

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. 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

Les récipiendaires du Prix Maurice Couette

Transitions morphologiques des fibres flexibles dans les écoulements visqueux 1
A. Lindner

Articles réguliers

Importance des interactions fibre/matrice dans le comportement rhéologique des composites
renforcés de fibres lignocellulosiques 10
L. Lemkhanter, P. Lemaitre, B. Goffin, R. Castellani, B. Vergnes, F. Berzin

Informations sur le Prix de Thèse et les Bourses du GFR

Consignes aux auteurs

Contents

Morphological transitions of flexible fibers in viscous flows <i>A. Lindner</i>	1
Importance of fiber / matrix interactions in the rheological behavior of composites reinforced with lignocellulosic fibers <i>L. Lemkhanter, P. Lemaitre, B. Goffin, R. Castellani, B. Vergnes, F. Berzin</i>	10

Les informations du GFR

Réunion du Conseil du GFR du 17 janvier 2020

Ce premier conseil de l'année a été principalement dédié à l'analyse des réflexions menées lors du dernier séminaire interne et à leur mise en actions. Cela concerne la continuité des workshops à destination des industriels, la possible organisation de workshop en collaboration avec des GDR, ainsi que des écoles thématiques. Il est aussi discuté de la revue, du site internet, du modèle éditorial, des prix et bourses décernés par l'association, des actions en faveur des jeunes chercheurs, de l'encyclopédie et de la formation. Le calendrier des différentes manifestations parrainées par le GFR et leur état d'avancement sont rappelés. Le conseil fixe les dates des prochaines réunions dont le nombre a été réduit. Le bureau se réunira à nouveau au mois de mai.

Le mot du Président

Cher(e)s adhérent(e)s et collègues rhéologues,

Le Conseil du GFR a connu un renouvellement important à la fin de l'année 2019, renouvellement accompagné d'un changement complet de la composition de son bureau.

Tout d'abord, au nom de tous, je souhaite rendre hommage aux collègues qui ont quitté le Conseil, pour leur action constante en faveur de la Rhéologie et de sa diffusion au sein de toutes les communautés académiques, privées, etc, sous l'impulsion de mon prédécesseur Philippe Cassagnau, que je remercie ami-

calement en cette occasion.

Cette fin d'année fut également l'occasion de nous réunir en séminaire, à Montpellier, juste avant le 54^{ème} Colloque annuel du GFR, pour définir les chantiers que nous allons entreprendre, dans la continuité des actions menées à ce jour. Tous visent à accroître la visibilité du GFR, en diffusant ses actions vers d'autres communautés qu'elles soient scientifiques (de la physique à la biologie), professionnelles (le monde technico-économique), générationnelles (notamment les jeunes chercheurs), ou issues d'autres pays.

A cet égard, et sans souci d'exhaustivité, citons l'organisation de « Workshops » communs avec les GdR CNRS, la poursuite des Workshops-journée avec les industriels, le soutien à des écoles thématiques, le projet d'organiser un congrès européen (AERC).

Notre site internet sera alimenté au fil des actualités et étoffé. Notre revue, outre la place habituelle faite aux articles scientifiques, pourrait aussi accueillir des articles plus appliqués, et nous profitons de ces quelques lignes pour encourager les propositions en ce sens.

Ces deux outils contribueraient à une offre de formation en s'appuyant sur l'actuelle encyclopédie électronique, qui sera concomitamment enrichie et testée en cours, sur un mode hybride, afin de pouvoir proposer des parcours de navigation en fonction de l'intérêt potentiel des adhérents. La période que nous vivons actuellement souligne leur acuité.

Parmi les nombreuses actions qui seront maintenues, rappelons les différents prix (meilleure affiche, thèse, Maurice Couette) décernés lors de notre congrès annuel, pour mettre en valeur des contributions remarquables, grâce à la participation de nos partenaires fournisseurs d'équipements scientifiques, ainsi que l'attribution de bourses pour les jeunes chercheurs souhaitant participer à des congrès... en prévision d'une époque plus propice à ce genre de manifestation.

Enfin, nous restons ouverts à toute suggestion, initiative, qui, comme toutes ces actions, vise à stimuler la contribution de la rhéologie, par son caractère interdisciplinaire, aux différents enjeux de ses domaines d'application, du biomédical jusqu'à l'énergie, en passant par l'environnement.

Avec mes cordiales salutations,

Pour le conseil d'administration
du GFR,

Guy Della Valle

Report du Colloque Annuel du GFR

Cher(e)s collègues, cher(e)s adhérent(e)s,

Comme vous l'avez sans doute déjà vu sur le site du congrès, la 55^{ème} édition du congrès du GFR, qui devait se tenir en octobre de cette année, est reportée à octobre 2021, pour des raisons sur lesquelles nous ne nous étendrons pas plus qu'un virus sur une surface de tissu.

Les dates précises vous seront communiquées sous peu.

En conséquence, les prix de thèse 2019 et 2020 et les prix Maurice Couette 2020 et 2021 seront remis en 2021 lors du GFR 55 à Bordeaux, perspective qui, à elle seule, justifie d'ores et déjà que vous y participiez !

Souhaitant que vous traversiez cette période le plus sereinement possible, bien cordialement.

Guy Della Valle

Report des Journées des Jeunes Rhéologues

Chers collègues et amis, chers sponsors et organisations de soutien, chers participants,

J'espère que vous allez bien et je suis désolé de vous déranger encore une fois. J'espère que le pic de COVID-19 sera passé dans les prochains mois. Après la tempête, il y a toujours du soleil!

Nous avons reçu une confirmation du professeur Peter Fisher (président de la Société Européenne de Rhéologie) et je suis ravi de partager avec vous les nouvelles dates des «Journées des Jeunes Rhéologues, YRD 2021», qui se tiendront du 9 au 12 mars 2021. Avec le soutien de la Société Européenne de Rhéologie (ESR) et du Groupe Français de Rhéologie (GFR), les nouvelles Journées des Jeunes Rhéologues 2021 seront organisées au même centre de conférence, à Giron (Jura, France) *. A ces nouvelles dates, YRD 2021 vous donnera la chance de profiter de la météo particulière de cette région du Jura, avec ses splendides montagnes, ce qui en fait la première destination touristique d'Auvergne-Rhône Alpes. De nombreuses attractions font de cette région une destination populaire pour les amoureux de la nature, de la neige, de l'exploration et de la gastronomie. Par ailleurs, un

nouveau programme social, varié et actualisé, accompagnera la conférence, avec des visites de plusieurs sites industriels et d'institutions régionales....

L'objectif principal de cette conférence est d'établir un forum de discussion pour la communauté des ingénieurs et des scientifiques dans le domaine de la rhéologie, au carrefour de la science des aliments, des écoulements sanguins, des suspensions, des cosmétiques, de l'ingénierie et de la rhéologie des polymères, de la matière molle...

De même, nous prévoyons une ambiance amicale, attirant nos chercheurs jeunes et confirmés, non seulement dans le domaine de la rhéologie mais également dans d'autres domaines rattachés.

Pour les nouvelles dates, il est suggéré de conserver tous les résumés proposés et le processus d'enregistrement tel qu'il était initialement prévu. À ce jour, nous avons déjà reçu plus de 80 résumés d'Italie, de Pologne, du Maroc, de Roumanie, de Chine, de France, d'Israël, du Portugal, de Colombie, de Tunisie, du Canada, d'Espagne, d'Allemagne, du Royaume-Uni, de Grèce, des USA et de Suisse... La conférence comprendra cinq conférenciers invités pour les conférences plénières. Dix autres conférences (Keynotes) seront également choisies parmi d'éminents chercheurs des universités et de l'industrie. Par conséquent, nous avons également reçu de nombreuses inscriptions d'ingénieurs de l'industrie qui s'intéressent à la conférence. Cela implique qu'il y a plus de 100 participants en tout, ce qui fait déjà de cette conférence un grand succès.

Pour les délégués inscrits au YRD2020, les inscriptions seront automatiquement transférées au

YRD2021. Pour les nouveaux participants, veuillez noter que la date limite d'inscription a été repoussée au 06 janvier 2021. Si vous prévoyez de participer, veuillez vous inscrire dès que possible :

<https://jjr2020.sciencesconf.org/resource/page/id/9>

Pour soumettre votre résumé : <https://jjr2020.sciencesconf.org/submission/submit>

Si vous avez des questions ou besoin d'aide, n'hésitez pas à nous contacter.

Votre participation est très appréciée et contribuera certainement au succès de la conférence.

Merci pour votre soutien

Khalid Lamnawar, INSA Lyon (organisateur)

Contact: khalid.lamnawar@insa-lyon.fr

* A près de 1100 m d'altitude, le nouveau YRD 2021 vous offrira une chance privilégiée de profiter du Jura et de ses splendides montagnes en période de neige. Giron offre une grande variété de paysages naturels intacts, alternant avec des rivières, de magnifiques lacs, des alpages et des forêts d'épicéas. Mais le Jura ce sont aussi des villes et des villages au riche patrimoine, des vignobles réputés proposant de grandes variétés de vins, de délicieux fromages, des métiers divers...

Nouveaux membres du GFR

Personnes physiques

Jorge Peixinho

CR CNRS
PIMM (CNAM), Paris

Yu Lei

Doctorant
MSC, Paris

Félix Odet

Doctorant

IMP, Lyon

Adeline Boire

INRA, Nantes

Hanna Massaad

Doctorant

LRP, Grenoble

Jérôme Martin

FAST, Orsay

Norma Maria Pereira Machado

Doctorante

CEA Bagnols/Cèze

Pascale Aussillous

IUSTI, Marseille

Stéphanie Deboeuf

Institut d'Alembert, Paris

Personne morale

BIA INRAe

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 mël 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.estelle@univ-rennes1.fr

Patrice Estellé
LGCGM
IUT de Rennes
Département Génie Civil
3 rue du clos Courtel
BP 90422
35704 Rennes Cedex 7

Editorial

Le numéro 37 de la revue *Rhéologie* que vous avez en main sort dans un contexte très particulier : en ce mois de juin 2020, après deux mois de confinement, la crise liée à la Covid-19 est loin d'être terminée. De ce fait, des workshops et des journées thématiques prévues en 2020 n'ont pu se tenir... allégeant d'autant le sommaire de notre revue, qui fait habituellement une large place aux travaux de ces rencontres.

Mais malgré cette crise, que nous espérons la plus passagère possible, le dynamisme de la rhéologie en France ne se dément pas et nous permet tout de même de vous proposer un numéro dense. Vous pourrez y trouver les résumés de la journée Round Robin Test, organisée à l'Université d'Artois en novembre dernier, un article sur les propriétés rhéologiques de composites renforcés de fibres lignocellulosiques et en cœur de revue, l'article d'Anke Lindner, professeure à l'Université Paris Diderot et chercheuse au Laboratoire de Physique et Mécanique des Milieux Hétérogènes (PMMH) de l'ESPCI, récipiendaire du prix Maurice Couette en 2019.

Les semaines passées, où nous avons exercé nos métiers et fonctions à distance, nous ont permis de nous rendre compte, peut-être encore davantage que d'habitude, de l'importance de toutes les formes de réseaux, de collectifs de travail, d'associations et de solidarités. Nous y voyons une raison supplémentaire à notre investissement dans le Groupe Français de Rhéologie. N'hésitez pas à participer, notamment au travers de l'envoi d'articles pour notre revue ! Nous valoriserons avec plaisir vos travaux dans nos prochains numéros.

Françoise Berzin

Sylvie Dagréou

Editrices



Comparison of Concrete Rheometers: International Tests at the Artois University (IUT Béthune)

8 November, 2019, Paris (France)

Le Round Robin Test RRT « Comparaison des rhéomètres à béton: tests internationaux » sur la rhéologie et la tribologie des bétons a été organisé du 28 au 30 mai 2018 à l'Université Artois. Cet événement s'inscrit dans les enjeux développés par RILEM, notamment au sein du cadre des actions menées par le Comité RILEM - TC MRP-266: Mesure des propriétés rhéologiques des matériaux à base de ciment, présidé par le Dr. M. Sonebi de l'Université Queen's de Belfast (Royaume-Uni).

