

Influence of the liquid pressure on granular film opening and vibration

N. Retailleau¹, Y. Khidas¹, F. Rouyer¹

¹ Univ Gustave Eiffel, Ecole des Ponts, CNRS, Navier, F-77454 Marne-la-Vallée, France

Gas marbles are new materials made of gas encapsulated by a granular film composed of a dense layer of particles constrained by a thin liquid film. This object can resist to an inner pressure 10 times higher than the Laplace pressure of a classical soap bubble [Timounay, PRL, 2017]. Investigating the behavior to triggered opening of gas marbles membrane: granular films, Timounay et al. have revealed a transition to jamming at particle surface fraction $\Phi_s \approx 0.84$ where film opening is inhibited by particles bridging the two interfaces [Timounay, Soft Matter, 2017]. Beyond the surface fraction influence, the exceptional mechanical strength has been attributed to the cohesion between the grains due to capillary forces. However, this cohesion was not controlled in previous experiments. Thus, we have developed a dedicated device to tune capillary forces by controlling the pressure in the liquid of a granular film. Indeed, lowering the liquid pressure curves the liquid/air interfaces around the particles (Figs. 1.d - e) and increases the cohesion forces. For a given high particle surface fraction above jamming ($\Phi_s \approx 0.9$), the influence of capillary cohesion on the film resistance was investigated from the retraction dynamics consecutive to a hole creation. Experiments led for different particle sizes and various liquid pressure (cohesion forces) revealed three different ruptures: total (liquid-like behavior), intermittent and partial opening (solid-like behavior) (Fig.1 a-c). We evidence a progressive transition as a function of liquid pressure between the different opening dynamics: larger is the liquid depression, more likely the opening of the granular film is inhibited. Moreover, we show that all data collapse on a same curve once pressure is normalized by the ratio of surface tension over particle size. To probe further the mechanical properties of this material, we are investigating the vibrational response of this material for vibration ranges from 100 to 1000 Hz for different liquid pressure.

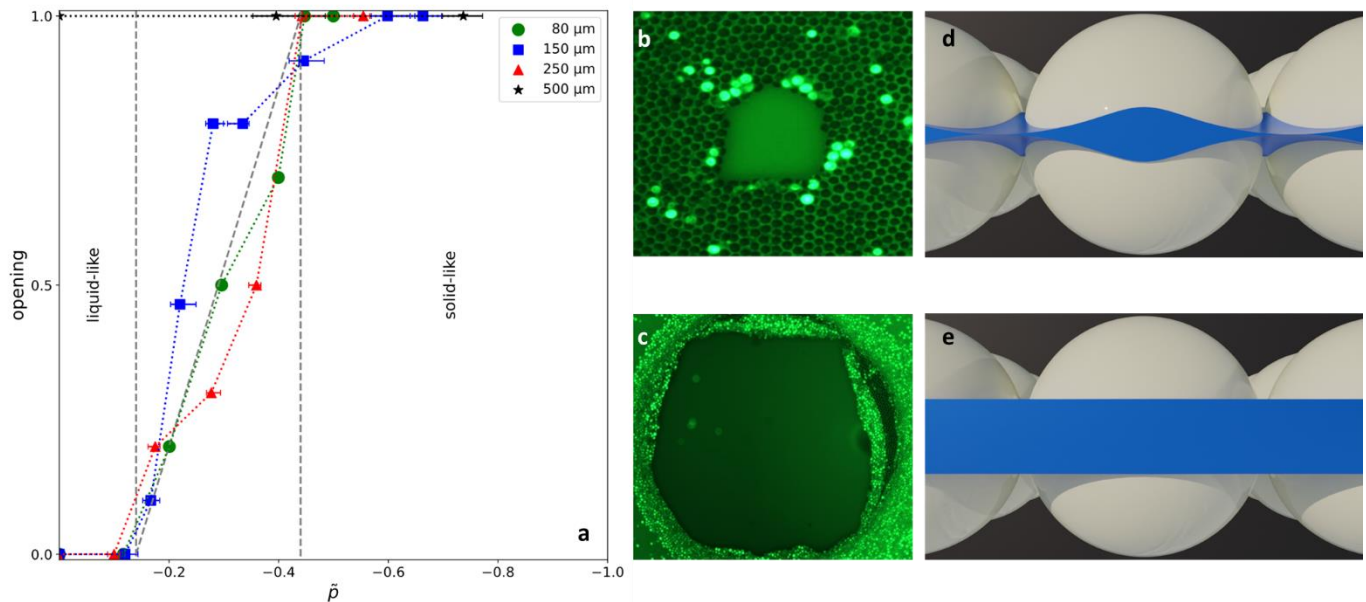


Figure 1 - (a) Retraction type as a function of dimensionless liquid pressure for different particle sizes: the values 0, 0.5 and 1 are respectively assigned to three openings type: total opening (c), intermittent, partial opening (b). Each data point is an average on 5 experiments. Surface Evolver simulations of a granular film at (d) high and (e) zero liquid depression.

Mots-clés : Interfaces, liquid film, cohesion, granular suspension, vibration

References:

Timounay *et al.* Phys. Rev. Lett., 2017, 118, 228001
Timounay *et al.* Soft Matter, 2017,13, 3449-3456

Rheology and adhesion of droplets in a soft elastic matrix

E. Gilbert¹, A. Salonen¹ et C. Poulard¹

¹ LPS, Université Paris-Saclay, Orsay, France

Résumé :

Classic viscoelastic systems show correlated storage and loss moduli. To try and decouple them, we study “solid emulsions” with a crosslinked continuous phase. The rheological properties of emulsions depend on both the continuous and the dispersed phase, as well as the interface between them. Thus, by encapsulating the liquid dispersed phase in a solid elastic matrix, we can create a composite material with tunable rheological properties [1].

The chosen dispersed phase in our “solid emulsion” can also solidify at room temperature. This phase change is used to vary the moduli of the dispersed phase. Previous theoretical work has shown that for liquid inclusions we can expect to see different rheological responses depending on the continuous and dispersed phase moduli, the size of the droplets in the matrix and the volume fraction of dispersed phase [2, 3]. However, when the inclusions are solid, the complex modulus should only depend on the continuous phase and volume fraction [4, 5].

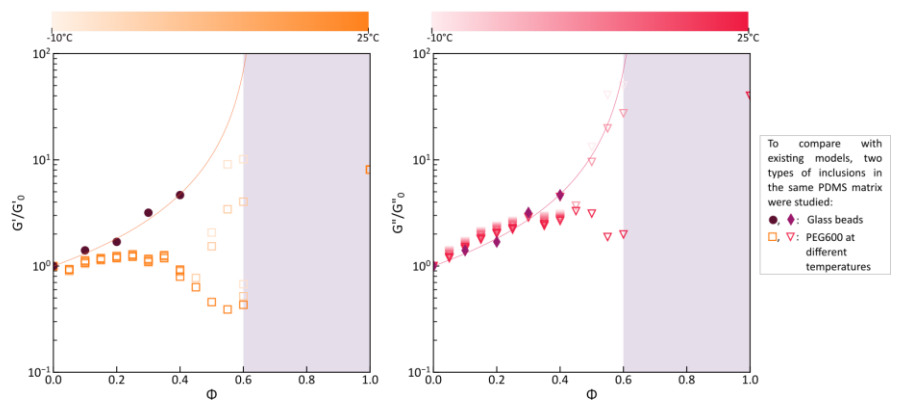
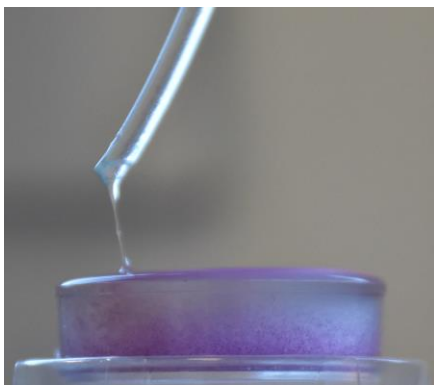


Figure 1: (Left): Picture of an emulsion during the generation process. Liquid droplets have been colored in purple. (Right): Evolution of the rheological parameters G' and G'' normalized by the equivalent moduli G_0' and G_0'' for pure continuous phase as a function of the dispersed phase concentration Φ .

We first show the feasibility of a composite system whose storage and loss moduli can be controlled independently, and study the mechanisms for such a decoupling. For our system, we have observed a decoupling of the storage and loss moduli in the rheological response for liquid insertions in the matrix. When the droplets are solid, we observe however a deviation (see Figure 1, right) from the expected behavior solely controlled by the matrix and the volume fraction, that we investigate through rheology and compression-decompression experiments.

- [1] R. W. Style, R. Tutika, J. Y. Kim, M. D. Bartlett, *Advanced Functional Materials*, 2020, 31
- [2] J. F. Paliarne, *Rheologica Acta*, vol. 29, no 3, p. 204-214, 1990
- [3] R. Pal, *Current Opinion in Colloid & Interface Science*, vol. 16, no 1, p. 41-60, 2011
- [4] M. Krieger et T. J. Dougherty, *Transactions of the Society of Rheology*, vol. 3, no 1, p. 137-152, 1959
- [5] F. Mahaut et al., *Journal of Rheology* vol. 52, no 1, pp. 287-313, 2008

Mots-clés : Rheology, Emulsion, Elastomer, Phase transition

Rhéologie de mousses de gypse

N. Mortada, A. Phelipot-Mardelé, C. Lanos

Univ Rennes, LGCGM

Résumé :

Les mousses minérales sont des milieux fortement poreux dont la structure est obtenue par moussage d'une suspension concentrée de particules minérales suivi d'une solidification de la fraction solide par réaction d'hydratation. Les mousses minérales durcies présentent un compromis intéressant en termes de propriétés thermiques et de résistance mécanique justifiant leur exploitation dans le domaine des matériaux de construction.

Les mousses minérales étudiées ici sont des mousses de gypse résultant de l'hydratation de particules d'hémihydrate de sulfate de calcium (plâtre Molda 3 Normal, Saint Gobain). Les étapes de moussage et de mise en forme à l'état frais sont particulièrement analysées. Le moussage est obtenu par malaxage direct, l'ensemble des composants étant introduit dans un malaxeur équipé d'un fouet. Le temps de malaxage est un paramètre d'ajustement du procédé, il varie de 2 min à 20 min.

Le tensio-actif retenu pour faciliter le moussage est l'Hostapur OSB (Clariant Produkte®), tensio-actif anionique (C14/16 - α -olefin sulphonate sodium salt) caractérisé par une concentration micellaire critique de 0,08 %. A cette concentration, la tension de surface de la solution est de 35,7 mN/m.

La rhéologie des mousses aqueuses, des suspensions concentrées, et des mousses minérales à l'état frais, est étudiée à l'aide d'un rhéomètre Pro (Malvern®) équipé d'une géométrie vane (rayon 12,5 mm, hauteur 62 mm) dans un godet sablé de 35 mm de diamètre et 65 mm de profondeur.

Les mousses aqueuses (eau + tensio-actif) produites pour différents temps de malaxage présentent des contraintes de mise en écoulement variant entre 6 et 10 Pa. Une valeur maximale est identifiée pour un temps de malaxage de 8 min, correspondant à un changement de texture de la mousse aqueuse.

Les suspensions concentrées réalisées présentent des fractions volumiques solides comprises entre 0,35 et 0,42. Leur comportement rhéologique identifié lors d'essais à rampe de vitesse de cisaillement imposée, correspond au modèle de Bingham. Les contraintes de mise en écoulement évoluent de 2 à 25 Pa. Un modèle de seuil en fonction de la fraction volumique solide de type Kapur peut être ajusté sur ces données.

Les mousses minérales à l'état frais, obtenues par moussage des suspensions concentrées en présence de tensio-actif, pour différents temps de malaxage, présentent des contraintes de mise en écoulement variant entre 15 et 60 Pa. Cette contrainte est une fonction croissante du temps de malaxage présentant un plateau au-delà de 10 minutes de malaxage. Les suspensions les plus concentrées conduisent logiquement à des contraintes de mise en écoulement plus élevées.

Constatant que la masse volumique de la mousse minérale fraîche ne varie pas significativement au début du malaxage (typiquement de 2 à 5 min), alors que la contrainte de mise en écoulement évolue fortement, un lien évident apparaît avec la taille et la distribution des bulles (à porosité égale).

Ces différents résultats permettent de discuter l'identification d'un modèle rhéologique visant à relier la rhéologie de la mousse minérale à la rhéologie de la suspension concentrée et à la rhéologie de la mousse aqueuse. La réflexion est ici uniquement centrée sur la contrainte de mise en écoulement considérée comme une fonction couplée, faisant intervenir la structure porale, le seuil de la suspension concentrée et la porosité liée aux bulles d'air qui vient en quelque sorte diluer la phase fluide dans la mousse.

Mots-clés : Suspension concentrée, Mousse minérale, Rhéologie, Mousse aqueuse.

Effects of a non-ionic surfactant on the rheology of silica suspensions

A. Aubel, J. Goyon, A. Lemaître, X. Chateau

Navier, Ecole des Ponts, Univ Gustave Eiffel, CNRS, Marne-la-Vallée, France.

Abstract:

Dispersing agents are widely used to formulate high-solids pastes that remain fluid enough to be easily transported and placed. In the cement industry, superplasticizers are used to control the workability of fresh cement pastes containing high volume fractions of solid particles enabling the formulation of concretes with higher mechanical strength, better durability and also lower carbon impacts by substituting cement particles with mineral additions (fly ashes, slag, silica fumes...).

Although dispersing agents are commonly used, the mechanism by which they impact the interaction between particles, and thus the paste rheology, remains obscure so that process optimization relies almost essentially on empirical or trial-and-error processes. In order to improve our understanding of these systems, we experimentally investigate the influence of a non-ionic surfactant that mimics superplasticizers on the yield stress and storage modulus of model suspensions containing silica beads suspended in an ionic solution. By combining rheometry, Total Organic Carbon, zeta potential, confocal microscopy and laser tweezers experiments, we show that adding non-ionic surfactant to the suspension strongly alters both the interparticle contact mechanical properties (stiffness and strength) and the overall suspension rheology (yield stress and storage modulus).

Change of the contact rigidity is ascribed to the adsorption of the surfactant on beads, which induces a shift from an adhesive rolling resisting contact to a non-adhesive contact due to steric hindrance. As demonstrated by the perfect agreement between rheometry and 3-point bending tests, drop of the suspensions storage modulus originates from a particle contact shift. Same relationship is observed between the flexural contact resistance and overall suspension yield stress or the ageing of the material.

