

Équipe Rhéophysique & Milieux Poreux

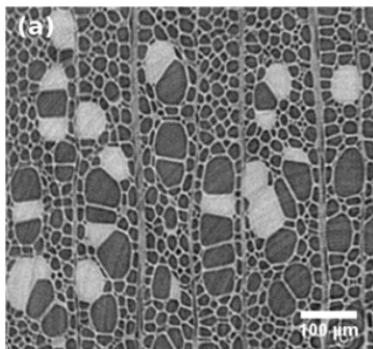
Rapport d'activités 2020

L'équipe Rhéophysique et Milieux Poreux compte 14 chercheurs, 4 ingénieurs et techniciens et une quinzaine de doctorants et postdoctorants. Elle s'est spécialisée dans l'étude et la modélisation des propriétés physiques de matériaux complexes, souvent modèles, constitués de particules solides, gouttes ou bulles, suspendues dans un ou plusieurs fluides. L'équipe s'intéresse également aux propriétés de transport dans les milieux poreux. Les travaux combinent des approches expérimentales et théoriques, ainsi que des simulations numériques, du continu au discret. Ils portent principalement sur les matériaux granulaires, les pâtes, les suspensions colloïdales et non colloïdales, les mousses et matériaux aérés, les gels, le bois, les systèmes capillaires, les milieux poreux, Les principaux domaines d'application de cette recherche sont les matériaux pour la construction et l'habitat, l'énergie et l'environnement.

Milieux Poreux

Transferts (imbibition – séchage) dans le bois [1,2]

S. Caré, P. Coussot, D. Courtier-Murias, B. Maillet



La compréhension des mécanismes de transfert d'humidité dans le bois constitue un enjeu important, que ce soit pour la première transformation du bois ou pour l'utilisation du bois en conditions de service. De manière générale, les transferts d'eau (humidification-imbibition et séchage) et les interactions eau-bois sont encore mal appréhendés, soit parce qu'ils sont reproduits par des modèles qui ne permettent pas de prendre en compte correctement la physique des phénomènes en jeu, soit parce que la description des mécanismes aux différentes échelles est incomplète. L'ensemble de nos travaux s'appuie sur la relaxométrie RMN, l'IRM, et enfin, lorsque cela est possible, la microtomographie-X (réalisée au Synchrotron Soleil). Nous nous sommes d'abord focalisés sur les processus d'imbibition. Nous avons notamment montré [Wood Science and Technology, 52, 929-955 (2018)] (pour le cas de la direction longitudinale, c'est-à-dire selon l'axe des cellules, axe principal de l'arbre) que l'imbibition spontanée dans le bois de feuillus (peuplier) est environ mille fois plus lente que celle prévue par le modèle standard de l'absorption par capillarité (modèle de Washburn). À partir d'observations par IRM (Imagerie par Résonance Magnétique) et par microtomographie-X

(réalisées au Synchrotron Soleil), nous avons prouvé que ce phénomène est lié à des variations de la mouillabilité de la paroi interne des vaisseaux dans lesquels circule l'eau [Physical Review Research, 1, 033190 (2019)]. Ces travaux ont permis de conclure que l'eau liée « contrôlait » la cinétique d'imbibition. Ce mécanisme s'est avéré également essentiel dans le fonctionnement de l'imbibition des résineux [1]. Ces travaux se poursuivent afin de comprendre les mécanismes physiques à l'origine de ce phénomène, dans le cadre de la thèse d'E. Julien (thèse ENPC-Harvard), qui étudie le mouillage et l'imbibition de matériaux modèles du bois (gels) à une échelle locale (gouttes, lignes de contact).

