

Écoulements granulaires humides sur plan incliné: rhéologie frictionnelle cohésive en régime visqueux et inertiel

S. Deboeuf¹ et A. Fall²

1 Sorbonne Université, CNRS, UMR 7190, Institut Jean Le Rond d'Alembert, 75005 Paris

2 Labo. Navier, UMR 8205, CNRS, Ecole des Ponts ParisTech, Univ. Gustav Eiffel, 77420 Champs sur Marne

Résumé :

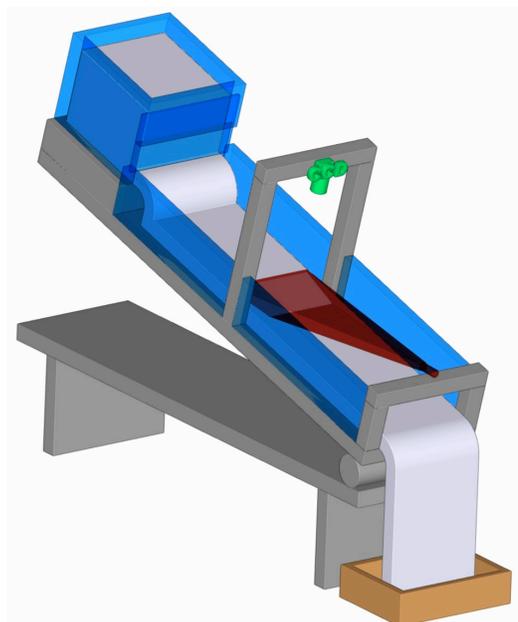
Les écoulements multi-phasiques naturels ou industriels (glissements de terrain, mélanges de poudres, ...) ont des propriétés rhéologiques non triviales, qu'il est utile de mieux comprendre à partir d'expériences modèles. Les matériaux granulaires humides, à mi-chemin entre les matériaux granulaires secs et les suspensions denses concentrées, sont un exemple de matériaux multi-phasiques, dont la rhéologie reste assez peu documentée. Les pores du matériau granulaire étant partiellement remplis d'air et de liquide, la tension de surface induit notamment des forces de cohésion entre les grains, en plus des forces de dissipation par frottement et collision aux contacts entre les grains. Les ponts liquides et les clusters de grains/liquide/air induisent également d'autres effets éventuellement dissipatifs (visqueux, capillaires, inertiels, ...).

Nous réalisons pour la première fois à notre connaissance, des expériences d'écoulement de matériaux granulaires humides, sur plan incliné: celles-ci révèlent un régime d'écoulement stationnaire uniforme pour une certaine gamme de paramètres expérimentaux (angle de la pente, hauteur de l'ouverture du silo, quantité de liquide, viscosité du liquide), comme bien connu dans le cas saturé.

Ces données expérimentales nous permettent de vérifier si la contrainte de cohésion τ_c décrivant la limite de stabilité statique via le critère de Mohr-Coulomb avec cohésion $\tau = \tau_c + \mu P$, avec τ et P , les contraintes maximales de cisaillement et de pression et μ le coefficient de frottement interne, est pertinente en écoulement rapide. Ce critère semble ainsi adaptable pour décrire la rhéologie des matériaux granulaires humides en écoulement rapide, à condition de comprendre les variations du frottement interne avec les paramètres expérimentaux. En particulier, nous comparerons nos mesures du frottement interne dans le cas humide, au cas sec et nous nous demanderons si des régime visqueux et inertiels sont observés.

Nous pourrions nous appuyer sur les connaissances déjà acquises sur la rhéologie des matériaux granulaires saturés (secs et immergés) et des matériaux cohésifs modèles (quand la cohésion est induite par une force caractéristique entre les grains).

Mots-clés : Rhéologie, Mécanique-Physique, Plan incliné, Cohésion, Frottement



Comportement rhéologique d'enrobés bitumineux modèles

B. Dussault, A. Leclerc, J.B. Champenois et A. Poulesquen

CEA, DES, ISEC, DE2D, Univ Montpellier, Marcoule, France

Résumé :

Le bitume est utilisé depuis les années soixante comme matrice de conditionnement de déchets radioactifs. Le comportement de ces enrobés bitumineux sous sollicitation thermique, sous l'effet de rayonnements ionisants ou encore sous eau doit être étudié. En particulier, leur comportement rhéologique est une donnée d'entrée pour décrire divers phénomènes tels que la convection, la sédimentation ou encore la migration de bulles de gaz. Ces enrobés bitumineux sont élaborés par extrusion bi-vis et sont majoritairement composés de 40 % en masse de sels inorganiques, d'une taille supérieure au micron, et de 60 % de bitume de grade 70/100. Ces matériaux sont considérés comme une dispersion de sels non browniens suspendus dans une matrice newtonienne de bitume (Figure 1). Le bitume pur et quatre enrobés bitumineux avec une fraction volumique croissante comprise entre 6 et 23 % de sels ont été synthétisés et caractérisés rhéologiquement en fonction de la température par diverses procédures expérimentales (fluage, créneau de vitesse et régime transitoire). Les résultats montrent que le bitume pur est newtonien sur la gamme de température testée, avec un comportement fortement thermo-dépendant. Les enrobés de fortes fractions volumiques présentent quant à eux un seuil d'écoulement pouvant être décrit par un modèle de Herschel Bulkley. Le seuil d'écoulement dépend de la fraction volumique mais aussi de la température, avec un seuil qui varie en loi de puissance avec la température. Nous montrerons que cette contrainte seuil est liée aux forces d'adhésion entre les sels. Enfin, toutes les données expérimentales peuvent être rassemblées sur une seule courbe maitresse en traçant la viscosité relative en fonction d'une contrainte adimensionnée par la contrainte seuil.

Mots-clés : suspension, bitume, adhésion

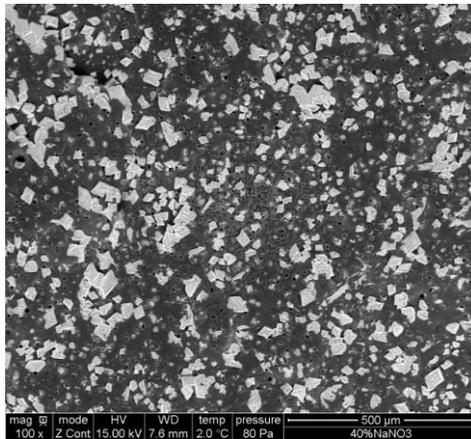


Figure 1 : dispersion de sels de nitrate de sodium dans une matrice bitume

Étalement des poudres sous vibrations

G. Marouazi¹, M. Jenny¹, A. Pascot¹ et S. Kiesgen de Richter¹

1 LEMTA UMR7563, Université de Lorraine / CNRS

Session thématique envisagée : Poudres, Suspensions, Granulaires..

Résumé :

Les pâtes granulaires en tant que suspensions de particules hautement concentrées, telles que les pâtes de gypse et les bétons frais, jouent un rôle important dans la fabrication de différents produits dans les industries de la construction, chimique et alimentaire. Ces matériaux se comportent comme des fluides non newtoniens. Leurs propriétés rhéologiques complexes (limite d'élasticité, thixotropie) doivent être comprises pour réaliser des modèles physiques prédictifs et afin d'optimiser les propriétés d'utilisation finale de ces produits en liaison avec leur formulation. Une façon d'améliorer la mise en écoulement des pâtes consiste à appliquer une vibration mécanique pour diminuer leur viscosité apparente. Cependant, les mécanismes physiques qui rendent compte de l'effet des vibrations sur la dynamique des contacts entre particules, et donc sur leur rhéologie sont encore mal compris. Afin d'attaquer cette problématique en lien avec la rhéologie de ces milieux sous vibrations, nous avons étudié l'étalement sur des poudres sèches sous vibrations. En effet, ce type de configuration expérimentale peut être utilisée pour déterminer la rhéologie du milieu.

De nombreuses études ont montré que l'application des vibrations mécaniques à des milieux granulaires secs ou humides permet de supprimer la contrainte seuil et de réduire la viscosité apparente. La rhéologie est alors similaire à celle d'un fluide rhéofluidifiant avec un plateau newtonien à faibles valeurs du taux de cisaillement. La viscosité diminue en augmentant l'intensité des vibrations. La valeur de la viscosité apparente dépend de la contrainte induite par les vibrations, de la taille des grains et de la rugosité du plan de l'étalement.

Afin de caractériser la dynamique d'étalement des poudres, nous avons mis en place un dispositif expérimental composé d'une plaque horizontale rugueuse sur laquelle repose un tas de billes de verre sphériques de diamètre $d_1=400-600\mu\text{m}$. Les différentes rugosités de la plaque sont obtenues avec des surfaces imprimées 3D ($d_2= 1, 1.5, 2\text{mm}$) ainsi qu'en collant des billes de verre sphériques sur un ruban adhésif double face. Notre tas de grains est formé en versant la poudre dans un entonnoir qui sera retiré délicatement pour former un cône. Les vibrations sont contrôlées par une boucle fermée utilisant un accéléromètre fixé sur la plaque liée au pot vibrant. On suit l'étalement grâce à une caméra CCD haute résolution qui filme simultanément la hauteur et le diamètre du tas grâce à un miroir orienté à 45° .

Nous observons que la vitesse d'étalement augmente avec la fréquence et l'amplitude des vibrations, ce qui correspond à la diminution attendue de la viscosité apparente. Cela peut être expliqué par le fait que les vibrations affaiblissent les liens entre grains. Nous démontrons que l'humidité augmente la cohésion et réduit la coulabilité. Nous observons aussi que l'évolution de l'étalement n'est pas monotone avec la fréquence.

Mots-clés : Rhéologie, Physique, Poudres, Etalement, Vibrations

Caractérisation rhéologique et structurale de boues issues de procédés de traitement nucléaires

S. Castel¹, S. Manneville², J-B. Champenois¹ et A. Poulesquen¹

1 CEA de Marcoule (CEA/DES/ISEC/DE2D/SEAD/LCBC)

2 ENS de Lyon (LPENSL)

Résumé :

La filière nucléaire est à l'origine d'un certain nombre de produits en fin de vie qu'il est nécessaire de conditionner dans une matrice solide et de stocker. On trouve parmi ces divers déchets des boues qui peuvent être définies comme des suspensions de particules solides dispersées dans un fluide, généralement aqueux. Les principales sources de boues dans l'industrie de nucléaire sont le traitement d'effluents radioactifs liquides par des réactifs de coprécipitation ainsi que l'accumulation de déchets historiques.

Les premiers travaux de cette thèse se focalisent sur l'étude d'un simulant non radioactif d'une boue de coprécipitation. Cette boue peut être apparentée à une suspension de particules insolubles à composition et granulométrie large qui sont dispersées dans une phase neutre aqueuse présentant une grande force ionique et contenant principalement des ions Na^+ , NO_3^- et SO_4^{2-} . Diverses techniques de séparation de phase (filtration, centrifugation, séchage) et d'analyse physico-chimique (ICP, chromatographie ionique, MEB, SAXS, DRX, FX, granulométrie laser, pycnomètre à hélium) sont utilisées afin de cartographier précisément les propriétés du simulant.

Le domaine linéaire de réponse viscoélastique est déterminé par une étude oscillatoire où un cisaillement sinusoïdal à amplitude de déformation variable est appliqué au matériau. Les propriétés d'écoulement sont étudiées en observant la réponse de la boue à une contrainte ou un gradient de cisaillement qui peut être constant ou variable dans le temps. La thixotropie est sondée grâce à des courbes d'écoulement établies avec des temps de mesure plus ou moins grands, ou alors en laissant la boue se reposer plus ou moins longtemps avant d'appliquer un gradient de contrainte. Le cisaillement est imagé directement par ultrasons de faible intensité.

Finalement, cette boue apparaît alors comme un matériau à seuil légèrement thixotrope qui se restructure sur des temps inférieurs à 5 min. La réponse observée dépend de la géométrie utilisée (Couette, Vane, Ruban Double hélice).

Mots-clés : Rhéologie, Physique, Boues, Nucléaire, Ultrason



Fig. 1 : Apparence d'une boue de coprécipitation modèle

Particle Orientation in a shear flow for power law and viscoelastic fluids

P. Laure^{1,2}, J. Ferec³ et L. Silva⁴

1 MINES Paris, PSL Research University, CEMEF – Centre de Mise en Forme des Matériaux, UMR CNRS 7635, CS 10207, 06904 Sophia Antipolis, France

2 Univ. Côte d'Azur, CNRS, Lab. J.A. Dieudonné, UMR CNRS 7351, Parc Valrose F-06000 Nice, France

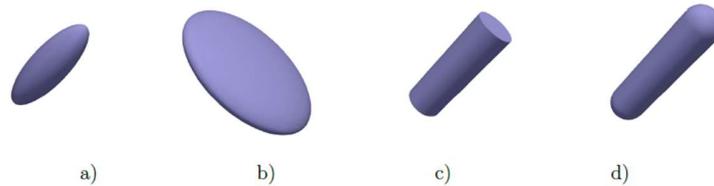
3-IRDL, CNRS, Université Bretagne Sud, Rue de Saint Maude, 56321 Lorient, France

4-Ecole Centrale de Nantes, High Performance Computing Institute, 1 Rue de la Noë, 44300 Nantes, France

Abstract :

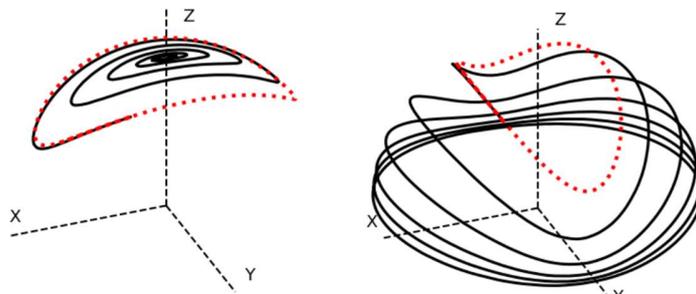
The first works devoted to the evolution of elongated particles are mainly due to Jeffery, which exhibits the evolution equation for orientation. In a simple shear flow and Newtonian fluid, the particle was found to undergo a periodic revolution, called the Jeffery orbit centered around the vorticity axis. This orbit is controlled by an aspect ratio β and the period of rotation is given by a simple formula $T = 2\pi(\beta^2 + 1)/\beta \dot{\gamma}$ where $\dot{\gamma}$ is the applied macroscopic shear rate.

Usually the studies are limited to rod-like particle (labelled as (c) in the Figure), but we extend our study to prolate ellipsoid (a), rod with rounded ends (d) and oblate ellipsoid (b).



Studied particles: ellipsoids with aspect ratios $\beta = 3$ (a) and $1/3$ (b); cylinder (c) and smooth cylinder (d).