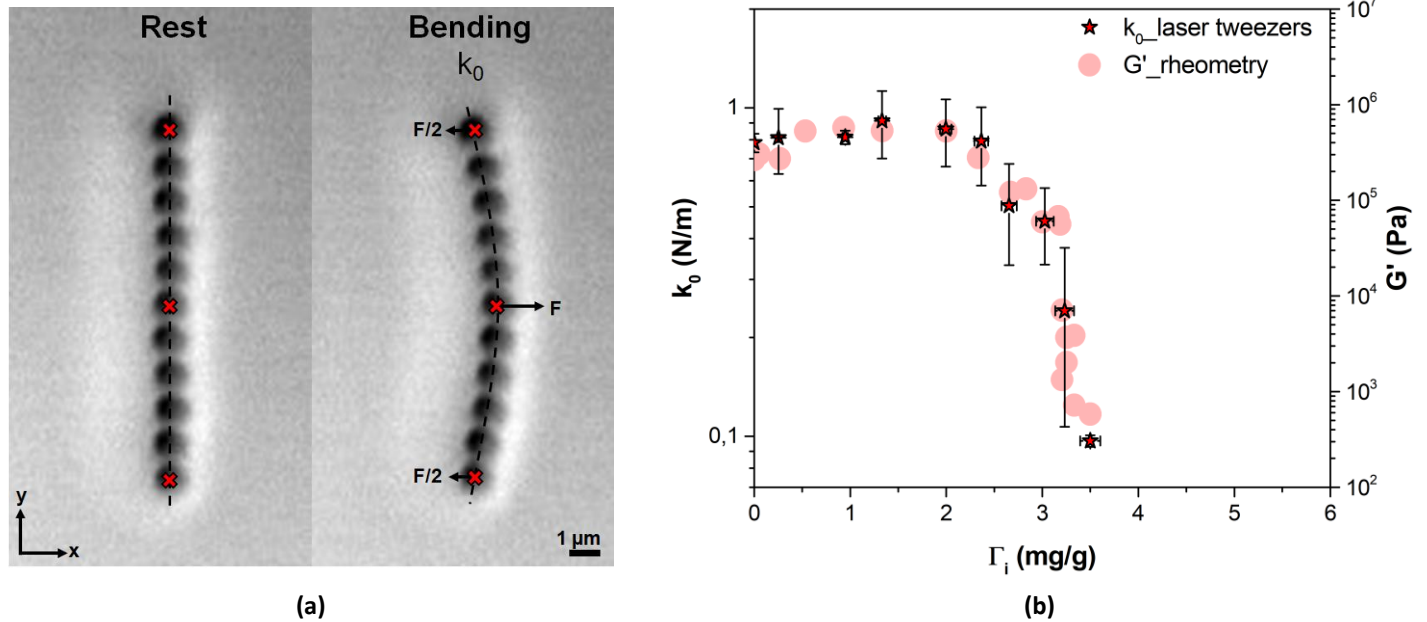


Figure: (a) 3-point bending test on a particle rod using laser tweezers to probe the contact rigidity (k_0). Red crosses represent optical traps used to move the beads and to measure the applied forces. (b) Contact stiffness measured through 3-point bending tests and shear elastic modulus (G') of the suspension (solid volume fraction: 45 % ; ionic strength: 0,15 M) as a function of the mass of surfactant added per unit of bead mass (Γ_i).

Key words: rheology, suspensions, admixtures, laser tweezers, contact.

Caractérisation de la déstabilisation des filaments de salive lors de la phonation par des expériences modèles

T. Xabada¹, M. Abkarian² et C. Ligoure³

1. L2C (Laboratoire Charles Coulomb), Université de Montpellier et CBS (Centre de Biologie Structurale) Montpellier

2. CBS et CNRS Montpellier, France

3. L2C, Université de Montpellier et CNRS Montpellier, France

Résumé :

Des recherches récentes sur la transmission du SARS-Cov-2 ont mis en évidence le rôle crucial joué par les aérosols. En revanche, le comportement (transport, infectiosité) du virus une fois inhalé par un potentiel hôte n'est pas encore connu.

On s'intéresse ici à la production de gouttelettes lors de la phonation à partir d'une expérience modèle où on étudie la déstabilisation d'un filament de salive avec et sans vent. Les filaments sont créés par une élévation violente de quelques millisecondes pour simuler l'ouverture des lèvres lors de la parole. Le flux d'air (vent créé) mime le flux d'air exhalé par la phonation. Les mêmes expériences sont effectuées pour comparaison sur des solutions newtoniennes (glycérol + eau) et des solutions aqueuses de Poly-oxyéthylène, de viscosités comparables à celle de la salive. À l'aide d'une caméra rapide et de techniques d'analyse d'image on étudie quantitativement la déstabilisation de ces trois types de filaments avec et sans flux d'air.

On présente aussi un premier modèle analytique quasi-statique qui permet d'expliquer la forme d'un filament de salive soumis à un flux d'air, puis on discute des critères de validité de ce modèle.

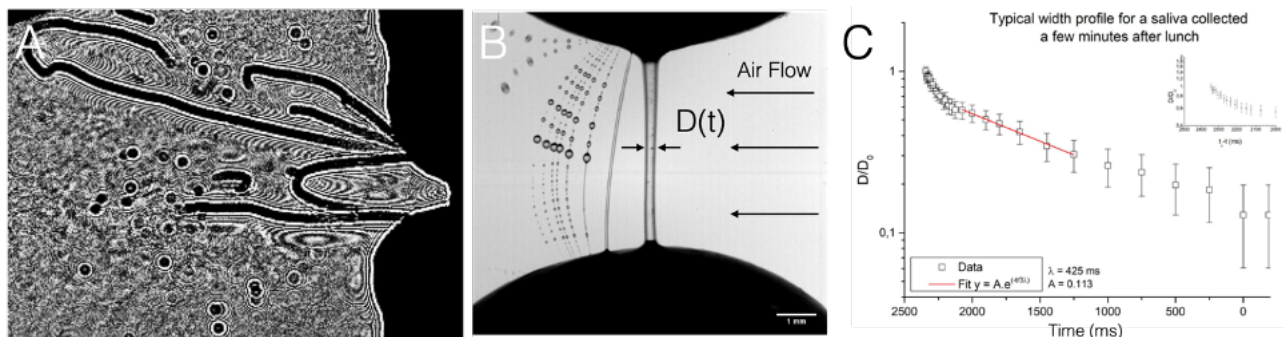


Figure 1 : (A) Hologram of filaments production and deformation, with atomization producing droplets at the lips. The fringes bear the information of the 3D scene: both position and size of the filament and drops. (B) Saliva filament (stretched in less than 2 ms) thinning over a fraction of a second under a constant air flow 0.9 m/s. (C) Thinning dynamics is initially exponential and its fit gives the relaxation time of saliva which depends strongly on the moment of the day, e.g. before or after lunch.

Mots-clés : Rhéologie, Physique, Polymères, Salive, Extension

3D liquid foam flow through an hourglass-like constriction

F. Schott ^{1*}, C. Raufaste ^{2,3}, B. Dollet ⁴, S. Santucci ⁵, C. Claudet ², S. Gstöhl ⁶, and R. Mokso ^{1,7}

¹ Department of Mechanical Engineering, LTH, Lund University, Lund, Sweden

² Université Côte d'Azur, CNRS, Institut de Physique de Nice (INPHYNI), 06100 Nice, France

³ Institut Universitaire de France (IUF), 75005 Paris

⁴ Laboratoire Interdisciplinaire de Physique, Université Grenoble Alpes (UGA) CNRS UMR5588, France

⁵ Laboratoire de Physique de l'ENS Lyon (Phys-ENS), ENS Lyon, CNRS UMR5672, France

⁶ Photon Science Division (PSD), Paul Scherrer Institute, Villigen PSI, Switzerland

⁷ DTU Physics, Technical University of Denmark, Denmark

Résumé :

It is very challenging to capture the structure evolution of 3D flowing liquid foams, such as the bubble deformation and plastic rearrangements. X-ray tomographic microscopy appears as most suitable probe to visualize in 3D at the micrometer scale and with large statistical weight the deformation and displacement fields of bubbles in flowing foam [Raufaste 2015]. Our current focus is to describe foam flow through a 3D hourglass-like constriction. Monodisperse bubbles, 150 and 400 μm in diameter, were produced by a microfluidic setup, and displaced through the constriction. High-resolution tomograms were recorded every 0.2 s for 10 s. Each acquired 3D image covered a volume of $5.9 \times 5.9 \times 5.3 \text{ mm}^3$ with a voxel size of 2.92 μm . We developed a 3D quantification toolbox, FoamQuant (<https://foamquant.readthedocs.io>) to reconstruct the individual bubbles geometry, and to extract their displacements and deformations. We compare velocity fields acquired in experiments to simple simulation and we show the interplay between the bubble deformations, wall friction and macroscopic flow. With this method, we could access *in situ* the deformation field and compare this local characterization to previous macroscopical yield strain measurements [Mason 1996, Saint-James 1999]. As an outlook we will present our preliminary observations of a recent experiment, in which liquid foams were subjected to a rheometric flow in a plate-plate rheometer and simultaneously 3D imaged.

Mots-clés : Liquid foam, Rheology, X-ray tomography, elastic deformation

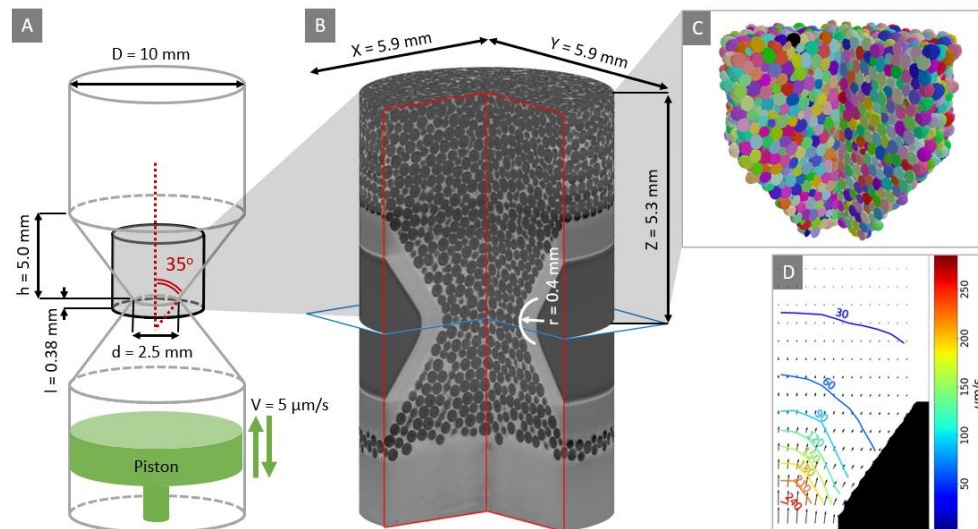


Figure 1: (A) diagram of the hourglass-like constriction with the piston in green and the acquired field of view in grey. (B) two stacked 3D images (above and below the horizontal blue plan), with a vertical red cut showing the bubbles inside the constriction. (C) Example of a bubble-segmented image (with the same vertical cut). Each bubble region is identified and showed here with a different random color. (D) Example of an extracted time and space averaged flow field with iso-velocity contours.

Acknowledgements:

Swedish Research Council for funding, Prof. Erich Windhab and Prof. Peter Fischer (ETH Zürich) for lending the tomo-rheoscope prototype early in this research, Scikit-Image and SPAM communities, Stephen Hall, Sara Johansson, Jason Brudvik, Emanuel Larsson and Edward Andó for their advises.

References:

- Raufaste et al, EPL 111, 38004, 2015.
Mason et al, Journal of colloid and interface science 179, 439-448, 1996
Saint-James et al, Journal of Rheology 43, 1411-1422, 1999

Ionic strength and temperature effects on the rheological properties of Lactoferrin/ β -lactoglobulin coacervates

Soussi, H.R., Famelart M.H., Rousseau F., Hamon, P., Bouhallab S.

INRAE, Institut Agro, STLO, F-35042 Rennes, France

Complex coacervation is a liquid-liquid phase separation that occurs between two oppositely charged macromolecules and leads to the formation of a concentrated phase called coacervates. Coacervates are proposed as efficient encapsulating agents for bioactives. Here, we studied the specific case of heteroprotein complex coacervation (HPCC) between positively charged Lactoferrin (LF) and negatively charged β -lactoglobulin (β -LG). We investigated the effects of ionic strength and temperature on the rheological properties of LF/ β -LG coacervates. The maximum coacervation yield was reached at 20 °C and without added salt. In these conditions, the heteroprotein coacervates exhibits a Newtonian viscous flow under low shear rate and a shear thinning behavior above 10 s⁻¹ with a hysteresis loop between the upward and downward flows. The addition of a small amount of NaCl (5 mM) had no effect on the viscosity of the coacervate. However, no phase separation was observed at 20 mM of salt due to a large reduction of electrostatic interactions between the two proteins. The increase of the temperature from 20 °C to 40 °C caused an outstanding decrease of the viscosity value of the Newtonian plateau from 60 Pa.s to 8 Pa.s with an almost complete loss of the hysteresis loop at 40 °C. In addition, β -LG/LF heteroprotein coacervates exhibit a liquid-like behavior regardless of the ionic strength and the temperature studied. However, in a rather unexpected way, the loss tangent value was lower at 40°C than at 20°C especially at low frequencies. These results allow better understanding of the involved interactions in concentrated protein solutions and open new avenues for the use of coacervates as texturizing agents in food matrices.

Key words: Complex coacervation, Co-assembly, Rheology, β -Lactoglobulin, Lactoferrin.

Propriétés rhéologiques d'une protéine de maïs plastifiée par un liquide ionique pharmaceutiquement actif

M. Thadasack¹, L. Chaunier¹, E. Leroy² et D. Lourdin¹

¹ INRAE, UR BIA, F-44316, Nantes

² Université de Nantes, Oniris, CNRS, GEPEA, UMR 6144, F-44600 Saint Nazaire

Résumé :

Par une formulation adéquate, certains biopolymères peuvent être mis en œuvre en fabrication additive par extrusion à chaud et ouvrir des perspectives pour la réalisation de systèmes de délivrance de principes actifs pharmaceutiques, en tirant parti de leur comestibilité et biorésorbabilité. Les propriétés rhéologiques sont un paramètre matériau clé dans ces procédés.

Des travaux antérieurs ont montré que la température de transition vitreuse de la zéine, une protéine extraite du maïs, peut être abaissée de 80 à 42 °C par l'ajout de 20% de glycérol comme plastifiant. Le matériau obtenu (noté Z20Gly) peut-être extrudé à 130°C, mais sa viscosité apparente en écoulement (régime établi en micro-mélangeur bi-vis) augmente avec le temps de séjour du fait de l'agrégation des protéines, de 1 kPa.s initialement à 5 kPa.s après 10 minutes (Figure 1a). La substitution totale du glycérol par un plastifiant Liquide Ionique pharmaceutiquement actif, le [Lidocaïnium][Ibuprofénate], conduit pour le matériau Z20LI à une température de transition vitreuse de 60°C et à une augmentation encore plus rapide de la viscosité à l'état fondu (Z20LI, Figure 1a). De manière inattendue, en cas de substitution partielle du glycérol, la viscosité apparente augmente moins vite à l'état fondu, en particulier matériau Z10GLY10LI contenant 10% de chaque plastifiant (Fig. 1a).

L'évolution de la courbe d'écoulement de ce matériau en fonction du temps de séjour est visible sur la Figure 2a : ces mesures ont été effectuées à l'aide du même micromélangeur bi-vis en faisant varier la vitesse de rotation des vis. Après application des corrections de Rabinowitsch, afin de tenir compte du comportement rhéofluidifiant du matériau suivant une loi puissance, on observe un décalage progressif de la courbe d'écoulement vers les viscosités élevées. En outre, sur le même graphique, la superposition de mesures dynamiques effectuées dans un rhéomètre oscillatoire préchauffé révèle, pour des temps de séjour courts à 130°C, une viscosité dynamique très proche de la viscosité en écoulement, ce qui montre la validité de la règle empirique de Cox-Merz pour ce matériau.