Ce n'est pas la première fois que des chercheurs et des laboratoires internationaux étudient la rhéologie des matériaux à base de ciment depuis l'organisation de deux autres RRT:

- le premier RRT au LCPC de Nantes (France), les 23-27 octobre 2000,
- le deuxième RRT organisé par le NIST à Cleveland (USA), du 19 au 23 mai 2003.

Après 15 ans, aucun RRT n'a été organisé sur ce sujet. Cependant, pendant cette période, les progrès ont été considérables, tant par l'élargissement de la gamme des bétons de type nouveau, les progrès réalisés par les nouveaux dispositifs (rhéomètres nouveaux et plus récents) et, enfin, la voie à l'analyse des résultats.

Une nouvelle campagne a été réalisée en mai 2018 à Bethune, en France, et comprenait de nouveaux dispositifs rhéologiques, tels que ICAR, Viskomat XL, eBT-V, Rheocad, les rhéomètres BML 4 SCC, ainsi que le test sur plaque, le chausson, le rhéomètre d'interface et des instruments tribométriques. Les mesures ont été effectuées sur trois SCC (self-compacting concrete), deux bétons très fluides et trois mélanges de mortier. Les tests ont consisté à évaluer les courbes d'écoulement, la formation de la structure et les propriétés d'interface, ainsi que leur évolution dans le temps. Ce retour d'une journée est l'occasion de présenter les différents rhéomètres utilisés lors des tests, les mélanges, les procédures de test et l'analyse des données.

Des remerciements particuliers vont au Professeur K. H. Khayat de l'Université du Missouri, dont les nombreux travaux sont publiés dans le domaine de la rhéologie du béton et à D. Feys pour l'organisation de la campagne expérimentale. Il est à noter la participation de plusieurs fabricants tels que les Fondations Botte, Roquette SA, Eqiom, Soletanche Bachy, Saint Gobain, Léon Grosse, Schleibinger, etc.

Nous remercions également de nombreux mécènes de ces deux événements : la Fédération Nationale des Travaux Publics, EQIOM, Boot Foundations, l'Association Universitaire de Génie Civil (AUGC), l'Association Française de Génie Civil (AFGC), CIMBéton, E2ME, 3R, Lafarge-Holcim, l'Ecole Française du Béton (EFB), le Groupe Français de Rhéologie (GFR), Artois Comm, l'Université d'Artois et LGCgE Lille Nord de France.

Pr. Chafika DJELAL & Pr. Yannick VANHOVE

Université d'Artois – IUT de Béthune

Laboratoire de Génie Civil et géo-Environnement (LGCgE)

Overview of the unique 3 Round-Robin Tests on rheology of concrete in 2000 (Nantes), 2003 (Cleveland) and 2018 (Bethune)

M. Sonebi

School of Natural and Built Environment, Queen's University Belfast, Belfast, UK

This paper reviews the three existing round-robin tests (RRT) that have been carried out on the rheology of concrete in last 18 years. The first test was held at LCPC at Nantes (France) in 23-27 October 2000 by testing a range of concrete mixes by using BML, BTRheom, Cemagref-IAG and Two-points rheometers. 12 mixes including 2 self-compacting concrete (SCC) mixes were tested during this RRT.

The second RRT was organized by NIST in Cleveland (USA) in 19-23 May 2003. During 3 days, 22 concretes and mortars were tested, including 5 self-compacting concrete (SCC) mixes, by measuring the rheological parameters using 4 rheometers: Two-points, BML, BTRheom, and IBB and also testing the fresh properties.

After 15 years, there was no RRT organized on this topic. However, during this period, the progress has been considerable, as much by the widening range of new type of concretes, the progress made by the new devices (new and up-date rheometers) and finally the way to analyse the results.

The third RRT was held at the Artois University on 28-30 May 2018 on the rheology and tribology of concretes, respectively. These two events are part of the issues developed by RILEM and in particular within the framework of the actions carried out by the RILEM - TC MRP-266 Committee "Measuring Rheological Properties of Cement Based Materials" chaired by M. Sonebi.

Why is concrete rheology, or fresh concrete in general, so complicated?

D. Feys

Department of Civil, Architectural and Environmental Engineering, Missouri University of Science and Technology, Rolla, MO, USA

Concrete has been used for construction for over a century, and many innovations were developed and implemented to make concrete better. Over the last decades, the science of rheology has been increasingly employed to more precisely describe the behavior of fresh concrete during the mixing, transportation and placement phases of construction. In contrast with some simple materials, such as water or oil, concrete shows many complexities, still challenging measurement and application of the rheological properties as of today.

This presentation gives an overview of these complexities and the difficulties in assessing the rheological properties as well as the application of those properties in practical situations. Examples of the challenges are given on both the scale of cement paste and for concrete. For cement paste, flocculation and ongoing hydration deliver the main complexity, especially considering the shear-history dependency. Other influences, such as sedimentation and air are also discussed. For concrete, the presence of aggregates can transform the material from a suspension into a granular material, changing all principles of rheology applicable to the material. Gravity-induced and shear-induced particle migration are other challenges significantly complicating the assessment of rheological properties. In short, using rheology for concrete requires the necessary care and experience, and the intended application of the material must always be considered when measuring the rheological properties.

Use of rheological measurement in industrial context: analysis, data sharing, problem solving in concrete production and placing

F. Faber

EQIOM - Groupe CRH, Levallois-Perret, France

In this talk, we present some industrial issues linked to the knowledge of rheological behavior of concrete, by presenting some industrial application and problem solving cases with the help of data collection and sharing of a national-sized concrete company.

Online control of concrete production

B. Cazacliu

IFSTTAR, Aggregates and Material Processing Laboratory, Nantes, France

This work deals with the analysis of the data provided by the concrete plant which produced the concretes of the experimentation. The data was provided by the weighing notes and by complementary power measurement. By studying the characteristic points of the power curve (maximum power, power at the emptying, points of cohesion and fluidity) some correlations with the concrete formulations were demonstrated. It seems possible to determine with good precision the manufacturing fluctuations.

Evaluation of rheological parameters from RRT data

H. Keller

Schleibinger Geräte Teubert und Greim GmbH, Buchbach, Germany

Rheology of cement-based materials has been receiving a steadily growing interest. Seen the complexity of the material, several custom-made tools have been developed to assess rheological properties of these materials. However, different concrete rheometers can deliver different results. A new campaign was performed in May 2018 in Bethune, France, and included new rheological devices, such as the ICAR, Viskomat XL, eBT-V, Rheocad, BML 4 SCC rheometers, as well as the plate test, Sliper, interface rheometer and tribometer instruments. The measurements were performed on three SCC, two highly flowable concrete and three mortar mixtures.

Flow curves were determined by decreasing the rotational velocity, stepwise, from the maximum to the minimum imposed rotational velocities. Each flow curve contained seven or eight steps. Each flow curve was preceded by a 20 s (concrete) or 30 s (mortar) presheared period at the highest rotational velocity.

The flow curves analysis was done due to calculation of the yield stress and plastic viscosity by means of the Reiner-Rivlin equation for the rheometers with the vane geometry. The verification of plug flow was done by iterative calculation of yield stress and viscosity by taking reductions in the sheared domain. The decision for validity of the measurement was done by the estimation of the thickness of the sheared zone: if this zone is smaller than the maximum aggregate size, the measurement is certainly invalid. The results will be presented.

Evaluation of structural build-up rate from RRT data

S. Amziane¹, A. Perrot², K. Khayat³

¹ *Institut Pascal, Université Clermont Auvergne, Aubière, France*

² *Institut de Recherche Dupuy de Lôme, Université de Bretagne Sud, Lorient, France*

³ *Department of Civil, Architectural and Environmental Engineering, Missouri University of Science and Technology, Rolla, MO, USA*

The structural build-up rate of concrete and mortar, commonly denoted A_{thix} , is defined as the increase rate of yield stress with resting time. This important characteristic is involved in many concrete processing methods such as formwork pressure exerted by SCC and highly flowable mixes, printing rate for digital processing and so on. Then, it can be crucial to evaluate this parameter from robust, simple and fast measurements. During the Round Robin Tests, A_{thix} were evaluated from both yield stress measurements after different resting time and plate test performed for each of the 8 tested mix-design. Different way to compute A_{thix} were proposed and compared. Finally, this study allows to draw some recommendations (minimum number of tests, sample stability, sample conditioning,...) in order to obtain a reliable A_{thix} value. The recommended protocol allows to obtain similar A_{thix} value ($\pm 20\%$) for all rheometers and methods used during the RRT.

Influence of concrete thixotropy on tribological properties

L. Libessart, C. Djelal, Y. Vanhove

Université d'Artois, EA 4515, Laboratoire de Génie Civil et géo-Environnement (LGCgE), Béthune, France

The period during which concrete remains fresh is insignificant compared to its total life span. However, during this time in the fresh state, concrete is exposed to several operations, such as mixing, truck transport and placement. These various operations depend more specifically on the rheological properties of concrete.

Although the volume properties of concretes have been widely studied, the same cannot be said of interface properties. Research devoted to concrete tribology is limited and mainly oriented around volume rheology.

On construction sites, the characterization of fresh concrete is often narrowed to the measurement of workability (Abrams cone, spreading), which is assumed to account for the behavior of concrete during its placement.

Nevertheless, numerous disorders observed in concrete structures reveal that such characterizations are insufficient. The development of new characterization tools has become essential. In recent years, several researchers have been interested in friction occurring at the concrete/formwork interface under various conditions, e.g. pumpability of concrete, placement in concrete formwork (concrete formwork mechanisms, concrete release agents), concrete pressure on the formwork, modeling of concrete/formwork interfaces. These studies have shown that knowledge of both this friction and the mechanisms taking place at the concrete/formwork interface is fundamental to controlling potentially harmful aspects (e.g. facing aesthetics, wall wear) or optimizing their beneficial aspects (concrete pressure reduction).

The RILEM Round Robin Test that took place in Béthune offered an opportunity to determine as well as the contact, interface and volume properties of various concretes and moreover sought to establish correlations between the results obtained by means of a plan/plan tribometer, interface rheometers and different rheometers (ICAR, RheoCAD, BML, etc.).

The influence of thixotropy on the tribological properties of concrete has been studied using two self-compacting concrete mix designs with differing degrees of thixotropy (SCC2 and SCC3). The results obtained from this study indicate that the evolution of tangential frictional stresses over time is more pronounced for thixotropic concrete (SCC3).

The thixotropy index (A_{thix}), defined for tribological tests at constant speed, equals 0 Pa/s and 1.6 Pa/s for SSC2 and SCC3, respectively, while the thixotropic index obtained from ICAR rheometer volume tests is 0.1 Pa/s and 0.55 Pa/s for these same two mix designs. The thixotropic behavior of concretes can be identified in terms of both volume and concrete/formwork contact. The tribological test showed strong sensitivity to the microstructural evolution over time. In addition, tribological tests carried out on samples of pressurized concrete have indicated that the thixotropy index remains independent of the pressure being applied to the concrete within the range of pressures studied.

Numerical simulation of the concrete pumping process

S. Fataei, E. Secrieru, V. Mechtcherine

Institute of Construction Materials, Technische Universität, Dresden, Germany

Computational Fluid Dynamics (CFD) is a suitable tool for simulating the flow of fresh concrete. The available commercial software programs, such as ANSYS Fluent, are capable of modelling different pipeline setups containing an arbitrary fluid with defined rheological properties.

The rheological properties of the materials under consideration are often determined experimentally using rheometers and are set as input parameters into the model. Unlike most fluids, concrete is a suspension consisting of very high volume fraction of solid particles (75-85% by volume). Because of the radial shear stress gradient in a pressure-driven pipe flow, larger particles migrate from high to low shear stress zones, i.e. toward the centreline, forming a non-uniform spatial distribution of particles. As a result of the flow-induced particle migration (FIPM) and partial water segregation, the so-called lubricating layer (LL) is formed at the pipe wall. This interface layer contains very fine constituents and low viscosity in comparison to the concrete bulk and is of great importance with respect to reducing the friction at the inner pipe wall.

Similar to the well-established analytical approaches, numerical models can treat concrete as a two-phase fluid with two sets of rheological parameters: one for LL and one for concrete bulk. Unlike the rheological parameters of the bulk, experimental measuring of the LL thickness is a challenging task, for example by employing an ultrasonic velocity profiler. Moreover, no agreement within the scientific community exists regarding the possible thickness: The reported values vary within the range of 1 to 8 mm and can result in over- or underestimation of the required pumping pressure.