First, computations are made for Newtonian fluid to get the aspect ratio associated to particle shape. For ellipsoids, the numerical aspect ratio is very close to the ratio L/D , L being the length and D the diameter whereas for the two rod-like particle, there are slightly smaller. Secondly, the computations made for power law fluids show that Jeffery's orbits are always observed. The main differences came from the period of rotation and the extreme values of the azimutal angle. The period of rotation increases for prolate spheroids whereas it decreases for oblate ones. It is possible to define an equivalent shear rate $\dot{\gamma}_{pow}$ from the computed period T_{pow} if the aspect ratios computed with a Newtonians fluid are always valid. For prolate spheroids, there are deviations with respect to the Jeffery's orbit as the minimal azimutal angle is bigger. For oblate spheroids, it is the maximal azimutal which is lower. Finally, computations are made with an Oldroyd-B fluid. For prolate spheroid, the fiber tends to align along the axis of vorticity. For oblate spheroid, the extremity of orientation vector evolves periodically towards the shear plane and finally the larger dimension of the particle is aligned along vorticity axis



Numerical computations for prolate (a) and oblate (b) spheroids in viscoelastic fluid (Jeffery's orbits in dashed lines).

Keywords: suspension, viscoelastic fluids, fiber orientation, shear flow, finite elements

Memory effect in lab-scale earthquakes

Ambroise Mathey, Sean Mc Namara, Jérôme Crassous, Axelle Amon

Institut de Physique de Rennes, Univ Rennes, CNRS - UMR 6251, Rennes

We are interested in the deformation of granular medium as a model of athermal amorphous material. When a sample of beads is deformed beyond a certain point (4-5%), the sample fails and a stationary regime arises where the deformation is then localized in shear bands separating the sample in solid blocks.

Those shear bands behave very similarly to the way a seismic fault does. Indeed, localized slip events occur intermittently along the shear bands and the size distribution of those plastic events follows a power law.

We also observe a memory effect, i.e. aftershocks after a considered mainshock that follows Omori's law. It makes our system a pretty good model to study earthquake at the lab scale.

I will present recent results showing that the aftershocks we observe are linked to a memory effect in deformation and not a time dependant effect.

Foam coarsening in a viscoelastic medium

A. Requier¹, C. Guidolin¹, E. Rio¹, N. Galvani², S. Cohen-Addad², O. Pitois³ and A. Salonen¹

¹*Laboratoire de Physique des Solides, Université Paris-Saclay, 91405 Orsay, France*

²*Sorbonne Université, UPMC Univ Paris 06, CNRS, 75005 Paris, France*

³*Université Gustave Eiffel, 77454 Marne-la-Vallée, France*

Abstract :

Foams are dispersions of gas bubbles in a continuous phase, that can be solid or liquid. As a form of matter, they exhibit unusual mechanical properties based on their typical cellular structure and the rearrangement dynamics of the bubbles. Combined with their lightness and high interfacial area, this makes them interesting for many industrial applications.

However, a primary concern regarding liquid foams is their stability, as drainage, coalescence and coarsening may alter their internal structure, causing foams to destabilise over time. This destabilisation, leading to inevitable foam damage, raises industrial issues regarding their longevity and requires a better understanding of foam stability. We are interested in foams with viscoelastic continuous phases, where the continuous matrix significantly modifies the coarsening process.

We study the impact of the mechanical properties of the continuous medium on the bubble pattern evolution during the coarsening process. The continuous phase of the foamed emulsions is concentrated oil-in-water emulsions which, at high oil droplets concentrations, are elastic. We thus vary the elasticity of the foamed emulsion continuous phase by adjusting the emulsion oil fraction. In order to neglect both drainage and coalescence, we study foamed emulsion coarsening in quasi-2D foam systems, where we follow the foam structure over time. The balance between Laplace pressure, that drives the coarsening process, and elasticity of the emulsion, which hinders it, is influenced by the foam structural parameters, which we modify through the liquid fraction.

We show that the viscoelasticity of the continuous phase strongly influences the evolution of foamed emulsions, causing the bubble growth rates to slow down. We also show that increasing the viscoelasticity of the continuous phase results in a spatially heterogeneous coarsening. This deeply affects the foam structure, as peculiar bubble patterns, quite distinct from what we usually observe, appear.

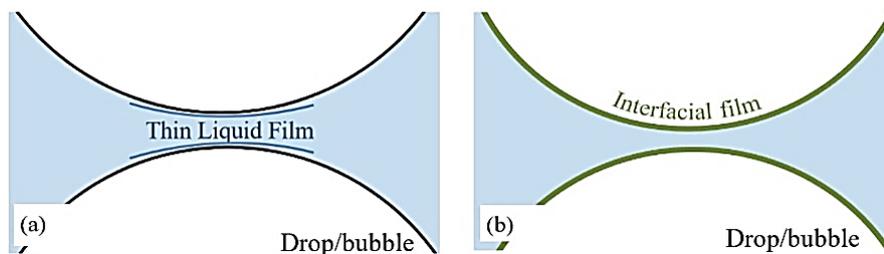
Keywords : foams, emulsions, coarsening, elastocapillarity

Propriétés viscoélastiques interfaciales et stabilité des systèmes dispersés

L. Torres, C. Dalmazzone, I. Hénaut and J. Vermant

Abstract

Une émulsion est un système comprenant au moins deux liquides immiscibles où l'un est dispersé dans l'autre et ayant une stabilité principalement cinétique. On trouve ces émulsions dans les aliments, produits d'hygiène-beauté, systèmes biologiques, processus industriels, etc. Un exemple d'émulsion est l'*eau de production* (Produced Water, PW), qui est une émulsion huile-dans-eau, obtenue après la récupération assistée du pétrole. Selon l'application des émulsions, les industries concernées sont intéressées par une stabilité élevée ou faible. La première est obtenue par l'ajout de molécules tensioactives (tensioactifs, protéines, molécules amphiphiles, etc.). La faible stabilité, au contraire, facilite la séparation des phases et permet par exemple le traitement des eaux résiduaires (eaux de production). La coalescence est alors facilement obtenue, ce qui conduit à une séparation facile. Souvent, l'étape déterminant la vitesse de la coalescence est le drainage du film mince aqueux. L'influence des contraintes rhéologiques interfaciales, apparaissant aux conditions limites, sur le drainage hydrodynamique du film a été mise en évidence, mais l'influence détaillée de la réponse rhéologique interfaciale n'est pas encore totalement comprise [1]. Le but de ce travail est de contribuer aux données expérimentales et de corréliser cette influence de la rhéologie interfaciale avec la déstabilisation observée à des échelles macroscopiques. La protéine globulaire *Bovine Serum Albumin* (BSA) a été choisie pour étudier l'impact des propriétés microscopiques sur la stabilité des émulsions car elle ne conduit ni à de fortes répulsions électrostatiques ni à des effets Marangoni. Ce système offre la possibilité de se concentrer sur les propriétés viscoélastiques interfaciales. L'étude à l'échelle microscopique a été réalisée à l'aide d'une technique appelée *Dynamic Thin Film Balance* [2] pour déterminer le temps de drainage, l'épaisseur à la rupture et le facteur de mobilité des films minces formés entre deux bulles. Les propriétés rhéologiques interfaciales des interfaces air-eau et huile-eau ont été mesurées à l'aide d'un anneau à double paroi (DWR), tandis que la stabilité de l'émulsion a été évaluée par la technologie de *flottation à gaz induit* (IGF) utilisée dans le traitement des eaux résiduaires par l'industrie pétrolière. Les résultats préliminaires suggèrent que les propriétés viscoélastiques de l'interface influencent suffisamment les conditions aux limites pour qu'il y ait une corrélation simple entre la stabilité des émulsions huile-dans-eau et les propriétés rhéologiques des interfaces.



[1] Chatzigiannakis, E., Jaensson, N., & Vermant, J. (2021). Thin liquid films: Where hydrodynamics, capillarity, surface stresses, and intermolecular forces meet. *Current Opinion in Colloid & Interface Science*, 101441.

[2] Pereira, L. C., Johansson, C., Blanch, H. W., & Radke, C. J. (2001). A bike-wheel microcell for measurement of thin-film forces. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 186(1-2), 103-111.

Compréhension des mécanismes de débouchages de milieu poreux par injection d'eau

M. Le Guevel¹, F. Lequeux¹, E. Verneuil¹ et L. Talini²

*1 Laboratoire Physico-Chimie des Interfaces Complexes, 10 rue Vauquelin ESPCI 75005 Paris, CHEMSTRATUP
64170 Lacq*

2 Laboratoire SVI, Saint Gobain 93300 Aubervilliers

Résumé :

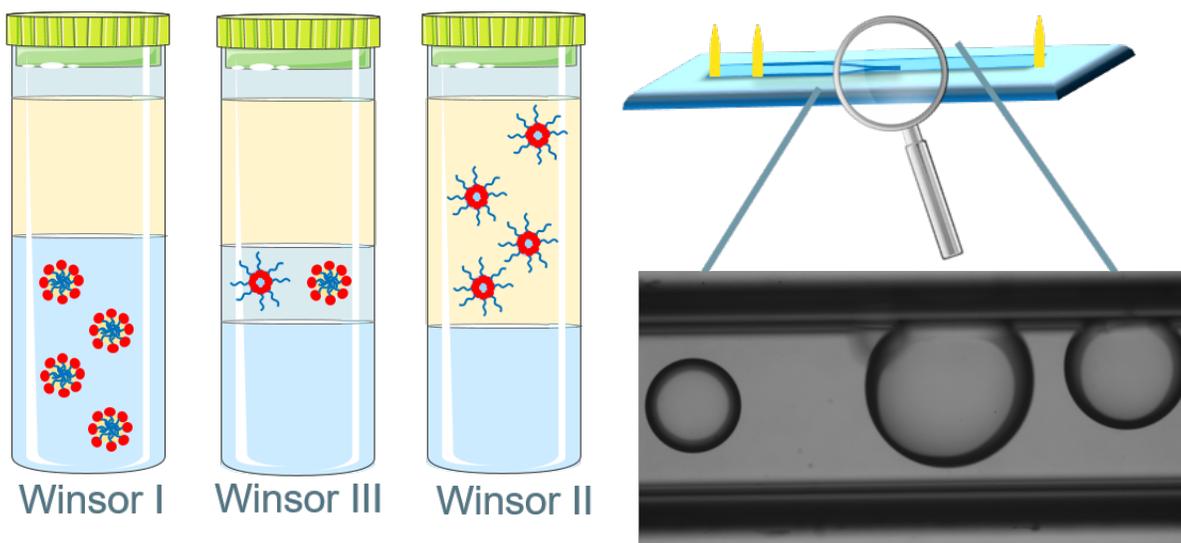
Lors de différents procédés industriels, des gouttes d'huiles peuvent être amenées à boucher des milieux poreux (comme des filtres à eau par exemple). Ce phénomène engendre une diminution de l'efficacité du filtre. Afin de déboucher ces milieux poreux, les ingénieurs injectent de l'eau additionnée de tensioactifs. Le but de ce procédé est alors de piéger l'huile dans des micelles gonflées.

Des études sur la solubilisation d'huile dans de l'eau grâce à des micelles gonflées ont déjà été effectuées [1] mais la plupart décrivent une situation où on a la présence de micelles gonflées d'huile dans une solution aqueuse (c'est-à-dire des microémulsions Winsor I). Cependant, il n'y a pas encore de description des mécanismes de solubilisation de l'huile dans l'eau dans le cas où l'eau, l'huile et les tensioactifs sont agencés dans une phase unique (appelée microémulsion Winsor III) qui n'a pas forcément une structure micellaire. Il s'avère que des expériences précédentes ont permis de démontrer que les solutions de tensioactifs les plus efficaces pour déboucher les milieux poreux ont une concentration en tensioactifs assez basse et une formulation proche d'un régime Winsor III. Nous essayons donc de développer des expériences et des modèles permettant de comprendre les mécanismes de solubilisation de l'huile dans l'eau dans un régime proche de Winsor III et sous écoulement.

Pour cela, nous développons un dispositif expérimental de microfluidique afin d'étudier la solubilisation de gouttes d'huile sous un écoulement d'eau additionnée de tensioactifs. (On distingue deux régimes, un régime où l'huile est arrachée de la goutte par diminution de la tension de surface et un autre régime de solubilisation de l'huile par le tensioactif).

[1] A. A. Peña and C. A. Miller, *Solubilization Rates of Oils in Surfactant Solutions and Their Relationship to Mass Transport in Emulsions*, *Advances in Colloid and Interface Science* **123–126**, 241 (2006).

Mots-clés : Microémulsions, microfluidique, détergence



Rheological behaviour of amphiphilic polymers at liquid/liquid and air/liquid interfaces: Direct comparison of experiments and coarse grain simulations

Isabelle Henaut¹, Carlos Nieto-Draghi¹, Aurélie Mouret¹, Christine Dalmazone¹, Véronique Lachet¹

¹IFP Energies Nouvelles, 1 & 4 avenue de Bois-Préau, 92852 Rueil-Malmaison, France

*Corresponding author e-mail: Isabelle.henaut@ifpen.fr

The comprehension of the rheological behavior of interfaces is crucial for many industrial applications. For the case of water-waste treatment the presence of chemical additives (surfactants, polymers, etc.) can strongly stabilize the emulsions preventing the coalescence of oil droplets in solution. Surface-active molecules tend to accumulate at the water/oil interfaces modifying its thermodynamic and dynamic behavior [1]. Understanding the key mechanisms and the effect of such additives is highly relevant for actual and new eco-friendly industrial applications. In particular, the case where interfaces can be stabilized by amphiphilic polymers such as polyglycerol esters or multiblock copolymers (polymers formed by alternating blocks of hydrophobic and hydrophilic repeating units) that can be tuned to obtain optimum stabilization properties [2]. This type of copolymer tends to form complex 2D microstructures modifying the rheological behavior of the interface. The main objective of this work is to study the rheological behavior of Pluronic symmetric triblock copolymers of poly(ethylene oxide) and polyglycerol esters at the liquid/liquid and air/liquid interfaces by combining an experimental and molecular simulation approach.

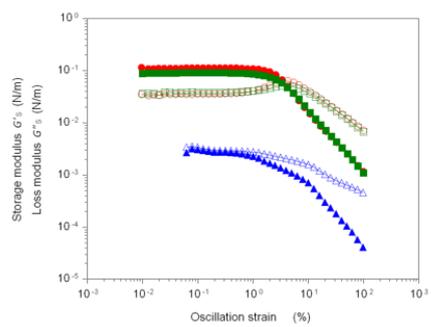
Surface rheological characterization was performed using the double wall ring of the rheometer HR20 of TA Instruments. After time sweep steps to ensure interface structuration, shear strain amplitude and frequency sweeps were applied at 25°C. Polymers were dissolved in demineralized water at various concentrations. The decane was used as organic liquid phase. Both liquid/liquid and air/liquid conditions were experimentally explored. Surface and interfacial tensions were also measured.

Equilibrium molecular simulation of in-plane oscillatory deformation to the liquid/liquid interface by means of the semipermeable barriers (SPB) method using a coarse-grain representation of species has been performed at 25°C [3]. Surface rheological data, such as surface storage and loss dilatational moduli, were calculated and directly compared with experiments. In addition, our simulations allow us to access other quantities such as the different components of the gyration tensor, relaxation dynamics and interfacial tension aiming at characterizing the interfacial structure.

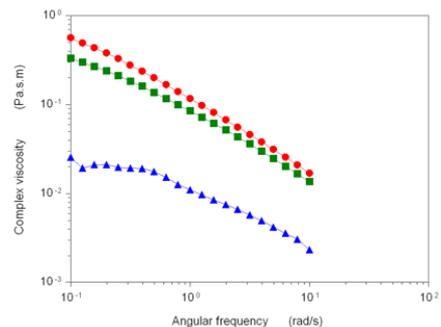
A good agreement between the experimental and the simulation results for all systems studied were observed. Our combined approach allows the characterization of the rheological behaviour of amphiphilic polymers at interfaces, providing an innovative microscopic point of view of the local structure of additive molecules and their role at liquid/liquid and air/liquid interfaces.