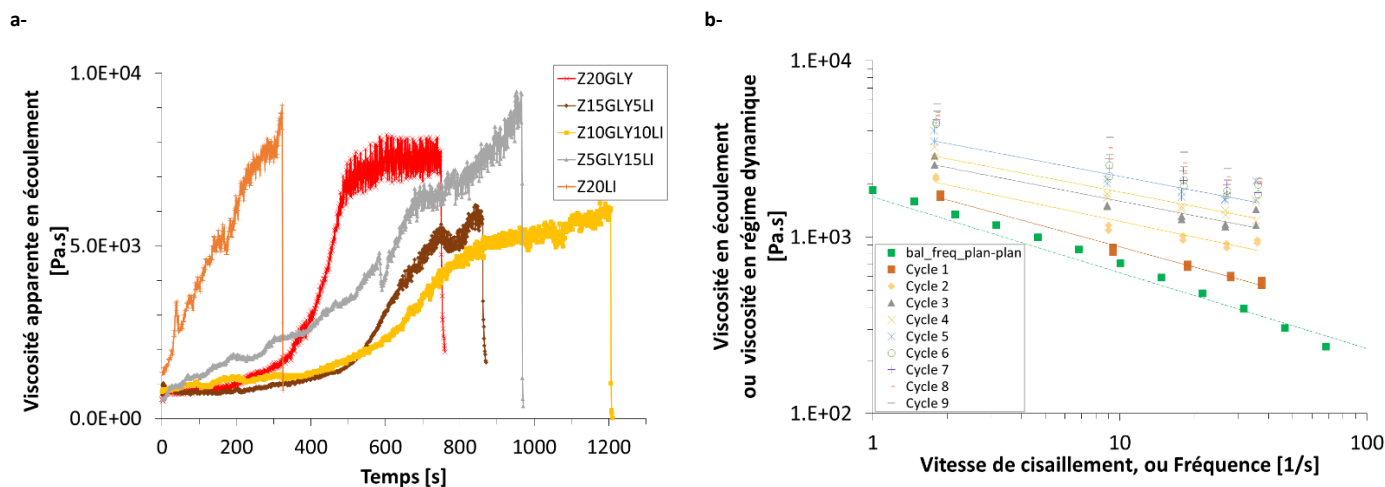


Fig.1.a- Viscosité en écoulement de matériaux à base de zéine plastifiée par le glycérol et/ou LI à 130°C en recirculation en micro-mélangeur bi-vis (50 rpm) ;
b- Viscosité en régime dynamique oscillatoire en balayage en fréquence (■) et viscosité en écoulement (régime établi en micromélangeur bi-vis) pour le matériau Z10GLY10LI en recirculation au micro-mélangeur bi-vis pour plusieurs vitesses de rotation (Cycle#1 de vitesse réalisée à $t \approx 1$ min, cycle#4 à $t \approx 10$ min)

Plusieurs hypothèses peuvent expliquer la limitation de l'agrégation thermique de la matrice protéique induite par la substitution partielle du glycérol par le LI, qui seront discutées lors de la présentation. D'un point de vue pratique, ces travaux mettent en évidence la possibilité d'optimiser l'ouvrabilité de la zéine plastifiée par la formulation, notamment pour les procédés de fabrication additive par dépôt de fil fondu, dans lesquels le temps de séjour à chaud lors du procédé peut être plus ou moins long.

Mots-clés : Biopolymère, Comportement rhéofluidifiant, Liquide ionique, Plastification, Principe actif pharmaceutique

Hydrogels Biosourcés thermosensibles composit

G. Rangel¹, C. Chassenieux² et B. Cathala¹

1 Bia INRAE Nantes

2 Institut des Molécules et Matériaux du Mans

Résumé

The primary plant cell wall (PCW) is an intricate polymer network swollen by water that can be described as an hydrogel. PCW is constituted by cellulose microfibrils which are closely associated with hemicelluloses such as Xyloglucan (XG). XG has been proposed to acts both as a tether between cellulose microfibrils as well as a polymer coil that might influences the mechanical behavior and swelling capacities of the plant cell wall. Interactions between cellulose and XG have been widely studied for decades and XG adsorption to cellulose surfaces is now understood as an entropically-driven process that can be modulated either by kinetic effects and/or by the limited solubility of hemicelluloses in water. The properties of the final nanocellulose/XG network can thus be tune by controlling XG/nanocellulose ratio, concentrations or mixing conditions. Moreover, thermosensibility can be obtained by enzymatic degalactosylation.

The objective of our work is the development of biosourced thermosensitive hydrogels based on nanocrystals of Cellulose (CNC) and XG with tunable mechanical properties. Hydrogels were formulated by mixing solutions of XG and CNC in water. First, addition orders have been tested and we retained the following sequence XG/H₂O/CNC. Using a triphasic diagram, we were able to differentiate between liquid systems, viscous liquids, gels and thermoresponsive gel. The liquid-gel phase transition was observed at XG/CNC, XG-DG/CNC ratios higher than that required for complete CNC recovery. The formulated mixtures were characterized by rheology. In a second step, the influence of the enzymatic degalactosylation on the hydrogels was evaluated, by adding β -galactosidase after the formation of hydrogel. Thermosensitive hydrogels have been observed with a reversible thermal transition.

Mots-clés : Biopolymers, Hydrogel, Thermosensitive Materials, Rheologie, Physicochemicals properties.

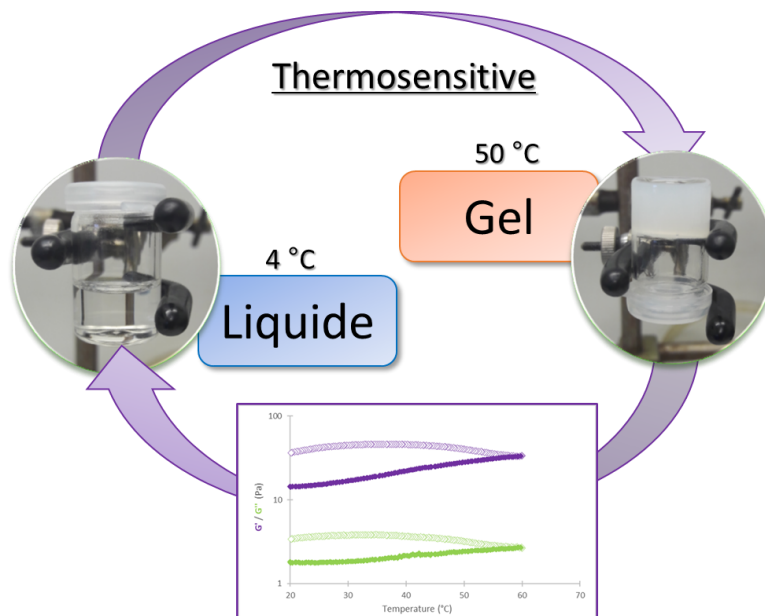


Image : Thermosensitive Hydrogel

Extrusion à haute teneur en humidité : une approche à petite échelle pour analyser les propriétés technologiques des protéines végétales pour la production de substituts de viande

Dr.-Ing. Valerie Pietsch¹ et Etienne Roussel²

1 Thermo Fisher Scientific, Dieselstraße 4, 76227 Karlsruhe

2 Thermo Fisher Scientific, 16 Avenue du Québec, 91140 Villebon sur Yvette

Résumé :

Les substituts de viande couvrent l'une des principales tendances du marché alimentaire dans le sillage d'une alimentation durable et de la réduction de l'empreinte carbone associée. Afin d'atteindre un haut niveau d'acceptation, par les consommateurs, des structures "viande" à base de protéines végétales, le défi consiste à imiter le plus fidèlement possible le goût, l'arôme et la structure alternative.

L'extrusion à haute teneur en humidité est considérée comme une technologie clé pour la production continue de substituts de viande. Cela consiste à formuler par extrusion bi vis parallèles co-rotatives associée à une filière spécifique (modulaire et instrumentée) afin de refroidir la protéine extrudée dans un long canal d'écoulement, pour créer une structure fibreuse semblable à de la viande.

La pratique courante dans l'industrie alimentaire est que le développement de produits et de procédés est un processus qui requière une forte main-d'œuvre et nécessite de grands volumes de matière pour réaliser ces essais > 10 kg/h. Les solutions de laboratoire spécifiques à la formulation de HMMA et LMMA (Thermo Scientific Process 11 & 16 Hygienic), permettent une production à petite échelle pour réduire considérablement les efforts de développement et tester des sources de protéines nouvelles ou limitées (par exemple : graines de colza, protéines d'arachide ou algues) dès 20 g/h tout en étant parfaitement adaptée au transfert à l'échelle industrielle dès par exemple 50 kg/h.

Afin d'évaluer objectivement la qualité des substituts de viande en termes d'acceptation par les consommateurs, les caractéristiques du produit ont été étudiées par différentes techniques. Une caractéristique importante du produit est la structure fibreuse anisotrope, qui ressemble à la texture de la viande issue du muscle animal. Ceci a été évalué par microscopie électronique à balayage et analyse d'image. Pour l'évaluation de la sensation en bouche, des mesures rhéologiques et des tests d'analyse de texture ont été effectués. Les résultats montrent comment ces données mesurées peuvent être liées à la structure du produit et utilisées comme mesure quantitative pour comparer les propriétés des substituts de viande obtenus par extrusion. bi-vis.

Mots-clés : Protéines, Viande, Extrusion, Rhéologie, Texture

Elaboration d'aliments à base de céréales et de légumineuses par extrusion bi-vis guidée par la rhéologie et la simulation

M. Kristiawan¹, G. Della Valle¹ et F. Berzin²

¹ INRAE, UR 1268 Biopolymers Interactions and Assemblies (BIA), 44316 Nantes, France

² Université de Reims Champagne Ardenne, INRAE, FARE, UMR A 614, Reims 51097, France

Résumé :

De nombreux aliments à base d'amidon, tels que les ingrédients texturés, les céréales pour petit-déjeuner, les snacks et bien d'autres, sont produits par extrusion. Cependant, il existe un intérêt croissant pour le développement d'une agriculture durable et la diversification de l'offre d'aliments sains et équilibrés à partir des légumineuses locales. Les légumineuses, composées de protéines (20-30 % de base sèche), de fibres alimentaires (10-30 %) et d'amidon (40-50 %), et à faible teneur en sucre, graisse non-saturée et sodium, sont une source durable de nutrition pour l'alimentation humaine et peut également être utilisée comme engrais azoté naturel. L'empreinte carbone des légumineuses est inférieure à la moitié de celle du blé et 48 fois plus faible que celle des élevages des bovins. Malgré leurs avantages nutritionnels (teneur élevée en protéines, faible indice glycémique) par rapport à leurs homologues à base de céréales, les aliments extrudés à base de légumineuses sont encore rares. Malgré des progrès significatifs en matière de modélisation et de simulation, la conception de produits extrudés au niveau industriel repose toujours sur une approche empirique, par essais et erreurs. L'un des principaux défis consiste à déterminer le comportement visqueux des produits fondus dans des conditions similaires à celles de l'extrusion, ce qui nécessite des rhéomètres spécifiques, par exemple des rhéomètres à filière en ligne ou des rhéomètres capillaires à pré-cisaillement (Rheoplast®).

Un modèle global 1D d'extrusion bi-vis, implanté dans un logiciel de simulation, Ludovic®, a été utilisé pour prédire les variables d'extrusion et, concevoir différents produits amylacés présentant une structure et des propriétés ciblées. Une base de données expérimentale a été constituée avec sept formulations pour la fabrication d'aliments denses et expansés à partir d'amidons, de mélanges d'amidons, de céréales pour petit-déjeuner, de farines de légumineuses telles que le pois, la féverole, le concentrat d'amidon de féverole, et la farine de blé enrichie en son. Cette base de données comprend les propriétés thermiques et physiques des formulations à l'état solide et à l'état fondu, la loi de comportement à l'état fondu (Fig. 1), et des résultats expérimentaux sur l'extrusion, telles que les configurations et les conditions opératoires des extrudeuses, et la structure et les propriétés des aliments extrudés.

La température du produit à la sortie de la filière (T) et l'énergie mécanique spécifique (EMS) ont été prédites de manière satisfaisante par le modèle. Une analyse de sensibilité des variables à la sortie de la filière a été réalisée sur la formulation, la configuration et les conditions opératoires de l'extrudeuse, générant les diagrammes de fonctionnement de l'extrudeuse. Les résultats ont permis d'établir des relations entre les variables prédites (T, EMS, viscosité) et les caractéristiques du produit telles que le changement structural de l'amidon et des protéines, la densité et la structure cellulaire, et les propriétés fonctionnelles (Fig. 1). Les conditions de fonctionnement de l'extrudeuse conduisant aux propriétés alimentaires ciblées peuvent être évaluées à partir de ces relations (Fig. 1).

Mots-clés : Agrégation des protéines, Déstructuration de l'amidon, Modèle d'écoulement, Structure cellulaire, Viscosité en cisaillement

Entrée:

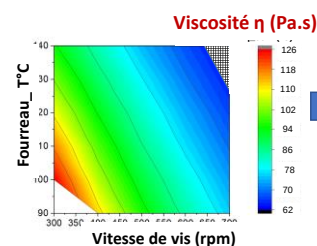
- Propriétés de l'aliment
- Conditions opératoires
- Configuration de l'extrudeuse et des vis

Simulation d'extrusion (Modèle global 1D)

$$Q_v = A\Omega + B \frac{1}{\eta} \frac{\Delta P}{\Delta \theta}$$



Prédiction de la viscosité



Prédiction de la porosité des snacks

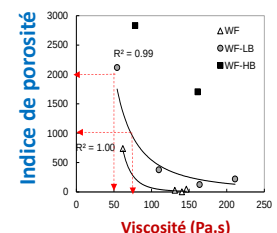


Fig. 1. Le modèle global 1D d'extrusion bi-vis peut être utilisé comme un outil assisté par ordinateur pour la conception d'aliments amylacés par extrusion

Viscous dissipation in large amplitude oscillatory shear of unsaturated wet granular matter

Ahmad Awdi and Abdoulaye Fall

Laboratoire NAVIER, UMR 8205-Université Gustave Eiffel, École des Ponts, CNRS, 77420 Champs-sur-Marne

The present work investigates nonlinear behavior in large amplitude oscillatory shear (LAOS) of unsaturated wet granular materials using a pressure-imposed rheometric measurements that enables us to explore how the material properties characterizing the flow response depend on both strain amplitude and frequency of deformation. Away from the quasistatic limit, we show that the energy dissipated per unit volume in a single LAOS cycle, $E_d = \oint \tau d\gamma$, which can be visualized by the area enclosed by the Lissajous curve of stress τ vs. strain γ , is an increasing function of the viscosity of the wetting liquid and is subsequently influenced by the reduced pressure (comparing the cohesive to confining forces) and the frequency. Introducing the inertial number I and the viscous number I_v , as previously done [*], we show that we can capture both the influence of surface tension as well as the influence of viscosity and the driving frequency by plotting the dissipated energy per unit volume versus the viscous number: a good collapse is obtained. We also show that an increase in liquid content shifts the whole curve of the dissipated energy upwards, indicating that the overall dissipation mechanism does not change with liquid content, only the energy dissipation related to the internal structure and its breakdown changes.

Keywords: Oscillatory rheology, LAOS, Lissajous curve, Unsaturated wet granular materials.

* C. Cassar, M. Nicolas, and O. Pouliquen, **Physics of fluids** **17**, 103301 (2005). M. Trulsson, B. Andreotti, and P. Claudin, **Physical review letters** **109**, 118305 (2012). L. Amarsid, J.-Y. Delenne, P. Mutabaruka, Y. Monerie, F. Perales, and F. Radjai, **Physical Review E** **96**, 012901 (2017). M. Badetti, A. Fall, F. Chevoir, and J.-N. Roux, **The European Physical Journal E** **41**, 1 (2018). M. Badetti, A. Fall, D. Hautemayou, F. Chevoir, P. Aimedieu, S. Rodts, and J.-N. Roux, **Journal of rheology** **62**, 1175 (2018).

Déformations locales et dissipation visqueuse dans les suspensions

V. Thiévenaz¹, N. Vani¹, A. Leonelli¹, E. Meiburg¹, A. Sauret¹

¹ Department of Mechanical Engineering, University of California, Santa Barbara, California, USA

Résumé : (1 page maximum, taille 10 pt, espacement après la ligne 10 pt)

En dispersant des particules solides dans un liquide, on augmente la viscosité de ce dernier, c'est-à-dire que la dissipation visqueuse et la diffusion de la quantité de mouvement y sont plus fortes. L'origine microscopique de ce phénomène est l'impénétrabilité des particules par l'écoulement, qui accroît les déformations subies par le liquide au voisinage des particules. Dans une suspension diluée, c'est-à-dire dans laquelle les particules sont suffisamment éloignées pour ne pas interagir entre elles, la viscosité η augmente linéairement avec la fraction volumique en particule ϕ ; c'est la loi d'Einstein. Plus la suspension est concentrée, plus les interactions hydrodynamiques entre particules se multiplient, et le calcul de la viscosité devient infiniment complexe. Dans les cas les plus denses ($\phi \geq 50\%$), d'autres interactions, frictionnelles, électriques, rentrent en jeu. η diverge lorsque ϕ tend vers une valeur critique ϕ_c , de l'ordre de 60% pour des particules sphériques; cette valeur rappelle la fraction volumique critique de la transition de *jamming* ϕ_J . De nombreux modèles rhéologiques décrivent l'augmentation de la viscosité de manière empirique (Maron-Pierce, Krieger-Dougherty, Eilers, etc), mais ne considèrent ϕ_c que comme un paramètre ajustable, ayant pour tout sens physique celui d'être la limite de fluidité de la suspension. ϕ_c varie considérablement d'un type de suspension à un autre, et sa valeur peut s'écarter sensiblement de ϕ_J , ce qui complique l'analogie avec les milieux granulaires.