The authors propose a new approach for determination of a virtual LL thickness directly implemented in the numerical simulation. The output of the so-called Sliding Pipe Rheometer (Sliper) in terms of pressure and flow rate ($P-Q$) is used to verify the presented method. The virtual LL thickness is determined as the best fit between the Sliper $P-Q$ values and the analytical flow equations using the rheological parameters of LL and bulk concrete. The virtual thickness can be used in the numerical model with different pipeline setups (pipe radius, length, etc.) to allow a reliable prediction of required pumping pressure.

Rheometers for paste, mortar and concrete: Measurement technology - Possibilities, challenges and limits

M. Greim

Schleibinger Geräte Teubert und Greim GmbH, Buchbach, Germany

Measuring the elastic and plastic properties of any material requires an actor, providing a force or motion, an interface transmitting this action to the specimen, and a sensor measuring the resulting force or motion. Actors apply a linear or rotational motion. Constructing materials are reacting non-linear, so the actor has to cover several magnitudes of speed or force to describe the flow behaviour in a wide range.

The interface, in Rheology commonly called probe or geometry, is for a Bingham type fluid, a crucial part. Hidden effects in the interface zone, between the specimen and the probe make the translation of the forces a very demanding task. Measuring dynamical forces with high accuracy at reasonable costs is also demanding.

Modern electric drives in combining digital signal processing and modern power electronics can produce not only rotational, but also any oscillatory movement with variable amplitude and frequency and signal shape. Force measurement technology based on deformation measured with strain gages and also electro dynamical systems can handle also high dynamic forces.

Some new technologies will give us tools to characterize effects in the interface zone, at least in a qualitative way.

Rheology control of ultra-high-performance concrete and impact on flexural performance

K. Khayat

Department of Civil, Architectural and Environmental Engineering, Missouri University of Science and Technology, Rolla, MO, USA

The aim of this study is to improve the flexural properties of ultra-high-performance concrete (UHPC) mixtures prepared with different steel fiber contents by controlling the rheological properties of the UHPC matrix. Optimum rheological properties of the suspending matrix can result in the best fiber dispersion and orientation, and thus the highest flexural performance. This presentation will discuss different means of controlling the rheology of the UHPC suspending matrix, including the use of viscosity-modifying admixture (VMA), high-range water reducer (HRWR), and supplementary cementitious materials (SCM). Test results revealed that the flexural properties of UHPC are highly dependent on plastic viscosity of the self-consolidating UHPC matrix. UHPC prepared with higher fiber contents require higher plastic viscosity of UHPC matrix to uniformly disperse and well orient fibers. However, high plastic viscosity tended to increase the air-entrapped voids size and number in the UHPC matrix, which can compromise the mechanical performance of UHPC. Further, a prediction model for flexural strength of UHPC, considering the correlation between plastic viscosity of UHPC matrix and flexural to tensile strength ratio is presented. Results indicated that the flexural to tensile strength ratio linearly increases with the plastic viscosity of UHPC matrix.

Rheological properties of concrete foundation

Y. Vanhove, C. Djelal

Laboratoire de Génie Civil et géo-Environnement, Université d'Artois, Béthune, France

Pile-driving using a hollow stem auger with reinforcement cage has undergone widespread development over the past few years and is extensively practiced for building foundations. To the best of our knowledge, no current test or recommendation serves to guarantee an appropriate casting technique for lowering a pile without blocking the reinforcement cage from entering into the fresh concrete. This type of concrete is cast without applying vibration, thus offering a highly fluid consistency. A concrete rest phase begins inside the boring cavity once concreting has been initiated; this phase lasts 30 minutes or longer, extending until the reinforcement cage has been completely lowered, during which time the concrete becomes restructured. The rest period will exert a direct impact on the ease of reinforcement cage placement. At the request of France's National Federation of Public Works (FNTP), a device has been developed to assess the capability of introducing reinforcements into concrete. This study stands on conducted in the laboratory and completed on site.

This study has been conducted to determine both the reinforcement embedment capacity vs. pile casting time and the rheological behavior of concrete used to produce the particular pile. The restructuring of concrete, and in particular its thixotropy and loss of workability, alter the capacity of reinforcement to embed into the material, as evidenced by a decrease in such capacity throughout the study (for the given duration and concrete mixes under study).

It thus becomes possible to predict ultimate impediments when the extent of concrete restructuring and the sequence for lowering reinforcement cages at the jobsite are both known.



Prix Maurice Couette 2019

Anke Lindner

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^{ième} Colloque annuel qui s'est tenu dernièrement à Montpellier (23-25 Octobre 2019). 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 codirection 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 sur le 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'adhésion 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, Princeton, EPFL, UCSD, Amherst University, University of Liverpool and Edinbourg).

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, Physical Review Letters, Journal of Fluid Mechanics, 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'Ecoles 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

Discours de remise du Prix Maurice Couette 2019

Transitions morphologiques de fibres flexibles dans les écoulements visqueux

A. Lindner

PMMH-ESPCI, PSL University, Sorbonne Université, Université de Paris, CNRS, 10, rue Vauquelin, 75005 Paris, France

Résumé : Nous présentons ici la dynamique individuelle de filaments flexibles et browniens dans des écoulements de cisaillement et de compression. Nous utilisons les filaments d'actine comme système modèle et observons leur dynamique dans des géométries d'écoulement microfluidique en utilisant des techniques de marquage fluorescent et des méthodes de suivi microscopique. Sous cisaillement, nous avons caractérisé en fonction d'un nombre élasto-visqueux les transitions morphologiques, combinant rotation, flambage et déformation, et conduisant à des formes en « U » et en « S ». Sous compression, nous révélons la formation de structures hélicoïdales tridimensionnelles et caractérisons le mécanisme de formation. Enfin, nous discutons sur la façon de relier les observations microscopiques aux propriétés macroscopiques des suspensions.

Mots-clé : Interactions fluide-structure, Filaments browniens, Instabilités de flambage, Rhéologie des suspensions diluées

[Abridged English version on last page]

1. Introduction

La dynamique et les transitions conformationnelles des filaments élastiques et des polymères semi-flexibles dans les fluides visqueux sous-tendent le comportement complexe non-newtonien de leurs suspensions [1] et jouent également un rôle dans de nombreux processus biophysiques à petite échelle, de la propulsion ciliaire et flagellaire aux écoulements intracellulaires. Les propriétés rhéologiques remarquables des solutions de polymères dépendent de la dynamique microscopique des polymères individuels et, en particulier, de leur rotation, de leur étirement et de leur déformation sous écoulement en présence de fluctuations thermiques. Parmi les exemples de cette dynamique, on peut citer les transitions « coil-stretch » [2] et « stretch-coil » [3] dans les écoulements élongationnels, ainsi que la rotation et l'étirement quasi périodiques des fibres élastiques et des polymères dans les écoulements de cisaillement [2, 4]. Elucider la physique à l'origine de ces instabilités et transitions microstructurales est essentiel pour comprendre les mécanismes de leur comportement rhéologique complexe [5].

Le cas des polymères flexibles à longue chaîne tels que l'ADN, pour lesquels la longueur de persistance l_p est beaucoup plus petite que la longueur étendue L , a été largement caractérisé [2]. La dynamique est régie dans ce cas par la compétition entre les forces thermiques entropiques favorisant les configurations en pelote et les contraintes visqueuses qui tendent à étirer le polymère dans des écoulements. L'interaction

entre ces deux effets est responsable de la transition « coil-stretch » dans les écoulements élongationnels et des mouvements de rotation et d'élongation dans les écoulements de cisaillement.

Au contraire, la dynamique des polymères semi-flexibles plus courts, tels que les filaments d'actine, a été beaucoup moins étudiée et n'est toujours pas entièrement comprise. Ici, c'est plutôt le jeu subtil des forces de flexion, des fluctuations thermiques et de la tension interne sous contraintes visqueuses qui dicte la dynamique.

Ceci est illustré dans la Figure 1, qui détaille les forces en jeu pour les filaments browniens interagissant avec les écoulements visqueux.

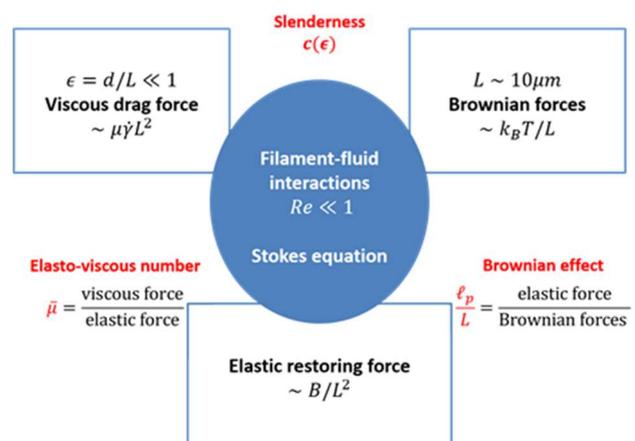


Figure 1. Forces en jeu pour un filament flexible en interaction avec un écoulement visqueux et nombres sans dimension du problème.

D'après l'équation de Stokes, les forces visqueuses sur un objet mince de grand rapport d'aspect L/d (L étant la longueur et d le diamètre du filament) peuvent être écrites sous la forme $\sim \mu \dot{\gamma} L^2$, où $\dot{\gamma}$ est le taux de cisaillement et μ la viscosité. Les forces de flexion sont proportionnelles à $\sim B/L^2$ (avec B le moment de flexion) et résistent à la déformation induite par les forces visqueuses. Les filaments d'actine ont une longueur typique comprise entre 5 et 40 μm et, par conséquent, la diffusion du centre de masse ne joue aucun rôle et la diffusion rotationnelle reste lente par rapport aux échelles de temps typiques de l'écoulement. Les forces browniennes se manifestent principalement sous forme de fluctuations de forme et s'écrivent $\sim \frac{k_B T}{L}$, où k_B est la constante de Boltzmann et T la température. Ces fluctuations thermiques définissent la longueur de persistance du filament l_p et le moment de flexion $B = k_{BT} T l_p$. À partir de ces forces, nous définissons les paramètres non-dimensionnels pertinents du système comme étant le nombre élasto-visqueux $\bar{\mu} = 8\pi \mu \dot{\gamma} L^4 / B$, défini comme le rapport entre les forces visqueuses et élastiques, l'effet brownien comme l_p/l et le paramètre d'anisotropie c .

Les deux écoulements rhéologiques fondamentaux, l'écoulement de cisaillement pur et l'écoulement d'élongation pure, ont des caractéristiques très différentes, mais sont tout aussi pertinents pour les applications. Alors que les écoulements de cisaillement sont prédominants dans les écoulements capillaires, les conduits biologiques et de nombreuses techniques rhéologiques, les écoulements élongationnels se retrouvent dans les applications biomédicales comme l'injection par une aiguille ou l'écoulement par un conduit rétréci dans le corps humain. Comme le montre la Figure 2, un écoulement de cisaillement pur peut être décrit comme une combinaison entre un écoulement de rotation et un écoulement d'éirement, l'axe principal étant orienté à 45° . Dans un écoulement d'élongation pure, la direction de compression ou d'extension est alignée avec la direction de l'écoulement. L'importance de ces deux types d'écoulement dans les études rhéologiques ainsi que dans de nombreuses applications rend l'étude de la dynamique microscopique des filaments browniens pertinente dans les deux types d'écoulement pour révéler le lien entre cette dynamique microscopique et les propriétés macroscopiques de la suspension.

Dans ce qui suit, nous allons étudier la dynamique microscopique des filaments browniens dans les écoulements de cisaillement et de compression (Fig.

2). Nous combinons des expériences microfluidiques bien contrôlées, utilisant des filaments d'actine marqués par fluorescence, avec une modélisation numérique et une analyse théorique afin d'élucider la dynamique morphologique et les instabilités de ces filaments browniens. Le travail présenté ici est principalement fondé sur les publications de Liu et al. [6, 7] et Chakrabarti et al. [8].