References

- [1] L. M. C. Sagis. *Rev. Mod. Phys.* 83, 1367–1403 (2011)
- [2] S. George et al. *Macromol.* 48, 8913-8920 (2015); M. C. Fauré et al. *Eur. Phys. J.* 3, 365-375 (1998) & *Macromol.* 32, 8538-8550 (1999); H. M. Hiles et al. *J. Chem. Phys.* 125, 074706 (2006)
- [3] A. Moghimikheirabadi, P. Ilg, L. M. Sagis, M. Kröger. *Macromol.* 53, 1245-1257 (2020)



PGE 5 ppm
PGE 50 ppm
PGE 500ppm



Structuration of water/air interfaces with Polyglycerol esters at different concentration

Réduction de friction d'une mousse liquide par décoration de surface

A.Commereuc¹ et E.Rio¹ et F.Boulogne¹

1 Université Paris-Saclay, CNRS, Laboratoire de Physique des Solides, 91405, Orsay

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

Que ce soit pour nettoyer des tuyaux en y poussant une mousse, appliquer un cosmétique sur notre peau, ou encore déformer une mousse pour étudier sa rhéologie ; la question du frottement d'une mousse liquide sur une paroi rugueuse se révèle être cruciale.

Ici nous étudions le frottement entre une mousse liquide sèche monodisperse et une surface texturée. Pour cela nous réalisons plusieurs surfaces en PDMS couverte d'un réseau de plots cubiques de tailles comprises entre 20 et 200 micromètres ; et les plogéons dans la mousse à vitesse contrôlée. Nous réalisons à la fois des mesures de contraintes et des visualisations à l'interface par microscopie de fluorescence.

Nous distinguons trois principaux régimes [1] : glissement, collé-glissé, ancrage ; observé en augmentant la taille caractéristique des rugosités. Si l'on se focalise sur le régime de glissement, les surfaces microtexturées nous permettent d'identifier un régime où la friction est par rapport à une surface lisse. Par visualisation nous montrons que les aspérités sont remplies de liquide issus de la mousse, ce qui conduit à un effet de glissement accru réminiscent des SLIPS (slippery liquid-infused porous surfaces) [2]. Nous quantifions ces effets vis-à-vis de la vitesse imposée et de la géométrie des aspérités. Ainsi, nous montrons que la friction peut être réduite d'un facteur 2.

Nous pensons que ce glissement amélioré peut, par exemple, permettre de réduire la consommation énergétique dans le transport des mousses.

[1] M.Marchand, F.Restagno, E.Rio, F.Boulogne, Roughness-induced friction in liquid foams.360 Phys. Rev. Lett. 124, 118003 (2020)

[2] Z.Ge, H.Holmgren, M.Kronbichler, L.Brandr, G.Kreiss, Effective slip over partially filled microcavities and its possible failure. Phys. Rev. Fluids. 3,5 054201 (2018)

Mots-clés : Friction, glissement, mousse, microstructures

Valorisation de coproduits de soja : propriétés fonctionnelles et liens entre rhéologie interfaciale et volumique

N. Ourvois-Maloisel¹, V. Vié¹, A. Saint-Jalmes¹,

F. Gauffre², L. Paquin²,

C. Surel-Salmon³

1 Univ Rennes1, CNRS, IPR (Institut de Physique de Rennes) – UMR 6251, F-35000 Rennes

2 Univ Rennes1, CNRS, ISCR (Institut des Sciences Chimiques de Rennes) – UMR 6226, F-35000

3 Olga, Pôle Recherche et Innovation, F35000 Rennes

Résumé :

Au cours des traitements industriels du soja, divers co-produits sont obtenus. Valoriser ces coproduits végétaux, en leur trouvant des fonctionnalités originales, est aujourd'hui un enjeu industriel important.

Lors de cette présentation, nous présenterons des résultats obtenus sur la composition et les fonctionnalités de deux de ces co-produits : d'une part, un rétentat de filtration, et d'autre part, une dispersion de fibres (souvent nommée « okara »).

Pour cela, nous avons effectué une étude multi-échelle allant de la rhéologie des interfaces liquides aux capacités moussantes et émulsifiantes de ces coproduits. Nous avons également étudié la stabilité et la rhéologie de ces mousses et émulsions.

Ces propriétés sont comparées à celles de produits moussants et émulsifiants déjà utilisés en alimentation ou en cosmétique tels que des solutions de protéines de lait, de protéines de pois ou encore de tensioactif (SDS).

Enfin, nous avons étudié des mélanges de ces deux co-produits avec des protéines de pois. L'objectif étant de montrer comment les caractéristiques rhéologiques interfaciales et macroscopiques peuvent être modifiées en mélangeant différents produits d'origine végétale.

Mots-clés : valorisation de coproduits végétaux, rhéologie interfaciale et macroscopique, mousses, émulsions.

Fabrication en continu de mousses de cellulose

Clément Marchal¹, Julie Chapelain², Martine Rueff², Davide Beneventi²,

Elisa Zeno³, Mohamed Karrouch¹, Emeline Talansier¹

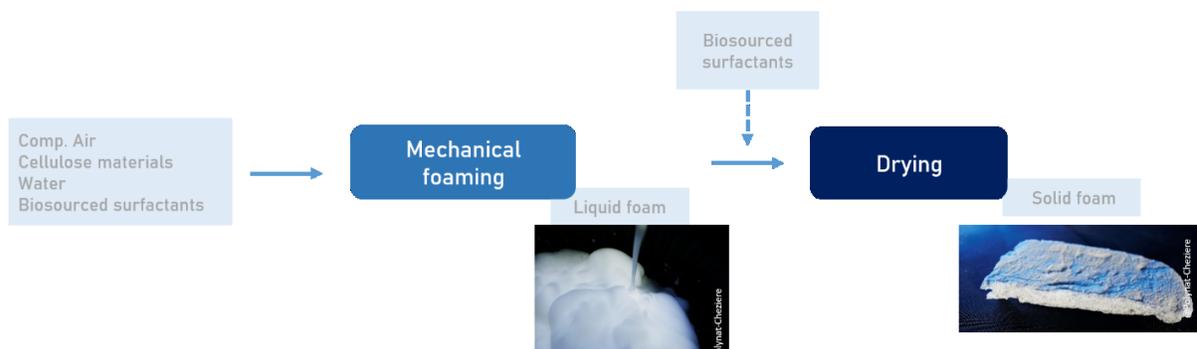
¹ Univ. Grenoble Alpes, CNRS, Grenoble INP, LRP, F-38000, Grenoble, France.

² Univ. Grenoble Alpes, CNRS, Grenoble INP, LGP2, F-38000, Grenoble, France.

³ Centre Technique du Papier (CTP), Domaine Universitaire, BP 251, 38044 Grenoble Cedex 9, France.

Résumé : Ce travail s'insère au sein des problématiques de remplacement des matériaux alvéolaires pétrosourcés actuellement largement utilisés dans les domaines du packaging ou de l'isolation par des homologues biosourcés. Nous avons étudié la possibilité de développer des mousses à base de cellulose fabriquées en continu par des procédés de type battage transférables à l'échelle industrielle. Ce choix de procédés de foisonnement de type mécanique a été dicté dans le but d'être concurrentiel vis-à-vis des fabrications actuelles, contrairement à d'autres procédés tel que la lyophilisation¹, par exemple.

Selon le schéma de procédé ci-dessous de l'air comprimé est injecté dans une solution aqueuse additionnée de tensioactif. Suivant le procédé choisi, la charge cellulosique est introduite dans la solution à foisonner ou en post-mélange. La mousse de cellulose solide est ensuite obtenue par drainage/séchage de la mousse liquide.



Stratégie d'obtention de mousses solides de cellulose - Détails du procédé : foisonnement par voie mécanique pour l'obtention de mousse liquide suivi d'une étape de solidification de ces dernières par une opération de drainage/évaporation de la phase liquide.

Dans une gamme de fraction d'air respectant des conditions hydrodynamiques favorables, on a pu mettre en évidence un contrôle parfait, reproductible et modulable de celle-ci. L'obtention de procédés fiables et reproductibles a ensuite permis l'étude des paramètres procédés et formulation. Des premiers essais de visualisation optique et de traction mécanique comme caractérisations de base des mousses sèches ont été réalisés à cet effet. L'influence de la nature du procédé, de la formulation de la matrice cellulosique à foisonner et des conditions de séchage des mousses a pu être mise en évidence. Ces premiers résultats permettent de commencer à tracer les grandes lignes d'un procédé à l'échelle industrielle optimal.

Mots-clés : Mousses, Fibres de cellulose, MFC, Rotor/Stator, Mélangeur Statique

¹Svagan A.J. *et al. Adv. Mater.* **2008**, *20*, 1263-1269

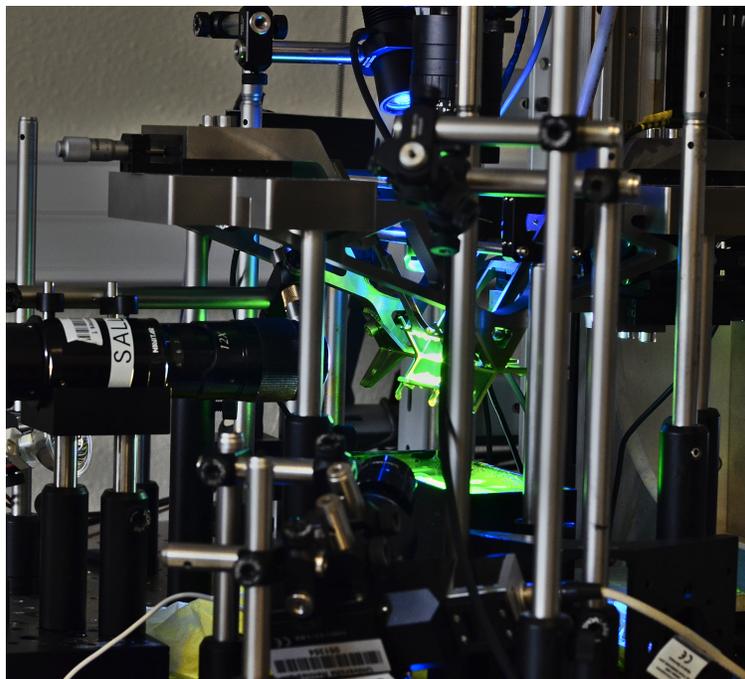
Dissipative processes in an elementary foam.

Théo Lenavetier, Raphaël Poryles, Adrien Bussonnière, Emmanuel Schaub & Isabelle Cantat

Univ Rennes, CNRS, IPR (Institut de Physique de Rennes) - UMR 6251, F- 35000 Rennes, France.
theo.lenavetier@univ-rennes1.fr

In many consumer goods and industrial processes, liquid foams are notably used for their viscoelastic behaviour. Given that their liquid matrices are Newtonian fluids with viscosities lower by several orders of magnitude, their strong dissipative properties are surprising, and recent advances have shown that they may originate from a very localised zone near the junctions between the foam films. To further investigate the different mechanisms involved there, we designed a special frame allowing us to create and observe three soap films connected together with a meniscus. We can control the lengths of the films using three synchronized motors to explore different geometries of deformation.

Tracking the position of the meniscus, we have access to the differences of tensions between the foam films as we deform them, allowing us to draw loading curves for the system. Besides, we use a florescent dye coupled with a photobleaching setup, hyperspectral cameras and fluorescence imaging in order to quantify the interface and volume exchanges between the films and between the films and the meniscus. Thus, these dynamics and kinematics informations allow to build a model for flows at the local scale, which is a key step toward a better understanding of the rheology of liquid foams.



References

1. M. DURAND & H.A. STONE, Relaxation time of the topological T1 process in a two-dimensional foam, *Physical Review Letters* (2006).
2. A-L BIANCE, A. DELBOS & O. PITOIS, How topological rearrangements and liquid fraction control liquid foam stability, *Physical Review Letters* (2011).
3. J. SEIWERT, B. DOLLET & I. CANTAT, Theoretical study of the generation of soap films: role of interfacial visco-elasticity, *Journal of Fluid Mechanics* (2013).
4. A. BUSSONNIÈRE & I. CANTAT, Local origin of the visco-elasticity of a millimetric elementary foam, to appear in *Journal of Fluid Mechanics* (2021).

Effets du couplage entre écoulement et transfert thermique sur les propriétés rhéologiques de suspensions d'amidon soumises à un traitement thermique dans un échangeur tubulaire continu.

A. Varela-Feijoo, A. Plana-Fattori, D. Flick et P. Menut

Université Paris Saclay, INRAE, AgroParisTech, UMR SayFood, 91120 Palaiseau, France

Résumé :

L'amidon est un polysaccharide présent en grand quantité dans des végétaux, dans lesquels il est stocké dans des granules denses de taille micrométrique. Il est largement utilisé dans des formulations alimentaires en tant que stabilisateur colloïdal, épaississant et ingrédient de rétention d'eau pour améliorer la texture, l'adhésion, la viscosité et l'homogénéité des produits. L'une des caractéristiques clés des granules d'amidon est leur capacité à absorber de l'eau et à gonfler au-delà d'une température de l'ordre de 60-70°C (gélatinisation). L'amidon a donc un rôle fondamental dans les propriétés organoleptiques des produits alimentaires en lien avec ce gonflement qui peut se dérouler au cours d'un procédé thermomécanique.

Les études précédentes réalisées au laboratoire ont permis de développer un modèle cinétique de gonflement basé sur l'analyse d'images obtenues à partir d'observations microscopiques en temps réel de suspensions diluées d'un amidon de maïs cireux soumis à différents traitements thermiques [1]. Cependant, ce modèle, conçu pour des granules d'amidon individuels, n'a pas été testé pour prédire le comportement dans des traitements continus comme la stérilisation ou la pasteurisation. Ces procédés sont typiquement réalisés dans des équipements industriels en régime permanent, dans lesquels il est possible de contrôler des conditions opératoires moyennes (temps de séjour et température), cependant ces grandeurs moyennes peuvent fortement différer des grandeurs locales en raison du profil d'écoulement du fluide et des transferts thermiques.