En interrogeant le sens physique de ϕ_c , nous montrons qu'il est possible d'obtenir des lois simples sur les déformations locales et sur la viscosité des suspensions, y compris dans des cas complexes tels les suspensions polydisperses ou confinées.

Nous commençons par considérer le cas idéal d'une suspension de sphères de même taille dans un milieu infini, à une concentration telle que la friction et les interactions non-hydrodynamiques entre les particules sont négligeables ($\phi < 50\%$). À l'aide d'une hypothèse simple sur les déformations créées par la particule sur son environnement proche, nous obtenons une relation entre le taux de déformation local au voisinage de la particule et le taux de déformation global de la suspension. Nous vérifions cette loi, ainsi que les hypothèses qui la sous-tendent, en calculant la fonction de distribution des déformations à partir de simulations numériques, effectuées avec le code PARTIES. Nous vérifions également cette loi expérimentalement en étudiant l'amincissement de filament de solutions de polymères dans lesquelles sont dispersées des particules. Pour une solution de polymère donnée, un changement brutal de rhéologie se produit lorsque le taux de déformation devient suffisant pour dérouler les chaînes de polymère; c'est la transition *coil-stretch*. La présence de particules solides augmente les déformations locales et facilite donc la transition, en bon accord avec notre modèle.

À partir de notre loi sur les déformations locales, nous déduisons une loi similaire pour la viscosité par la conservation de l'énergie. Cette loi s'accorde bien avec des mesures classiques de rhéométrie, ainsi qu'avec nos simulations numériques, et ce jusqu'à une fraction volumique de 48%.

Après avoir vérifié la validité de notre modèle dans un cas idéal présentant un haut niveau de symétrie, c'est-à-dire une suspension de sphères monodisperses dans un milieu quasi-infini, nous étudions deux brisures de symétrie possibles: la polydispersité et le confinement de la suspension à une échelle proche de la taille des particules. Dans chacun de ces cas, nous parvenons à prédire les variations de ϕ_c par analogie avec les milieux granulaires, en définissant un empilement granulaire équivalent à chaque suspension. Ce modèle s'accorde bien à nos mesures de viscosité de suspensions bidisperses, ainsi qu'à d'autres données provenant de la littérature.

Dans un dernier temps, nous examinons d'autres brisures de symétrie possibles, telle l'anisotropie des particules en étudiant des suspensions de fibres, et l'anisotropie de l'écoulement dans le cas d'un fort gradient de vitesse. Notre modèle de viscosité s'ajuste également bien à ces deux cas, et nous permet de discuter les variations de ϕ_c .

Mots-clés : Physique des liquides, Rhéologie, Suspensions, Solutions de polymères

Rhéologie d'un film de savon chargé en grains

Jonathan Lalieu^{a*}, Antoine Seguin^a, et Georges Gauthier^a

a. Université Paris-Saclay, CNRS, Laboratoire FAST, Orsay 91405, France

* jonathan.lalieu@universite-paris-saclay.fr

Les mousses stabilisées par la présence de particules solides ont démontré être des matériaux prometteurs pour l'industrie du bâtiment par leurs propriétés mécaniques [1] : les bulles « armées » ou gas marbles, dont elles se composent, supportent de grandes surpressions et sous-pressions [2]. Il n'existe cependant pas encore de description formelle de leur rhéologie. Nous étudions expérimentalement le comportement d'un film de savon chargé en particules constituant un milieu granulaire 2D modèle : le film liquide est constitué d'une solution aqueuse de glycérine et de tetradecyl trimethyl ammonium bromide (TTAB) dans lequel des billes de polystyrène légèrement polydisperses sont piégées. Les particules étant d'un diamètre supérieur à l'épaisseur typique du film ($\varnothing$ 80 μm), elles traversent les deux interfaces et des interactions attractives émergent à travers la tension de surface. Nous effectuons une étude à cisaillement imposé dans une géométrie de cisaillement simple. Ces résultats sont ensuite comparés aux mesures de taux de cisaillement local obtenus par corrélation d'images prises par une caméra. Pour des fractions particulaires importantes, nous montrons que le film granulaire a un comportement visco-plastique complexe qui d'une part diffère des ceux habituellement observés dans les suspensions granulaires et d'autre part est largement influencé par des paramètres interfaciaux tels que la tension de surface ou la viscosité de surface du fluide porteur. De plus, l'écoulement du film granulaire est inhomogène et ne peut être décrit à travers une loi rhéologique locale, tandis que l'application d'une théorie cinétique étendue [3] permet d'en rendre compte.

[1] Abdourahman, D. A., Geniere, A., Auriol, M., Dalas, F., Biance, A. L., & Le Merrer, M. (2021). Generation and stability of cement soap films. *Soft Matter*, 17(9), 2429-2438.

[2] Timounay, Y., Pitois, O., & Rouyer, F. (2017). Gas marbles: much stronger than liquid marbles. *Physical Review Letters*, 118(22), 228001.

[3] Bocquet, L., Losert, W., Schalk, D., Lubensky, T. C., & Gollub, J. P. (2001). Granular shear flow dynamics and forces: Experiment and continuum theory. *Physical review E*, 65(1), 011307.

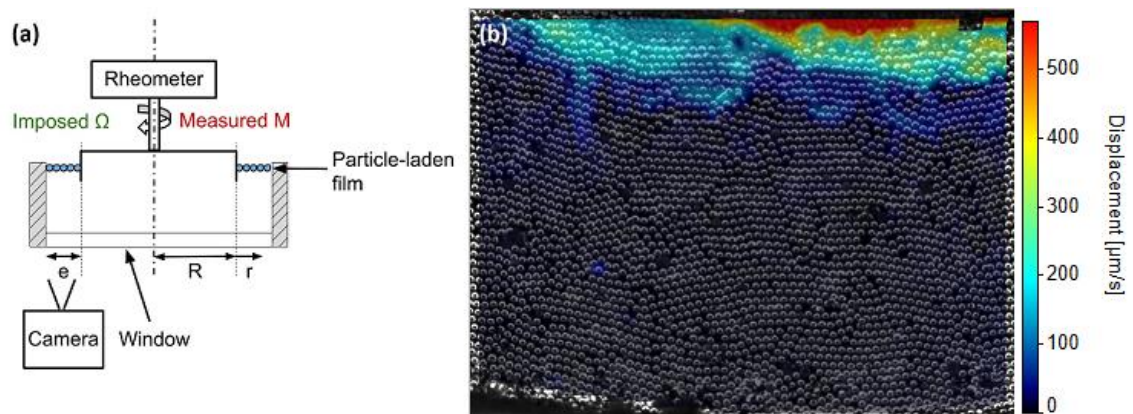


Figure 1 : (a) Dispositif expérimental. (b) Champ de vitesse instantanée obtenu par corrélation d'image numérique.

Cisaillement de films polymères multicouches

A. Dmochowska, G. Miquelard-Garnier, C. Sollogoub et J. Peixinho

Laboratoire PIMM, Arts et Métiers, CNRS, Cnam, HESAM Université, 151 boulevard de l'Hôpital, 75013 Paris

Résumé : Les effets du cisaillement sur la stabilité de films composés de plusieurs couches de polymères thermoplastique ne sont pas complètement compris. Ces systèmes multicouches peuvent être fabriqués via différents procédés par passage à l'état fondu ou en solution (coextrusion multicouche, thermo pressage, enduction centrifuge). Les épaisseurs des couches peuvent descendre jusqu'à l'échelle nanométrique ; mais à ces échelles, si les procédés ne sont pas parfaitement maîtrisés, ils peuvent donner lieu à des instabilités de démouillage [1]. Dans cette étude, on s'intéresse particulièrement à l'effet du cisaillement dû au procédé sur les écoulements multicouches de polymères fondus. Des prédictions numériques issues de la résolution de l'équation du film mince prenant en compte les forces de capillarité, les forces de van der Waals et le cisaillement prédisent un retard à la rupture et même une absence de rupture pour de forts cisaillements ; donc une stabilisation des nanocouches induites par le cisaillement [2]. Dans un deuxième temps, le démouillage d'une nanocouche de polystyrène (PS) dans une matrice de polyméthacrylate de méthyle (PMMA) sous cisaillement est étudié expérimentalement sous microscope à l'aide d'une platine rhéo-optique afin de suivre la dynamique de démouillage, à savoir l'évolution des motifs de démouillage au cours du temps une fois la rupture du film produite. Cette rupture se manifeste par l'apparition de trous dans le film de PS et la vitesse de propagation des trous est ensuite mesurée au cours du temps pour différent taux de cisaillement. Globalement, la vitesse de démouillage augmente avec le taux de cisaillement, dans la gamme des faibles taux de cisaillement [3]. Les observations montrent également que la morphologie des trous dépend de la direction de l'écoulement. Un modèle prenant en compte les forces capillaires, la dissipation visqueuse et la rhéofluidification permet de décrire l'ensemble des observations et données expérimentales. Le but de ces travaux est d'explorer l'effet de l'interface sur les propriétés rhéologiques et l'éventuel effet des interfaces sur la stabilité et les propriétés des écoulements de films multicouches.

Mots-clés : Rhéologie, multicouche, démouillage, rhéofluidification

Références

- [1] A. Bironeau, T. Salez, G. Miquelard-Garnier, C. Sollogoub, Existence of a critical layer thickness in PS/PMMA nanolayered films, *Macromolecules*, 50 (10), 4064-4073 (2017)
- [2] K. Kadri, J. Peixinho, T. Salez, G. Miquelard-Garnier, C. Sollogoub, Dewetting of a thin polymer film under shear, *Polymer* 235, 124283 (2021)
- [3] A. Dmochowska, J. Peixinho, C. Sollogoub, G. Miquelard-Garnier, Dewetting dynamics of sheared thin polymer films: An experimental study, *ACS Macro. Lett.*, 11, 422-427 (2022)

Flow Induced Crystallization of a Multiblock Copolymer under Steady Shear and LAOS Solicitations

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

Univ. Lyon, INSA-Lyon, CNRS, UCBL, MATEIS UMR 5510, 7 Av. Jean Capelle, 69621 Villeurbanne

Résumé :

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

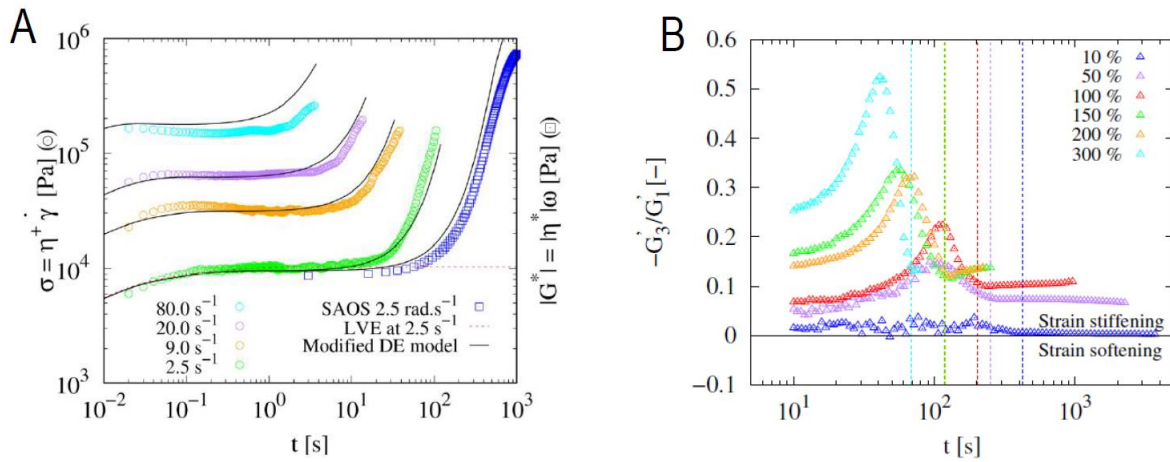


Figure 1: A) Startup flow measurements performed at different shear rates (circles) and SAOS measurement (dark blue squares) assuming the validity of the Cox-Merz rule. The dashed line stands for the linear viscoelastic prediction (multimodal Maxwell model). The solid lines stand for our modified Doi-Edwards model. B) Intracycle elastic nonlinearities during time sweep in LAOS at 140°C. Vertical dashed lines indicate the gelation times defined as the crossover of G'_1 and G''_1 .

References :

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

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

Mots-clés : Multiblock copolymers, flow induced crystallization, LAOS, thermoplastic elastomers, Fourier Transform Rheology

Rhéologie et propriétés fonctionnelles de formulations de polymère pour une électrode positive de batterie « tout solide »

Augustin Flament ^(1, 2), Pierre Bernard ⁽²⁾, Christian Carrot ⁽¹⁾, Melinda Desse ⁽¹⁾

(1) Univ Lyon, UJM-Saint-Etienne, CNRS, IMP UMR5223, F-42023, Saint-Etienne, France

(2) Groupe Renault, 1 Av. du Golf, 78280 Guyancourt

L'urgence climatique impose de revoir nos modes de transport: le véhicule électrique est une partie des solutions. Dans ce contexte, le choix des batteries lithium-ion tout solide sur base polymère se distingue par sa capacité à allier autonomie, sécurité et facilité de mise en œuvre. L'enjeu est d'associer la facilité de mise en œuvre des polymères à des propriétés fonctionnelles apportées par des additifs pour les différents éléments constitutifs d'une batterie: électrodes positives ou négatives et électrolyte. Les électrodes positives doivent assurer l'intercalation réversible des cations lithium et donc le transport ionique et électronique. La rhéologie de formulations alliant un polymère avec des charges carbonées, un sel de lithium, et des oxydes métalliques lithiés sera présentée en regard d'autres propriétés physico-chimiques attendues.

Les effets des différents constituants sur le comportement viscoélastique et les propriétés fonctionnelles du matériau d'électrode positive seront présentés dans une démarche analytique abordant successivement le polymère contenant le matériau d'intercalation, puis le sel conducteur ionique et enfin le conducteur électronique. Ces différents additifs représentent un panorama des effets viscoélastiques (hydrodynamiques ou réseau percolant) apportés par des composés plus ou moins structurées, présentant différents niveaux d'interaction physico-chimique avec le polymère.

Les différents effets observés et leur répercussion sur la facilité de mise en œuvre par voie fondue en termes de couple et d'auto échauffement seront discutés.

Relation Hall-Petch dans les polycristaux thermosensibles de copolymère micellaire avec des nanoparticules colloïdales

Imane Boucenna, Florent Carn, Ahmed Mourchid

Matière et Systèmes Complexes, UMR 7057 CNRS and Université de Paris, cc 7057, 75205 Paris Cedex 13, France

Nous étudions les propriétés mécaniques et leur relation avec la structure à la fois à l'échelle nano et microscopique des solutions aqueuses micellaires de copolymères-nanoparticules [1]. Les solutions micellaires concentrées présentent une transition de phase fluide à cristal induite par la température. L'ajout de nanoparticules déclenche la formation de micrograins micellaires polycristallisés, au-dessus de la température de transition, au lieu d'un monocristal cubique. Cette transition est associée à la ségrégation des nanoparticules, qui jouent le rôle d'impuretés, dans les interstices entre les grains.