Particle dynamics of Brownian filaments

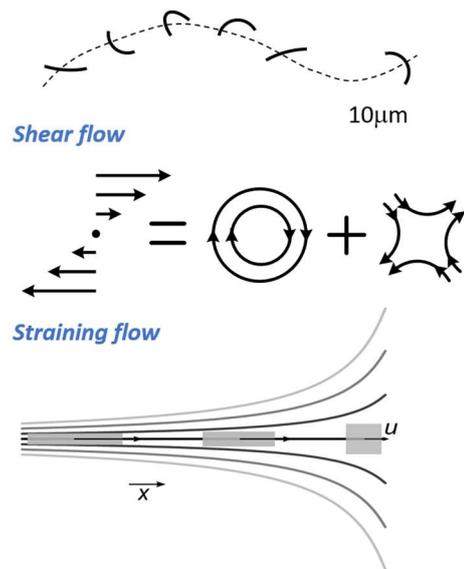


Figure 2. Dans cette revue, nous présentons la dynamique microscopique de filaments browniens sous cisaillement et sous élongation.

2. Filaments browniens dans des écoulements de cisaillement

2.1 Montage expérimental

Le canal microfluidique en PDMS est conçu comme une cellule de Hele-Shaw verticale, avec une longueur $L = 30 \mu\text{m}$, une hauteur $H = 500 \mu\text{m}$ et une largeur $W = 150 \mu\text{m}$ (Fig. 3).

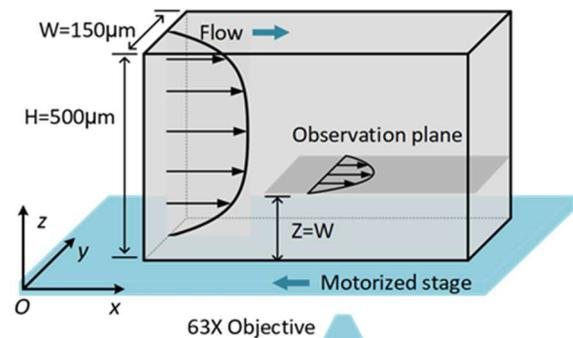


Figure 3. Géométrie expérimentale. Un canal microfluidique, représentant une cellule de Hele-Shaw verticale est utilisé pour permettre l'observation de la dynamique du filament directement dans le plan de cisaillement.

Dans cette géométrie, la dynamique du filament peut être directement observée dans le plan de cisaillement horizontal alors que le cisaillement dans la direction verticale peut être négligé à une distance suffisante de la paroi inférieure. Pour considérer l'écoulement comme un cisaillement pur, le filament et les échelles d'écoulement doivent être correctement séparés. Nous avons donc choisi une largeur de 150 μm , beaucoup plus grande que la dimension typique du filament déformé ($\sim 10 \mu\text{m}$). Un objectif à grande distance de travail est nécessaire pour observer dans un plan suffisamment éloigné du fond.

Les filaments d'actine sont polymérisés selon le protocole décrit par Liu et al. [7], stabilisés et marqués par fluorescence à l'aide de la phalloïdine fonctionnalisée par Alexa 488. Les longueurs obtenues varient sur une grande gamme, allant généralement de 5 à 40 μm . Nous travaillons avec des suspensions très diluées pour pouvoir observer un filament à la fois. À partir des fluctuations de forme, nous pouvons déterminer que la longueur de persistance est de $l_p \approx 17 \mu\text{m}$. La viscosité du fluide suspendant est de 5,6 mPas.

Pour suivre les filaments pendant leur transport dans le canal, nous utilisons une platine motorisée programmée pour suivre précisément l'écoulement et aussi pour corriger les petites variations en z , dues à une légère flexion du canal. Cette étape est nécessaire car la profondeur de champ de l'objectif n'est que de quelques microns et les filaments doivent être suivis avec une grande précision sur des distances de plusieurs millimètres.

Pour plus de détails sur le dispositif expérimental, voir l'article de Liu et al. [7].

2.2 Simulations numériques

Nous modélisons les filaments comme des poutres d'Euler-Bernoulli inextensibles et utilisons la théorie de l'hydrodynamique des corps élancés non locaux pour rendre compte de l'anisotropie de la traînée et des interactions hydrodynamiques. Les fluctuations browniennes sont incluses et satisfont le théorème de fluctuation-dissipation. Comme les expériences ne prennent en compte que les trajectoires quasi 2D ayant une dynamique dans le plan focal, nous effectuons toutes les simulations en 2D. Les détails des équations directrices et des méthodes numériques se trouvent dans la référence [7].

2.3 Dynamique des filaments et morphologies

Des observations expérimentales de la dynamique et des morphologies des filaments d'actine sous écoulement de cisaillement sont présentées sur la Figure 4

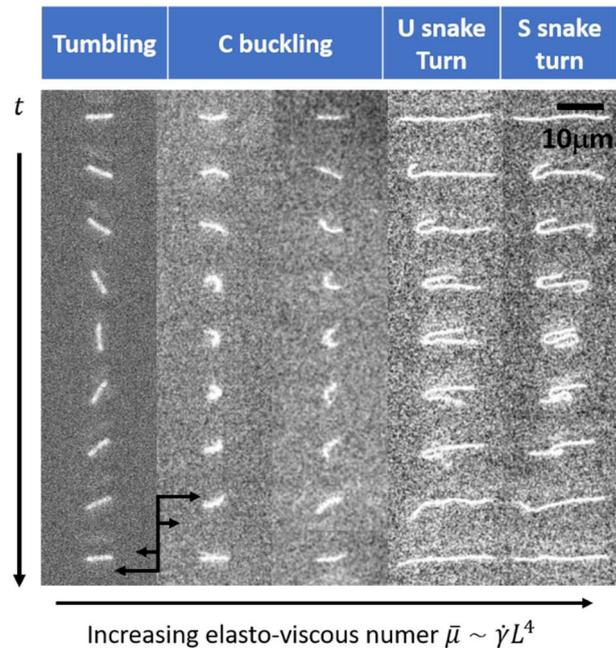


Figure 4. Dynamique et morphologies de filaments d'actine sous cisaillement pour des valeurs croissantes du nombre élasto-visqueux $\bar{\mu}$.

en fonction de l'augmentation du nombre élasto-visqueux $\bar{\mu}$. Des nombres élasto-visqueux très variables sont obtenus pour différentes longueurs de filaments, car le nombre élasto-visqueux dépend de L à la puissance quatre. Notez que les filaments sont transportés dans un écoulement de cisaillement bidimensionnel, où la composante de cisaillement hors plan peut être négligée. Les déformations des filaments peuvent cependant se produire hors plan mais, pour une meilleure observation, nous nous limitons aux filaments qui sont alignés avec le plan de cisaillement et le restent également pendant la déformation.

Les propriétés spécifiques des écoulements de cisaillement purs (Fig. 2) ont un impact clair sur la dynamique des filaments d'actine : c'est une combinaison périodique entre rotation et déformation, alors que le filament est transporté à travers les quadrants de compression et d'extension.

Dans des écoulements relativement lents, les filaments tournent sans déformation significative, comme le font les fibres browniennes rigides suivant des orbites typiques de Jeffery. En augmentant le nombre élasto-visqueux, on observe une première transition quand les forces de compression visqueuses dépassent la rigidité en flexion et entraînent une instabilité structurelle conduisant à une configuration caractéristique en forme de C pendant le mouvement de basculement. Par analogie avec le flambage d'Euler, nous appelons ce mode de déformation

« flambage global » car il se produit sur toute la longueur du filament.

Dans les écoulements plus forts, cette instabilité fait place à des configurations fortement pliées, que nous appelons « U » et qui sont similaires aux mouvements de serpent observés précédemment avec les fibres flexibles [9, 10]. Pendant ces virages, le filament reste à peu près aligné avec la direction de l'écoulement tandis qu'une onde de courbure s'amorce à une extrémité et se propage vers l'autre extrémité. À des valeurs encore plus élevées de $\bar{\mu}$, des formes plus complexes peuvent également émerger, y compris en « S », qui sont similaires au « U » mais qui impliquent deux ondes de courbure opposées, émanant simultanément des deux extrémités.

Dans tous les cas, on observe un excellent accord entre les mesures expérimentales et les simulations de la dynamique brownienne.

2.4 Transitions entre régimes et diagramme de phase

Le résumé de nos résultats est présenté à la Figure 5 sous la forme d'un diagramme de phase dans l'espace paramétrique $\bar{\mu}/c$, l_p/L , où les transitions semblent être largement indépendantes de l_p/L . La première transition entre le mouvement de rotation et le flambage global a été prédite à l'aide d'une analyse de stabilité linéaire pour les filaments non browniens ($l_p/L \gg 1$) [11], mais n'avait pas été observée expérimentalement auparavant. L'instabilité se produit lorsque les contraintes visqueuses de compression exercées le long du filament lorsqu'il tourne dans le quadrant de compression de l'écoulement sont suffisamment fortes pour induire un flambage. Une valeur critique du nombre élasto-visqueux de 306,4 (indiquée par une ligne pointillée sur la Figure 5) a été trouvée, en bon accord avec nos mesures.

En augmentant $\bar{\mu}/c$, la deuxième transition conformationnelle des filaments en forme de C vers des « U » allongés, en forme d'épingle à cheveux, se produit. Une telle dynamique en « U » a été observée expérimentalement auparavant [9, 10], mais le mécanisme de transition n'avait pas encore été caractérisé. À cette fin, nous avons développé un modèle théorique pour une configuration en « J », qui peut être considérée comme un précurseur du « U » tel qu'il est visible sur la Figure 4. Les détails de ce modèle, qui s'appuie sur des analogies avec le mouvement de « tank trading » des vésicules, se trouvent dans la référence [7]. Des solutions cohérentes pour

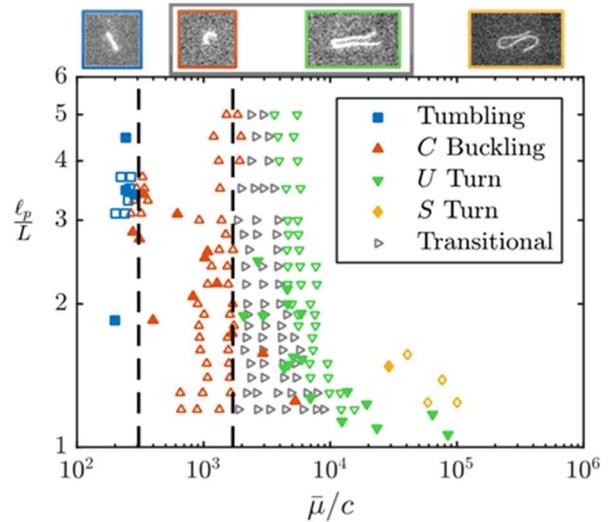


Figure 5. Diagramme de phase représentant les différentes dynamiques en fonction de l'effet brownien l_p/L et du nombre élasto-visqueux $\bar{\mu}/c$. Les fluctuations de forme browniennes deviennent de plus en plus importantes pour des l_p/L décroissants (d'après [7]).

ce modèle ne peuvent être obtenues qu'au-dessus d'un nombre élasto-visqueux critique. Ce critère fournit un seuil d'environ 1700, en dessous duquel la forme en « J » cesse d'exister. Cette prédiction théorique est représentée par la ligne pointillée dans le diagramme de phase de la Figure 5 et coïncide parfaitement avec le début du régime transitoire dans les simulations et les expériences.

Le diagramme de phase (Fig. 5) montre clairement que les fluctuations thermiques ne modifient pas de manière significative les seuils d'instabilité, mais entraînent au contraire un léger brouillage des transitions [12]. Près de la transition, on peut observer à la fois une rotation et un flambage en « C » ou un flambage en « C » et un « U », comme l'indiquent les symboles \triangleright .

2.5 Conclusion

La description complète des transitions entre les différentes morphologies donne accès à la dynamique microscopique des filaments browniens dans les écoulements de cisaillement en fonction de paramètres de contrôle pertinents. On peut ainsi obtenir des informations précises sur la conformation et la dynamique ainsi que, par exemple, l'énergie élastique stockée par le filament. Comme la dynamique microscopique est à l'origine des propriétés macroscopiques des suspensions diluées de filaments browniens, leur caractérisation est une première étape pour établir le lien entre ces deux propriétés.

