1,0%). La teneur en eau et la densité des génoises sont respectivement de  $28 \pm 2\%$  et  $0,21 \pm 0,02 \text{ g/cm}^3$  [6].

La préparation des bols est destinée à reproduire les effets de la déstructuration orale des aliments, à savoir les processus de fragmentation et d'imprégnation de salive. Tout d'abord, la génoise est broyée avec un mixeur ménager (MagiMix) jusqu'à obtenir des particules d'un diamètre moyen  $D_m = 10 \text{ mm}$ ,  $D_m = 3 \text{ mm}$  ou  $D_m = 1 \text{ mm}$ . Ces valeurs correspondent, respectivement, au produit non broyé et à la taille moyenne des particules en début de mastication ou à la déglutition [6]. Il a été vérifié que la distribution de taille des particules se situe dans le même intervalle de valeurs que celle des bols réels. La taille des particules a été mesurée à l'aide d'une tamiseuse à vibration Reitsch avant tout mélange avec l'eau ou autre fluide simulant la salive. Compte-tenu des variabilités inter et intra-individuelles, la viscosité de la salive peut varier d'un facteur 10, donc cinq fluides sont utilisés pour simuler la salive : l'eau, trois solutions de Dextran (Sigma, de masse molaire  $M_w = 100\,000 \text{ g/mol}$ ) à des concentrations massiques de 5,5%, 12,4% et

15,6% et une solution d'eau avec des sels et de la mucine (Sigma) [11, 19-20]. De plus, la salive a un comportement rhéofluidifiant plus ou moins marqué (Fig. 1).

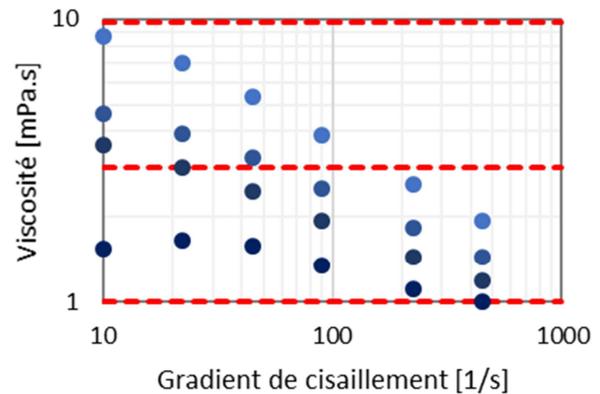


Figure 1. Variation de la viscosité de salives réelles (points de différentes couleurs) en fonction du gradient de cisaillement. Figure adaptée de [19]. -- Valeurs de viscosité recherchées : 1 mPa.s, 3 mPa.s et 10 mPa.s.

Dans un premier temps, la salive est simulée par de l'eau. Ensuite, les valeurs moyenne (3 mPa.s) et maximale (10 mPa.s) de viscosité sont atteintes avec d'autres fluides newtoniens, les solutions de Dextran (Fig. 2). Les mesures de viscosité des solutions sont réalisées avec le rhéomètre Low Shear LS400 (Lamy Rheology). La géométrie utilisée est une géométrie à cylindres coaxiaux : diamètre intérieur = 1,0 cm, hauteur = 2,3 cm et entrefer = 1,0 mm. Enfin, une solution rhéofluidifiante plus réaliste, contenant de la mucine, a été utilisée. Elle a un comportement intermédiaire par rapport aux quatre salives réelles présentées dans la Figure 1. Sa composition et sa préparation sont décrites dans la littérature [13].

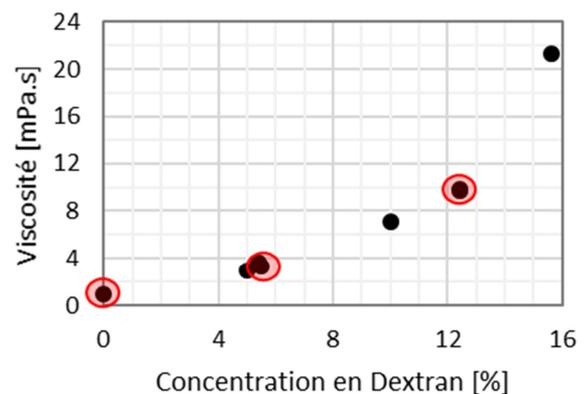


Figure 2. Variation de la viscosité des solutions de Dextran en fonction de la concentration massique.

○ : viscosités recherchées.

La salive artificielle ainsi préparée est incorporée à la génoise broyée, jusqu'à obtenir une bonne absorption de la salive, selon appréciation visuelle.

La quantité de salive ajoutée est variée pour moduler la teneur en eau du bol, en accord avec les données issues des cinétiques de mastication réelle [18].

## 2.2 Les mesures de viscosités

Les viscosités en cisaillement et en élongation sont mesurées sur le Rheoplast [21], un rhéomètre capillaire à pré-cisaillement. La température des essais est la température ambiante ( $T = 23^\circ\text{C}$ ) sauf lorsqu'elle est modifiée pour atteindre  $37^\circ\text{C}$  ou  $50^\circ\text{C}$ . La vitesse du piston, de diamètre 16 mm, est variée pendant l'essai, permettant l'obtention d'une courbe de pression  $P$  en fonction du gradient de cisaillement apparent ( $\dot{\gamma}_{app} = \frac{32Q_v}{\pi D^3}$ ,  $Q_v$  étant le débit volumique et  $D$  le diamètre de la filière) (Fig. 3). La quantité de bol nécessaire à la réalisation d'un profil de pression est de l'ordre de 20 g. Dans certains cas, un profil irrégulier suggère un phénomène de « glissement – adhésion » [22] ou « stick-slip », comme par exemple dans le cas de la Figure 3, pour des gradients de cisaillement compris entre  $300\text{ s}^{-1}$  et  $1200\text{ s}^{-1}$ .