Nous proposons une stratégie afin d'étudier l'effet de ces phénomènes sur les propriétés rhéologiques de suspensions d'amidon soumises à des traitements thermiques dans un échangeur de chaleur tubulaire à l'échelle du pilote. Cet échangeur est composé d'une section de chauffage d'une longueur totale de 7.5m, comprenant 7 coudes à 180° et une section de refroidissement d'une longueur de 5.7m. Un système de contrôle permet de sélectionner la température (au centre du tuyau de la section de chauffage) et une pompe volumétrique de choisir le débit et donc le temps de séjour moyen du produit dans l'échangeur. Différentes conditions opératoires (couples débit-température) ont été soigneusement choisies pour conduire théoriquement aux mêmes incréments de taille moyenne des granules selon le modèle cinétique de gonflement précédemment établi sur de petits échantillons homogènes. Les suspensions épaissies obtenues par les différents traitements ont été caractérisées par mesures rhéologiques en écoulement et l'évolution de la viscosité en fonction du taux de cisaillement est bien ajustée par le modèle de Herschel-Bulkley. Ces résultats montrent que les traitements à température plus élevée et temps de séjour plus courts conduisent à des produits plus visqueux avec un comportement rhéofluidifiant plus important, correspondant à des granules d'amidon plus fortement gonflés en moyenne, comme le confirme l'analyse granulométrique et microscopique. Cela peut être expliqué par deux effets couplés liés aux transferts de chaleur et de quantité de mouvement : le flux de chaleur se traduit par un gradient de température depuis les parois, au voisinage desquelles les éléments de fluide se déplacent plus lentement qu'au centre du tube, au sein duquel les éléments de fluide sont soumis à un traitement thermique moins important. Au final, ces gradients se traduisent par des couples temps de séjour/intensité du traitement thermique très différents selon la position (distance relative à la paroi) de l'élément de fluide considéré. Les mouvements de mélange dans les coudes peuvent aussi contribuer à l'incrément du gonflement pour le débit plus élevé, pour lequel le coude peut être assimilé à un mélangeur.

Mots-clés : amidon, écoulement, gonflement, rhéologie, traitement thermomécanique

[1] A. Palanisamy, F. Deslandes, M. Ramaioli, P. Menut, A. Plana-Fattori, et D. Flick, « Kinetic modelling of individual starch granules swelling », *Food Structure*, vol. 26, p. 100150, oct. 2020, doi: 10.1016/j.foostr.2020.100150.

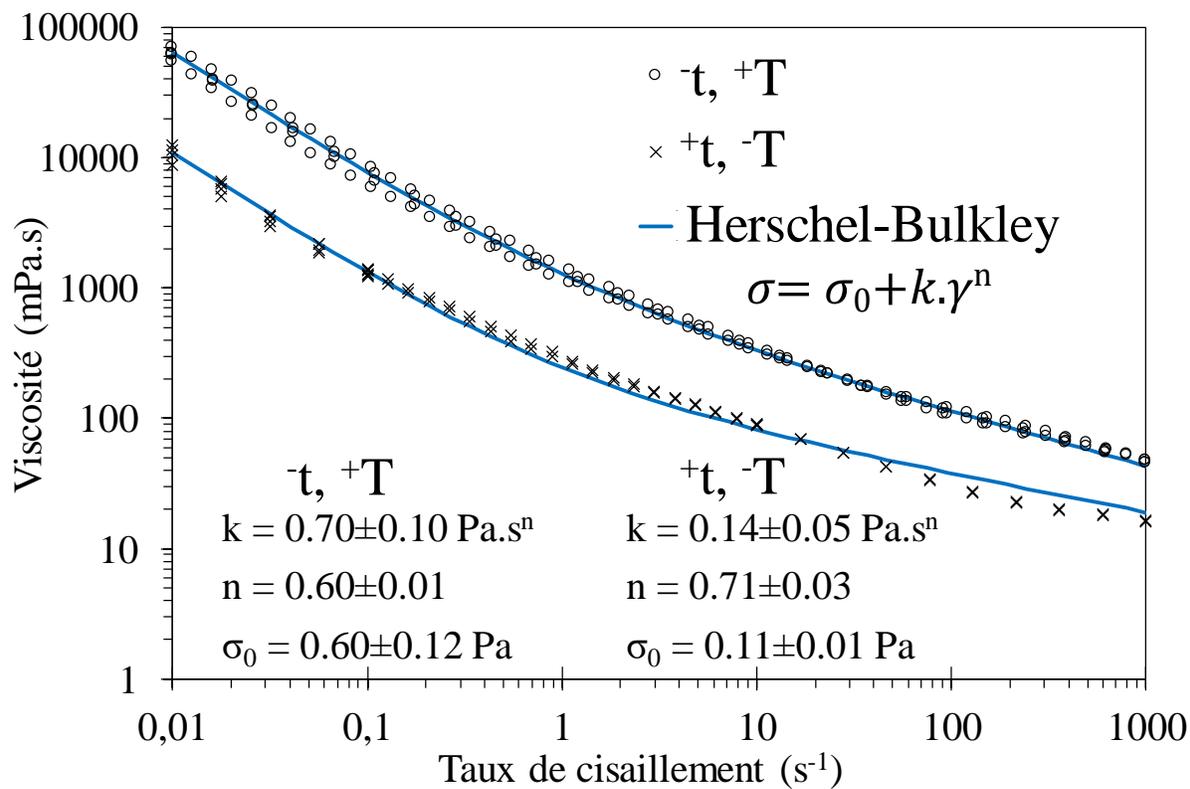


Fig. 1 Viscosité en fonction du taux de cisaillement, pour des suspensions d'amidons gonflés après deux traitements thermiques différents en termes de temps de séjour moyen (t) et de température moyenne (T) imposés dans l'échangeur tubulaire. Les deux conditions choisies sont des conditions "équivalentes" lorsqu'appliquées en batch sur de petits volumes (Température moyenne = T , durée du traitement = t).

Impression par liaison sélective de poudres cimentaires à base de chanvre : de la formulation à la qualité des blocs imprimés

V. Danché¹, T. NGO¹, A. Pierre¹, K. Ndiaye¹

¹Université de Cergy Pontoise, L2MGC

Résumé :

Les nouvelles normes gouvernementales comme la RE2020 visant à limiter l'impact carbone de l'industrie cimentaire encourage l'utilisation de matériaux biosourcés. Le choix de matériaux de construction à base de chanvre comporte de nombreux avantages, tant sur son apport en termes de confort hygro-thermique que pour sa capacité à capter le CO₂ atmosphérique pendant sa croissance. Cependant, son utilisation dans un processus d'impression 3D par liaison sélective affecte grandement les propriétés mécaniques de l'élément final utilisé dans un ouvrage.

Cette étude s'inscrit dans le cadre de l'impression 3D par activation sélective d'une poudre constituée de ciment et de chènevotte qui permettra ensuite d'obtenir des matériaux composites présentant des propriétés mécaniques et thermiques intéressantes.

La rhéologie de la solution obtenue lors du processus d'impression a été étudiée de sorte à comprendre l'interdépendance des paramètres d'impression, desquels dépendent la qualité des pièces imprimées. Au-delà du rôle joué par la formulation et les paramètres d'impression (épaisseur de la couche, compacité de la poudre, taille et fréquence des gouttes déposées), les méthodes de caractérisation de la qualité des pièces imprimées sont multiples. Afin de caractériser l'homogénéité des impressions, des études macroscopiques sont menées sur plusieurs aspects.

La précision de l'impression est définie par l'élaboration d'un indice de forme permettant de comparer la pièce souhaitée et celle obtenue. D'autres études, relevant de la conductivité thermique, de la porosité ou encore la mesure de la force de liaison les couches entre elles ont permis de mieux comprendre le rôle des propriétés du lit de particules et de la rhéologie de la solution injectée, qui sont les paramètres clefs et modulables lors de l'impression 3D par liaison sélective de poudres.

Après avoir clarifié la manière dont le chanvre affecte la qualité d'une impression, nous proposons des critères afin d'orienter l'opérateur vers des blocs optimisés au niveau de leur précision d'impression, mais également vis-à-vis des propriétés mécaniques et thermiques.

Mots-clés : Milieux poreux, Seuil de mise en écoulement, Chanvre, Impression 3D

Vieillessement du NBR : application aux joints toriques utilisés dans les systèmes de freinage des trains

A. Redon^{1,2}, M. Miroir¹, E. Robin¹, J.-C. Fralin² et J.-B. Le Cam¹

¹ Université de Rennes 1, Institut de Physique de Rennes (UMR/CNRS 6251), 35042 Rennes, FRANCE

² SNCF Voyageurs, Ingénierie du Matériel – CIM OMF, 35092 Rennes, FRANCE

Résumé :

La fonction d'étanchéité dans les systèmes de freinage des trains est généralement assurée par des joints en copolymères de butadiène-acrylonitrile (*nitrile butadiene rubber (NBR) en anglais*). Comme la plupart des élastomères, le NBR est sensible au phénomène de vieillissement thermique et thermo-oxydatif [1,2]. Dans la présente application, le vieillissement se traduit par un fort durcissement des joints toriques qui altère la fonction d'étanchéité et impacte la tenue en service du système mécanique de freinage. Dans ce contexte, SNCF souhaite maîtriser et prédire le vieillissement des joints toriques afin d'optimiser les opérations de maintenance des trains. A terme, il s'agit également pour SNCF de mettre en place une méthodologie de sélection de formulations de NBR pour cette application.

Dans cette étude, des essais de vieillissement accélérés [3,4] ont été effectués à 70°C, 85°C et 100°C sur huit formulations de nitriles (NBR) industriels. Ces essais ont permis de reproduire ex-situ les conditions de durcissement des joints. Les mécanismes de vieillissement ont été identifiés et reliés à la formulation des NBR testés grâce à différentes techniques complémentaires de caractérisation [5-8] : spectroscopie infrarouge, essais de gonflement, spectrométrie de fluorescence des rayons X, calorimétrie différentielle à balayage, analyse thermogravimétrique et micro-dureté.

Afin de prendre en compte les effets du chargement mécanique dans le processus de vieillissement et le comportement mécanique des NBR testés, des analyses de spectroscopie mécanique (DMA) ont été menées [2,9]. Les résultats obtenus ont permis d'établir dans quelle mesure un chargement mécanique impacte le vieillissement de ces NBR et d'évaluer les conséquences du vieillissement sur leurs propriétés viscoélastiques. A partir des données récoltées, un modèle de comportement a pu être identifié dans le but de simuler le comportement des joints toriques par la méthode des éléments finis. Ces premiers résultats posent les bases d'une méthodologie de sélection de joints toriques pour les systèmes de freinage des trains.

Mots-clés : Elastomère, vieillissement accéléré, DMA, prédiction de la durée de vie

[1] Shelton, J. R. (1957). Aging and oxidation of elastomers. *Rubber Chemistry and Technology*, 30(5), 1251-1290.

[2] P. Garnier, J.-B. Le Cam, M. Grédiac (2013). The influence of cyclic loading conditions on the viscoelastic properties of filled rubber. *Mechanics of Materials*, 56, 84-94.

[3] Gillen, K. T., & Clough, R. L. (1997). Prediction of elastomer lifetimes from accelerated thermal-aging experiments (No. SAND-97-1900C; CONF-970878-1). Sandia National Labs., Albuquerque, NM (United States).

[4] Morrell, P. R., Patel, M., & Skinner, A. R. (2003). Accelerated thermal ageing studies on nitrile rubber O-rings. *Polymer Testing*, 22(6), 651-656.

[5] Pazur, R. J., Cormier, J. G., & Korhan-Taymaz, K. (2014). The effect of acrylonitrile content on the thermo-oxidative aging of nitrile rubber. *Rubber Chemistry and Technology*, 87(1), 53-69.

[6] Delor-Jestin, F., Barrois-Oudin, N., Cardinet, C., Lacoste, J., & Lemaire, J. (2000). Thermal ageing of acrylonitrile-butadiene copolymer. *Polymer degradation and stability*, 70(1), 1-4.

[7] Kawashima, T., & Ogawa, T. (2005). Prediction of the lifetime of nitrile-butadiene rubber by FT-IR. *Analytical sciences*, 21(12), 1475-1478.

[8] Han, R., Wu, Y., Quan, X., & Niu, K. (2020). Effects of crosslinking densities on mechanical properties of nitrile rubber composites in thermal oxidative aging environment. *Journal of Applied Polymer Science*, 137(36), 49076.

[9] P. Garnier, J.-B. Le Cam, M. Grédiac (2013). On the evolution of the viscoelastic properties and its microstructural/chemical origin in filled NBR subjected to coupled thermal and cyclic mechanical loads. *Polymer Degradation and Stability*, 98(10), 2102–2110.

Endommagement des polyamides 6 et 6,6 en contact avec des sels de déneigement dans le contexte automobile

E. Lay^{1,3}, B. Bresson², P. Furtwengler³, L. Gervat³, C. Creton² et A. Colin¹

1 Laboratoire Matériaux Innovants pour l'Energie (MIE), ESPCI Paris PSL

2 Laboratoire Science et Ingénierie de la Matière Molle (SIMM), ESPCI Paris PSL

3 Renault, Technocentre, Ingénierie des matériaux

Résumé :

Les polyamides sont des polymères fréquemment employés dans l'industrie automobile. Ils sont choisis pour leurs propriétés mécaniques et thermiques et composent ainsi de nombreuses pièces internes (ex : réservoirs à essence) et externes (ex : poignées de portes, sièges). Au cours de leur usage, les véhicules peuvent être soumis à diverses conditions climatiques : en hiver, des sels de déneigement (NaCl, CaCl₂, MgCl₂) peuvent alors se retrouver en contact avec les pièces en polyamide. On se propose d'étudier l'action de ces sels sur les propriétés mécaniques et thermiques des polyamides 6 et 6,6 ainsi que celle de sels comme ZnCl₂, pouvant provenir des pièces métalliques internes du véhicule, ces sels ayant été décrits comme agents de fissuration sous contrainte dans la littérature et chez Renault.

Des suivis cinétiques de prise de masse ont d'abord été réalisés dans divers types de sels et à diverses concentrations. Ils ont permis de distinguer deux types de sels conformément à la littérature : des sels induisant une prise de masse réversible des polyamides, atteignant un palier thermodynamique, d'autres induisant une prise de masse irréversible par des modifications chimiques des polyamides. Des analyses en MEB/EDX ont également permis de mettre en évidence une diffusion des ions zinc et chlorure sur une large épaisseur (fig.1) ainsi qu'un gonflement superficiel important du polyamide, ce qui n'est pas le cas pour les chlorures de sodium et de calcium. Les ions sodium et calcium ainsi que leur contre-ion ne sont pas détectés dans le polyamide : la prise de masse est uniquement une prise d'eau.

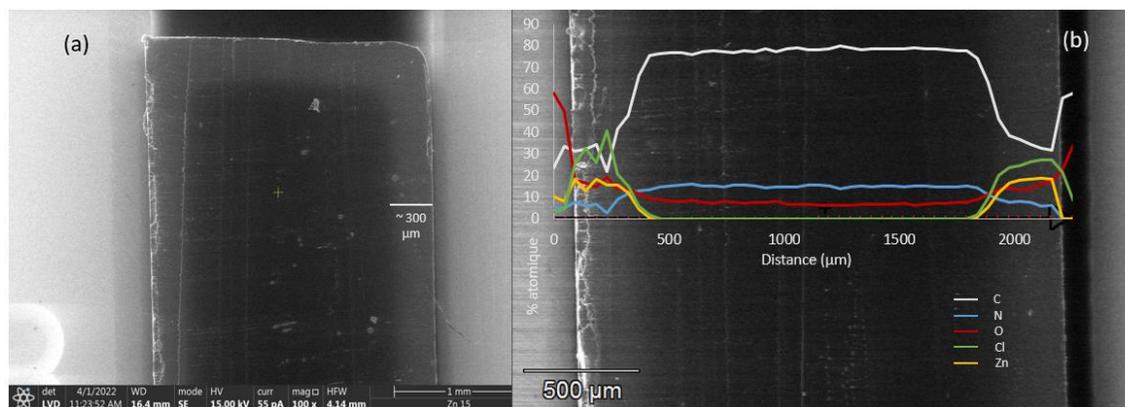


Figure - Effets du chlorure de zinc sur le polyamide 6,6 – (a) Image en microscopie électronique à balayage, détecteur LVD, coupe orthogonale, PA 6,6 immergé dans ZnCl₂/H₂O 15% sat., 1053h à 50°C (b) % atomique détecté en EDX

Des expériences de cyclage de différentes conditions, ressemblant à celles pouvant être subies par les pièces automobiles au cours des saisons (entretien, pluie, sécheresse, chaleur), ont mis en évidence différents phénomènes. Notamment, il est possible de sécher des échantillons saturés en eau en les soumettant à des chocs osmotiques dans des solutions salines : l'effet observé dépend de la nature du sel et de la concentration. D'autre part, avec le chlorure de zinc, un lavage à l'eau pure d'échantillons soumis au sel conduit à la formation, a priori réversible, d'une mousse de polyamide contenant du chlorure de zinc. Ces deux phénomènes suggèrent une aggravation possible de l'endommagement des polyamides par le cyclage d'événements de mise en contact et de lavage.