Les données expérimentales montrent que la variation de la concentration en nanoparticules, jouant le rôle de défauts, a pour effet de modifier à la fois la contrainte seuil et simultanément la taille des micrograins polycristallins observée en microscopie optique : en effet, la limite la contrainte seuil obéit rigoureusement à la loi de Hall-Petch. Nous montrons également que la taille des grains évolue de manière non monotone avec la concentration en nanoparticules sans affecter la relation de Hall-Petch. Nous pensons que notre approche expérimentale offre de nouvelles possibilités pour étudier les aspects mécaniques mal compris des structures polycristallines et nanocristallines, tels que leur plasticité, avec des techniques non destructives.

REFERENCES

[1] A. Mourchid, I. Boucenna, F. Carn, Mechanical strength enhancement by grain size reduction in a soft colloidal polycrystal, *Soft Matter* 2021, Doi:10.1039/D1SM01486B

Acoustic lubrication of dense non-Brownian suspensions

Adrien Izzet^{a,*}, Xiaoping Jia^b, and Annie Colin^{a,*}

- a. ESPCI Paris, PSL Research University, MIE-CBI, CNRS UMR 8231, 10, Rue Vauquelin, F-75231 Paris Cedex 05, France
b. Institut Langevin, ESPCI Paris, Université PSL, CNRS, Paris 75005, France

* corresponding authors: adrien.izzet@espci.fr, annie.colin@espci.fr

Suspensions are dispersions of solid particles in a fluid. The behavior of such complex systems under shear is non-trivial, and most of the time non-Newtonian, meaning that the overall viscosity is not fixed and rather depends on the imposed stress. Recent studies have unraveled the cause of shear-thinning behavior in dense suspensions of polystyrene beads in silicon oil: the microscopic friction μ_p is a decreasing function of the normal force between the particles, or equivalently, of σ the stress imposed on the suspension^{1,2}.

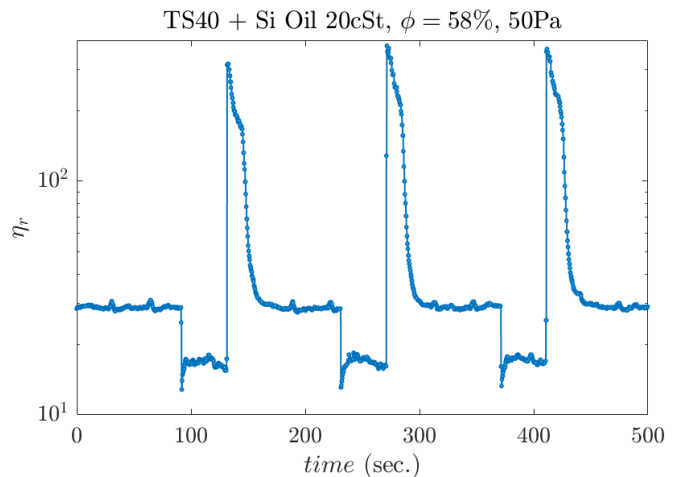
In the present work, we experimentally show that, while μ_p can decrease with increasing the shear stress, it is also possible to tune it down by propagating ultrasounds into the suspension. We propose a mechanical argument focusing on the average number of contacts Z per beads to explain this effect of ultrasounds on the viscosity. In the presence of ultrasound, at constant stress, the microscopic coefficient of friction is replaced by a lower effective microscopic coefficient. This leads to a decrease of the viscosity of the system at fixed solid fraction and to a higher number of contacts per particle at equilibrium.

To support this idea, we run Discrete Elements Method simulations and validate the effect of μ_p and σ on Z and thus on the viscosity of the suspension. The average number of contacts per particles depends on the value of the shear stress and on μ_p , which the ultrasounds instantaneously decrease. This image captures the kinetics of the change in effective viscosity as the ultrasound waves are applied or removed.

These findings will have important implications in improving manufacturing processes such as 3D-printing and flows of complex matter through potentially clogging systems.

1. Chatté G, Comtet J, Niguès A, et al. Shear thinning in non-Brownian suspensions. *Soft Matter*. 2018;14(6):879-893. doi:10.1039/c7sm01963g
2. Arshad M, Maali A, Claudet C, Lobry L, Peters F, Lemaire E. An experimental study on the role of inter-particle friction in the shear-thinning behavior of non-Brownian suspensions. *Soft Matter*. 2021;17(25):6088-6097. doi:10.1039/d1sm00254f

Figure 1: Flow curve of a suspension made of 40 μ m diameter polystyrene beads immersed into 20cSt Silicon oil, at $\phi=58\%$ and sheared at 50Pa. The relative viscosity is constant with no ultrasound, and dramatically decreases when the medium undergoes acoustic lubrication. When the ultrasonic excitation is turned off, the viscosity rises back to its initial value after transitioning to a much higher one due to the sudden jamming of the suspension.



Kinematics of confined granular flows: effect of particle shape anisotropy

Antonio POL^{1,2}, Riccardo ARTONI¹, Fabio GABRIELI² and Patrick RICHARD¹

1 MAST-GPEM, Université Gustave Eiffel, F-44344 Bouguenais, France

2 Dept. ICEA, Università degli Studi di Padova, via Ognissanti 39, 35129 Padova, Italy

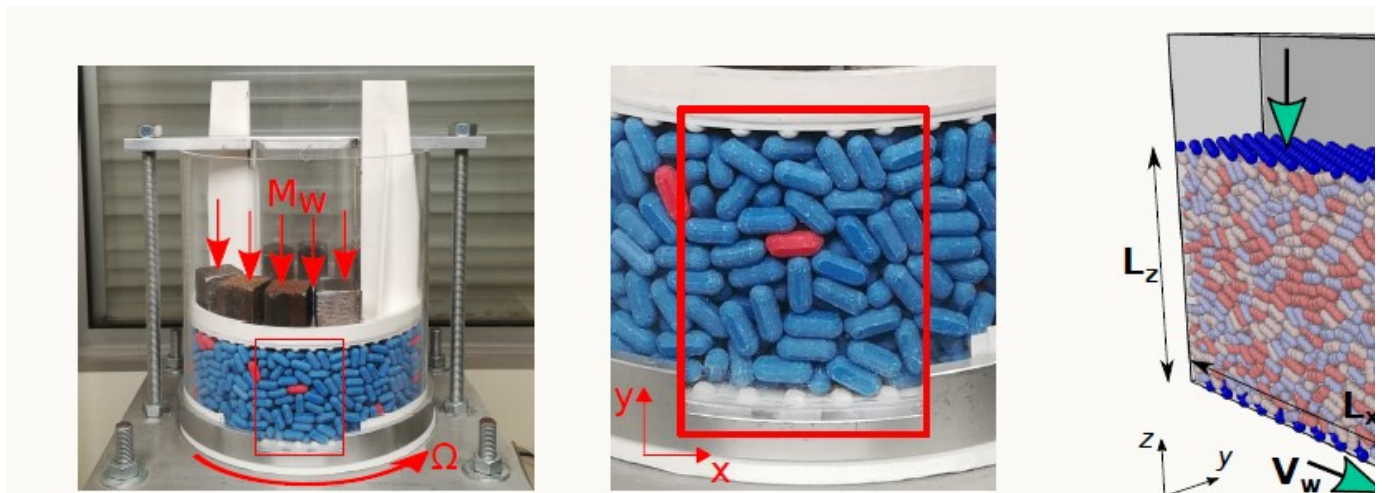
Résumé :

In this work, granular media made of shape anisotropic particles are investigated in heterogeneous, confined flow conditions. Experiments are performed in an annular shear cell with a rotating bottom wall and a top wall permitting confinement of the flow. The granular samples are composed of 3D printed spherocylinders with three different aspect ratios. Kinematic profiles as well as particle orientation statistics are computed by means of a particle tracking algorithm.

We analyze at first the vertical profiles of the kinematic variables. In analogy with spherical particles the translational velocity shows an exponential decay, and remarkably seems not influenced by the particle shape. Conversely, angular velocity is significantly affected by the particle shape. Rotations are frustrated by the particle elongation and, on an average basis, the angular velocity systematically decreases with the particles' elongation. The confined nature of the flow induces a broad variation of the shear rate, and differences are observed between the zone with low shear rate and the zone of shear localization. Particularly, angular velocity, once rescaled by the local shear rate, shows a decreasing trend moving farther from the shear zone, thus pointing out a stronger inhibition of particles rotation in the creep-like region of the flow.

We turn then our attention to the orientational ordering of the particles. In highly confined flow conditions, a strong collective re-orientation of the particles is observed and these show a misalignment with the streamlines that tends to decrease when increasing the particles' elongation. Samples composed of more elongated particles display a higher orientational order, and, at the particle scale, the correlation between angular velocity fluctuations and local orientation becomes stronger with the particles' elongation. Furthermore, orientational order seems slightly shear rate dependent with a more ordered state in zones characterized by a lower shear rate.

Finally, numerical 3D discrete element analyses are compared with the experimental data, permitting extension of the results on a wider range of aspect ratios. Numerical data allow a detailed characterization of the rotational dynamics and velocity fluctuations at the particles scale.



Mots-clés : Granular rheology ; Particle Rotations ; Particle Shape ; Orientational Order

Cohésion des poudres de glace à basse température

B. Jabaud^{1,2}, R. Artoni¹, G. Tobie², E. Le Menn², P. Richard¹

¹ MAST-GPEM, Université Gustave Eiffel, IFSTTAR, F-44344 Bouguenais, France

² Laboratoire de Planétologie et Géosciences (LPG), UMR-CNRS 6112, 44322 Nantes, France

Résumé :

De nombreuses surfaces planétaires du système solaire sont recouvertes de glaces granulaires résultant de divers processus, tels que le cryo-volcanisme, la condensation/sublimation, le bombardement météoritique ou le transport atmosphérique. Ces matériaux présentent une granulométrie fine ($\sim 10\text{-}100\text{ }\mu\text{m}$), avec des propriétés propres à chaque corps selon leur mode de formation et l'environnement de surface, notamment le rayonnement solaire caractéristique ou le bombardement de microprojectiles. Sur Encelade, une lune de Saturne, l'activité des jets et le dépôt de grains de glace très fins ($\sim 10\text{ }\mu\text{m}$) dans des conditions de basse température de surface ($\sim 60\text{-}80\text{ K}$) suggèrent la formation de dépôts de poudre très cohésifs. Sur Europe, une lune de Jupiter, des dépôts analogues exposés à des températures plus élevées ($\sim 110\text{-}140\text{ K}$) devraient conduire à un frittage de la glace, ce qui pourrait modifier radicalement ses propriétés mécaniques [1]. Anticiper les propriétés des surfaces glacées est important à la fois pour mieux comprendre l'évolution des morphologies de surface et pour minimiser les problèmes techniques auxquels les futures missions pourraient être confrontées lors de l'atterrissage, et des opérations telles que l'échantillonnage ou le forage.

Cette étude vise à caractériser le comportement mécanique, et en particulier la cohésion, des poudres de glace micrométriques, sur une large gamme de températures, correspondant à différentes surfaces glacées du système solaire (Mars, lunes de Saturne). Nous avons développé un système de production de poudres analogues aux régolithes glacés, basé sur une buse de pulvérisation d'eau. A l'aide d'air comprimé, un brouillard de gouttelettes d'eau est projeté dans un bain d'azote liquide ($\sim 77\text{ K}$). Les grains synthétisés sont analysés avec un microscope numérique pour déterminer la forme et la taille des grains. Nous utilisons ensuite un tambour rotatif refroidi à l'azote liquide (fig. 1) pour effectuer des mesures dynamiques sur les angles d'avalanche et quantifier indirectement la cohésion [2] sur une large gamme de températures ($\sim 80\text{-}250\text{ K}$). Nos premiers résultats montrent une augmentation de la cohésion avec la température, en accord avec des études expérimentales précédentes [3,4]. L'estimation de la cohésion inter-particules est opérée à l'aide de simulations numériques (DEM), par le biais desquelles nous pouvons poser des contraintes sur l'énergie de surface des interactions cohésives. Nous développons actuellement d'autres montages expérimentaux, comme une mesure de la densité tassée (en utilisant le ratio de Hausner) et une cellule froide pour effectuer des tests de cisaillement sur un rhéomètre à poudre (Freeman FT4).

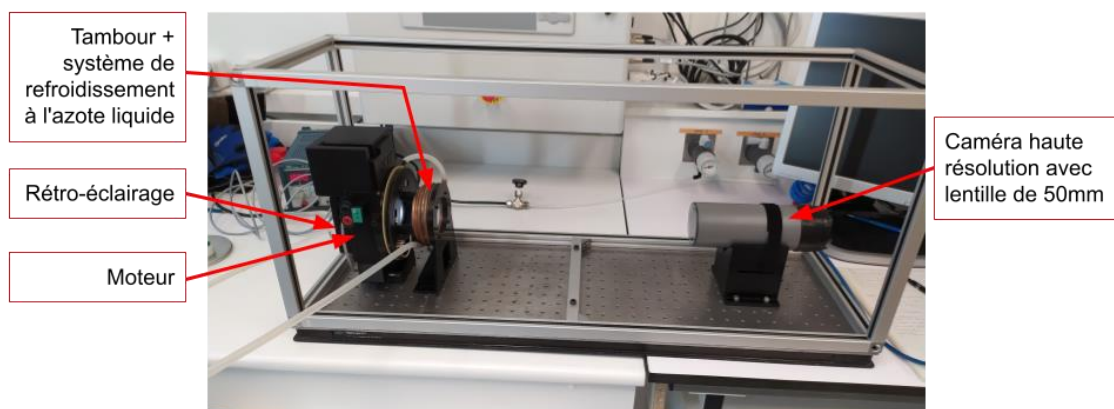


Figure 1 : Montage expérimental du tambour tournant

Références

[1] Choukroun, M., Molaro, J. L., Hodyss, R., Marteau, E., Backes, P., Carey, E. M., Dhaouadi, W., Moreland, S., & Schulson, E. M. 2020. Strength Evolution of Ice Plume Deposit Analogs of Enceladus and Europa. *Geophysical Research Letters*, 47(15).

[2] Lumay, G., Boschini, F., Traina, K., Bontempi, S., Remy, J.-C., Cloots, R., & Vandewalle, N. 2012. Measuring the flowing properties of powders and grains. *Powder Technology*, 224(jul), 19–27.

[3] Gundlach, B., Schmidt, K. P., Kreuzig, C., Bischoff, D., Rezaei, F., Kothe, S., Blum, J., Grzesik, B., & Stoll, E. 2018. The tensile strength of ice and dust aggregates and its dependence on particle properties. *Monthly Notices of the Royal Astronomical Society*, 479, 1273–1277.

[4] Musiolik, G., & Wurm, G. 2019. Contacts of Water Ice in Protoplanetary Disks - Laboratory Experiments. *The Astrophysical Journal*, 873, 58

Mots-clés : Rhéologie des poudres, Matériaux granulaires cohésifs, Régolithes glacés, Avalanches

Drainage d'un film de savon en rotation

A. Monier¹, C. Brouzet¹, F. Celestini¹, C. Claudet¹ et C. Raufaste^{1,2}

¹ Université Côte d'Azur, CNRS, Institut de Physique de Nice, 06100 Nice, France

² Institut Universitaire de France (IUF), 75005 Paris, France

Résumé :

Nous étudions expérimentalement la stabilité d'un film de savon soumis à une très forte gravité. Le film de savon circulaire est centrifugé variant ainsi la gravité effective au sein du film, le long de son rayon. Nous montrons que la nature du surfactant et les propriétés rhéologiques interfaciales jouent un rôle dominant sur le mécanisme de drainage et la dynamique d'amincissement du film de savon.