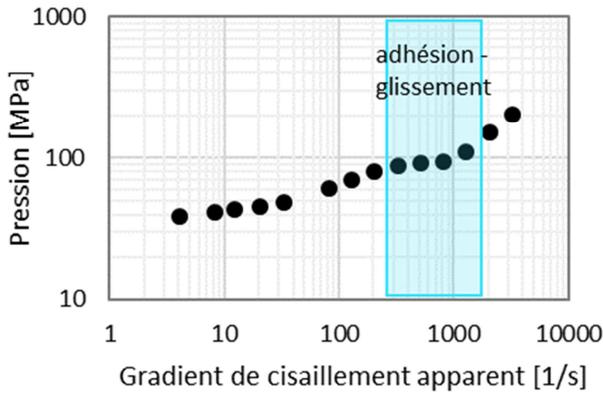


Figure 3. Variation de pression en fonction du gradient de cisaillement apparent pour une filière de rapport  $L/D = 32$  (eau  $\approx$  salive,  $D_m = 1\text{ mm}$ ,  $WC = 0,338 \pm 0,003$ ).

Pour un même échantillon, trois rapports  $L/D$  de la filière sont utilisés (32, 16 et 8), avec un diamètre  $D = 1\text{ mm}$  et un angle d'entrée de  $90^\circ$ . Ces changements de filière permettent de prendre en compte les effets d'entrée, d'appliquer les corrections de Bagley [21] et de déterminer la pression d'entrée  $P_0$  par extrapolation des courbes  $P(L/D)$  à  $L/D = 0$ . L'équation de Poiseuille permet de déduire la contrainte à la paroi :

$$\tau_w = \frac{1}{4} \frac{\partial P}{\partial(L/D)} \quad (2)$$

L'indice d'écoulement  $n$  est utilisé pour l'analyse de Rabinowitsch.

$$n = \frac{d \log \tau_w}{d \log \dot{\gamma}_{app}} \quad (3)$$

Cette analyse permet de corriger le gradient de cisaillement pour obtenir sa valeur réelle :

$$\dot{\gamma}_w = \frac{3n+1}{4n} \dot{\gamma}_{app} \quad (4)$$

Finalement, la viscosité en cisaillement est calculée par :

$$\eta = \frac{\tau_w}{\dot{\gamma}_w} \quad (5)$$

Enfin, en employant la méthode de Cogswell [23], la viscosité élongationnelle  $\eta_E$  ainsi que la vitesse d'élongation  $\dot{\epsilon}$  peuvent être déterminées, dans un but ultérieur de comparaison entre produits et avec les valeurs de viscosité obtenues pour des bols réels.

$$\eta_E = \frac{9(n+1)^2 P_0^2}{32 \tau_w \dot{\gamma}_{app}} \quad (6)$$

$$\dot{\epsilon} = \frac{4 \tau_w \dot{\gamma}_{app}}{3(n+1)P_0} \quad (7)$$

## 3. Résultats

### 3.1 Méthodologie et calcul d'erreurs

Pour chaque échantillon et chaque filière, les mesures de pression sont effectuées deux fois. Pour chaque gradient de cisaillement appliqué, une pression moyenne est calculée. La précision de détermination de la pression est alors de 8%. La régression linéaire de l'équation (2) donne une valeur de la contrainte à la paroi avec une précision de 3%. Les points correspondant à une succession de phénomènes de glissement – adhésion (Fig. 3) ne seront pas pris en compte par la suite dans le traitement des mesures. Pour chaque bol, un rhéogramme est alors obtenu, sur lequel un modèle d'Herschel-Bulkley peut être appliqué :

$$\tau_w = \tau_0 + K_0 \dot{\gamma}_{app}^n \quad (8)$$

Quelles que soient les conditions de teneur en eau, de température, de taille de particules et de viscosité de la salive, tous les bols testés suivent un modèle de ce type, avec un indice d'écoulement qui varie peu :  $n = 0,68 \pm 0,03$ . Par conséquent, tous les rhéogrammes peuvent être regroupés en une seule courbe maîtresse (Fig. 4) en introduisant deux paramètres  $a$  et  $b$  ( $a \dot{\gamma}_{app}$  et  $b \tau_w$ ). Ceci permet de déterminer avec une plus grande précision la con-

trainte seuil  $\tau_s$  et la consistance  $K$  de chacun des bols :