Des analyses approfondies en MEB viseront à décrire la diffusion des ions cités dans les polyamides afin de comprendre les mécanismes d'action des sels. Des études mécaniques et thermiques devraient aussi permettre de décrire l'impact des sels sur les propriétés et la structure des polyamides 6 et 6,6.

Mots-clés : Polyamides, Sels de déneigement

Phase diagram and rheology of polymer-carbon black aqueous suspensions

G. Legrand*¹, S. Manneville¹ and T. Divoux.¹

¹ Univ Lyon, ENS de Lyon, Univ Claude Bernard, CNRS, Laboratoire de Physique, F-69342 Lyon, France

* gauthier.legrand@ens-lyon.fr

Carbon Black (CB) colloidal particles are combustion residues commonly used in industry for their mechanical and electrical properties in a wide range of applications such as inks, tire strengthening, and flow batteries. When dispersed in mineral oil, these particles aggregate under the effect of Van der Waals interactions and form a gel, *i.e.*, a percolated network even at very low mass fractions, of the order of 0.1%. These gels behave as viscoelastic solids at rest and flow like viscous liquids beyond a critical stress, or under the effect of large deformations. The rheological properties of these gels have been extensively studied and offer the image of a rheopectic material, whose microstructure at rest is strongly dependent on the shear history.

Here we report on the rheological properties of *aqueous* suspensions of carbon black. The dispersion in water of these hydrophobic particles is made possible by adding a cellulose ether, namely carboxymethylcellulose (CMC). This gum is commonly used as a resin in ion chromatography and as a food additive. First, we will discuss the behaviour of these CB–CMC aqueous suspensions through a phase diagram in the (%wt. CB, %wt. CMC) plane, which exhibits four prominent behaviours: phase demixion, viscoelastic liquid, viscoelastic solid and brittle paste (see figure). In this study we mainly focus on the viscoelastic solid properties. Unlike dispersions of CB in oil, a critical mass fraction of CB, of the order of 5 to 10%, is necessary to obtain a viscoelastic solid. Moreover, two asymptotic behaviours are observed above this critical mass fraction of CB depending on whether the amount of CMC in solution is larger than the entanglement concentration of the polymer solution C_e . Comparing suspensions at 8%wt. CB, we observe that for $C > C_e$, the behaviour of the mixture is dominated by the polymers, whereas for the other limit $C < C_e$, the behaviour of the mixture is dominated by the colloids.

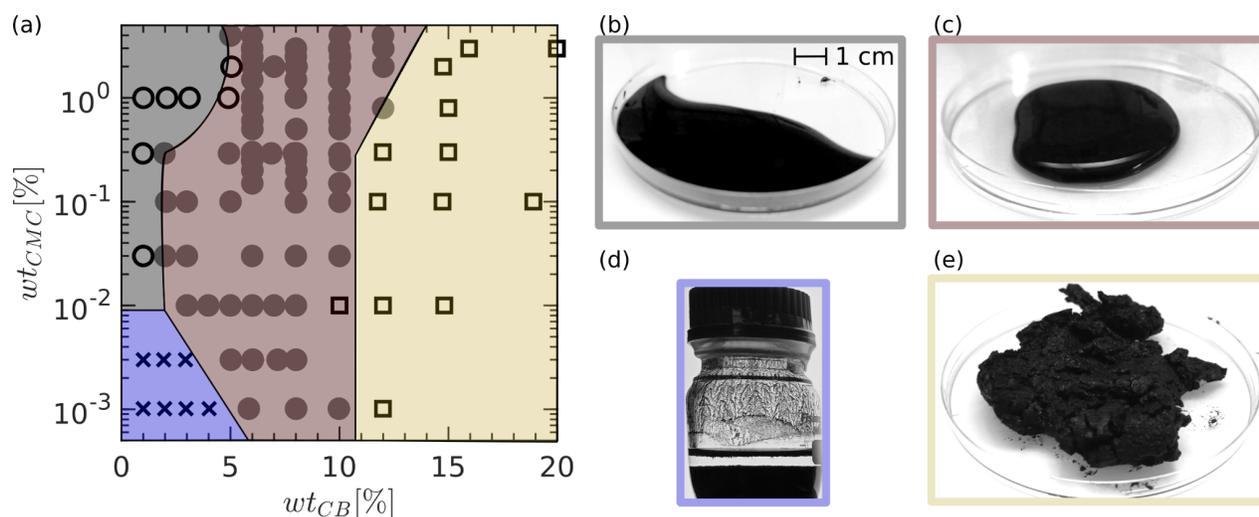


Figure: (a) Phase diagram of aqueous CMC-CB dispersions as a function of the CB weight fraction and the CMC weight fraction [CMC]. Pictures of (b) the viscoelastic liquid phase [grey region and ○ symbols in (a)], (c) the viscoelastic solid phase [red region and • symbols in (a)], (d) demixed phase [blue region and × symbols in (a)], (e) brittle paste phase [yellow region and □ symbols in (a)].

Key words: Carbon Black, Cellulose, Phase diagram, Yield stress fluid, Viscoelasticity

Instabilités de flambage dans les nappes de fluides viscoplastiques

A. Pereira, R. Castellani, A. Hochedez, L. Simon, E. Hachem et R. Valette

*MINES Paris, PSL University, Centre de mise en forme des matériaux (CEMEF),
CNRS UMR 7635, CS 10207 rue Claude Daunesse 06904 Sophia Antipolis Cedex, France*

Résumé :

Pour ce travail, les effets de la viscoplasticité sur le développement d'instabilités de flambage ont été étudiés dans le cas de nappes de fluides non-Newtoniens, suivant une loi d'Hershel-Bulkley. Après la sortie du liquide depuis une fente rectangulaire, à basse vitesse, ce type d'instabilité est généré par les contraintes de compression que subissent les nappes qui tombent et entrent en contact avec une surface solide ou fluide. Notre étude se base sur une approche mêlant simulations numériques directes, analyses énergétiques, lois d'échelle et essais expérimentaux.

Les résultats numériques ont été obtenus grâce à une méthode de résolution à maillage adaptatif, multi-échelle et multi phase ; pour les essais expérimentaux, des gels de carbopol, du ketchup ainsi que de la mayonnaise ont été utilisés. Trois régimes distincts de repliement des nappes sont observés : (1) un régime visqueux, (2) un régime plasto-gravitationnel et (3) un régime visco-gravitationnel. De façon intéressante, seuls les deuxième et troisième régimes sont régis par les propriétés non-newtoniennes des matériaux. Autrement dit, lorsque les contraintes de gravités sont à l'équilibre avec les forces viscoplastiques dans la nappe, l'amplitude des repliements et leur fréquence sont données en fonction de son élancement, du nombre de Galilée (rapport entre les contraintes gravitationnelles et visqueuses), du nombre de Bingham (rapport entre la contrainte seuil et les contraintes gravitationnelles) ainsi que des paramètres de la loi d'Hershel-Bulkley qui décrit de fluide, plus précisément de l'indice de pseudo-plasticité. Les fluides au comportement très plastique manifestent des instabilités présentant de larges amplitudes (et de basses fréquences), qui, au contraire, tendent à diminuer avec les effets de rhéo-fluidification, jusqu'à leur disparition. Enfin, les effets des propriétés non-newtoniennes du fluide sur l'apparition et la disparition des instabilités de flambage sont également décrits. Des critères d'apparition de ce type d'instabilités sont alors définis et présentés.

Mots-clés : fluides viscoplastiques, contrainte seuil, instabilités de flambage, gels

Carbon dots-based composites : from elaboration to study of their properties for absorption

E. Manso Castillo, V. Thévenet et A. Ponton

Laboratoire Matière et Systèmes Complexes (MSC), Université Paris Cité et CNRS

Résumé :

Carbon dots (CD) are zero-dimensional carbon nanostructures with a size in the range of nanometers that present photoluminescent properties, a wide variety of functional groups and excellent biocompatibility and nontoxicity. As a new type of fillers, CD has been incorporated in different polymer matrices to design advanced structural and multifunctional materials with significantly improved properties allowing their use in a wide range of applications. However, their properties, depending on many parameters as reported in the literature, are scattered. Key-challenges faced by CD/polymer composites involve in particular the method of purification of CD, the control of aggregation of CD inside the polymer network, limiting the release of carbon dots from the polymer matrix to water media and establishing a relationship between the synthesis of CD and elaboration of composites with their properties in regard of applications.

In this context we present, in a first step, results on the synthesis of CD from glucose using a one-step ultrasonic method and the comparison of two methods of purification. In a first step aqueous dispersions of CD were purified by changing the continuous phase to ethanol where the solubility of glucose and salts is lower in order to separate them by precipitation. The second method of purification studied was dialysis. We have clearly observed that aqueous dispersions of CD purified by dialysis show higher values of UV-visible absorption, photoluminescence, electrical conductivity, shear viscosity, higher decrease of heat capacity and more negative zeta potential values than the ones purified using ethanol, implying a higher purity of the dispersion of CD purified by dialysis. The effect of pH, related to protonation and deprotonation of functional groups, on the properties of aqueous dispersions of carbon dots was also studied. In a second step, CD were introduced in aqueous solutions of chitosan crosslinked covalently by the addition of a dialdehyde (glyoxal). The effect of the CD concentration on rheological and swelling properties of CD/chitosan composites was investigated.

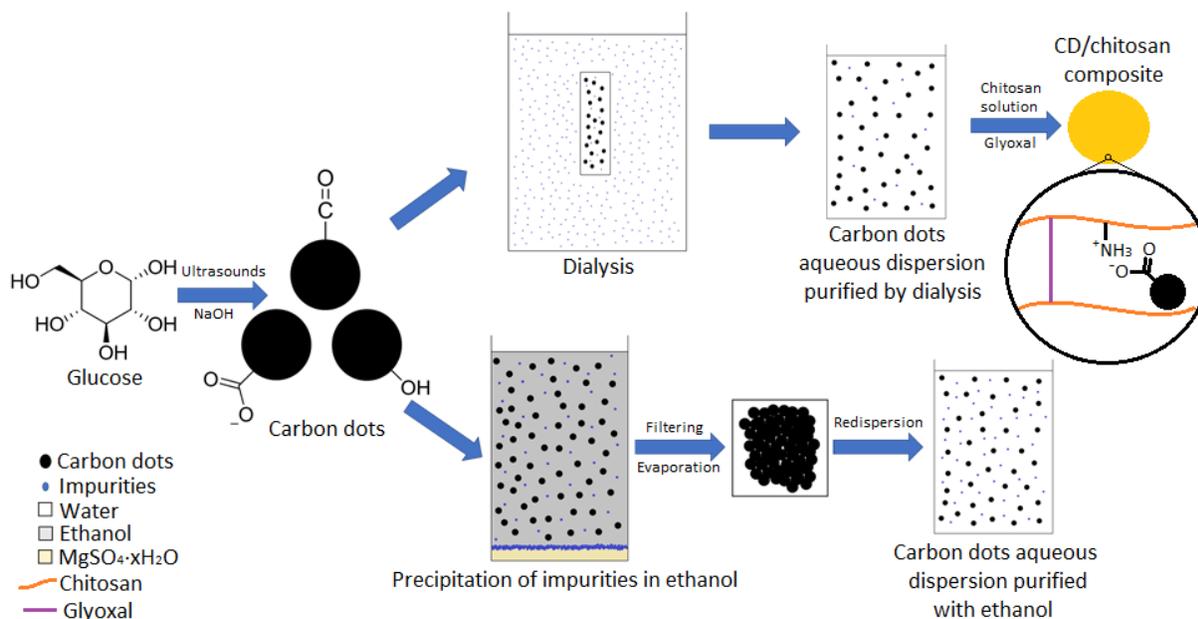


Figure 1. Scheme of synthesis of carbon dots and elaboration of CD/chitosan composites

Mots-clés : carbon dots, chitosan, composites, swelling

Yielding properties of milk gels

Julien Bauland¹, Mathieu Leocmach², Marie-Hélène Famelart¹, Thomas Croguennec¹

¹ INRAE, Institut Agro, STLO, 35042 Rennes, France

² Institut Lumière Matière, UMR5306 Université Claude Bernard Lyon 1 - CNRS, Université de Lyon, 69622 Villeurbanne, France

Résumé :

Enzymatic and acid-induced milk gels form when the colloidal stability of casein micelles is suppressed by enzymatic proteolysis and lactic acid production by microorganisms, respectively. These gels are then cut during aging to promote syneresis and expulsion of the soluble phase of milk during cheese manufacture, or stirred for yoghurt production. While the rheological properties of milk gels at low strain or stress have been extensively studied, studies reporting on their non-linear properties are rather scarce. However, the ability of these gels to be cut and handled is expected to depend on their non-linear behaviour¹. The latter is usually characterized by applying constant stress during creep or step-shear rate tests, respectively. The gel “yielding” is the shear-induced transition from solid to liquid state. During creep experiments, Gibaud et al.² have proposed that the functional form of the fluidization time as function of the shear stress was a distinctive feature of the yielding scenario. In recent years, non-linear properties of gel and soft materials have also been studied using large angle oscillatory shear (LAOS)³. Upon increasing stress-amplitude, the gel can harden or soften before complete failure which has been referred as strain-hardening or strain-softening, respectively.

In this study, we report on the non-linear rheology of an enzymatic milk gel formed at pH 6.6 and compare it to acid-induced dairy gels.

As reported for acid-induced caseinate gel⁴, enzymatic milk gel displayed irreversible failure, being the succession of Andrade’s creep and fracture growth. The slight deviance from the Monkman-Grant relation suggests that enzymatic milk gel yielding involves higher degree of plasticity compare to the acid-induced caseinate gel. Unlike acid-induced milk gels, that display only hardening during stress sweep test, enzymatic milk gel displayed strain-softening and strain-hardening before failure. We investigated the dependence of this non-linear behaviour with the gel aging time and the volume fraction of casein micelles and discussed the possible mechanisms to account for it.