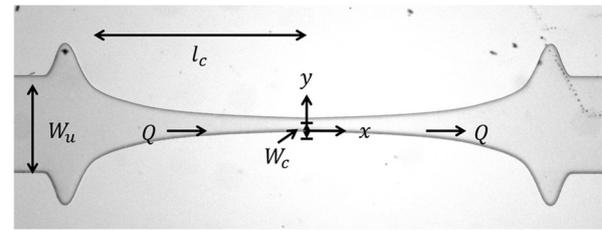
3. Filaments browniens dans des écoulements compressifs

3.1 Dispositif expérimental

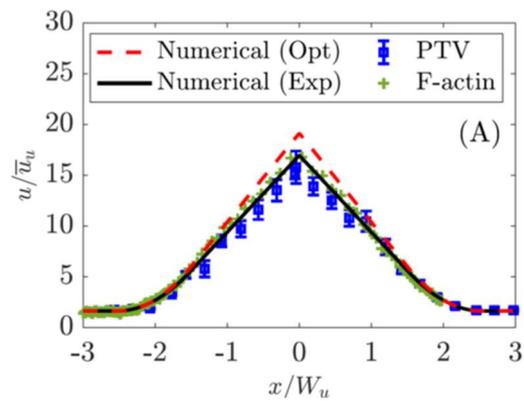
Les écoulements élongationnels sont généralement des écoulements hyperboliques qui peuvent être produits dans des canaux microfluidiques en utilisant des géométries de « cross-slot ». Les inconvénients de telles géométries sont que seule une petite région avec un taux de déformation constant est obtenue et qu'il est difficile de maintenir l'objet étudié au point de stagnation. Ici, nous avons choisi une approche différente, dans le but d'observer les filaments d'actine transportés dans des écoulements avec une vitesse de déformation constante pendant de longs temps de séjour.

Dans cette optique, un algorithme numérique a été utilisé [13] pour optimiser une géométrie d'écoulement microfluidique consistant en un écoulement convergent et divergent, comme on peut le voir sur la Figure 6 [6]. Trois points importants doivent être pris en compte pour l'optimisation de la géométrie de l'écoulement. Premièrement, dans la géométrie confinée d'un microcanal typique, la condition de vitesse nulle au niveau des parois du canal modifie fortement l'écoulement à l'intérieur de celui-ci. Deuxièmement, pour un canal de hauteur constante, le rapport d'aspect change constamment, modifiant le profil d'écoulement tridimensionnel et, troisièmement, une transition en douceur entre le canal droit et le canal convergent ou divergent doit être assurée pour éviter des pics de vitesse de déformation qui pourraient endommager les objets transportés. Pour ces raisons, la géométrie optimisée (illustrée sur la Figure 6) qui conduit à une vitesse de déformation constante sur la ligne centrale du canal n'est pas un simple canal hyperbolique.

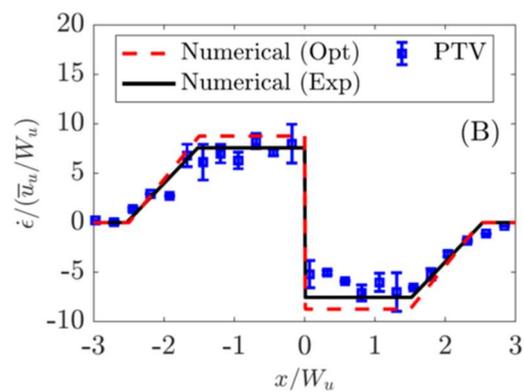
La Figure 6 montre également le profil de vitesse prévu par l'algorithme d'optimisation (en pointillé) et le profil de vitesse calculé pour les dimensions réelles du canal expérimental (en trait plein). En raison d'imperfections dans la fabrication des canaux, de petites déviations se produisent, ce qui conduit à une géométrie légèrement différente et donc à un profil de vitesse légèrement différent. Néanmoins, des taux d'extension et de compression raisonnablement constants sont obtenus dans le dispositif expérimental. On observe également une transition en douceur entre le taux d'extension nul et le taux d'extension constant. Les symboles montrent les mesures expérimentales d'écoulement obtenues par PIV, qui sont en bon accord avec les calculs théoriques. Le suivi des filaments d'actine transportés dans cette géométrie conduit à des résultats similaires



(a)



(b)



(c)

Figure 6. Canal hyperbolique. (a) canal microfluidique, de hauteur $H = 100 \pm 5 \mu\text{m}$, largeur minimale $W_c = 100 \pm 5 \mu\text{m}$, et largeur du canal droit $W_u = 800 \pm 10 \mu\text{m}$. (b) Vitesse et (c) taux de compression normalisés des expériences et des simulations numériques.

montrant que la présence du filament ne modifie pas le profil d'écoulement de manière significative. Il est à noter que la première moitié du canal correspond à un écoulement en extension et la seconde moitié à un écoulement en compression.

Un taux de déformation constant n'est obtenu que sur la ligne centrale du canal et nous utilisons un dispositif de focalisation de l'écoulement loin en amont de la constriction pour guider les filaments vers la ligne centrale.

Comme pour l'observation des filaments d'actine transportés dans la cellule de Hele-Shaw verticale, il est à nouveau nécessaire de suivre le filament d'actine lorsqu'il est transporté dans le canal convergent et divergent. La programmation de la platine du

microscope pour suivre le filament transporté est beaucoup plus difficile dans le cas présent, car il faut suivre une particule transportée dans un écoulement dont la vitesse augmente de façon linéaire. L'objectif est de s'assurer que le filament reste dans le champ de vision de la caméra et que son image reste nette malgré le long temps d'exposition nécessaire pour obtenir une intensité lumineuse suffisante. Il faut de plus tenir compte de contraintes liées au matériel et d'une fréquence de commande limitée.

Plus de détails sur le dispositif expérimental et la méthode d'observation se trouvent dans la référence [20].

3.2 Simulations numériques

Des simulations numériques sont à nouveau effectuées selon la méthode décrite précédemment, à la différence qu'ici la théorie du corps élastique local s'est avérée suffisante pour décrire la dynamique observée. Comme précédemment, un écoulement bidimensionnel est utilisé comme écoulement de fond, correspondant à la vitesse de déformation constante des expériences, mais les déformations du filament hors du plan sont ici permises.

3.3 Dynamique et morphologies

La dynamique typique des filaments dans les expériences est illustrée à la Figure 7 pour des valeurs croissantes du nombre élasto-visqueux $\bar{\mu}$, maintenant défini en utilisant le taux de compression $\dot{\epsilon}$. Nous nous concentrons ici sur la dynamique dans la partie divergente du canal hyperbolique microfluidique (Fig. 6) où se produit la compression à un taux de compression constant, la partie convergente servant principalement à aligner et à pré-étirer les filaments avant le début des mesures. Lorsque les filaments entrent dans la région de compression, ils sont en effet principalement droits car les fluctuations thermiques de forme ont été largement supprimées par l'écoulement visqueux. Les photos prises pendant le transport du filament montrent l'augmentation des déformations, avec des morphologies émergentes distinctes pour des nombres élasto-visqueux croissants. Dans les écoulements relativement faibles, les déformations sont principalement planes et ressemblent à celles observées dans des études antérieures sur les écoulements au point de stagnation et en cisaillement. Au fur et à mesure de l'augmentation de $\bar{\mu}$, des formes plus complexes apparaissent, qui sont entièrement tridimensionnelles, comme le montre le flou de certaines parties des filaments dans les images expérimentales, en raison de déformations hors du plan focal. Un autre indicateur de la tridimensionnalité est la présence de coudes apparents (flèches

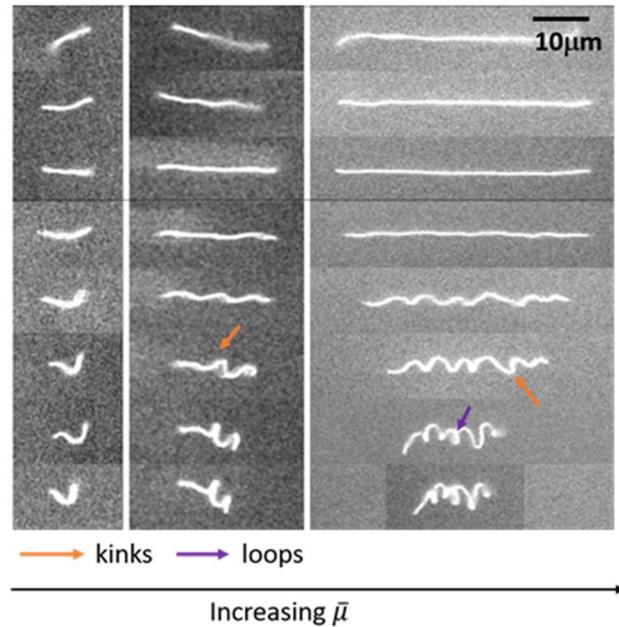


Figure 7. Morphologies de filaments d'actine dans des écoulements compressifs pour des nombres élasto-visqueux $\bar{\mu}$ croissants. Le temps va de haut en bas.

claires) dans les images 2D, qui doivent résulter de la projection de formes 3D. Dans certains cas, des boucles (flèche sombre) peuvent être observées et font fortement penser à des formes hélicoïdales.

Ceci est confirmé par des projections simulées de filaments dans le plan de coupe transversal, où ces boucles sont maintenant clairement visibles (non montrées ici). Le nombre de boucles le long du filament augmente avec $\bar{\mu}$ à mesure que des modes de flambage instables plus élevés sont excités. Les structures hélicoïdales émergentes n'ont pas de chiralité préférée, comme on peut s'y attendre en raison de la symétrie et, dans certains cas, des inversions de la chiralité se produisent lors de perversions topologiques le long du contour. Lorsque le filament est transporté en aval, l'hélice est encore comprimée par l'écoulement jusqu'à ce qu'elle sorte de la région de compression où elle se détend.

L'observation de ces structures hélicoïdales tridimensionnelles est à première vue surprenante, car on pourrait naïvement penser que, dans ce cas également, des formes de flambage comparables à celles observées dans les écoulements en cisaillement résulteraient de la compression visqueuse [14]. En plus des instabilités mécaniques de tiges élastiques sous compression, on sait qu'un couple doit être appliqué pour obtenir des structures hélicoïdales. Les filaments d'actine transportés dans des écoulements visqueux ont des extrémités libres, avec une force et un couple nuls comme condition limite. Dans la section suivante, nous discutons d'une analyse de

stabilité linéaire pour élucider le mécanisme à l'origine de la formation de l'hélice.

3.4 Analyse de stabilité linéaire

La Figure 8 montre le taux de croissance des modes planaires à partir de l'analyse de stabilité linéaire. En cas d'écoulement très faible, tous les modes sont stables, avec des taux de croissance négatifs. Lorsque le nombre élasto-visqueux augmente, une bifurcation supercritique se produit, donnant lieu à l'instabilité de flambage. En accord avec les analyses en 2D précédentes [3, 15], le premier seuil de flambement est approximativement de 153,2, avec une forme de mode uniforme ressemblant à la forme en C typique du flambement d'Euler, comme observé sous un écoulement de cisaillement. À des valeurs encore plus élevées de $\bar{\mu}$, les modes de flambement d'ordre supérieur avec des nombres d'ondes plus importants sont excités et peuvent devenir instables, ce qui conduit au spectre des valeurs propres complexes de la Figure 8. Trois caractéristiques essentielles ressortent : (i) pour les grands nombres élasto-visqueux, les deux premières valeurs propres dominent le spectre et les modes propres correspondants sont censés dicter les morphologies émergentes ; (ii) ces deux modes propres dominants se présentent toujours par couples impaires-paires ; (iii) la différence de taux de croissance entre ces deux modes dominants devient négligeable dans les forts écoulements.

Nous sommes maintenant en mesure d'expliquer l'émergence des formes hélicoïdales. Dans un écoulement fort, les modes propres instables sont planaires mais peuvent se développer et croître dans tout plan contenant l'axe de l'écoulement. En outre, les modes dominants se présentent toujours par couples impair-pair, avec des taux de croissance presque identiques. Lorsqu'un filament droit est perturbé, il y a donc une forte probabilité que les deux modes se développent simultanément. La superposition de deux modes planaires impairs et pairs adjacents, tels que ceux illustrés à la Figure 8, et la croissance dans des plans différents produisent une conformation tridimensionnelle enroulée qui ressemble à une hélice et continue de croître en tant que telle, les deux modes interagissant en conséquence de non-linéarités géométriques.