$$\tau_s = \frac{\tau_0}{b} \quad (9)$$

$$K = \frac{K_0}{b} a^n \quad (10)$$

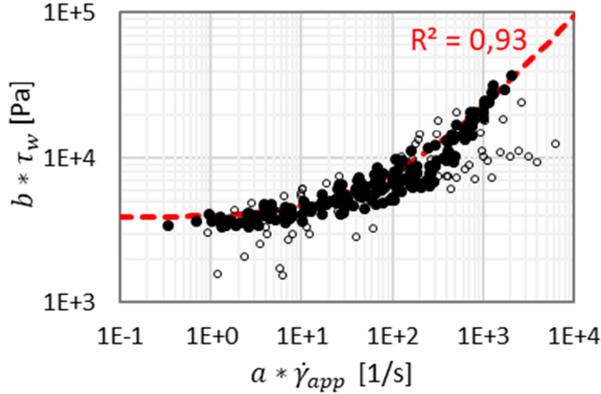


Figure 4. Courbe maîtresse de la contrainte à la paroi ( $b \tau_w$ ) en fonction du gradient de cisaillement apparent ( $a \dot{\gamma}_{app}$ ) pour tous les bols testés. ● mesures utilisées pour la construction du modèle d'Herschel-Bulkley, ○ points de mesure écartés de la régression, --- modèle obtenu avec :  $\tau_0 = 3844 \pm 66$  Pa,  $K_0 = 174 \pm 5$  Pa.s<sup>n</sup>,  $n = 0,68 \pm 0,03$  et  $R^2 = 0,93$ .

Le modèle d'Herschel-Bulkley donne une valeur du seuil avec une précision de 2% et l'indice d'écoulement et la consistance sont déterminés avec une précision respective de 5% et 3%. Environ 24% des points de mesure sont écartés de la régression, suite à la présence de phénomènes de « glissement – adhésion ». Après application des corrections de Rabinowitsch, la viscosité en cisaillement est déterminée avec une précision de 13%.

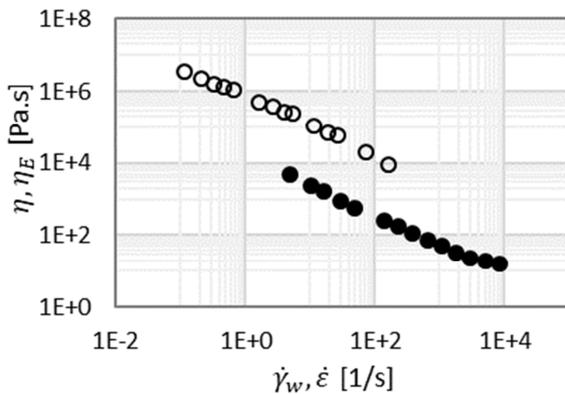


Figure 5. Viscosités en cisaillement (●) et en élongation (○) en fonction du gradient de cisaillement corrigé et de la vitesse de déformation (eau  $\approx$  salive,  $D_m = 1$  mm,  $WC = 0,338 \pm 0,003$ ).

Une fois la viscosité élongationnelle calculée, un nombre de Trouton  $Tr = \frac{\eta_E}{\eta}$  est déterminé, qui, pour

tous les bols testés, prend des valeurs très élevées, de l'ordre de 100 (Fig. 5), ce qui peut être dû aux approximations fortes liées à l'application du modèle de Cogswell, établi à l'origine pour des polymères fondus sans seuil d'écoulement.

### 3.2 Influence de la teneur en eau

Afin de mieux appréhender l'impact de la teneur en eau, via l'apport de salive de viscosité  $\eta_s$ , les propriétés de cinq bols ont été déterminées (Table 1), en ne modifiant que cette variable.

$\eta_s$ [Pa.s]	$D_m$ [mm]	$T$ [°C]	$WC$ [-]	$\tau_s$ [Pa]	$K$ [Pa.s <sup>n</sup> ]
			0,280 $\pm$ 0,020	32085 $\pm$ 551	1103 $\pm$ 32
			0,335 $\pm$ 0,004	22613 $\pm$ 389	539 $\pm$ 16
0,001	3	23	0,345 $\pm$ 0,009	25628 $\pm$ 441	534 $\pm$ 16
			0,360 $\pm$ 0,020	14238 $\pm$ 245	333 $\pm$ 10
			0,537 $\pm$ 0,002	2112 $\pm$ 36	43 $\pm$ 1

Table 1. Caractéristiques des bols et résultats obtenus pour l'étude de l'influence de la teneur en eau,  $n = 0,68 \pm 0,03$ .

Les jongs en sortie de filière sont mieux formés et se discernent plus aisément à l'œil nu à faible teneur en eau (Fig. 6). De plus, les variations de la contrainte seuil et de la consistance des bols en fonction de leur teneur en eau sont semblables et peuvent être exprimées par :