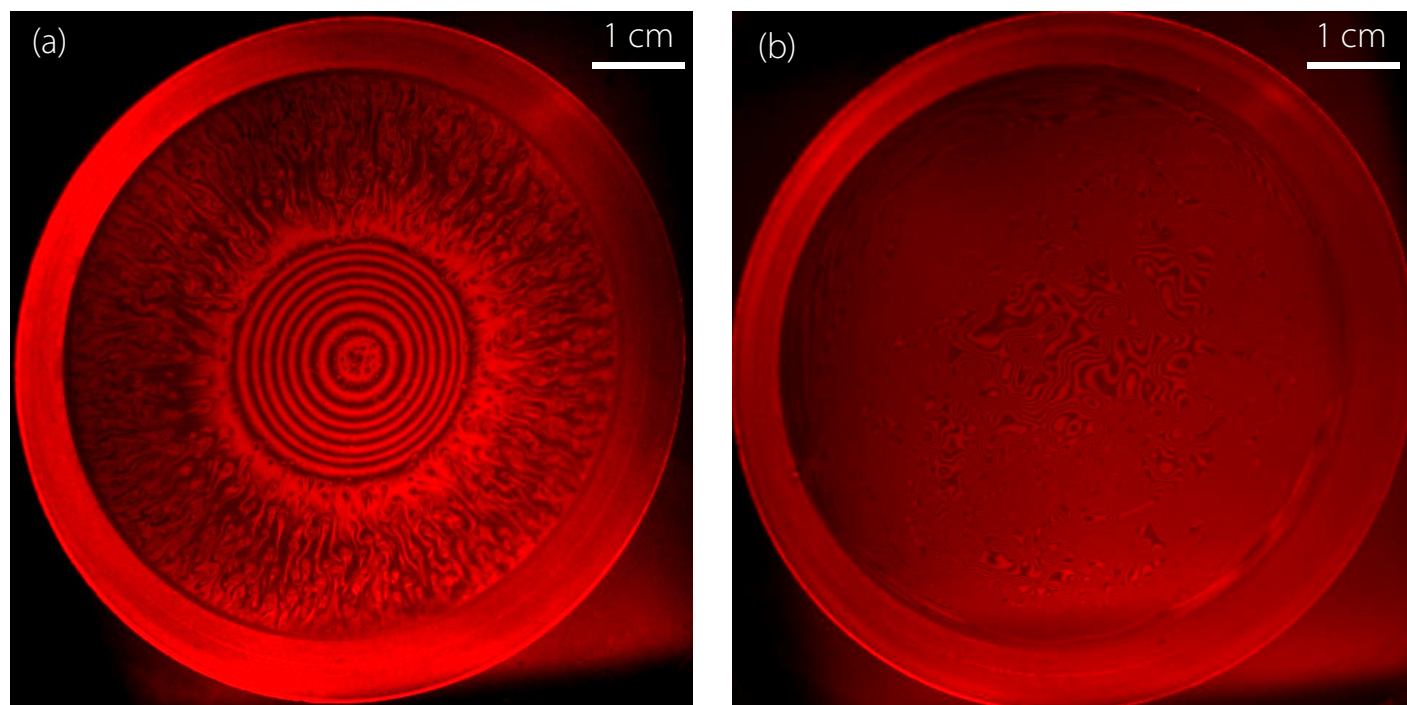


Figure 1. Images d'un film de savon circulaire centrifugé à une vitesse de 2 tours par seconde à $t = 30$ s. (a) Solution savonneuse contenant du SDS-glycerol-dodecanol. (b) Solution savonneuse d'acide laurique et myristique.

La nature des surfactants, qui gouverne la mobilité des interfaces des films de savons, joue un grand rôle dans la nature et la dynamique de drainage du film. Sur la Figure 1 nous représentons deux photos d'un film de savon composé d'une solution de SDS-glycerol-dodecanol (Figure 1.a) et d'une solution d'acide laurique et myristique [1] (Figure 1. b). Les photos sont prises à la même vitesse de rotation et au même instant de l'expérience. Dans le cas d'interfaces mobiles, nous voyons apparaître, dans le cas du SDS-glycerol-dodecanol des patches de film plus fins au bord du cadre qui remontent par flottabilité vers le centre [2]. Cette observation est caractéristique du phénomène de régénération marginale qui gouverne la stabilité d'un film de savon en l'absence d'évaporation [3]. Dans le cas de la solution d'acide laurique et myristique l'interface est beaucoup plus rigide et nous n'observons pas de phénomène de régénération marginale, la dynamique d'amincissement est donc ralentie. Nous discuterons quantitativement les différences entre ces deux surfactants sur la dynamique de drainage.

Mots-clés : Film de savon, Drainage, Régénération marginale, Mobilité d'interface.

[1] K Golemanov, ND Denkov, S Tcholakova, M Vethamuthu, and A Lips. Surfactant mixtures for control of bubble surface mobility in foam studies. *Langmuir*, 24(18) :9956-9961, 2008.

[2] J. Miguet, M. Pasquet, F. Rouyer, Y. Fang and E. Rio, *Phys. Rev. Fluids*, 2021, 6, L101601.

[3] A Saint-Jalmes, Y Zhang, and D Langevin. Quantitative description of foam drainage : Transitions with surface mobility. *The European Physical Journal E*, 15(1) :53-60, 2004.

Tension interfaciale d'un mélange complexe de particules organiques à l'interface huile/eau : quelles problématiques ?

C. Hollestelle¹, C. Michon², D. Huc-Mathis¹

¹ Université Paris-Saclay, INRAE, AgroParisTech, UMR SayFood, 91300, Massy, France

² INRAE, 75007, Paris, France

Résumé :

Les particules végétales non purifiées constituent une alternative intéressante aux particules inorganiques ou chimiquement modifiées communément utilisées pour stabiliser les émulsions de Pickering. En effet, ces particules sont composées d'une fraction insoluble assimilable aux particules solides classiques, mais aussi d'espèces solubles qui peuvent avoir leurs propres propriétés surfaciques (protéines, tensioactifs naturels) et/ou agir sur la viscosité de la phase continue (polymères épaississants, protéines...). Cependant, l'utilisation d'ingrédients non purifiés apporte de nombreux défis, notamment dans la compréhension et la décorrélation des mécanismes.

Cette étude présente un développement méthodologique de mesure de l'activité surfacique (réduction de la tension de surface, propriétés rhéologiques interfaciales) de particules micrométriques complexes à l'interface eau-huile. Afin de décorréler les mécanismes de structuration des particules végétales, différentes fractions de marc de pomme (poudres entières, particules insolubles seules, fraction soluble seule) ont été comparées en termes de propriétés tensioactives et capacité à former des émulsions physiquement stables.

Les principaux résultats obtenus peuvent être résumés comme suit : 1) Il est possible d'étudier l'activité interfaciale de particules solides micrométriques à l'aide d'un tensiomètre à goutte ; 2) L'ancrage des particules solides n'abaisse pas la tension de surface huile-eau contrairement aux espèces surface-actives solubles ; 3) Les composés solubles jouent un rôle clé dans la maîtrise de la taille initiale des gouttelettes alors que la stabilité dans le temps est assurée par la couverture interfaciale des particules et le réseau tridimensionnel dans lequel les gouttelettes sont enchâssées ; 4) La capacité des poudres non purifiées à s'adsorber aux interfaces huile-eau dépend de leur fraction soluble.

Cette étude apporte une compréhension approfondie des mécanismes impliqués dans la stabilité physique des émulsions stabilisées par des particules végétales. Cela conduira à une meilleure prédiction du potentiel des co-produits végétaux en tant qu'agents stabilisants afin de réduire les pertes et le gaspillage alimentaire en promouvant l'utilisation durable de matières premières up-cyclées.

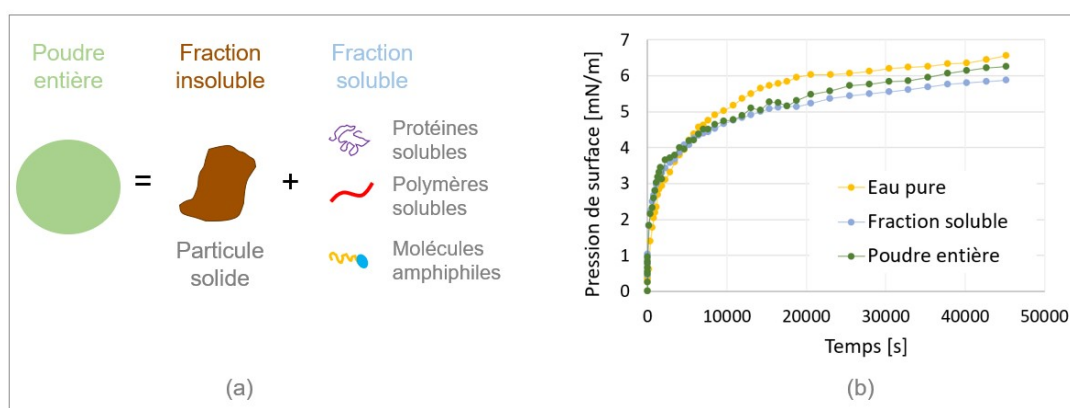


Figure 2 – (a) Représentation schématique des fractions solubles et insolubles de la poudre de marc de pommes (b) Evolution de la pression de surface en fonction du temps à l'interface huile-eau pour de l'eau pure, une suspension de particules de pommes à 0,01% et la fraction soluble de la suspension à 0,01%

Mots-clés : Rhéologie, Interfaces, Pickering, Particules, Végétal

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

A. Saint-Jalmes¹ et C. Tregouet²

1 Univ Rennes, CNRS, IPR (Institut de Physique de Rennes), UMR 6251

2 ESPCI Paris, PSL Research University, MIE-CBI, CNRS UMR 8231

Résumé :

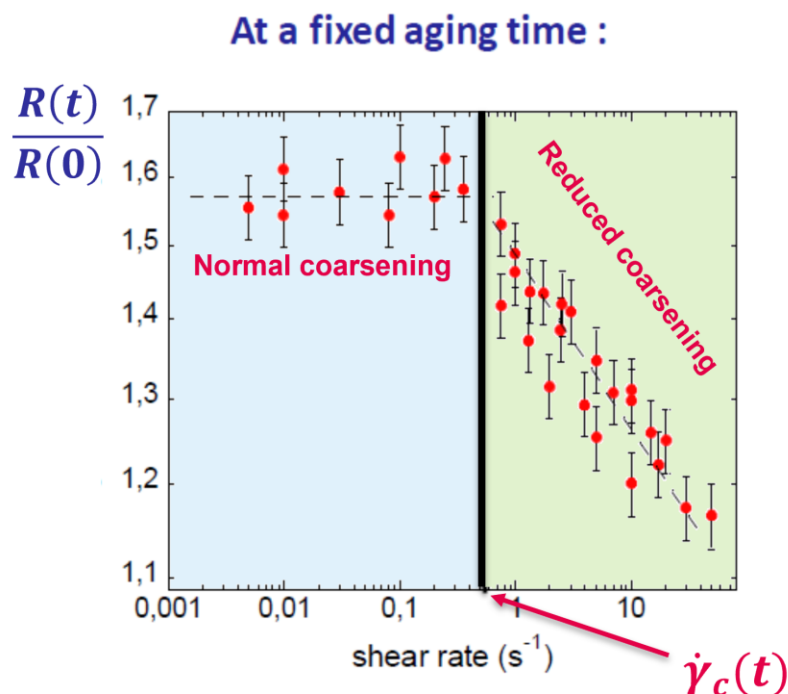
Aqueous foams are unstable and age by drainage and coarsening. Today, these effects are well described, as well as their impact on foam properties. For instance, the foam viscoelastic properties evolve in time as a consequence of coarsening which tends to increase the mean bubble size.

Here, we investigate the reverse coupling, and study if and how the continuous flow of a foam can impact its dynamics of coarsening. We introduce a new protocol in which brief oscillatory measurements are inserted within a steady shear, allowing us to monitor the relative variation of the bubble size with time, and as a function of the applied shear rate. It turns out that the coarsening rate is strongly impacted by the applied shear: this coarsening rate is continuously reduced above a critical shear rate, which decreases itself with the bubble size.

This coarsening rate reduction can only be interpreted as the result of out-of-equilibrium and shear-dependent film thicknesses, being higher than at rest. The critical shear rate, above which films are sustained at higher thickness than at equilibrium, emerges from the competition between the rate of rearrangements and the time required to drain a thick film created during the rearrangement.

We thus report here first experimental proofs and measurements of out-of-equilibrium film thicknesses within a sheared foam, and of the impact this shear has on coarsening through the renewal of films by shear-induced topological rearrangements.

Mots-clés : Foam, drainage, coarsening, capillarity, rheology.



Rheological investigation and modeling of healing properties in Innovative fused deposition of medical composites based on poly(lactic-acid)/hydroxyapatite fillers

**Xavier Lacambra Andreu^{1,2}, Xavier P. Morelle¹, Abderrahim Maazouz^{1,3}, Jean-Marc Chenal²,
Khalid Lamnawar^{1*}**

¹ Université de Lyon, CNRS, UMR 5223, Ingénierie des Matériaux Polymères, INSA Lyon, Univ. Claude Bernard Lyon 1, Univ. Jean Monnet, F-69621, Villeurbanne, France

² Université de Lyon, CNRS, UMR 5510, MATEIS, INSA-Lyon, F-69621 Villeurbanne, France

³ Hassan II Academy of Science and Technology, 10100 Rabat, Morocco

*Correspondance : 1) khalid.lamnawar@insa-lyon.fr ;

Abstract:

The main focus of the present paper is the rheological study of PDLLA with hydroxyapatite (HA) active fillers towards a modelling of their healing properties during 3D direct pellet printing extrusion (DPPE). The rheological properties of the studied suspension model systems were firstly investigated and discussed depending of the HA content. Thereby, effects of experimental process conditions (i.e. temperature, time and printing speed) on the performance of DPPE-printed materials were subsequently studied. Through the development of a healing degree model, we were able to quantify the process-induced diffuse interphase thickness and to consider the induced chains orientation coming from filament deposition. The present model allows to assess non-isothermal polymer relaxations and further models the contribution of chains orientation in terms of entanglement rate through the Convective Constraint Release theory. Lastly, the experimental results highlight the presence of a thick interphase between neighboring layers and corroborate our modelling approach.

Keywords: 3D printing, Direct Pellet Printing Extrusion, rheology, interface healing, polymer diffusion, modelling.

Extrusion foaming of linear and branched polypropylenes

- Input of the thermomechanical analysis of pressure drop in the die

C. Sandino¹, E. Peuvrel-Disdier¹, J.F. Agassant¹, P. Laure^{1,2}, S.A.E. Boyer¹, G. Hibert³, Y. Trolez³

¹ MINES Paris - PSL, CEMEF, UMR CNRS 7635, CS 10207, 06904 Sophia Antipolis (France)

² Laboratoire J.-A. Dieudonné, CNRS UMR 6621, Université Côte d'Azur, Parc Valrose, 06108 Nice Cedex 02 (France)

³ TotalEnergies One Tech Belgium, Zone Industrielle Feluy C, B 7181 Feluy (Belgium)

Summary :

This study aims at a better understanding of the polypropylene (PP) foamability by physical extrusion foaming.

Trials were conducted in a single screw extruder equipped with a gear pump for the gas dissolution step (same extrusion parameters, 1wt% CO₂) and a static mixer cooler allowing to decrease the melt temperature before the final die (referred as foaming temperature). The effect of decreasing this temperature on the PP foamability and on the pressure drop in the die is analyzed. The behavior of branched and linear PP grades is compared.

The foam density of branched PPs varies from high to low values while decreasing the foaming temperature. In the same processing conditions, the foam density of linear PPs does not decrease so much as already evidenced in the literature. The foamability transition coincides with an increase of the pressure drop in the die.

The thermomechanical analysis of the polymer flow in the die is used to identify the relevant physical phenomena for a good foamability. The comparison of experimental pressure drops in the die and computed ones (analytical expressions for converging and capillary dies with identified purely viscous behaviors) points out the influence of the foaming temperature and of the polypropylene structure. At high foaming temperature the discrepancy between experimental and computed pressure drops remains limited. It increases when decreasing the foaming temperature, but the mismatch is much more important for branched PPs than for linear ones (Figure 1). This difference is analyzed as a combination of the activation energy of the viscosity, extensional flow in the converging part of the die, and onset of crystallization in the die. These hypotheses will be examined and discussed for the different polymer grades in order to clarify the physical scenario for the foaming process [1].