3.5 Résumé

L'analyse de la stabilité linéaire indique un mécanisme générique menant à la formation de structures hélicoïdales qui ne nécessitent qu'une compression suffisamment forte et un long temps de séjour pour se former. Cette instabilité a été largement

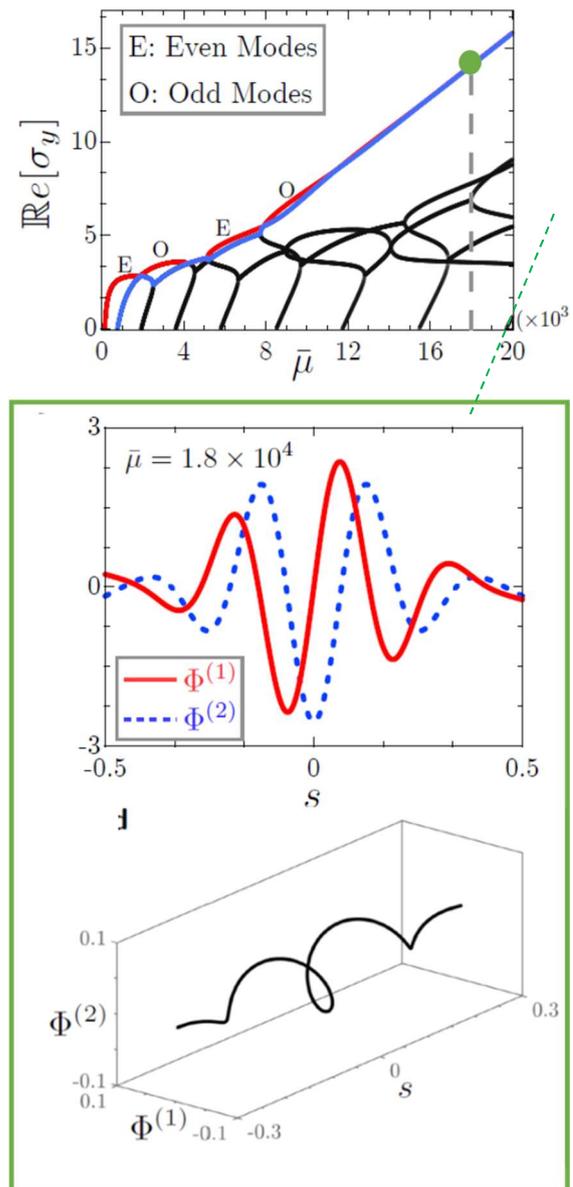


Figure 8. Taux de croissance des modes propres planaires instables tracés en fonction du nombre élasto-visqueux. À mesure que $\bar{\mu}$ augmente, les modes supplémentaires deviennent instables. Les deux valeurs propres dominantes sont tracées en continu et tireté, et étiquetées comme paires (E) ou impaires (O).

négligée car la plupart des analyses théoriques ont été menées en deux dimensions et seules de rares expériences soumettent les filaments flexibles à des compressions suffisamment fortes sur de longues durées.

Là encore, les détails des formes obtenues peuvent être caractérisés en fonction de $\bar{\mu}$ [8] et servent d'incrément de base pour comprendre les propriétés macroscopiques de suspensions dans les écoulements élongationnels ou de compression.

4. Conclusion

Nous avons étudié la dynamique microscopique et les transitions morphologiques des filaments browniens dans des écoulements visqueux, en utilisant des expériences de microfluidique avec des filaments d'actine marqués par fluorescence et des approches numériques et théoriques.

Nous avons entièrement caractérisé les transitions successives se produisant avec un nombre élasto-visqueux croissant (le principal paramètre de contrôle du problème), dans les écoulements de cisaillement et de compression. Nous avons montré que les fluctuations browniennes jouent un rôle mineur et sont principalement traduites par une interférence des transitions. Nous avons pleinement caractérisé les différentes morphologies et la dynamique microscopique dans ces deux types d'écoulement fondamentaux.

Il est intéressant de noter que des comportements très différents sont observés dans les écoulements de cisaillement et de compression. Comme prévu, les dynamiques dans les écoulements en cisaillement sont une combinaison de rotation et de déformations périodiques. Dans les écoulements de compression, où l'on aurait pu s'attendre à une réponse plus simple du filament élastique, ressemblant aux formes transitoires observées sous cisaillement, une morphologie très différente émerge et la formation d'hélices tridimensionnelles est observée.

Ces observations microscopiques sont à l'origine des propriétés macroscopiques des suspensions diluées de filaments browniens et leur caractérisation complète est une première étape dans l'établissement de ce lien important. Les différentes dynamiques observées pourraient indiquer un comportement très différent dans les écoulements en cisaillement ou en compression, par analogie avec le comportement très différent des solutions diluées de polymères flexibles sous cisaillement ou extension.

Remerciements

Je remercie les étudiants qui ont travaillé sur les projets présentés dans cette revue : Yanan Liu qui a effectué les expériences sur les filaments d'actine sous écoulement au PMMH à l'ESPCI, Brato Chakrabarti qui a réalisé la modalisation numérique et analytique des transitions morphologiques des filaments browniens sous écoulement à l'UCSD, USA et Konstantinos Zografos qui a effectué l'optimisation des canaux hyperboliques à l'Université Strathclyde, UK. Je remercie également mes collègues avec qui nous avons encadré ces travaux, Olivia du Roure (PMMH-ESPCI), D. Saintillan (UCSD) et Monica

Oliveira (Strathclyde). J'ai pris grand plaisir à cette collaboration et je suis très reconnaissante pour toutes les discussions scientifiques ainsi que tous les bons moments que nous avons passés ensemble. Je remercie enfin Yanan Liu et Konstantinos Zografos pour leur aide dans la préparation des figures.

References

- [1] O. du Roure, A. Lindner, E. Nazockdat, M. Shelley, Dynamics of flexible fibers in viscous flows and fluids, *Annu. Rev. Fluid Mech.*, 51, 539-72 (2019).
- [2] C.M. Schroeder, Single polymer dynamics for molecular rheology, *J. Rheol.*, 62, 371-403 (2018).
- [3] Y.-N. Young, M.J. Shelley, Stretch-coil transition and transport of fibers in cellular flows, *Phys. Rev. Lett.*, 99, 058303 (2007).
- [4] A.-K. Tornberg, M.J. Shelley, Simulating the dynamics and interactions of flexible fibers in Stokes flows, *J. Comput. Phys.*, 196, 8-40 (2004).
- [5] R.B. Bird, R.C. Armstrong, O. Hassager, C.F. Curtiss, *Dynamics of Polymeric Liquids*, Vol. 1, Wiley, New York (1977).
- [6] Y. Liu, K. Zografos, J. Fidalgo, C. Duchene, C. Quintard, T. Darnige, V. Filipe, S. Huille, O. du Roure, M. Oliveira, A. Lindner, Optimized hyperbolic microchannels for the mechanical characterization of bio-particles, in preparation.
- [7] Y. Liu, B. Chakrabarti, D. Saintillan, A. Lindner, O. du Roure, Tumbling, buckling, snaking: Morphological transitions of elastic filaments in shear flow, *Proc. Natl. Acad. Sci. USA*, 115, 9438-9443 (2018).
- [8] B. Chakrabarti, Y. Liu, J. LaGrone, R. Cortez, L. du Roure, D. Saintillan, A. Lindner, Flexible filaments buckle into helicoidal shapes in strong compressional flows, *Nature Phys.*, (2020).
- [9] O. Forgacs, S. Mason, Particle motions in sheared suspensions: X. Orbits of flexible threadlike particles, *J. Colloid. Sci.*, 14, 473-491 (1959).
- [10] M. Harasim, B. Wunderlich, O. Peleg, M. Kröger, A.R. Bausch, Direct observation of the dynamics of semiflexible polymers in shear flow, *Phys. Rev. Lett.*, 110, 108302 (2013).
- [11] L.E. Becker, M.J. Shelley, Instability of elastic filaments in shear flow yields first normal-stress differences, *Phys. Rev. Lett.*, 87, 198301 (2001).
- [12] H. Manikantan, D. Saintillan, Subdiffusive transport of fluctuating elastic filaments in cellular flows, *Phys. Fluids*, 25, 073603 (2013).
- [13] K. Zografos, S.J. Haward, M.S.N. Oliveira, Optimised multi-stream microfluidic designs for controlled extensional deformation, *Microfluid. Nanofluid.*, 23, 131 (2019).
- [14] V. Kantsler, R.E. Goldstein, Fluctuations, dynamics, and the stretch-coil transition of single actin filaments in extensional flows, *Phys. Rev. Lett.*, 108, 038103 (2012).

[15] N. Quennouz, M. Shelley, O. du Roure, A. Lindner, Transport and buckling dynamics of an elastic fiber in a viscous cellular flow, *J. Fluid Mech.*, 769, 387402 (2015).

[16] B. Chakrabarti, Y. Liu, O. du Roure, A. Lindner, D. Saintillan, Signatures of elastoviscous buckling in the dilute rheology of stiff polymers, in preparation.

[Abridged English version]

Morphological transitions of flexible fibers in viscous flows

Here we present the individual dynamics of flexible and Brownian filaments under shear and compression. We use actin filaments as a model system and observe their dynamics in microfluidic flow geometries using fluorescent labeling techniques and microscopic tracking methods. Under shear we characterize successive transitions from tumbling to buckling and finally snake turns as a function of an elasto-viscous number. Under compression we reveal the formation of three dimensional helicoidal structures and characterize their formation. Finally, we attempt at linking the microscopic observations to the macroscopic suspension properties.

Importance des interactions fibre/matrice dans le comportement rhéologique des composites renforcés de fibres lignocellulosiques

L. Lemkhanter¹, P. Lemaitre², B. Goffin², R. Castellani³, B. Vergnes³ et F. Berzin¹

¹ *Université de Reims Champagne Ardenne, INRAE, FARE, UMR A614, 2 esplanade Roland Garros, BP224, 51686 Reims Cedex*

² *CERTECH, Rue Jules Bordet, 7180 Seneffe, Belgique*

³ *MINES ParisTech, PSL Research University, CEMEF, UMR 7635, CS10207, 06904 Sophia Antipolis Cedex*

Résumé : Les composites à matrice thermoplastique renforcés par des fibres lignocellulosiques se développent en raison du caractère renouvelable de ces fibres et de leur faible densité, ce qui permet d'obtenir des matériaux à la fois légers et résistants. La compréhension du comportement rhéologique de ces composites est un point important pour la maîtrise de leurs procédés de fabrication, que ce soit en extrusion ou en injection. Dans cet article, nous montrons que, pour une matrice donnée, le type de fibre utilisé impacte le comportement rhéologique. De même, pour une fibre donnée, le type de matrice, et principalement sa polarité, joue aussi un rôle significatif. Ces différences de comportement s'expliquent par les différentes interactions entre les composants des fibres lignocellulosiques et les matrices considérées.

Mots-clé : Composites, Fibres lignocellulosiques, Interactions, Polarité.

[Abridged English version on last page]

1. Introduction

Les composites thermoplastiques renforcés de fibres de carbone ou de verre sont utilisés depuis longtemps dans l'industrie, pour des applications dans l'automobile, le sport, l'aéronautique et d'autres domaines. Cependant, la nécessité de limiter les émissions de gaz à effet de serre en réduisant le poids des véhicules et les tendances actuelles vers une industrie plus « verte » ont conduit au développement récent de composites à base de fibres naturelles [1]. En effet, ces fibres sont légères, peu chères, ont des propriétés mécaniques intéressantes, et sont issues de ressources renouvelables. Elles apparaissent donc comme des candidats potentiels intéressants pour la préparation de composites à matrice thermoplastique.