$$\tau_s = A_1 \exp(-\alpha_1 WC) \quad (11)$$

$$K = A_2 \exp(-\alpha_2 WC) \quad (12)$$

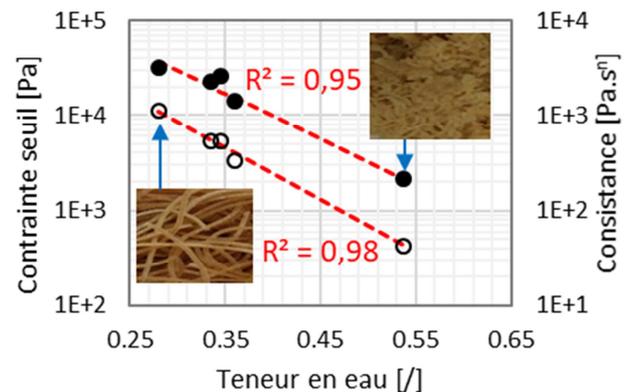


Figure 6. Variations de la contrainte seuil (●) et de la consistance (○) en fonction de la teneur en eau du bol, --- modèles de seuil (Eq. (11)) et de consistance (Eq. (12)) avec  $A_1 = 8,3 \cdot 10^5 \pm 8,3 \cdot 10^4$  Pa,  $\alpha_1 = 11,1 \pm 1,2$ ,  $R^2 = 0,95$  et  $A_2 = 3,7 \cdot 10^4 \pm 1,1 \cdot 10^3$  Pa.s<sup>n</sup>,  $\alpha_2 = 12,6 \pm 0,6$ ,  $R^2 = 0,98$  respectivement. Les barres d'erreur sont incluses dans les symboles.

Les coefficients  $\alpha_1$  et  $\alpha_2$  peuvent être définis comme des coefficients d'interaction salive (ici l'eau) / aliment et sont donc caractéristiques de l'aliment étudié. La valeur de l'ordre de 12 pour ces deux coefficients est dans l'intervalle des valeurs rencontrées pour les matériaux à base d'amidon, fondus en cours d'extrusion ( $10 < \alpha < 20$ ) [24]. Les coefficients  $A_1$  et  $A_2$  peuvent être fonctions d'autres facteurs, tels que la taille des particules, la température ou encore la viscosité de la salive.

### 3.3 Influence de la fragmentation

Ce facteur est appréhendé par l'influence de la taille des particules de génoise sur la viscosité des bols, pour trois valeurs caractéristiques : 1mm, 3mm et 10mm (Table 2), la salive étant simulée par de l'eau, la mesure effectuée à température ambiante.

$\eta_s$ [Pa.s]	$D_m$ [mm]	$T$ [°C]	$WC$ [-]	$\tau_s$ [Pa]	$K$ [Pa.s <sup>n</sup> ]
0,001	1	296	0,338 ± 0,003	25628 ± 441	522 ± 15
			0,335 ± 0,004	22613 ± 389	539 ± 16
	3		0,338	21870 ± 376	519 ± 15
			0,341 ± 0,001	22613 ± 389	510 ± 15
	10		0,338	23381 ± 402	530 ± 16

Table 2. Caractéristiques des bols et résultats de la contrainte seuil et de la consistance obtenus pour l'étude de l'influence de la fragmentation,  $n = 0,68 \pm 0,03$ .

Valeurs brutes à la teneur en eau indiquée et valeurs corrigées pour  $WC = 0,338$  à l'aide de l'équation (13).

La contrainte seuil et la consistance de ces bols sont obtenues à partir de la courbe maîtresse de la Figure 4. Afin de considérer uniquement l'effet de la taille des particules, ces deux grandeurs sont corrigées (Table 2) pour tenir compte de la variation de teneur en eau :

$$\tau_{sc} = \tau_s \exp[\alpha_1 (WC_v - WC)] \quad (13)$$

$$K_c = K \exp[\alpha_2 (WC_v - WC)] \quad (14)$$

$WC_v$  est la teneur en eau visée, définie comme la moyenne des teneurs en eau des bols étudiés.  $\tau_{sc}$  et  $K_c$  sont respectivement la contrainte seuil et la consistance corrigées.

Ces deux paramètres varient très peu avec la taille des particules de génoise. L'absence d'influence de la taille des particules sur la viscosité peut probablement être expliquée par leur forte déformabilité.

### 3.4 Influence de la température

Lors de la déstructuration orale des aliments, la température est plus élevée que la température ambiante. Des mesures sur des bols ont donc été réalisées à différentes températures (Table 3). Les

bols sont préparés à température ambiante et le rhéomètre est chauffé pour que le produit atteigne la température désirée.

$\eta_s$ [Pa.s]	$D_m$ [mm]	$T$ [°C]	$WC$ [-]	$\tau_s$ [Pa]	$K$ [Pa.s <sup>n</sup> ]
0,001	3	296	0,335 ± 0,004	22613 ± 389	539 ± 16
		310	0,362 ± 0,008	12013 ± 207	475 ± 14
		323	0,329 ± 0,002	13256 ± 228	944 ± 27

Table 3. Caractéristiques des bols et résultats bruts obtenus pour l'étude de l'influence de la température,  $n = 0,68 \pm 0,03$ .

Les résultats bruts de contrainte seuil et de consistance sont corrigés comme précédemment pour prendre en compte les faibles variations de teneur en eau et faire ressortir l'effet de la température (Fig. 7).