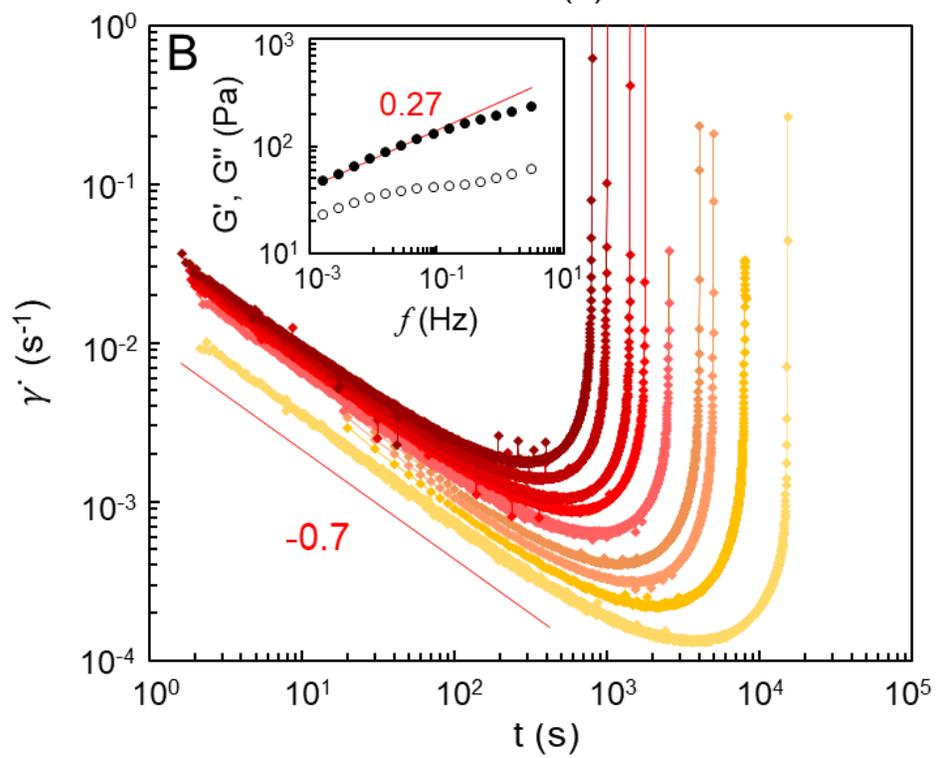
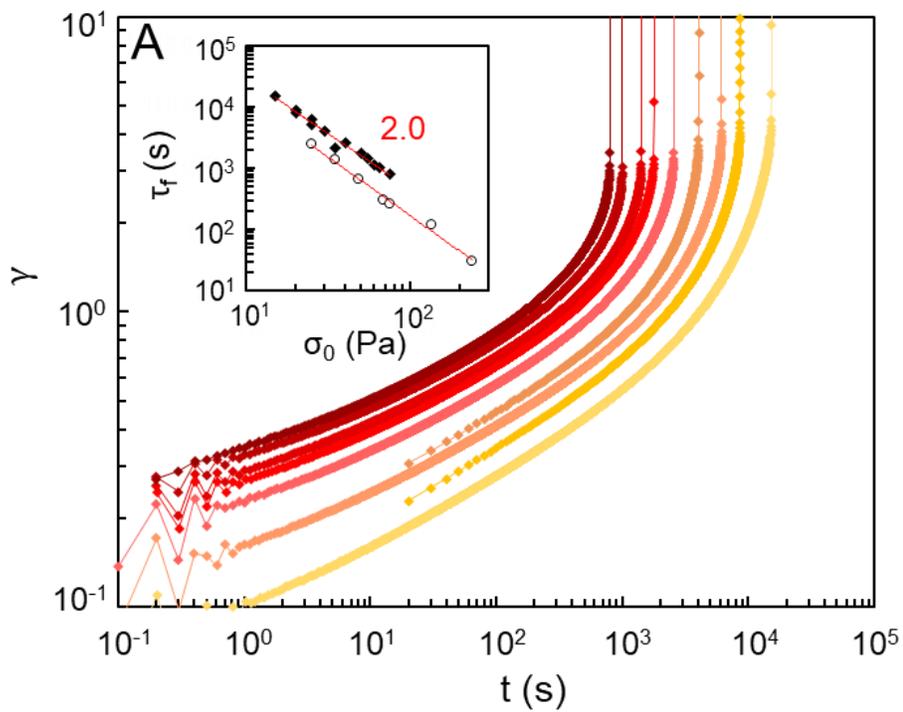
1 T. Van Vliet and P. Walstra, *Faraday Discuss.*, 1995, **101**, 359–370.

2 T. Gibaud, T. Divoux and S. Manneville, in *Encyclopedia of Complexity and Systems Science*, 2020, pp. 1–24.

3 K. Hyun, M. Wilhelm, C. O. Klein, K. S. Cho, J. G. Nam, K. H. Ahn, S. J. Lee, R. H. Ewoldt and G. H. McKinley, *Prog. Polym. Sci.*, 2011, 36, 1697–1753.

4 M. Leocmach, C. Perge, T. Divoux and S. Manneville, *Phys. Rev. Lett.*, , DOI:10.1103/PhysRevLett.113.038303.

Mots-clés : Milk gel, Non-linear properties, Creep, Failure, Yielding



Deciphering the key parameters that influence the rheological properties of concentrated milk protein systems using a multifactorial approach

François Martin^{1 2}, Florence Rousseau¹, Jeehyun Lee¹, Gaëlle Tanguy¹, Emeline Goussé¹, Marie-Hélène Famelart¹, Romain Jeantet¹, Cécile Le Floch-Fouéré¹

¹ STLO, INRAE, Institut Agro, 35042 Rennes, France

² CNIEL, 75009 Paris, France

Abstract:

Dairy ingredients with highly concentrated protein contents are nowadays high value-added products with increasing demand since their specific properties are well adapted for a multitude of applications (e.g. cheese, bakery, infant formulae, nutritional products for the elderly and athletes...). Milk protein concentrates are mainly found as dry ingredients but the use of liquid concentrates instead of powders have been of growing interest as it contributes to the reduction of energy costs of industrial processes. However, physical phenomena behind the ageing of liquid concentrates (e.g. during their transport...) are not fully understood. In the same way, in the powder manufacturing process, it is well established that rheological properties of protein concentrates before spray drying greatly modulate the final powder quality. In both cases, the control of rheological properties of protein concentrates is crucial to obtain a liquid or a dry product with the expected functional properties. Hence, identifying the parameters and understanding the molecular mechanisms that affect the viscosity of high protein concentrates during their manufacture and their ageing is a major challenge. In this study, we investigated the viscosity of unheated and heated milk protein concentrates (19–21% w/w total protein), at five casein micelles/whey protein ratios (92:8, 80:20, 50:50, 40:60 and 5:95) and in two physicochemical environments (high or low ionic strength/lactose content). The apparent viscosity of the 34 samples were monitored over a shear ramp from 1 to 500 s⁻¹ at 40 °C. In order to evaluate the viscosity changes during storage, shear sweep tests were performed at periodic intervals for six hours. A multifactorial analysis was then carried out to identify the impact of the different parameters on the rheological properties of the concentrates. The casein/whey protein ratio greatly affected the rheological behaviour as well as the value of the apparent viscosity of the dispersions. In samples containing at least 80% of casein micelles, a shear-thinning behaviour was observed whereas samples containing less than 50% of caseins showed a Newtonian behaviour. Moreover, at 1 s⁻¹, the apparent viscosity of the samples that had 92% of casein micelles was 150 times higher than the ones containing only 5% of caseins. At the boundaries of the sol-gel transition, a small increase in protein content induced a drastic increase in viscosity. An increase in whey protein denaturation led to an increase in viscosity. This phenomenon was enhanced at high casein/whey protein ratio. Finally, no changes in viscosity related to age-thickening was observed in this study.

Key words: Heat-treatment, viscosity, whey protein denaturation, protein volume fraction, casein/whey protein ratio

Rhéologie de pâtons : effet du pétrissage sur des farines issues de petit épeautre et d'amidonnier

B. Faure¹, M.-T. Charreyre², J.-C. Majesté¹ et F. Dutertre¹

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

2 Univ Lyon, CNRS, UMR 5223, Ingénierie des Matériaux Polymères, Université Claude Bernard Lyon 1, INSA Lyon, Université Jean Monnet, F-69622 Villeurbanne, France

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

Le procédé de pétrissage, qui consiste à mélanger la farine et l'eau, est une étape clé de la fabrication de la pâte à pain. Sous l'effet du cisaillement (estimé à 100 s^{-1}), les protéines de gluten vont s'organiser pour former un réseau tridimensionnel autour des grains d'amidon, apportant à la pâte des propriétés viscoélastiques importantes pour contrôler l'extension de celle-ci au cours de la fermentation et de la cuisson. Suite à la sélection des blés modernes, les farines issues de ces variétés contiennent de fortes proportions de gluténines de très hautes masses molaires qui contribuent au renforcement des propriétés viscoélastiques. Parallèlement, on observe une augmentation très significative de personnes devenues « intolérantes au gluten » ces dernières années. Les farines issues des variétés de blé anciennes, avec leur composition en protéines différente (% pourcentage relatif et masse molaire), présentent une alternative, mais nécessitent d'adapter les procédés de pétrissage.

Afin de comprendre l'influence des protéines, présentes dans les variétés de blé anciennes, sur les propriétés viscoélastiques des pâtes à pain, nous avons réalisé une étude rhéologique. Les propriétés rhéologiques de pâtons, formulés à partir de farines de petit épeautre et d'amidonnier, ont été sondées en fonction du mode de pétrissage (temps et cisaillement). Les échantillons ont été caractérisés par rhéologie rotative et élongationnel.

Mots-clés : Rhéologie, Farine, Pain

Méthodes de mesure rhéologique simples et appliquées, l'exemple des boissons à texture modifiée

R. Lecanu¹, C. Leverrier¹, G. Della Valle² et M. Ramaioli¹

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

² INRAE UR 1268, Biopolymères, Interactions et Assemblages (BIA), Nantes

Résumé :

De nombreuses méthodes pratiques existent pour mesurer les propriétés rhéologiques de produits et matières d'intérêt selon l'application souhaitée comme par ex., la contrainte seuil d'un béton à couler, la viscosité apparente d'une peinture, le niveau de consistance d'aliments dits à texture modifiée.

Les aliments et boissons à texture modifiée permettent l'accompagnement des personnes atteintes de troubles de la déglutition. Idéalement, le comportement rhéologique de tels aliments doit être caractérisé précisément pour réduire les risques d'aspiration dans les voies aériennes, en maintenant autant que possible le plaisir à s'alimenter.

Les méthodes employées doivent être faciles d'utilisation, demander un temps de formation minimale, et elles doivent pouvoir être mises en œuvre rapidement (~1min) car elles seront employées par le personnel soignant en guise de contrôle au cours des tâches quotidiennes, par exemple avant de servir les repas.

Dans ce contexte, ce travail considère le test de la seringue préconisé par l'*International Dysphagia Diet Standardisation Initiative* (IDDSI) pour les boissons à texture modifiée, afin de comprendre la relation entre le comportement rhéologique et la classification IDDSI établie sur la base de ce test. Nous avons établi une simple approche théorique pour prédire le niveau IDDSI de boissons épaissies à partir de leur rhéologie.

Nous nous intéressons également aux limitations de ce test, afin de proposer des améliorations.

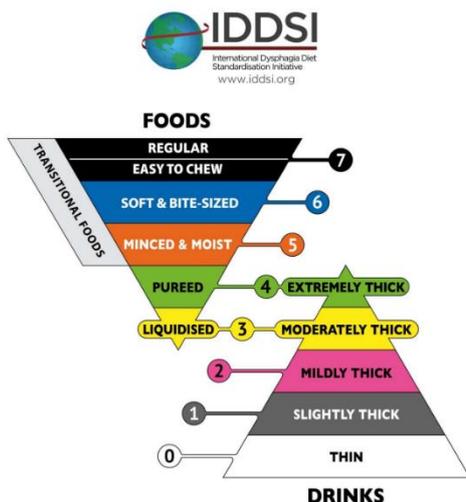


Figure 1 : Classification des textures proposée par l'IDDSI.

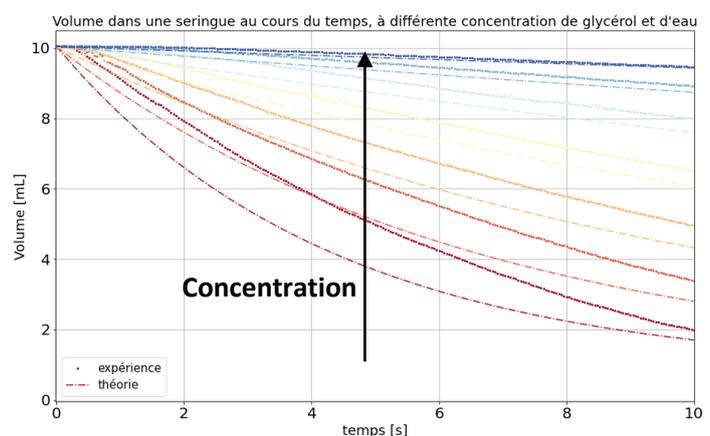


Figure 2 : Volume de fluide dans une seringue au cours du temps, ici une solution newtonienne de glycérine et d'eau à plusieurs concentrations

Mots-clés : Tests, Appliquée, Déglutition, IDDSI. Cf. résumé JJR

Relation entre propriétés rhéologiques et distribution de l'eau dans la pâte de farine de blé

M. Dufour ^{a,b,*}, L. Foucat ^{b,c}, L. Chaunier ^b, F. Hugon ^a, G. Della Valle ^b, K. Kansou ^b, L. Saulnier ^b

^a *La Boulangère & Co, F-85140 Essarts en Bocage, France*

^b *INRAE, UR BIA, F-44316 Nantes, France*

^c *INRAE, PROBE infrastructure, BIBS facility, F-44316 Nantes, France*

L'hydratation de la farine est l'un des principaux facteurs qui régissent le comportement rhéologique de la pâte, déterminé dès l'étape du pétrissage par le développement du réseau de gluten. La connaissance de la répartition de l'eau entre les composants de la farine permettrait de mieux comprendre les modifications de comportement de la pâte tout au long du processus de panification. La résonance magnétique nucléaire (RMN) couplée avec des analyses rhéologiques des pâtes semble bien adaptée à cet objectif.

Quatre farines de blé ont été sélectionnées en fonction de leurs comportements distincts au pétrissage, selon la courbe de puissance (Fig.1-a). Les pâtes sont préparées au Farinographe, à différentes durées de pétrissage (3 - 9 - 12 min, soit en sous-pétrissage, au pétrissage optimal ou en sur-pétrissage, respectivement) et à différents niveaux d'hydratation (50% - valeur optimale déterminée au Farinographe - et 66% en poids de farine). La dynamique de l'eau a été évaluée par RMN à bas champ (MiniSpec, Bruker). Le comportement thermo viscoélastique de la pâte à faible déformation a été déterminé par analyse thermomécanique dynamique (DMA) et les propriétés bi-extensionnelles (en grande déformation) par compression uniaxiale lubrifiée (LSF).