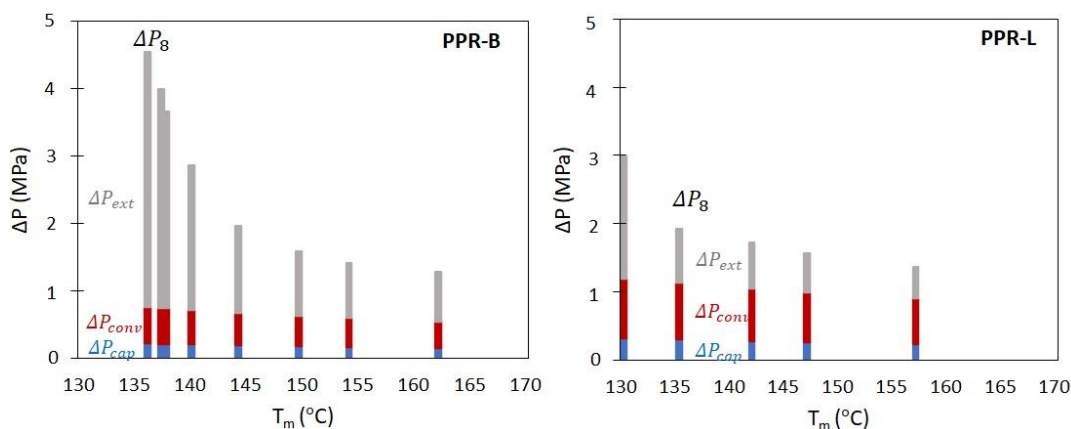


Figure 1: Comparison between the measured pressure drop ΔP_8 in the die and the calculated ones in the capillary ΔP_{cap} and in the convergent ΔP_{conv} for branched (PPR-B) and linear (PPR-L) PP grades. ΔP_{ext} represents the extensional contribution.

Reference :

1. Sandino C., Peuvrel-Disdier E., Agassant J.F., Laure P., Boyer S.A.E., Hibert G., Y. Trolez Y., Extrusion foaming of linear and branched polypropylenes-Input of the thermomechanical analysis of pressure drop in the die, Intern. Polym. Proc., 2022 accepted

Keywords : Extrusion foaming, polypropylene, analytical models

Etudes relations matériaux-procédés-propriétés appliquée à la détermination de critères d'imprimabilité 3D de matériaux composites à performances électromagnétiques contrôlées

A. Le Saos—Kauten^{1,2}, J. Ville¹, P. Roquefort¹, T. Aubry¹, V. Laur², A. Chevalier², A. Maalouf²

¹ IRDL UMR CNRS 6027, Université de Bretagne Occidentale, Brest

² Lab-STICC UMR CNRS 6285, Université de Bretagne Occidentale, Brest

L'accroissement de l'utilisation des technologies sans fil entraîne une diversification importante des contextes d'application des systèmes basés sur l'émission d'ondes électromagnétiques. Les absorbants électromagnétiques sont aujourd'hui utilisés non seulement pour améliorer la furtivité des systèmes dans le domaine militaire mais aussi pour contrôler des interférences parasites à l'intérieur de modules de plus en plus compacts. Ainsi, de nouvelles technologies de mise en forme de ces matériaux composites doivent être mises en œuvre pour faciliter leur fabrication et limiter leur coût de production. Dans ce contexte, l'élaboration de matériaux composites absorbants innovants apparaît comme un potentiel de développement remarquable des techniques de fabrication additive telles que l'impression 3D par dépôt filaire à l'état fondu.

La présente étude consiste à élaborer des matériaux composites à matrice bi-phasique acrylonitrile butadiène styrène (ABS)/polyéthylène (PE) chargée en particules ferromagnétiques (Fe), ayant vocation à concevoir un matériau capable d'absorber les ondes électromagnétiques et pouvant être imprimé en 3D. Pour ce faire, les échantillons sont préparés à l'échelle du laboratoire, à l'état fondu, à partir de deux matériaux de référence : un mélange-maître ABS/PE élaboré au mélangeur interne et un matériau composite ABS/Fe préparé à l'aide d'une mini-extrudeuse. L'élaboration des matériaux composites [ABS/PE]/Fe repose sur l'incorporation de particules Fe, à l'aide d'une mini-extrudeuse, au sein du mélange ABS/PE.

Les premières observations en microscopie électronique à balayage mettent en évidence la dispersion d'inclusions ellipsoïdales de PE dans la matrice ABS, ce qui est attribué à la contribution visqueuse de la phase ABS prépondérante sur l'élasticité du PE. En outre, les particules de Fe se présentent sous forme de sphères micrométriques individualisées, systématiquement dispersées dans la phase ABS. Les mesures en viscoélasticité linéaire mettent en évidence, à une température de 220°C, valeur choisie pour chaque procédé de malaxage (mélangeage, extrusion) et de mise en forme (filage, impression 3D), la totale stabilité thermique de chaque matériau de référence ainsi que du matériau composite [ABS/PE]/Fe pendant 3 000 s. Cette durée englobe toutes les étapes de fabrication des échantillons. Par ailleurs, si le niveau de viscosité est comparable à celui des matériaux composites ABS/Fe, le comportement à seuil d'écoulement des échantillons [ABS/PE]/Fe n'en contre-indique pas l'imprimabilité. Enfin, la présence d'inclusions de PE a vocation à conférer aux filaments composites un gain d'élasticité par rapport aux filaments de référence ABS/Fe. Les premiers résultats obtenus en réalisant une caractérisation électromagnétique à l'aide d'une méthode en guide d'onde rectangulaire (8-12 GHz) montrent que l'incorporation de particules Fe à fraction volumiques croissantes (de 10% à 30%) entraîne l'augmentation des pertes magnétiques au sein du composite. Les résultats obtenus pour le matériau [ABS/PE]/Fe avec 30% de Fer et 20% de PE concordent en termes d'absorption électromagnétique avec le composite ABS/Fe 30%. L'ajout d'inclusions PE dans le composite ABS/Fe ne contre-indique en rien le caractère absorbant du matériau créé.

En termes de perspectives, envisager l'utilisation de particules ferromagnétiques lamellaires contribuerait à compléter les premiers résultats en comparant l'impact de la géométrie des particules, sphérique ou lamellaire, sur le comportement rhéologique, les performances électromagnétiques et l'imprimabilité des échantillons. A plus long terme, l'idée est d'extrapoler le protocole d'élaboration et de mise en forme de l'échelle de laboratoire vers celle de l'industrie tout en contrôlant les performances finales des échantillons. La compatibilité de ces matériaux avec la technologie d'impression 3D filaire permettra d'envisager la conception et la fabrication de matériaux structurés tels que des matériaux à gradient d'indice dans le but d'optimiser l'adaptation d'impédance de la structure, et ainsi, son efficacité en termes d'absorption.

Mots-clé : Morphologie, rhéologie, électromagnétisme, hyperfréquences, impression 3D

Macro-indentation de matériaux de construction destinés à l'impression 3D par extrusion

S. Njoukekang, E. Elat, A. Pierre

*CY Cergy Paris Université, Laboratoire de Mécanique et Matériaux du Génie Civil (L2MGC EA 4114), 5 mail
Gay-Lussac – Neuville-sur-Oise, 95031 Cergy-Pontoise*

Résumé :

La construction digitale ouvre de nouveaux horizons dans le domaine du génie civil. Elle impose par contre d'autres exigences en termes de contrôle rhéologique du matériau en comparaison aux méthodes de construction traditionnelles. Les processus de fabrication additive nécessitent en effet une maîtrise importante des propriétés rhéologiques du matériau tout au long du process pour prévoir son comportement lors du dépôt du matériau et de la construction de l'élément final.

Dans le cas de l'impression 3D par extrusion d'une brique infinie, c'est-à-dire que le matériau ne s'affaisse pas sous son propre poids, les ordres de grandeur du module d'Young et du seuil de mise en écoulement du matériau sont parfois impossibles à estimer en utilisant les essais d'écoulement gravitaire. Les essais standardisés utilisés habituellement dans le domaine du génie civil ne sont plus adaptés et il convient de proposer d'autres méthodes simples, peu coûteuses et empiriques pour estimer les propriétés qui vont conditionner la stabilité de la structure imprimée.

Nous proposons dans cette étude d'utiliser une macro-indentation sphérique des matériaux de construction. Dans un premier temps, nous reprenons la théorie existante pour ce type d'essai afin de les analyser et d'évaluer les propriétés rhéologiques, notamment le module d'Young et le seuil de cisaillement. Ces résultats sont ensuite comparés à des essais de références : un essai de compression en géométrie plan-plan et un essai de cisaillement en utilisant une géométrie Vane.

Nous montrons ainsi que l'essai de macro-indentation sphérique est pertinent et simple pour caractériser les matériaux de construction destinés à être utilisés dans les processus de construction par impression 3D.

Mots-clés : Impression 3D, Macro-Indentation, Fluide à seuil, Matériaux de construction

Influence of coupled friction and adhesion on the rheology of Non-Brownian suspensions

M. Orsi, L. Lobry, F. Peters

Université Côte d'Azur, CNRS, Institut de Physique de Nice (INPHYNI), France

Recently, great progress has been made in the understanding of the rheology of non-Brownian dense suspensions. Many experimental and numerical studies have evidenced the prominent role played by the contact interactions between particles in the complex physics of such suspensions (Mari et al., 2014; Gallier et al., 2014), including shear-thinning behaviour in suspensions of rigid particles (Lobry et al., 2019) or discontinuous shear-thickening (Mari et al., 2014). At this point, it is now well known that the value of the friction coefficient between particles has a major influence on the jamming solid volume fraction of non-Brownian suspensions, which has been found in the approximate range $[0.55, 0.64]$ for rigid particles.

A recent experimental study by Gilbert et al. (2021) concerning suspensions of soft particles have shown that, depending on the material rigidity, the maximum volume fraction could decrease down to values as low as 0.40. Such a low value cannot be explained by friction only, and it has been proposed that adhesion between particles together with friction, may be responsible for this behaviour and for the shear-thinning behaviour that is also observed.

The present work aims at understanding the coupled influence of friction and adhesion between particles on the rheological properties of suspensions using particle-scale simulations. The influence of friction and adhesion on the usual material functions (shear viscosity, normal stress differences, contact stresses) is studied. In particular, adhesion is shown to result in a strong decrease of the jamming volume fraction. Finally, the microstructure that underlies the rheology of such adhesive suspensions is investigated.

Gallier, S. et al. (2014). *Journal of Fluid Mechanics*, 757, 514–549

Gilbert, D. et al. (2021). *Journal of Rheology*, 66, 161

Lobry, L. et al. (2019). *Journal of Fluid Mechanics*, 860, 682–710

Mari, R. et al. (2014). *M. M. Journal of Rheology*, 58(6), 1693–1724

Rheological and frictional behavior of soft particles

L. Blaiset^{1,2} et E. Guazzelli¹, M. Roché¹, N. Sanson², B. Bresson²

¹ MSC – Université de Paris, UMR 7057, Paris, France

² SIMM - ESPCI, UMR 7615, Paris, France

Summary:

Over the past decades, industrial problematics have led to exploring different ways to control the rheology of dense suspensions. Shear thickening or shear thinning can be induced by changing the chemical nature of surfaces which appears as a crucial feature. Recent studies have highlighted the importance of friction in these systems, when particles are non-deformable [1,2].

Much less is known when particles can deform. In this framework, our study focuses on the rheological behavior in water of non-Brownian particles with controlled surface properties, and more precisely how surface functionalization impacts particle-particle interactions. We perform alkaline hydrolysis on bare particles of cross-linked poly(methylmethacrylate) (PMMA). During this step, hydrophobic PMMA transforms into a much softer hydrophilic polymer, poly(methacrylic acid) (PMAA) [3]. As the hydrolysis reaction occurs radially from the surface to the core of the PMMA particle, a hydrolyzed layer of controlled thickness of the particle can be obtained, acting as a deformable hydrogel with tunable swelling and surface properties in response to environmental stimuli such as pH, ionic strength, etc.

This surface modification has a great impact on interparticle friction and mechanical properties of the particle itself. The elastic modulus as well as the macroscopic friction of the obtained particles in suspension have been investigated by atomic force microscopy and measure of the angle of repose respectively [4]. Then a correlation has been made with the critical volume fraction of the suspension and with rheological experiments.

We demonstrate that (i) the presence of a hydrogel layer drastically reduces the frictional coefficient compared to non-modified particles (ii) interparticle friction behavior of modified particles strongly depends on physico-chemical properties of the suspending fluid (pH, ionic strength, ...). We believe these parameters affecting their surface properties play a significant role in the deformation of particles, and thus in the macroscopic behavior of the suspension.

Keywords: Soft particles, Dense suspension, Hydrolysis, Friction, Rheology

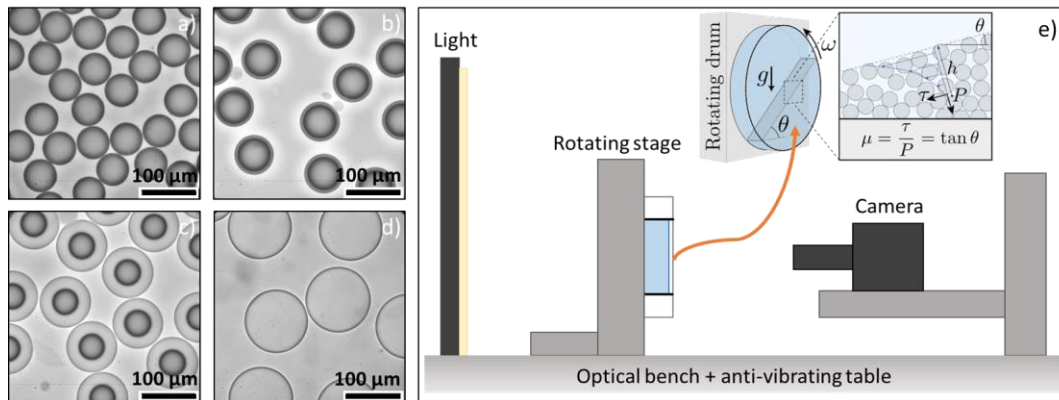


Figure 1: Optical microscopy images of particles in water at different reaction times and temperatures: (a) 2h, 150°C; (b) 5h, 150°C; (c) 8h, 150°C; (d) 6h, 160°C; (e) scheme of rotating drum set up used for angle of repose measurements in suspension

References

- [1] Yi. Chen, Y. Zhou, H. Pi and G. Zeng, RSC Adv., 2019, 9, 3469–3478.
- [2] J. A. Richards, R. E. O’Neill and W. C. K. Poon, Rheol Acta, 2020, 60, 97–106.
- [3] B. C. Thanoo and A. Jayakrishnan, J. Appl. Polym. Sci., 1990, 39, 1153–1161.
- [4] C. Clavaud, A. Bérut, B. Metzger and Y. Forterre, Proc Natl Acad Sci USA, 2017, 114, 5147–5152.

Measurement of suspensions transient viscosity upon any change of shear direction thanks to a novel Cross-Rheometer apparatus.

F. Blanc^{a†}, C. Benarroche^a, F. Peters^a, R. Mari^b, E. Lemaire^a

a. Institut de Physique de Nice. CNRS, Université Côte d'Azur, Nice, France.

b. Liphy. Université Grenoble Alpes, CNRS, Grenoble, France

† frederic.blanc@univ-cotedazur.fr

Mots clés :

Non Brownian suspensions, transient viscosity, 3D shear induced microstructure, tensorial stress measurement.