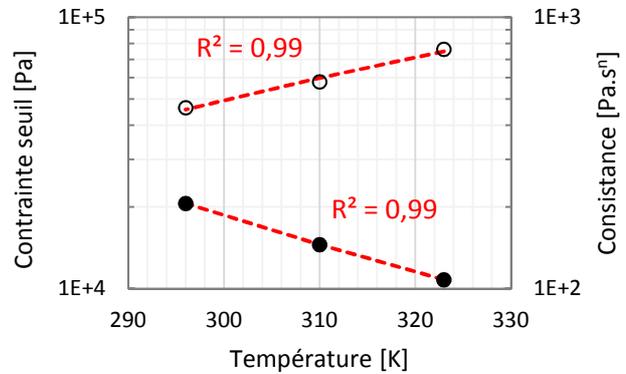


Figure 7. Variation de la contrainte seuil corrigée (●) et de la consistance corrigée (○) en fonction de la température, --- modèles de la contrainte seuil (Eq. (15)) et de la consistance (Eq. (16)) avec  $B_1 = 10,3 \pm 0,1$  Pa,  $\beta_1 = 2249 \pm 90$  K,  $R^2 = 0,99$ ,  $B_2 = 165212 \pm 2411$  Pa.s<sup>n</sup>,  $\beta_2 = 1744 \pm 181$  K et  $R^2 = 0,99$ , respectivement. Les barres d'erreur sont incluses dans les symboles.

La température a un impact significatif sur la contrainte seuil et la consistance. L'accroissement de la consistance avec la température pourrait être expliqué par le gonflement des particules de génoise qui contiennent notamment de l'amidon. Quel que soit le mécanisme en jeu, cet effet peut être pris en compte par un modèle exponentiel :

$$\tau_s = B_1 \exp\left(\frac{\beta_1}{T}\right) \quad (15)$$

$$K = B_2 \exp\left(-\frac{\beta_2}{T}\right) \quad (16)$$

$\beta_1$  et  $\beta_2$  sont des coefficients caractéristiques de l'aliment, qui peuvent faire intervenir sa température de transition vitreuse  $T_g$  et  $B_1$  et  $B_2$  sont des fonctions des autres facteurs.

### 3.5 Influence de la viscosité de la salive

L'impact de la viscosité de la salive a été mesuré sur des bols avec des solutions de Dextran (Table 4) afin de faire varier la viscosité tout en gardant les autres paramètres constants, évitant ainsi les interactions dues à la composition de la salive.

$\eta_s$ [Pa.s]	$D_m$ [mm]	$T$ [°C]	$WC$ [-]	$\tau_s$ [Pa]	$K$ [Pa.s <sup>n</sup> ]
0,001	3	296	0,345 ± 0,009	25628 ± 441	534 ± 16
			0,537 ± 0,002	2112 ± 36	43 ± 1
0,003	3	296	0,393 ± 0,014	5266 ± 91	110 ± 3
			0,525 ± 0,012	3177 ± 55	144 ± 4
0,010	3	296	0,387 ± 0,002	11649 ± 200	194 ± 6
			0,544 ± 0,017	1114 ± 19	23 ± 1
0,021	3	296	0,403 ± 0,010	5653 ± 97	128 ± 4
			0,528 ± 0,002	1544 ± 27	30 ± 1

Table 4. Caractéristiques des bols et résultats bruts obtenus pour étudier l'influence de la viscosité de la salive à deux teneurs en eau :  $WC = 0,382$  et  $WC = 0,534$ ,  $n = 0,68 \pm 0,03$ .

Les variations de la contrainte seuil et de la consistance en fonction de la viscosité sont représentées à la Figure 8 pour les deux teneurs en eau étudiées, après correction de leurs valeurs via les équations (13) et (14).

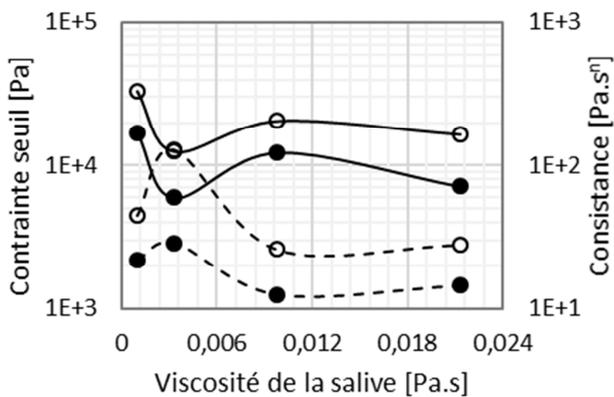


Figure 8. Variation de la contrainte seuil corrigée (●) et de la consistance corrigée (○) en fonction de la viscosité de la salive. ---  $WC = 0,534$  et —  $WC = 0,382$ . Les barres d'erreur sont incluses dans les symboles.

Considérons dans un premier temps la teneur en eau la plus élevée ( $WC = 0,534$ ). L'ajout d'une petite quantité de Dextran à la salive accroît la viscosité du bol en même temps que la viscosité de la salive. Toutefois, l'augmentation de la concentration en Dextran dans la salive entraîne par la suite une chute de la viscosité du bol. Ce résultat pourrait être expliqué en considérant que plus la concentration en Dextran augmente, moins les particules, et en particulier l'amidon, contenues dans le bol peuvent gonfler, ce qui diminuerait les interactions entre les particules du bol, et donc sa viscosité. Cet effet est

ensuite contrebalancé, dans une certaine mesure, par l'augmentation significative de la viscosité de la salive entraînant ainsi une légère hausse de la viscosité du bol.

Pour une plus faible teneur en eau du bol ( $WC = 0,382$ ), les variations sont opposées et la consistance obtenue pour une viscosité de 0,003 Pa.s est égale à celle obtenue à teneur en eau plus élevée. L'ajout de Dextran pour la première augmentation de viscosité de la salive limiterait le gonflement des particules causant une diminution de la viscosité du bol. Comme précédemment, les variations pourraient s'expliquer par les effets antagonistes de l'augmentation de la viscosité de la salive et la limitation du gonflement des particules. Cette interprétation remet alors en cause le choix du Dextran pour simuler la salive.