La viscosité bi-extensionnelle des pâtes suit une loi puissance, à déformation ε_b constante. Pour $\varepsilon_b = 1$, l'indice de consistance K décroît exponentiellement avec l'hydratation de la pâte ($r^2=0.80$) de 47 à 10 $\text{kPa}\cdot\text{s}^n$, quelle que soit la farine. Ce résultat permet de déterminer un coefficient de plastification de la pâte par l'eau $\alpha=22\%$. Toutefois, la pâte présentant le comportement au pétrissage avec de plus faible puissance, notée D, conduit, à teneur en eau constante ($MC \approx 0.47\% \text{ bt}$), à une variation de consistance significative lors du pétrissage (de 14 à 23 $\text{kPa}\cdot\text{s}^n$). Les distributions de relaxation (T_2 et proportion), déterminées par RMN, montrent que l'eau dans la pâte est distribuée selon 4 états d'hydratation (HS), indépendamment des conditions expérimentales (origine de la farine, temps de pétrissage et hydratation de la pâte). L'évolution des HS peut être interprétée par des modifications du niveau de structuration du réseau de gluten, la pâte D étant caractérisée par un réseau moins structuré. Cette interprétation est renforcée par les résultats obtenus pour les variations du module de stockage entre 55 et 70°C en DMA, dont le rapport $E'_{\text{max}}/E'_{\text{min}}$, inversement corrélé aux valeurs de K (Fig.1-b), reflète la réticulation du gluten.

L'interprétation de ces propriétés sur le comportement rhéologique des pâtes par la structure du réseau de gluten, une fois complétées par la caractérisation des farines, fournira une base de connaissances pour élaborer un modèle afin de proposer des réglages du procédé à l'échelle industrielle.

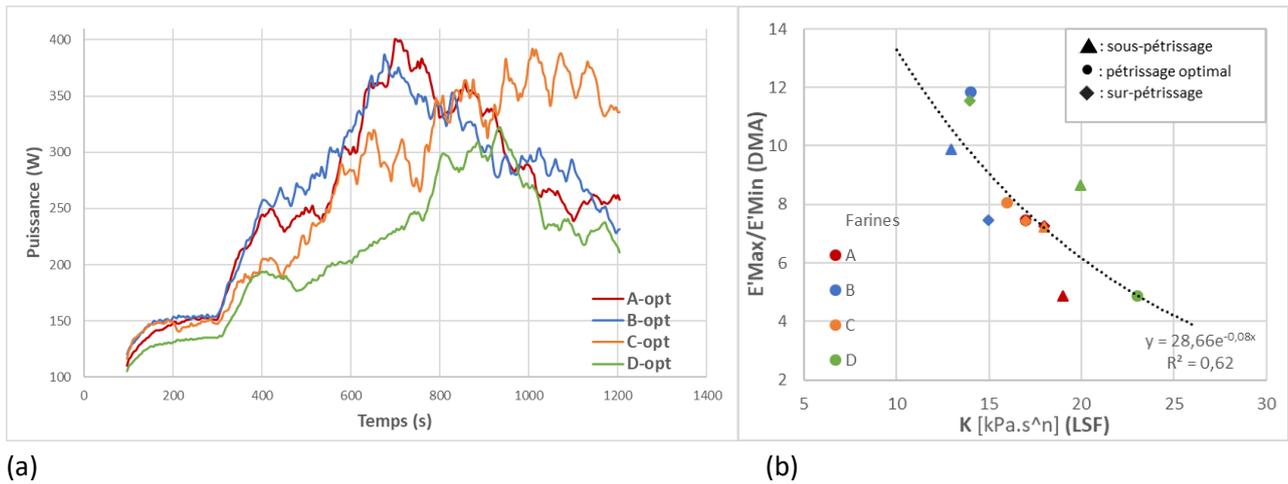


Figure 1. (a) Courbe de puissance au pétrissage (Pétrin Spi, Diosna) des quatre farines (1200s de pétrissage à hydratation optimale définie au Farinographe); (b) Relation entre E'Max/E'Min (DMA) et K (LSF) pour les 4 farines à 3 temps de pétrissage

Mots clefs: Pétrissage, Réseau de gluten, Résonance Magnétique Nucléaire (RMN), Viscosité bi-extensionnelle

Ce travail a été réalisé dans le cadre d'une convention Cifre n°2020/0687 entre l'entreprise La Boulangère & Co et INRAE.

A microscopic look at the fouling mechanisms in dairy protein mixes by rheometry and microfluidics

M. Grostete, G. Tanguy, S. Khelifaoui, F. Boissel, C. Le Floch-Fouéré, R. Jeantet, J. Lee, L. Lanotte

INRAE, Institut Agro, STLO, 35042 Rennes France

Thermal fouling is an unsolved and costly question for the dairy industry and consists in the accumulation of the solid fraction of a processed liquid stream on a stainless-steel surface due to the combined action of flow and thermal/concentration gradients. Understanding and preventing the phenomena related to thermal fouling is of paramount help to optimize the operation unit efficiency and to improve the quality of the products. Until now, most of the studies available in the literature focused on the fouling dynamics in heat exchangers and led to contradictory results based on the off-line analysis of the solid deposits. Conversely, the fouling mechanisms have been rarely explored in the evaporators despite their increasingly essential and sensitive use in dairy industry (*e.g.*, infant formula production).

The hypothesis explored in this work is that the initiation of the fouling process is not exclusively due to protein thermal denaturation in the liquid stream once a critical temperature is achieved ($T > 65^{\circ}\text{C}$), but also to the impact of the shear rate near the equipment walls. Mixes of whey proteins and calcium with different overall concentrations were processed by rheometry, undergoing the range of temperatures ($45\text{-}80^{\circ}\text{C}$) and shear rates (100s^{-1}) typical of falling film evaporators in a wide temporal range (0-4h). The effect of the combined thermal and shearing action on protein denaturation/aggregation was evaluated:

- In the bulk, by extracting the kinetics of denaturation in the solutions using high-performance liquid chromatography (HPLC) and estimating the average aggregate size using dynamic light scattering (DLS);
- At the solid-liquid interface, by observing the formation and the development of the deposits (density, size, shape) at different local shear conditions using an optical microscopy.

The results provided an insight into the dependency of fouling mechanisms on key factors such as time, shear and concentration. Starting from this rheometry-based approach, the challenging next step was to provide a direct observation of the fouling dynamics in dairy mixes by microfluidics. Preliminary tests were conducted in microchannels with variable geometries reproducing the environmental and flow characteristics typical of the evaporators with the aim of characterizing the different steps of the deposit accumulation.

Eaux gélifiées pour personnes âgées: liens entre propriétés rhéologiques et perception sensorielle

A. Brunel¹, C. Billy², L. Paquin³, F. Gauffre³, V. Vié¹, R. Thibault², D. Somme², A. Saint-Jalmes¹

1 Institut de Physique de Rennes, UMR CNRS 6551, Rennes

2 Centre Hospitalier de Rennes

3 Institut des Sciences Chimiques de Rennes, UMR CNRS 6226, Rennes

Autant pour des raisons médicales que sociétales, notre alimentation évolue pour devenir de plus en plus spécifique et ajustée à nos besoins.

Ainsi, des aliments à la texture adaptée améliorent la qualité de vie des personnes présentant des troubles de la déglutition.

Si la « texture » est à la fois une notion étudiée en physico-chimie - notamment via la rhéologie - et une expérience sensorielle quotidienne, le lien entre les deux n'est pas encore bien connu.

En partenariat avec des médecins nutritionnistes et gériatres, nous avons donc démarré une étude sur des eaux gélifiées, utilisées pour l'hydratation des personnes âgées. Au laboratoire, les propriétés rhéologiques - en cisaillement et en compression - de quatre types d'eaux gélifiées commerciales ont été mesurées. Celles-ci sont comparées à des analyses sensorielles réalisées sur un panel de 74 personnes, incluant des questionnements à la fois hédoniques et fonctionnels.

Modifications de texture de la lentille au cours de traitement hydrothermique.

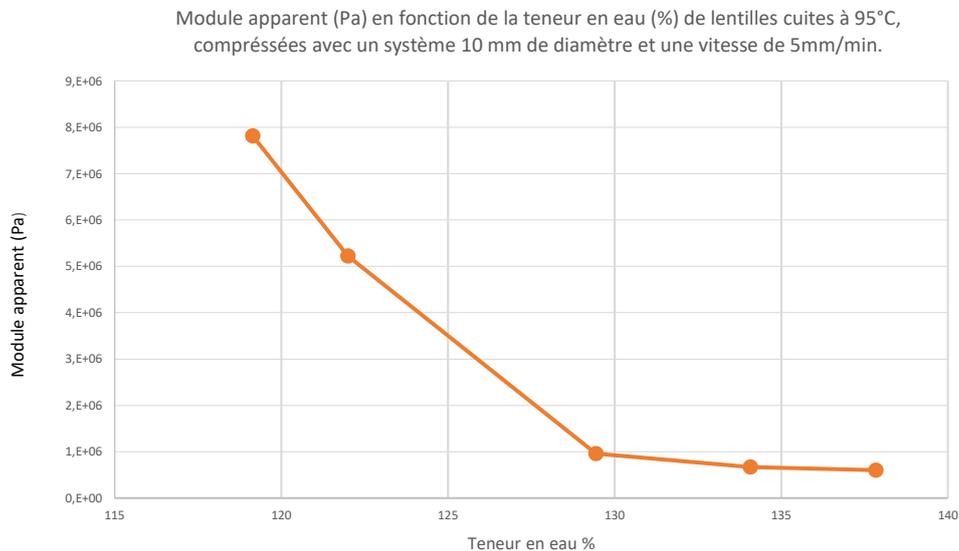
O. Ghanem, L. Chaunier, JE. Maigret, P. Papineau, G. Della Valle

INRAE, UR1268 Biopolymères, Interactions & Assemblages (BIA), Nantes, France

Résumé :

En raison de leur diversité génétique et environnementale, la transformation des lentilles par des traitements hydrothermiques, conduit à une grande diversité de texture des graines, ce qui limite leur acceptabilité par le consommateur. Le manque de méthode rhéologique commune qui permette d'évaluer la texture des lentilles cuites, demeure un obstacle à l'amélioration et à la sélection des variétés les mieux adaptées à la cuisson. La modification de la texture est un phénomène qui obéit à différents mécanismes, parmi lesquels l'évolution de la teneur en eau dans la graine et la gélatinisation (ou fusion) de l'amidon, dont la complexité est accrue par l'hétérogénéité des graines au sein d'un même lot. Dans ce contexte, le but de ce travail est de mettre au point une méthode de mesure de texture et d'appréhender la contribution de ces mécanismes à son évolution en cours de cuisson.

Pour ce faire, des systèmes comportant des mobiles de différents diamètres (0.6, 3, 10 mm) et différentes quantités de lentilles (1 seule lentille, vs 17 g dans une cellule Ø 40mm) sont appliqués en compression. La sélection de la méthode de mesure est basée sur des tests de répétabilité, exprimée par l'erreur inhérente à chaque méthode, et leur capacité à distinguer des conditions de cuisson et des lots différents. A titre d'exemple, sur le système (Ø 10mm), le module apparent d'une lentille cuite décroît de 10 MPa après 8 minutes de cuisson ($T=95^{\circ}\text{C}$), à 1MP lorsque celle-ci est cuite pendant 25mn, avec une erreur relative de 10%. La cinétique de cuisson à différentes températures, représentée par l'évolution de la teneur en eau, est déterminée pour appréhender la pénétration de l'eau dans la graine. Elle est ajustée par un modèle mathématique simple (Peleg, 1988). Les résultats permettent de déterminer l'influence de la teneur en eau sur la texture des lentilles. La gélatinisation de l'amidon est étudiée par analyse enthalpique différentielle (DSC) pour déterminer les températures de transition de l'amidon et évaluer le pourcentage d'amidon gélatinisé. L'hétérogénéité des lots de lentille sera ensuite appréhendée à l'aide d'un appareil spécifique (Sabadoti et al, 2020) récemment mis au point au laboratoire, muni de 24 tiges métalliques de 80g ajustable par ajout de 3 masselottes de 10g par tige, chaque tige déposée sur une lentille afin de déterminer la distribution du temps de cuisson.



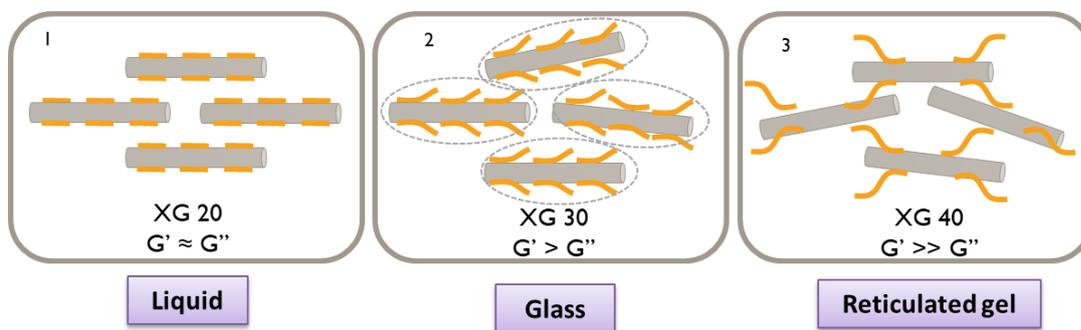
Peleg M. 1988. An empirical model for the description of moisture sorption curves. *J Food Sci* 53:1216–7

Sabadoti, V. D., Miano, A. C., & Augusto, P. E. D. (2020). Automation of a Mattson Bean Cooker : A simple and a low-cost approach. *Journal of food processing and preservation*, 44(10), e14769.

Mots clés : Texture, gélatinisation de l'amidon, cinétique de cuisson, homogénéité du lot.

Impact du xyloglucane de très faible masse molaire sur une suspension concentrée de nanocristaux de cellulose organisés en crystal liquide

Malgré les nombreuses études consacrées à la paroi cellulaire végétale, de nombreuses questions subsistent quant à la compréhension des voies d'auto-assemblage. Dans ce travail i) nous associons des nanocristaux de cellulose (CNC) avec du xyloglucane (XG), une biomolécules de la paroi cellulaire, pour moduler les propriétés de la cellulose et ii) nous simulons la haute concentration et la haute organisation dans laquelle les CNC s'organisent en couches cristal liquide de type cholestériques. Nous avons observé des variations de comportements significatifs à des faibles masses molaires en XG. Le riche comportement rhéologique de ces systèmes est relié à la variation de la microstructure des complexes CNC-XG.



Suivi de l'évolution de films liquides par fluorescence de rotors moléculaires

F. Gibouin, D. Nalataby, P. Lidon et Y. Medina-Gonzalez

Laboratoire du Futur – Solvay – CNRS (UMR5258), Pessac, France

Résumé :

Les rotors moléculaires comme les BODIPY sont des molécules dont la fluorescence est sensible à la viscosité locale. La mesure de durée de vie et/ou d'intensité de ces rotors permet de suivre l'évolution de systèmes dont la viscosité évolue, difficilement accessible aux techniques de viscosimétrie conventionnelles [1]. C'est par exemple le cas des films de liquides suspendus et stabilisés par des tensio-actifs.

Dans cette étude, nous nous intéressons à l'évaporation de films suspendus de solutions de fructose stabilisés par du SDS. En faisant varier la concentration en fructose, nous couvrons une plage de viscosité initiale allant de 6mPa.s à 300mPa.s.