Différents types de composites peuvent être préparés avec des fibres naturelles. Pour les filaments continus et les fibres longues, l'imprégnation, la stratification, la pultrusion et le moulage par compression sont couramment utilisés. Cependant, ces techniques sont principalement rencontrées dans le cas des matrices thermodurcissables. Pour les fibres courtes et les matrices thermoplastiques, le procédé préféré est le mélange à l'état fondu, c'est-à-dire l'extrusion et le moulage par injection. Dans un premier temps, les fibres sont mélangées à la matrice polymère,

généralement à l'aide d'une extrudeuse biveuse, afin d'obtenir des granulés composites. Dans un deuxième temps, ces granulés sont injectés, parfois thermoformés, pour obtenir une forme définitive. La connaissance du comportement rhéologique de ces matériaux composites est un point clé pour la maîtrise de ces procédés de fabrication.

Les fibres lignocellulosiques se composent essentiellement de cellulose, d'hémicellulose et de lignine [2]. La cellulose est le composant principal, responsable des propriétés mécaniques des fibres. L'hémicellulose, la lignine et la pectine sont le « ciment » qui associe les fibres en faisceaux. La composition varie en fonction de différents facteurs, tels que l'origine végétale, l'âge, le climat, la technique d'extraction [3].

Dans cet article, nous nous intéressons au comportement rhéologique de deux matrices de polarité différente, renforcées par deux types de fibres lignocellulosiques. Nous montrons que, pour des matrices de viscosité semblable, les composites peuvent se comporter différemment, en raison des interactions particulières entre fibres et matrices.

2. Matériaux et méthodes

2.1 Fibres

Nous avons utilisé deux types de fibres courtes, du chanvre et du lin, fournies par FRD (Fibres Recherche Développement, Troyes). Leurs dimensions initiales sont indiquées Table 1 et leur composition Table 2.

Fibre	Longueur (mm)	Diamètre (μm)	Rapport de forme (-)
Lin	3,89	70	43
Chanvre	2,02	77	18

Table 1. Dimensions initiales des fibres utilisées.

Fibre	Cellulose (%)	Hemicellulose (%)	Lignine (%)
Lin	74,1	11,2	5,7
Chanvre	76,9	11,2	5,1

Table 2. Composition en masse des fibres utilisées.

2.2 Matrices

Nous avons choisi deux matrices de polarité différente mais de viscosité voisine. La première est un polypropylène (PP) homopolymère (Polychim Industries, Mardick), d'indice de fluidité 12 g/10 min (230°C, 2,16 kg) et de masse volumique 0,904 g/cm³. Pour améliorer la compatibilité de ce polymère hydrophobe avec les fibres hydrophiles, on lui a rajouté un polypropylène greffé anhydride maléique (PP-g-MA) (Orevac CA100, Arkema), avec un ratio PP-g-MA/fibres de 1/10 en masse. La deuxième matrice est un polybutylène succinate (PBS) fourni par NaturePlast, avec un indice de fluidité de 5 g/10 min (190°C, 2,16 kg) et une masse volumique de 1,26

g/cm³. Comme le montre la Figure 1, il a été choisi pour avoir une viscosité proche de celle du mélange PP/PP-g-MA à 180°C. Les deux matrices suivent des lois de Carreau-Yasuda, avec des viscosités limites de 3100 Pa.s pour le PBS et 4500 Pa.s pour le PP/PP-g-MA.

2.3 Préparation des composites

Les différents composites ont été préparés sur une extrudeuse bivis de laboratoire, avec des teneurs en fibres de 10 et 20% en poids. Les fibres ont été introduites après la fusion de la matrice, afin de limiter leur dégradation. On sait toutefois que celle-ci est importante dans ces conditions [4] et il est donc nécessaire de mesurer les dimensions finales des fibres dans les composites. Pour cela, les matrices sont dissoutes (dans le xylène pour le PP/PP-g-MA et le dichlorométhane pour le PBS), puis les fibres sont analysées à l'aide d'un scanner haute résolution (Epson Perfection V550) et d'un logiciel d'analyse d'image (ImageJ) [5]. On mesure ainsi, sur plusieurs centaines de fibres, les distributions de longueur, de diamètre et de rapport de forme, à partir desquelles on calcule ensuite des valeurs moyennes en nombre et en poids. Par la suite, on se focalisera sur les valeurs moyennes en poids, qui donnent plus d'importance aux fibres longues.

2.4 Caractérisation rhéologique

Les différents échantillons obtenus par compression (rayon 25 mm, épaisseur 2 mm) ont été caractérisés en petites déformations sur un rhéomètre plan-plan (Ares, TA Instruments). Après détermination du domaine linéaire et vérification de la stabilité thermique, des balayages en fréquence ont été réalisés entre 0,1 et 100 rad/s, à des températures de 180, 190 et 200°C pour le PP/PP-g-MA et 140, 160 et 180°C pour le PBS.

3. Résultats

3.1 Dimension des fibres dans les composites

Comme attendu, les fibres de lin et de chanvre subissent une casse sévère pendant le procédé d'extrusion. La Table 3 présente les dimensions mesurées sur les échantillons extrudés. On constate tout d'abord que, dans des conditions d'extrusion identiques, le PBS induit une casse plus importante que le PP/PP-g-MA, aussi bien pour la longueur que pour le diamètre [6]. Les rapports de forme sont aussi plus faibles avec la matrice PBS. On constate également que, quelle que soit la matrice, les fibres de chanvre sont plus courtes que celles de lin, et avec un facteur de forme inférieur. Le fait que les dimensions finales soient différentes

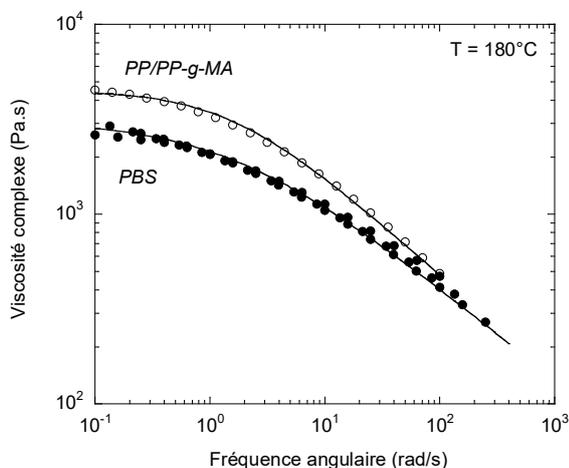


Figure 1. Viscosité complexe des deux matrices à 180°C.

suivant la fibre et la matrice, alors que les viscosités des matrices sont proches, laisse à penser que les interactions physicochimiques entre fibres et matrices sont également différentes.

Composite	Longueur (mm)	Diamètre (μm)	Facteur de forme (-)
PP/Lin	1,60	57	22
PP/Chanvre	1,27	71	15
PBS/Lin	0,72	36	9
PBS/Chanvre	0,49	36	6

Table 3. Dimension des fibres dans les composites.

3.2 Influence du type de fibre sur le comportement rhéologique

3.2.1 Composites à matrice PP/PP-g-MA

La Figure 2 présente les courbes de viscosité complexe de la matrice PP/PP-g-MA et des composites à base de lin et de chanvre.

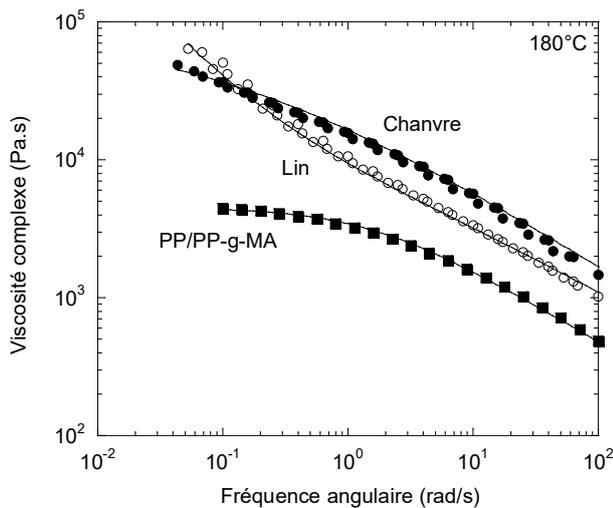


Figure 2. Viscosité complexe à 180°C de la matrices PP/PPg-MA et de ses composites à base de lin (\circ) et de chanvre (\bullet). Les lignes continues sont les lissages par des lois de Carreau-Yasuda.

Les viscosités sont bien entendues plus élevées pour les composites, mais les comportements sont différents pour les deux fibres. Le chanvre montre un comportement semblable à celui de la matrice, alors que le lin présente un seuil d'écoulement, que traduit la remontée de viscosité à basse fréquence [7]. Ce type de comportement a déjà été rapporté dans la bibliographie pour des composites à fibres lignocellulosiques avec une teneur en fibre de l'ordre de 20 à 30 % en poids [8-10]. Il est dû aux interactions entre fibres, qui sont plus marquées pour le lin en raison

d'un facteur de forme plus important (22 au lieu de 15). Le fait que le composite à base de chanvre soit plus visqueux à haute fréquence que celui à base de lin peut traduire une affinité préférentielle avec la matrice, peut-être due à une teneur plus élevée en cellulose.

L'effet de la teneur en fibres est montré Figure 3. Une augmentation de 10 à 20 % en poids se traduit par une augmentation de viscosité, sans pour autant affecter son évolution globale. Ces résultats confirment la différence de comportement entre le lin et le chanvre.

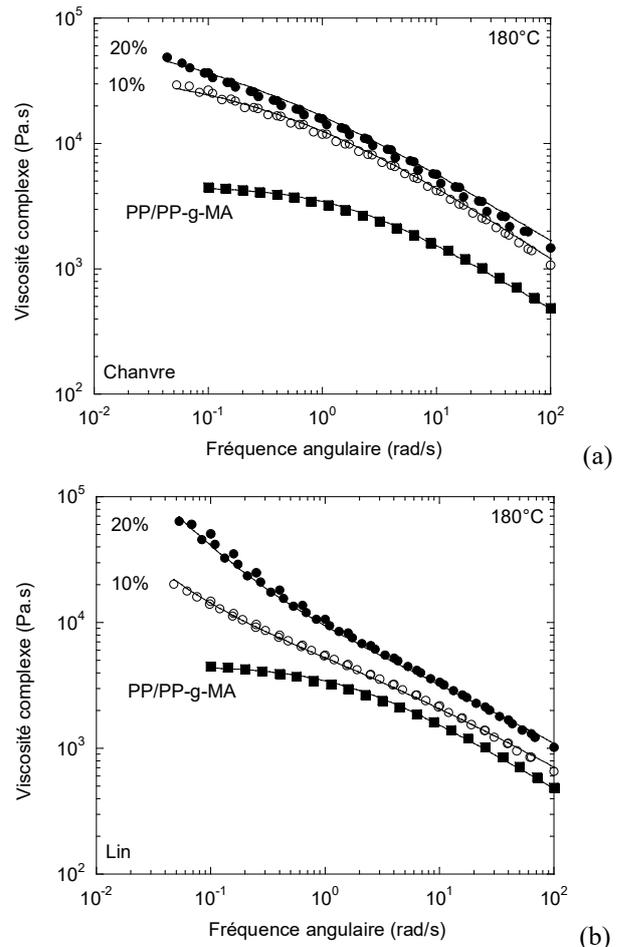


Figure 3. Effet du taux de fibres sur la viscosité complexe à 180°C de la matrices PP/PPg-MA et de ses composites à base de chanvre (a) et de lin (b). Les lignes continues sont les lissages par des lois de Carreau-Yasuda.

3.2.2 Composites à matrice PBS

La Figure 4 présente les courbes de viscosité des composites à base de PBS. Ici, les deux fibres ont des comportements similaires, avec toutefois un seuil plus élevé pour le lin. Le composite à base de lin est ici plus visqueux que celui à base de chanvre sur toute la gamme de fréquence. Cela montre clairement que les interactions entre PBS, lin et chanvre sont différentes de celles avec le PP/PP-g-MA.