### 3.6 Comparaison eau/salive artificielle avec mucine

Une salive artificielle contenant des sels et de la mucine est ensuite utilisée pour former des bols à deux teneurs en eau différentes et comparer avec de l'eau comme salive (Table 5).

$\eta_s$ [Pa.s]	$D_m$ [mm]	$T$ [°C]	$WC$ [-]	$\tau_s$ [Pa]	$K$ [Pa.s <sup>n</sup> ]
0,001	3	296	0,335 ± 0,004	22613 ± 389	539 ± 16
			0,537 ± 0,002	2112 ± 36	43 ± 1
variable	3	296	0,411 ± 0,002	10390 ± 179	343 ± 10
			0,553 ± 0,014	1569 ± 27	35 ± 1

Table 5. Caractéristiques des bols et résultats bruts obtenus pour étudier une salive artificielle plus réaliste,  $n = 0,68 \pm 0,03$ .

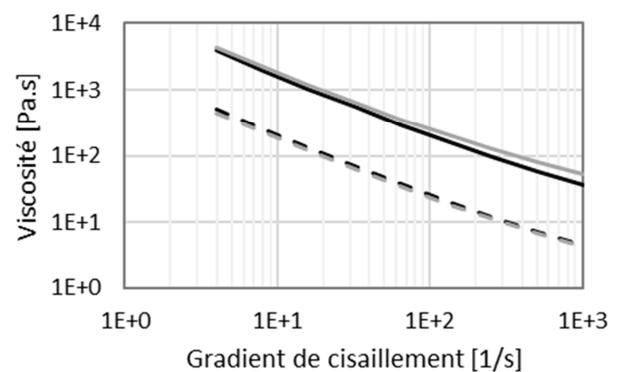


Figure 9. Variation de la viscosité en cisaillement en fonction du gradient de cisaillement pour des bols ayant comme salive de l'eau (noir) et une solution de sels et de mucine (gris) pour une teneur en eau  $WC = 0,373$  (—) et  $WC = 0,545$  (---).

Les mesures de viscosité sont corrigées pour tenir compte de la teneur en eau et sont obtenues pour des teneurs en eau  $WC = 0,373$  et  $WC = 0,545$  (Fig. 9).

L'utilisation d'une salive artificielle contenant des sels et de la mucine et ayant un comportement rhéofluidifiant n'a pas un impact significatif sur la viscosité du bol alimentaire, en comparaison avec une salive qui n'est composée que d'eau. Cette observation est valable quelle que soit la teneur en eau du bol, même si un écart, encore non significatif, commence à apparaître entre les deux bols pour une teneur en eau faible ( $WC = 0,373$ ) aux hauts taux de cisaillements.

### 3.7 Comparaison avec des bols réels

L'utilisation de bols artificiels permet d'étudier l'influence de chaque paramètre indépendamment, mais il est important de situer leur viscosité par rapport à celle de bols réels. Dans ce but, les viscosités mesurées sur des bols réels obtenus « in vivo » auprès de 20 sujets dans le projet AlimASSenS [18] sont comparées à la viscosité en cisaillement d'un bol artificiel obtenu avec de la salive artificielle contenant de la mucine (Fig. 10). Dans les deux cas, la teneur en eau des bols est de l'ordre de 0,450. De plus, la température de mesure pour le bol artificiel est de  $37^{\circ}\text{C}$ , correspondant aux conditions réelles.

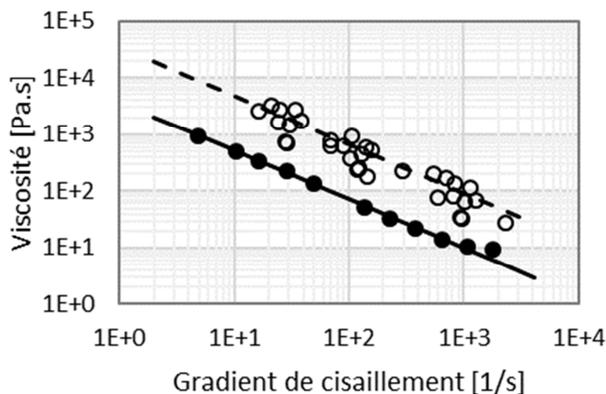


Figure 10. Variation de la viscosité en cisaillement de bol artificiel (—●—), pour une teneur en eau  $WC = 0,420 \pm 0,004$  et une salive artificielle contenant des sels et de la mucine, et viscosité apparente de bols réels (- -○- -) pour une teneur en eau  $WC \approx 0,450$  en fonction du gradient de cisaillement corrigé.

La viscosité des bols réels est plus élevée que celle du bol artificiel. Cette différence peut être expliquée par la prise en compte des effets d'entrée dans la détermination de la viscosité. En effet, dans le cas des bols réels, pour des raisons pratiques, la viscosité a été mesurée en rhéométrie capillaire avec une filière ayant un rapport  $L/D = 2,5$ , donc sans appliquer les corrections de Bagley, contrairement au cas du bol artificiel où l'emploi de ces corrections permet de soustraire les effets d'entrée et de sortie.