Résumé :

It is now accepted that contact forces play a key role in the rheology of dense suspensions. Frictional contacts strongly increase the viscosity [1]. A striking feature of frictional suspensions is the transient viscosity behavior that happens when the shear direction is reversed. In such experiments the viscosity decreases after the shear reversal to a minimum where contacts vanish and increases again up to the steady value as frictional contacts re-build [2,3]. This transient flow is related to the asymmetry of the shear-induced anisotropic microstructure of non-Brownian suspensions. So far, the effect of this anisotropy on the viscosity has only been characterized by reversing the shear direction although the particles organize in a 3D microstructure [4] that has to be probed in any direction. It is therefore necessary to shear the suspension not only by reversing the direction of the flow but in all the directions perpendicular to the velocity gradient direction.

To this aim, we have developed a cross rheometry device that consists in two parallel horizontal plates moving one with respect to the other by means of two orthogonal translation stages. The displacement of these two stages allows the top plate to move in any direction relative to the bottom plate. The suspension, which is poured in a cup on the lower plate, can then be sheared in any direction. Stress measurements are performed by a force platform located below the lower plane which provides the force in the 3 directions. Knowing the shear force on the plate and its velocity, this device allows us to measure the transient shear viscosity upon any change of shear direction. We will present our results for non-Brownian suspensions of volume fraction above 0.45.

[1] Gallier et al. (2014). JFM 757, 514-549.

[2] Peters et al. (2016). JOR 60, 715-732.

[3] Lin et al. (2015). PRL 115, 228304.

[4] Deboeuf et al. (2018). JOR, 62(2), 643-663.

Phase separation and shear thickening of cornstarch suspensions

A. Gauthier^{1,3}, G. Ovarlez² et A. Colin³

¹ Université de Rennes, CNRS, IPR (Institut de Physique de Rennes) - UMR 6251, F-35000 Rennes, France

² Université de Bordeaux, CNRS, Solvay, LOF, UMR 5258, F-33608 Pessac, France

³ MIE – Chemistry, Biology and Innovation (CBI) UMR 8231, ESPCI Paris, CNRS, PSL Research University, 10 rue Vauquelin, Paris, France

Résumé :

Some dense particle suspensions exhibit a dramatic increase of their viscosity when the applied shear stress exceeds a critical value. This so-called shear-thickening process is often associated with the development of high and fluctuating normal stresses, strong enough to bend or can break the mixing systems in industry. Using an in-house pressure sensor array in a parallel plate geometry, we map the normal stresses during the shear-thickening process in two systems: a cornstarch suspension and a stabilized calcium carbonate suspension. We evidence in cornstarch a unique and extremely stable stress signal, which moves in the velocity direction (figure 1), which do not appear in calcium carbonate. From the shape of the signal, we infer that its origin changes from a stress wave to a solid jammed aggregate at high solid fraction and small gap width. We discuss this phenomenon and show why the phase separation might be specific of cornstarch suspensions.

Mots-clés : Suspension, shear-thickening, normal stress, waves

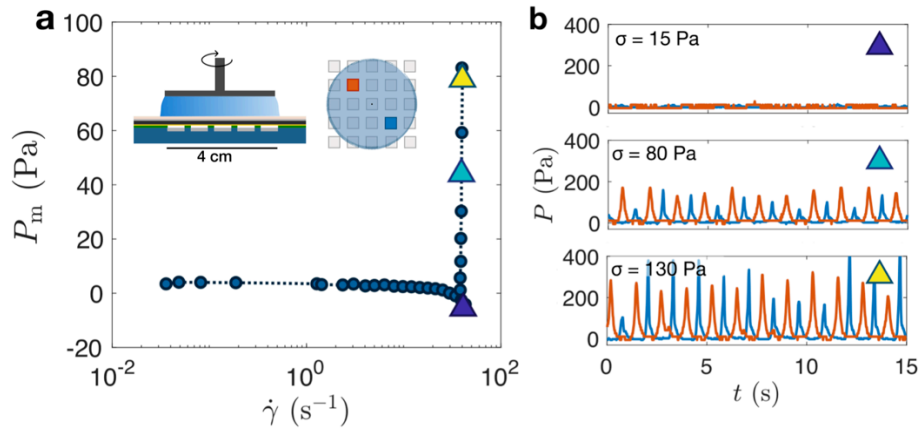


Figure 1 a. Mean vertical (normal) stress P_m measured in a 40% cornstarch suspension as a function of the shear rate $\dot{\gamma}$, as measured by the built-in sensor of the rheometer. The local normal stress is measured along the flow curve, and shown in the three positions highlighted by triangles (in the shear-thickening regime). The inset shows the pressure sensor array (installed on a parallel plate geometry), as seen from the side and from the top. **b.** Local normal stress signal measured by two sensors placed diagonally (shown in red and blue in the inset), for three different applied stress.

Rhéologie d'un mélange binaire de colloïdes mous et durs à interactions attractives

A. Mungroo¹, F. Dutertre¹, J.C Majesté¹

¹ Univ Lyon, CNRS, UMR 5223, Ingénierie des Matériaux Polymères, Université Claude Bernard Lyon 1, INSA Lyon, Université Jean Monnet, F-42023 Saint-Étienne Cédex 2, France

Résumé :

De nombreuses recherches académiques et industrielles se sont portées sur les mélanges de colloïdes mous et durs[1], notamment pour étudier l'impact de la mollesse colloïdale sur les propriétés rhéologiques et leur diagramme de phase. Dans ce travail, nous nous sommes efforcé d'enrichir ce savoir par l'étude d'un mélange innovant entre des microgels d'acrylamide et des particules de silice où les interactions attractives entre ces deux types de colloïdes seront modulées par l'ajout d'un co-monomère collant, le N,N-diméthylacrylamide.

Pour ce faire, nous avons dérivé un système nano-composite bien connus[2], [3] formé d'une matrice de polyacrylamide contenant des particules de silice à une échelle colloïdale. Notre mélange est constitué d'une solution aqueuse contenant des microgels de polyacrylamide synthétisés (colloïdes mous) ainsi que des particules nanométriques de silice (colloïdes durs).

Nous nous sommes intéressés aux impacts des interactions attractives apportées par des microgels copolymérisés sur les propriétés d'écoulement, la structure et le diagramme de phases des mélanges binaires. Je présenterai d'abord comment nous avons modifié la mollesse colloïdale et la taille des microgels de polyacrylamide selon le procédé de synthèse. Puis, je décrirai l'impact de interactions attractives sur la transition vitreuse colloïdale, leur diagramme de phase et la structure des mélanges.

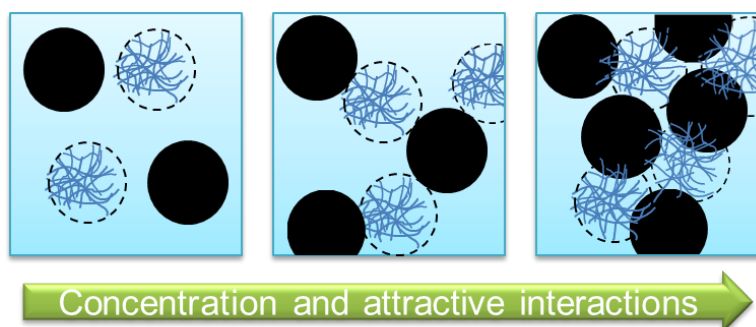


Figure 1. Schéma du mélange binaire entre les microgels (cercle ouvert bleu) et les particules dures de silice (cercle noir).

Mots clés : colloïde, microgel, rhéologie, synthèse

Références

- [1] D. Vlassopoulos and M. Cloitre, “Tunable rheology of dense soft deformable colloids”, 2014, *Curr. Opin. Colloid Interface Sci.*, vol. 19, no. 6, pp. 561–574.
- [2] S. Rose, A. Marcellan, D. Hourdet, and T. Narita, “Dynamics of hybrid poly(acrylamide-co-N, N-dimethylacrylamide) hydrogels containing silica nanoparticles studied by dynamic light scattering”, 2013, *Macromolecules*, vol. 46, no. 13, pp. 5329–5336.
- [3] L. Petit, L. Carlsson, S. Rose, A. Marcellan, T. Narita, and D. Hourdet, “Design and viscoelastic properties of PDMA/silica assemblies in aqueous media”, 2014, *Macromol. Symp.*, vol. 337, no. 1, pp. 58–73.

Structuration of carbon black suspension under shear: a rheo-SAXS study

J. Bauland¹, S. Manneville¹, T. Divoux¹ et T. Gibaud¹

¹ Univ Lyon, Ens de Lyon, Univ Claude Bernard, CNRS, Laboratoire de Physique, F69342 Lyon, France

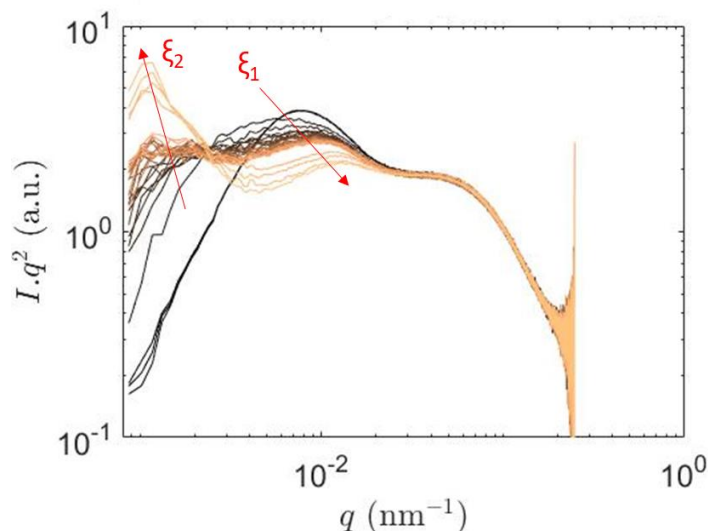
Résumé :

At low volume fraction, suspensions of attractive colloids tend to aggregate and eventually form gels when left unstirred. Providing that the applied stress is high enough, the suspension can be made to flow again and its viscosity can be found to be a function of both time and shear rate. During flow, the competition between colloid aggregation and dispersion by hydrodynamic forces results in a variety of time-dependent rheological behaviors known as thixotropy, a concept intimately linked with the structural evolution of the material. Thixotropy is properly defined by “the continuous decrease of viscosity with time when flow is applied to a sample that has been previously at rest and the subsequent recovery of viscosity in time when the flow is discontinued”¹. Because of its occurrence in daily-life materials, prediction and modelling of thixotropy is an active field of research. Among the different approach that have been used, the formulation of models often requires assumptions regarding the structure of the suspension². However, experimental systems where both structure and rheology have been monitored during flow are few.

Wang and Ewolt have recently shown that during step-downs in shear rate, carbon black suspension in oil displays thixotropic recovery which is followed by anti-thixotropy when the final shear rate is low³. This peculiar evolution of the viscosity suggests a “complex” scenario involving different mechanisms for the structure evolution with time. In this study, we aimed to tackle these mechanisms by characterizing the structure of a similar carbon black suspension under flow, using small angle X-ray scattering (SAXS). SAXS data revealed no anisotropic structuration over the range of probed scales ($6\text{ }\mu\text{m} > \xi > 30\text{ nm}$). At high shear rate, the scattered intensity $I(q)$ displays two elbows, attributed to the primary aggregates of carbon black and the fractal clusters. The anti-thixotropic behavior is associated with the appearance of two length scales at low q . Observation of an additional length has already been reported for this system in the gel state and was interpreted as the interpenetration distance between clusters⁴. Here, we discuss the possible interpretation under flow, supported by the theoretical framework of microstructural models.

- 1 J. Mewis and N. J. Wagner, *Adv. Colloid Interface Sci.*, 2009, 147–148, 214–227.
- 2 R. G. Larson and Y. Wei, *J. Rheol. (N. Y. N. Y.)*, 2019, **63**, 477–501.
- 3 Y. Wang and R. H. Ewoldt, *arXiv:2202.05772*, 2022, 1–31.
- 4 N. Dagès, L. V. Bouthier, L. Matthews, S. Manneville, T. Divoux, A. Poulesquen and T. Gibaud, *arXiv:2203.08675*, 2022, 1–15.

Mots-clés : suspension rheology, thixotropy, structure



Aggregation and disaggregation processes in clusters of particles: simple numerical and theoretical insights of the competition in 2D geometries

L.-V. Bouthier¹, M. Isambert¹, R. Martinez¹, R. Castellani¹, S. Manneville², A. Poulesquen³, E. Hachem¹ et R. Valette¹

¹ Computing and Fluids Research Group, MINES ParisTech, PSL – Research University, CEMEF, CNRS UMR 7635, 06904 Sophia-Antipolis, France

² Ecole Normale Supérieure de Lyon, Laboratoire de physique, CNRS UMR 5672, F-69342 Lyon, France

³ CEA, DES, ISEC, DE2D, SEAD, LCBC, Université de Montpellier, Marcoule, France

Résumé :

Aggregation and disaggregation of clusters of attractive particles under flow are studied from numerical and theoretical points of view. Two-dimensional molecular dynamics simulations of both Couette and Poiseuille flows highlight the growth of the average steady-state cluster size as a power law of the adhesion number, a dimensionless number that quantifies the ratio of attractive forces to shear stress. Such a power-law scaling results from the competition between aggregation and disaggregation processes (fig 1.), as already reported in the literature. Here, we rationalize this behavior through a model based on an energy function, which minimization yields the power-law exponent in terms of the cluster fractal dimension.

After having investigated numerical simulations and theoretical model about aggregation and disaggregation processes, we draw the conclusion that simulations agree on the fact that an increasing trend between the average size of the cluster and the adhesion number can be seen even if the distribution may be pretty wide. On the contrary, the theoretical approach developed in the literature proposes a clear scaling law between the size of the clusters and the adhesion number. As shown by all our statistical analysis, one can believe that a scaling exists between the size of the cluster and the adhesion number in an aggregating-disaggregating process.

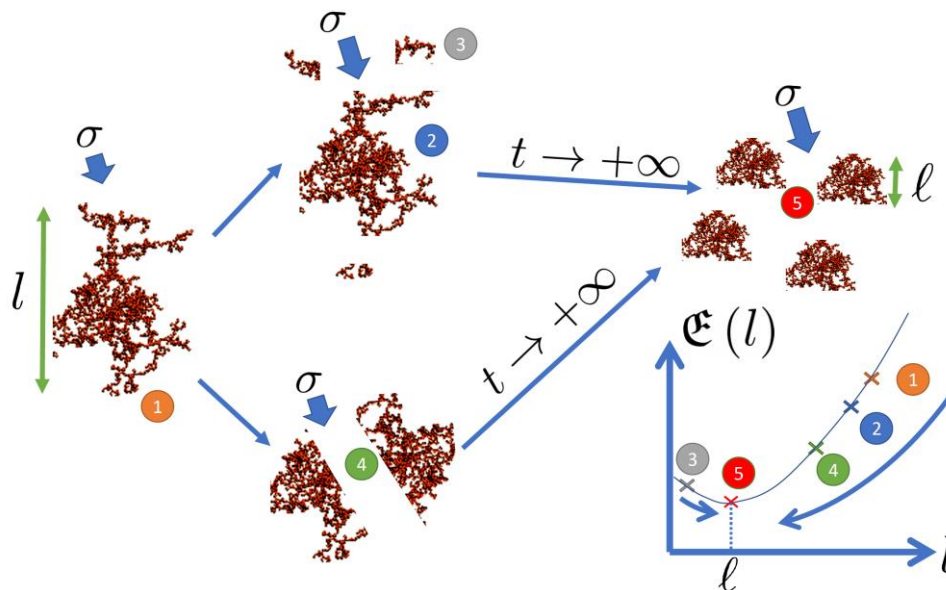


Fig 1.: Illustration of the processes of disaggregation and reaggregation of aggregates under a uniform stress. The numbers represent different size of aggregates with different level of energy. The aggregates are disaggregating and reaggregating according to the stress solicitation. Transition from state 1 to state 4 may simulate a fragile rupture, Transition from states 1 to states 2 and 3 may simulate erosion.

Mots-clés : Fractal aggregates, theoretical modelling, numerical simulation