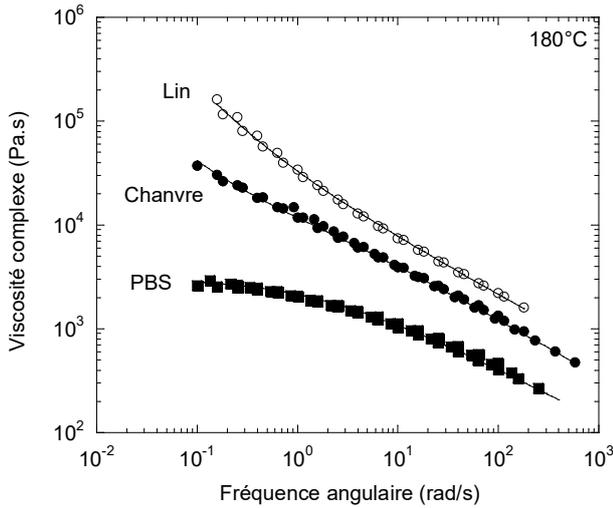


Figure 4. Viscosité complexe à 180°C de la matrices PBS et de ses composites à base de lin (○) et de chanvre (●). Les lignes continues sont les lissages par des lois de Carreau-Yasuda.

3.3 Influence du type de matrice sur le comportement rhéologique

Nous allons maintenant étudier le rôle de la matrice pour une fibre donnée. Rappelons toutefois que les dimensions des fibres ne sont pas identiques, puisque la matrice PBS provoque des casses plus importantes lors de l'extrusion (voir Table 3).

3.3.1 Composites à base de chanvre

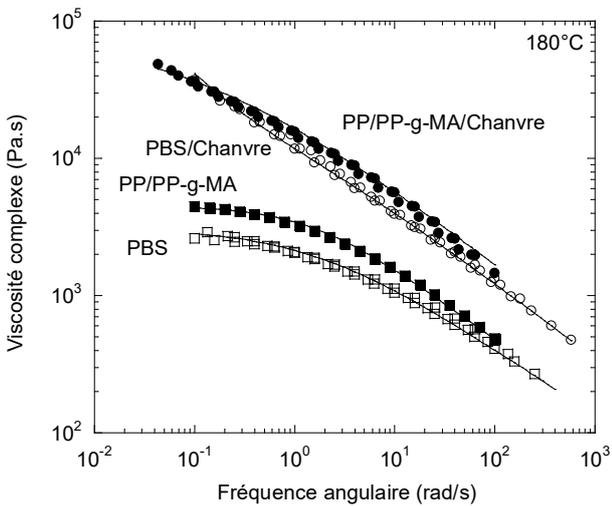


Figure 5. Viscosité complexe à 180°C des matrices PBS (□) et PP/PPg-MA (■) et de leurs composites à base de chanvre. Les lignes continues sont les lissages par des lois de Carreau-Yasuda.

La Figure 5 montre que les deux composites à base de chanvre ont des viscosités très proches. Celui à matrice PBS présente toutefois un comportement un peu différent dans la mesure où apparaît un faible

seuil d'écoulement, traduisant des interactions plus marquées avec la matrice. Ceci est d'autant plus remarquable que les fibres de chanvre dans la matrice PBS sont beaucoup plus courtes que celles dans la matrice PP/PP-g-MA (0,49 pour 1,27 mm) et ont un facteur de forme plus faible (6 pour 15).

3.3.2 Composites à base de lin

Les résultats des composites à base de lin sont présentés Figure 6. Cette fois-ci, le composite à matrice PBS est beaucoup plus visqueux que celui à matrice PP/PP-g-MA (environ d'un facteur trois), alors que la matrice est légèrement plus fluide et que les fibres sont là aussi plus courtes (0,72 mm pour 1,60 mm) et moins élancées (9 pour 22 comme facteur de forme). Ce comportement très particulier ne peut s'expliquer que par des interactions beaucoup plus marquées entre le lin et le PBS. Dans la bibliographie, seules quelques études rapportent une hausse de la viscosité d'un composite polyéthylène / sciure de bois en présence de polyéthylène greffé anhydride maléique, attribuée à des interactions charge/matrice largement améliorées [11, 12].

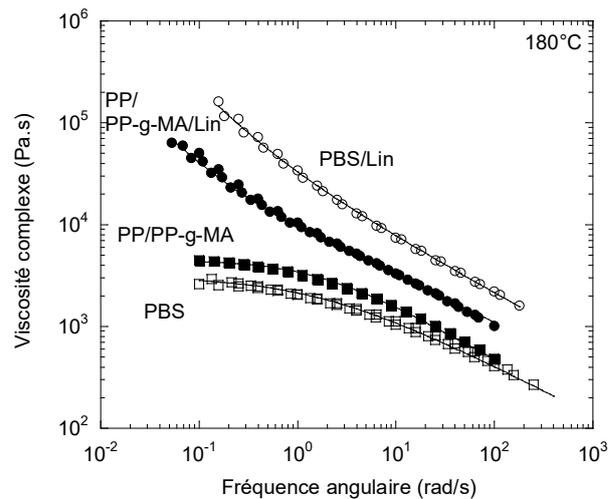


Figure 6. Viscosité complexe à 180°C des matrices PBS (□) et PP/PPg-MA (■) et de leurs composites à base de lin. Les lignes continues sont les lissages par des lois de Carreau-Yasuda.

Comme on peut le voir sur les Figures 1 à 6, toutes les courbes de viscosité peuvent être parfaitement ajustées par des lois de Carreau-Yasuda à seuil [7] :

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

où ω est la fréquence, σ_0 le seuil d'écoulement, η_0 la viscosité limite, λ le temps caractéristique, a le paramètre de Yasuda et n l'indice de la loi puissance.

a_T est le facteur de glissement, défini par une loi d'Arrhenius :

$$a_T = \exp \left[\frac{E}{R} \left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_0} \right) \right] \quad (2)$$

où E est l'énergie d'activation et T_0 la température de référence. A titre d'information, les paramètres des lois de comportement des différents composites sont donnés en Annexe.

4. Discussion

La viscosité complexe d'un composite thermo-plastique renforcé de fibres lignocellulosiques dépend de nombreux facteurs : la viscosité de la matrice, le taux de fibres, les dimensions de celles-ci, leur état de dispersion et éventuellement leur orientation, les interactions entre fibres et les interactions fibre/matrice. En comparant deux matrices, de polarité différente, et deux types de fibres, de nature différente, nous avons voulu mettre en évidence le rôle important joué par les interactions fibre/matrice. Les résultats que nous venons de présenter ne peuvent s'interpréter que par des interactions différentes entre le lin, le chanvre, le PBS et le PP/PP-g-MA. De plus, en fonction du classement des courbes, on peut dire que les interactions fibre/PBS sont plus fortes que celles fibre/PP/PP-g-MA et que les interactions lin/matrice sont plus fortes que celles chanvre/matrice. Ces interactions sont vraisemblablement dues à des liaisons hydrogène entre les groupes ester du PBS, les groupes anhydride maléique du PP-g-MA et les groupes hydroxyles de la cellulose.

Ces interactions mises en évidence à l'état fondu se retrouvent à l'état solide. Nous avons montré que, comparativement à celui des matrices, le module de Young des composites était augmenté de manière plus significative pour la matrice PBS (+ 210-230%, par rapport à + 130-160% pour le PP). Quelle que soit la matrice, il était également plus important pour les composites à base de lin que pour ceux à base de chanvre [6]. Enfin, des mesures de force entre une pointe AFM recouverte de nanocristaux de cellulose et des surfaces planes de PP, PP/PP-g-MA et PBS ont confirmé une adhésion préférentielle avec le PBS, suivi par le PP/PP-g-MA et le PP [6].

5. Conclusion

Nous avons montré l'importance des interactions fibre/matrice dans le comportement rhéologique de composites à base de fibres lignocellulosiques. Pour des matrices de viscosité semblable, à côté de la

morphologie des fibres, la nature de celles-ci et la polarité de la matrice jouent des rôles importants. Les interactions de type liaison hydrogène qui peuvent se créer entre des groupes réactifs de la matrice et les groupes hydroxyles de la cellulose constituant les fibres entraînent une hausse significative de la viscosité. L'influence de la nature des fibres peut s'expliquer par des variations de composition physicochimique, mais aussi par des flexibilités différentes, se traduisant par des comportements différents en écoulement.

Remerciements

Une partie de ce travail a été réalisée dans le cadre du programme INTERREG Composens, financé par le fond européen FEDER, la Wallonie (Belgique), la région Grand Est et le département des Ardennes.

Références

- [1] Berzin F., *Composites polymères et fibres lignocellulosiques. Propriétés, transformation et caractérisation*, Lavoisier Hermès, Paris (2017).
- [2] Kozłowski R.M., Muzyczek M., *Natural Fibers: Properties, Mechanical Behavior, Functionalization and Applications*, Nova Science, Hauppauge, NY (2017).
- [3] Summerscale J., Dissanayake N.P.J., Virk A.S., Hall W., A review of bast fibres and their composites. Part 1 - Fibres as reinforcements, *Comp. Part A*, 41, 1329-1335 (2010).
- [4] Berzin F., Beaugrand J., Dobosz S., Budtova T., Vergnes B., Lignocellulosic fiber breakage in a molten polymer. Part 3. Modelling of the dimensional evolution of the fibers during compounding by twin screw extrusion, *Comp. Part A*, 101, 422-431 (2017).
- [5] Di Giuseppe E., Castellani R., Dobosz S., Malvestio J., Berzin F., Beaugrand J., Delisée C., Vergnes B., Budtova T., Reliability evaluation of automated analysis, 2D scanner, and micro-tomography methods for measuring fiber dimensions in polymer-lignocellulosic fiber composites, *Comp. Part A*, 90, 320-329 (2016).
- [6] Berzin F., Lemkhanter L., Marcuello-Angles C., Molinari M., Chabbert B., Aguié V., Castellani R., Vergnes B., Influence of the polarity of the matrix on the breakage mechanisms of lignocellulosic fibers during twin-screw extrusion, *Polym. Comp.*, sous presse (2019).
- [7] Vergnes B., The use of apparent yield stress to characterize exfoliation in polymer nanocomposites, *Intern. Polym. Proc.*, 26, 229-232 (2011).
- [8] Berzin F., Amornsakchai T., Lemaitre A., Castellani R., Vergnes B., Influence of fiber content on rheological and mechanical properties of pineapple leaf fibers-polypropylene composites prepared by twin-screw extrusion, *Polym. Comp.*, 40, 4519-4529 (2019).

[9] Abdennadher A., Vincent M., Budtova T., Rheological properties of molten flax- and Tencel[®]-polypropylene composites: Influence of fiber morphology and concentration, *J. Rheol.*, 60, 191-201 (2016).

[10] Le Moigne N., van den Oever M., Budtova T., Dynamic and capillary shear rheology of natural fiber-reinforced composites, *Polym. Eng. Sci.*, 43, 1-12 (2013).

[11] Hristov V., Vlachopoulos J., Influence of coupling agent on melt flow behavior of natural fiber composites, *Macromol. Mat. Eng.*, 292, 608-619 (2007).

[12] Li T.Q., Wolcott M.P., Rheology of wood plastics melt. Part 1. Capillary rheometry of HDPE filled with maple, *Polym. Eng. Sci.*, 35, 549-559 (2005).

Annexe

Matériau	σ_0 (Pa)	η_0 (Pa.s)	λ (s)	n (-)	a (-)	E (kJ/mol)
PP/PP-g-MA	0	4 500	0,65	0,46	1,00	39,9
PBS	0	3 100	0,60	0,51	0,70	35,8
PP/PP-g-MA/lin	3 000	19 000	1,90	0,48	0,40	57,2
PBS/lin	20 000	22 000	1,00	0,48	0,70	48,2
PP/PP-g-MA/chanvre	0	87 400	8,05	0,42	0,43	74,3
PBS/chanvre	2 500	25 000	2,00	0,44	0,50	68,6

Paramètres des lois de Carreau-Yasuda à seuil des matériaux de l'étude à la température de 180°C.

[Abridged English version]

Importance of fiber / matrix interactions in the rheological behavior of composites reinforced with lignocellulosic fibers

Thermoplastic based-composites reinforced with lignocellulosic fibers develop because of the renewable nature of these fibers and their low density, which makes it possible to obtain materials that are both light and resistant. Understanding the rheological behavior of these composites is an important point for mastering their manufacturing processes, whether in extrusion or injection. In this article, we show that, for a given matrix, the type of fiber used impacts the rheological behavior. Likewise, for a given fiber, the type of matrix, and mainly its polarity, also plays a significant role. These differences in behavior are explained by the different interactions between the components of lignocellulosic fibers and the matrices considered.



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^{er} 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^{er} mars, le 1^{er} mai ou le 1^{er} 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

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.