Ceci est illustré par la représentation des variations de la viscosité en fonction du rapport  $L/D$  (Fig. 11).

La viscosité en cisaillement d'un bol artificiel d'une teneur en eau  $WC = 0,420 \pm 0,004$  obtenu avec une salive contenant des sels et de la mucine croît en diminuant le rapport de filière  $L/D$ . La valeur déterminée avec les corrections de Bagley pour un rapport de filière  $L/D = 0$  correspond à la viscosité élongationnelle du bol.

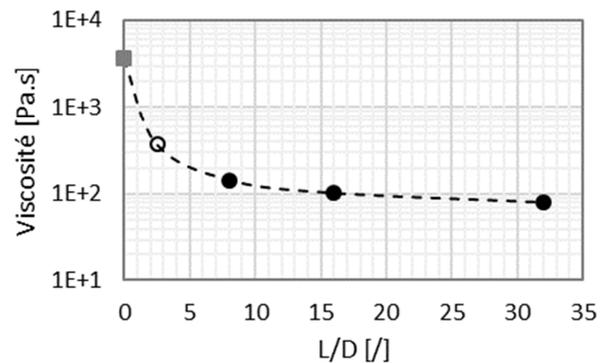


Figure 11. Variation de la viscosité (déterminée pour un gradient de cisaillement de  $120 \text{ s}^{-1}$  [18]) en fonction du rapport  $L/D$ . Viscosité apparente des bols réels (○), viscosité élongationnelle (■) et viscosité en cisaillement (●) du bol artificiel à une teneur en eau  $WC = 0,420 \pm 0,004$ , salive simulée avec une solution d'eau, de sels et de mucine.

La viscosité apparente des bols réels se situe dans l'intervalle formé par les viscosités en élongation et en cisaillement du bol artificiel, ce qui suggère que nos résultats sur les bols artificiels sont cohérents avec la réalité du comportement des bols alimentaires.

## 4. Conclusion

L'utilisation de bols artificiels permet d'étudier indépendamment l'influence de chaque facteur sur leur viscosité, déterminée par rhéométrie capillaire : teneur en eau, taille des particules, température et viscosité de la salive. Une forte dépendance de la viscosité des bols en fonction de la teneur en eau du bol et de sa température a ainsi pu être mise en évidence. Des coefficients d'interaction salive/aliment ont alors été obtenus, en concordance avec ce qui a pu être obtenu pour de l'amidon fondu dans l'eau dans la littérature [24]. Le protocole de préparation des bols artificiels a pu être validé par l'accord entre les mesures de viscosité des bols réels et artificiels.

De plus, l'étude séparée des différents facteurs influençant la variation de viscosité des bols permet de jeter les bases d'un modèle phénoménologique de la viscosité, ce qui serait difficile dans le cas de bols

obtenus « in vivo » en raison de l'interdépendance des facteurs physiologiques, notamment les caractéristiques de la salive, et de la faible quantité de produit disponible.

Toutefois, l'interprétation de certains résultats doit être approfondie, comme les effets de la température et de la viscosité de la salive. Inclure une étude sur le gonflement des particules de génoise en fonction du milieu environnant pourrait sans doute étayer les hypothèses proposées pour interpréter l'influence de la viscosité de la salive. De plus, des mesures en rhéométrie dynamique pourraient être réalisées sur les bols artificiels, ce qui permettrait d'appréhender des effets de structure de la matière et ainsi de compléter le modèle phénoménologique.

Enfin, ce protocole pourra être appliqué à d'autres aliments, comme des produits céréaliers extrudés, ou des produits céréaliers enrichis en protéines de légumineuses, afin de guider l'élaboration de nouveaux aliments.

## Remerciements

Ce travail a été effectué dans le cadre du projet MoFooSA (modélisation des interactions salive – aliment) qui a bénéficié d'une aide de la Région Pays de Loire via le programme RFI « Food for Tomorrow ».

## Références

- [1] Prinz, J.F., Lucas, P.W. An optimization model for mastication and swallowing in mammals, *Proc. R. Soc. Lond. B*, 264, 1715-1721 (1997).
- [2] Jalabert-Malbos, M-L., Mishellany-Dutour, A., Woda, A., Peyron, M-A. Particle size distribution in the food bolus after mastication of natural foods, *Food Qual. Pref.*, 18, 803-812 (2007).
- [3] Yven, C., Patarin, J., Magnin, A., Labouré, H., Repoux, M., Guichard, E., Feron, G. Consequences of individual chewing strategies on bolus rheological properties at the swallowing threshold, *J. Text. Studies*, 43, 309-318 (2012).
- [4] Chen, J., Khandelwal, N., Liu, Z., Funami, T. Influences of food hardness on the particle size distribution of food boluses, *Arch. Oral Biol.*, 58, 293-298 (2013).
- [5] Le Bleis, F., Chaunier, L., Montigaud, P., Della Valle, G. Destructuration mechanisms of bread enriched with fibers during mastication, *Food Res. Intern.*, 80, 1-11 (2016).
- [6] Assad-Bustillos, M., Tournier, C., Feron, G., Guessasma, S., Reguerre, A.L., Della Valle, G. Fragmentation of two soft cereal products during oral

processing in the elderly: Impact of product properties and oral health status, *Food Hyd.*, 91, 153-165 (2019).