Le temps de vie de fluorescence est mesuré par FLIM (Fluorescence Lifetime Imaging Microscope) au cours du temps. En utilisant une courbe de calibration préalablement définie (cf. encart de la Figure 1), nous en déduisons l'évolution de la viscosité.

Les variations relatives de viscosité sont représentées sur la Figure 1 pour différentes concentrations initiales en fructose. Nous constatons alors que sur les premiers temps, la viscosité augmente fortement. Ensuite, quelle que soit la concentration en fructose, le ratio de viscosité tend vers une valeur limite après environ 10 minutes. Ce rapport est d'autant plus important que la concentration en fructose est faible. Nous attribuons cette observation à la concentration progressive du fructose dans le film du fait de l'évaporation, induisant une augmentation de la viscosité.

Mots-clés : Rotor moléculaire, FLIM, fluorescence, films liquides suspendus, évaporation

[1] : M.K. Kuimova, Phys. Chem. Chem. Phys., 2012, 14, 12671-12686, DOI 10.1039/C2CP41674C.

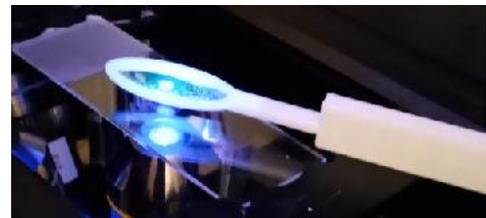
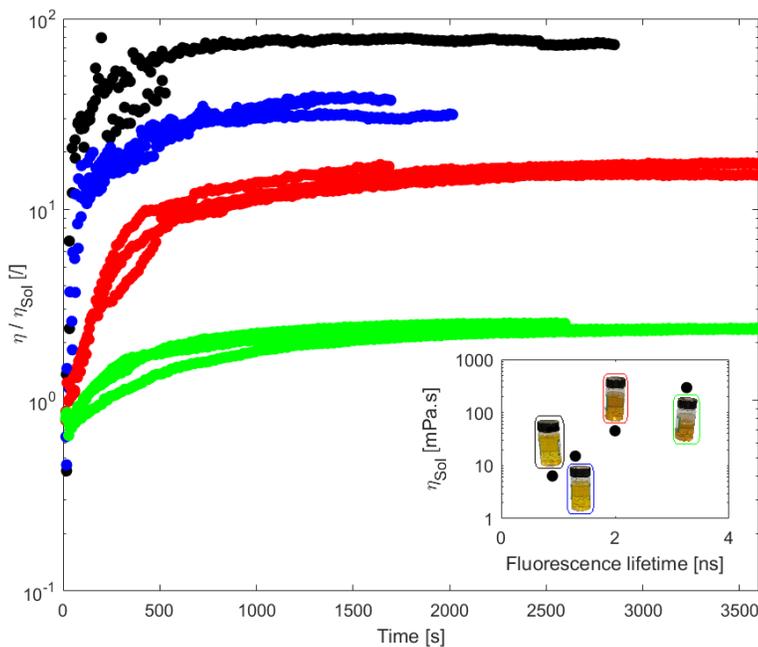


Figure 1 : A gauche : Evolution du ratio « viscosité du film / viscosité initiale » en fonction du temps pour des solutions à 40% de fructose (noir), 50% (bleu), 60% (rouge) et 70% (vert) en concentration massique. En encart, variation de la viscosité de la solution en fonction de la durée de vie de fluorescence pour ces 4 solutions illustrées par leur photographie. A droite : Photographie d'un film liquide suspendu avec son support.

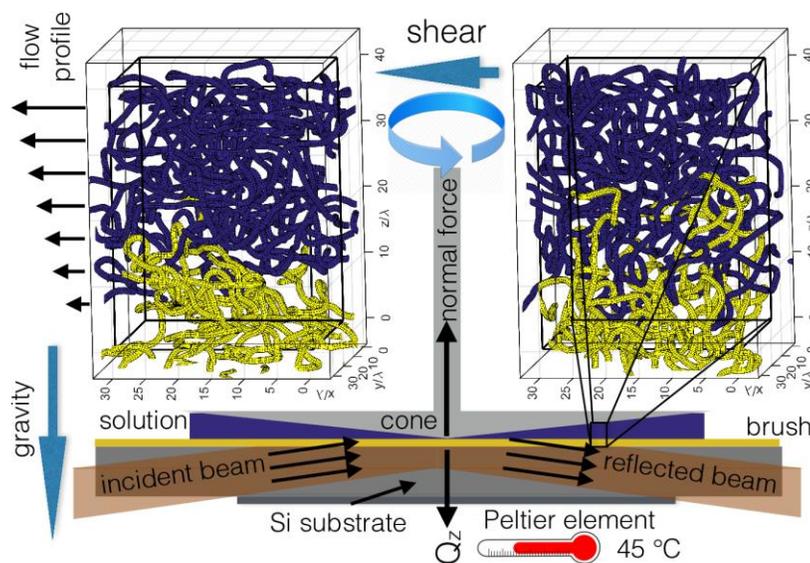
Structure and Dynamics of entangled polymers under shear flow studied by Neutron Scattering

P. Gutfreund¹ et M. Wolff²

¹ Institut Laue-Langevin, 38042 Grenoble, France

² Department of Physics, Uppsala University, 75121 Uppsala, Sweden

The study of flow in soft matter is a multidisciplinary and active research area. The challenge is to relate out of equilibrium microscopic fluids structure and dynamics to their macroscopic rheological response. Entangled polymers show unique flow behaviors, since the relaxation processes occur on time scales relevant for our daily lives, ranging from milliseconds to hours or even days. Understanding and characterizing these structure-property relationships is a current challenge that will improve our fundamental understanding of visco-elastic flow as well as give us access to improved material properties and applications. Here we present the latest results on the combination of Neutron Scattering and Rheology at the Institut Laue-Langevin, Grenoble on entangled linear polymers. Two examples will be presented: Firstly a commercially purchased rheometer with an adapted cone/plate or plate/plate geometry [1] was used in conjunction with Neutron Reflectometry (NR) to probe the structure of polystyrene (PS) brushes chemically attached to a solid surface sheared against a semidilute PS solution (see Fig.). We report a reversible collapse of the polymer brush once the bulk solution is sheared in the non-Newtonian regime [2]. We explain the observation by the normal stress difference of the free chains exerted on the brush overwhelming any internal brush dynamics.



The second example combines our newly developed cone-plate shear device with Small Angle Neutron Scattering (SANS) and Neutron Spin Echo Spectroscopy (NSE) [3]. Here we will present measurements on two samples: The first one is an entangled melt of polydimethyl-siloxane (PDMS) where we report on the single chain form factor and the intermediate scattering function under shear rates approaching the non-linear regime [4]. While neither the polymer chain structure nor the microscopic dynamics are affected by this moderate shear rate ($Wi \approx 0.5$) the 'raw' NSE spectrum is significantly influenced by Doppler scattering due to the moving sample and a way to normalize this effect out will be presented. As a second sample we will present results on entangled PS solutions sheared at very high shear rates ($Wi \approx 30$) where clear molecular deformation is visible with SANS [5].

Altogether these technical advances will allow to use NSE for *in situ* sheared samples even at rather high shear rates enabling direct testing of important theories in rheology like the idea of Convective Constraint Release (CCR) in sheared entangled polymers.

[1] M. Wolff, P. Kuhns, G. Liesche, J. F. Ankner, J. F. Browning, P. Gutfreund, J. Appl. Cryst. 46, 1729 (2013).

[2] A. Korolkovas, C. Rodriguez-Emmenegger, A. de los Santos Pereira, A. Chennevière, F. Restagno, M. Wolff, F. A. Adlmann, A. J. C. Dennison, P. Gutfreund, Macromolecules 50, 1215 (2017).

[3] M. Kawecki, P. Gutfreund, F. A. Adlmann, E. Lindholm, S. Longeville, A. Lapp, M. Wolff, J. Phys.: Conf. Ser. 746, 012014 (2016).

[4] M. Kawecki, F. A. Adlmann, P. Gutfreund, P. Falus, D. Uhrig, S. Gupta, B. Farago, P. Zolnierczuk, M. Cochran, M. Wolff, Sci. Rep. 9, 1-6 (2019).

[5] A. Korolkovas, S. Prevost, M. Kawecki, A. Devishvili, F.A. Adlmann, P. Gutfreund, M. Wolff, Soft Matter 15, 371 (2018).

Mots-clés: Neutron spin-echo spectroscopy, neutron reflectometry, neutron small angle scattering, *in situ* rheology

Prévision de la durée de vie en fatigue du caoutchouc naturel : effet de la multi-axialité sur le renforcement de la durée de vie

Y. Mouslih^{1,2,3}, J.-B. Le Cam^{2,3}, B. Ruellan^{1,2}, F. Canevet^{1,2}, I. Jeanneau^{1,2}

1 Contitech AVS France, Rennes, France.

2 Elast-D³, Joint Research Laboratory, Continental - Institut de Physique UMR 6251, Rennes, France.

3 Université de Rennes 1, Institut de Physique UMR 6251 CNRS/Université de Rennes 1, Rennes, France.

Résumé :

Le caoutchouc naturel chargé en noir de carbone (CB-NR) est l'élastomère le plus utilisé dans les applications antivibratoires. Dès 1940, Cadwell et ses collaborateurs [1] ont montré que le CB-NR présente un renforcement (augmentation) de la durée de vie en fatigue uni-axiale quand un chargement non relaxant (charge minimale strictement positive) lui est appliqué. Comme le renforcement de la durée de vie n'a pas été observé ou dans une moindre mesure pour les caoutchoucs non cristallisables [2, 3, 4], la cristallisation sous tension (CST) est généralement considérée comme responsable de ce renforcement. Étant donné la forte thermosensibilité de la CST, une récente étude a été menée sur le renforcement en fatigue uniaxiale à température (ambiante, 90 et 110 °C) [5].

Afin de caractériser les matériaux dans des conditions plus proches de celles des pièces en fonctionnement, les essais de fatigue multiaxiaux se sont considérablement développés depuis les années 2000 [4,6,7,8]. Pour autant, la question de l'effet de la température d'essais sur la CST et le renforcement en chargement multiaxial n'a été abordée que très récemment [9].

Le présent travail vise à étudier l'effet du chargement multiaxial non relaxant sur le renforcement de la durée de vie en fatigue du CB-NR. Dans ce but, des essais de fatigue en traction pure et en torsion pure avec différents rapports de charge ont été réalisés avec des échantillons de forme axisymétrique fabriqués avec le même matériau. Les résultats ont été analysés en utilisant le diagramme de Haigh. Il a été montré que le renforcement de la durée de vie peut être observé dans le cas de la torsion non relaxante. La comparaison des résultats obtenus en traction pure et en torsion pure, en utilisant différents prédicteurs de durée de vie, montre que les chargements non-relaxants conduisent au même renforcement en traction pure et en torsion pure. Par ailleurs, les mécanismes microscopiques d'endommagement ont été identifiés au cours d'analyses post-mortem réalisées en microscopie électronique à balayage (MEB). Le rôle de la CST dans les mécanismes d'endommagement en fatigue multiaxiale a été déterminé et relié aux conditions de chargement en utilisant un pseudo-diagramme de Haigh [8,10].

Mots-clés : Caoutchouc naturel chargé, cristallisation sous tension, fatigue multiaxial, renforcement, analyse microscopique.

- [1] S. M. Cadwell, "Dynamic fatigue life of rubber," *Rubber Chemistry and Technology*, pp. vol 304-315, 1940.
- [2] J. Fielding, "Flex life and crystallization of synthetic rubber," *Industrial & Engineering Chemistry*, vol. 35, no. 12, pp. 1259-1261, 1943.
- [3] F. Abraham, T. Alshuth and S. and Jerrams, "The effect of minimum stress and stress amplitude on the fatigue life of non strain crystallising elastomers," *Materials & design*, vol. 26, no. 3, pp. 239-245, 2005.
- [4] N. Saintier, G. Cailletaud and R. & Piques, "Cyclic loadings and crystallization of natural rubber: An explanation of fatigue crack propagation reinforcement under a positive loading ratio," *Materials Science and Engineering*, vol. 528, no. 3, pp. 1078-1086, 2011.
- [5] B. Ruellan, J.-b. Le Cam, I. Jeanneau and e. al., "Fatigue of natural rubber under different temperatures," *Internationa Journal of Fatigue*, vol. 124, pp. 544-557, 2019.
- [6] W. V. Mars, *Multiaxial fatigue of rubber*, The University of Toledo, 2001.
- [7] N. Saintier, "Fatigue multiaxiale dans un élastomère de type NR chargé : mécanismes d'endommagement et critère local d'amorçage de fissure," Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2001.
- [8] J. B. Le Cam, B. Huneau and E. & Verron, "Fatigue damage in carbon black filled natural rubber under uni-and multiaxial loading conditions," *International Journal of Fatigue*, vol. 52, pp. 82-94, 2013.
- [9] I. Warneboldt, Y. Marco, P. Charrier, W. Hervouet, C. Champy, I. Raoult and F. e. a. Szymtka, "Experimental investigations about complex non-relaxing fatigue loads for carbon-black filled natural rubber," *International Journal of Fatigue*, vol. 156, p. 106696, 2022.
- [10] B. Ruellan, J. B. Le Cam, E. Robin, I. Jeanneau, F. Canévet, G. Mauvoisin and D. Loison, "Fatigue crack growth in natural rubber: The role of SIC investigated through post-mortem analysis of fatigue striations," *Engineering Fracture Mechanics*, vol. 201, pp. 353-365, 2018.

Viscoplastic drops impacting a sieve

Anselmo Pereira, Kindness Isukwem, Romain Castellani, Gabrielle Vernet, Josué Agbekodo, Elie Hachem and Rudy Valette

PSL University, MINES Paris, Centre de mise en forme des matériaux (CEMEF), CNRS UMR 7635, CS 10207 rue Claude Daunesse
06904 Sophia Antipolis Cedex, France

Abstract: We investigate the impact of viscoplastic drops against thin plates pierced with small holes. Our study is conducted through a mixed approach combining direct numerical simulations, energy budget analyses, scaling laws, and experiments. The numerical results are based on an adaptive variational multi-scale method for a viscoplastic Herschel-Bulkley fluid and the surrounding air, while Carpobol gel, dense suspension, ketchup and mayonnaise drops are considered for the conducted experiments.

After the impact of the viscoplastic drop on the pierced solid surface, its upper part spreads until it achieves a maximum diameter D_{max} , while the rest of the drop penetrates the sieve, forming a filament of maximum height h_{max} (maximum penetration). When surface tension effects are negligible, two spreading/penetration regimes are observed: (1) the plastic regime for which both D_{max} and h_{max} are given by power-law functions of the plastic number (the ratio of the yield stress to the inertial stress); and (2) the viscous regime in which both D_{max} and h_{max} are expressed through power-law functions of the Reynolds number (the ratio of the inertial stress to the viscous stress). Additionally, depending on both the material rheology and the impact velocity, the viscoplastic filament formed within the sieve can break, giving rise to satellite drops. The observed spreading/penetration, and drop breakup scenarios are highlighted through different scaling laws and criteria linked with the important dimensionless parameters of the problem.

Key Words: viscoplastic drops, yield stress, experiments, numerical simulations, rheology