- [7] Peyron, M-A., Gierczynski, I., Hartmann, C., Loret, C., Derdevet, D., Martin, N., Woda, A. Role of physical bolus properties as sensory inputs in the trigger of swallowing, *PLoS One*, 6, e21167 (2011).
- [8] Drago, S.R., Panouillé, M., Saint-Eve, A., Neyraud, E., Feron, G., Souchon, I. Relationships between saliva and food bolus properties from model dairy products, *Food Hyd.*, 25, 659-667 (2011).
- [9] Ishihara, S., Nakauma, M., Funami, T., Odake, S., Nishinari, K. Swallowing profiles of food polysaccharide gels in relation to bolus rheology, *Food Hyd.*, 25, 1016-1024 (2011).
- [10] Mosca, A.C., Chen, J. Food-saliva interactions: Mechanisms and implications, *Trends Food Sci. Techn.*, 66, 125-134 (2017).
- [11] van Ruth, S.M., Roozen, J.P., Cozijnsen, J.L. Changes in flavour release from rehydrated diced bell peppers (*Capsicum annuum*) by artificial saliva components in three mouth model systems, *J. Sci. Food Agric.*, 67, 189-196 (1995).
- [12] Devoize, L., Dallel, R. Salivation, *EMC – Chirurgie orale et maxillo-faciale*, 1-18 (2011).
- [13] Odake, S., Roozen, J.P., Burger, J.J. Flavor release of diacetyl and 2-heptanone from cream style dressings in three mouth model systems, *Biosci. Biotechnol. Biochem.*, 64 (12), 2523-2529 (2000).
- [14] Pascua, Y., Koç, H., Foegeding, E.A. Food structure: Roles of mechanical properties and oral processing in determining sensory texture of soft materials, *Current Opin. Colloid Interf. Sci.*, 18, 324-333 (2013).
- [15] Young, A.K., Ne Cheong, J., Foster, K.D., Hedderley, D.I., Morgenstern, M.P., James, B.J. Exploring the links between texture perception and bolus properties throughout oral processing. Part 2: Bolus mechanical and rheological properties, *J. Text. Studies*, 47, 474-483 (2016).
- [16] Gao, J., Wang, Y., Dong, Z., Zhou, W. Structural and mechanical characteristics of bread and their impact on oral processing: A review, *Inter. J. Food Sci. Tech.*, 1-15 (2017).
- [17] Mackley, M.R., Tock, C., Anthony, R., Butler, S.A., Chapman, G., Vadillo, D.C. The rheology and processing behaviour of starch and gum-base dysphagia thickeners, *J. Rheol.*, 57 (2013).
- [18] Assad-Bustillos, M., Tournier, C., Septier, C., Della Valle, G., Feron, G. Relationships of oral comfort perception and bolus properties in the elderly with salivary flow rate and oral health status for two soft cereal foods, *Food Res. Intern.* 118, 13-21 (2019).
- [19] Park, M.S., Chung, J.W., Kim, Y.K., Chung, S.C., Kho, H.S. Viscosity and wettability of animal mucin

solutions and human saliva, *Oral Dis.*, 13, 181-186 (2007).

[20] Stokes, J.R., Davies, G.A. Viscoelasticity of human whole saliva collected after acid and mechanical stimulation, *Biorheol.*, 4, 141-160 (2007).

[21] Della Valle, G., Vergnes, B., Lourdin, D. Viscous properties of thermoplastic starches from different botanical origin, *Intern. Polym. Proc.*, 22, 471-479 (2007).

[22] Ramachandran, A., Khair, A.S. The dynamics and rheology of a dilute suspension of hydrodynamically Janus spheres in a linear flow, *J. Fluid Mech.*, 633, 233-269 (2009) 2.

[23] Cogswell, F.N. Converging flow of polymer melts in extrusion dies, *Polym. Eng. Sci.*, 12, 64-73 (1972).

[24] Xie, F., Halley, P.J., Avérous, L. Rheology to understand and optimize processibility, structures and properties of starch polymeric materials, *Prog. Polym. Sci.*, 37, 595-623 (2012).

### [Abridged English version]

#### Viscosity measurements of artificial food bolus

The shear viscosity of artificial food bolus is studied by capillary rheometry as a function of four main factors: bolus water content, particle size, temperature and saliva viscosity. Both water content and temperature significantly influence the bolus viscosity. Coefficients of food interaction with saliva are determined from the phenomenological model of the viscosity as a function of the water content. Their value, of about 12, is in good agreement with values obtained for molten starch ( $10 < \alpha < 20$ ). The viscosity of artificial bolus is then compared to the viscosity of real bolus determined in a previous study, which leads to a good agreement. Finally, the extensional viscosity of artificial bolus is also determined by capillary rheometry. A Trouton number is calculated leading to very high values, of the order of 100.



## **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 FRANÇAIS 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 candidature devront être adressés à :

Secrétaire général du GFR – Frédéric Bossard  
Laboratoire Rhéologie et Procédés, Domaine universitaire, BP 53  
1301, rue de la Piscine, 38041 Grenoble

#### **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 plan scientifique, professionnel, humain... Ce témoignage pourra être publié dans la revue *Rhéologie* ainsi que sur le site web du GFR.

Plus d'infos : [www.legfr.fr](http://www.legfr.fr)

## 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.