Nous étudions également, avec les mêmes méthodes, le séchage du bois, notamment en présence d'eau liquide dite libre (à l'état vert ou réimbibé par la pluie ou des infiltrations), pour lequel la physique est aussi encore mal comprise. Nous avons ainsi amorcé une approche originale du séchage du bois (peuplier) consistant à suivre (par IRM et RMN) d'une part la distribution d'eau libre et d'eau liée le long de la direction de séchage, et d'autre part les évolutions de l'eau libre à l'échelle des vaisseaux et des fibres au sein de l'échantillon (Microtomographie par rayons X). Cette étude, concernant le séchage dans la direction longitudinale, nous a permis d'aboutir à la conclusion que le séchage du bois peut être aussi contrôlé par le transport de l'eau liée vers la surface libre de l'échantillon, et l'absorption de l'eau libre sous forme d'eau liée en profondeur [2]. Cette étude doit être prolongée, en l'appliquant aux autres directions d'anisotropie du bois (radiale, tangentielle) qui sont en pratique les principales directions de séchage, et à d'autres types de bois (autres feuillus, et résineux). L'objectif est de pouvoir proposer à terme une description générale des mécanismes physiques du séchage du bois dans les différentes directions, permettant de prédire la vitesse de séchage en fonction des conditions externes et les évolutions de la distribution d'humidité au cours du temps, ainsi que les déformations résultantes.

Transport et dépôt de colloïdes en poreux [3]

P. Coussot, D. Weitz (Harvard)

Les transports et dépôts éventuels de particules colloïdales jouent un rôle majeur dans une multitude de situations : filtration, transports et accumulation de polluants dans les sols, processus d'injection, filtration, nettoyage de solutions pour des applications biologiques ou médicales, etc. Dans ces situations des particules en général sub-microniques (agents chimiques, métaux lourds, micro-organismes, argiles, etc) se déplacent en suspension dans un liquide à travers une matrice poreuse sur les parois de laquelle elles peuvent éventuellement s'adsorber. Dans ce domaine on cherche généralement à prédire globalement ou à interpréter, à partir de simulations numériques, l'histoire des effluents à la sortie du milieu poreux (« courbe de percée »), sans une vision claire des évolutions de la distribution des dépôts à l'intérieur du milieu. Dans le cadre de la thèse de G. Gerber (ENPC-Harvard ; prix de thèse UPE 2020) nous avons développé des approches fondamentales permettant de caractériser complètement l'évolution de ces dépôts à l'intérieur de l'échantillon. Nous avons utilisés des matériaux modèles : empilements de billes pour les milieux poreux, et particules colloïdales aux interactions contrôlées en suspension dans un liquide d'indice optique adapté (si nécessaire) ; et les mesures internes ont été réalisées principalement à l'aide de deux techniques : l'IRM et la microscopie confocale. Ces travaux ont permis de montrer que lors d'une filtration (de particules non-colloïdales) les particules pénètrent à de grande profondeur jusqu'au moment où un blocage complet se développe à l'entrée de l'échantillon, et ces caractéristiques peuvent être prédites par un simple modèle probabiliste [Physical Review Letters, 120, 148001 (2018)]. Nous avons également montré le

fonctionnement interne des transports-dépôts-reprises au sein d'un poreux en fonction du rapport des interactions colloïdales (particule-paroi ou particule-particule) et de la force de traînée du liquide sur les particules [Physical Review Letters, 123, 158005 (2019)]. Enfin il s'est avéré possible de décrire la dynamique de propagation d'un dépôt de particules du fait d'une injection continue, à partir de « travelling waves », et de reproduire ainsi les observations à l'échelle locale au cours du temps [3].

Transport de liquide dans les matériaux biporeux modèles [4]

O. Pitois, D. Grande (ICMPE), P. Coussot

De nombreux matériaux de construction (bois, béton) sont des matériaux poreux comprenant plusieurs tailles de pores. Dans le but de comprendre l'impact de ces caractéristiques sur les phénomènes de transfert tels que l'imbibition ou le séchage nous avons étudiés des matériaux biporeux modèles, formés d'inclusions poreuses larges dans une matrice constituée de petits pores fabriquée par synthèse de polymères. Ce travail a été réalisé en collaboration avec l'ICMPE dans le cadre de la thèse de Thibault Lerouge (thèse Labex MMCD). Nous avons étudié différentes formulations allant de l'empilement de larges pores dans une matrice pleine, à la matrice de petits pores seule, en passant par diverses concentrations de larges pores dispersés dans la matrice. Nous avons ainsi pu mettre en valeur les propriétés particulières de l'imbibition [Soft Matter, 14, 8137-8146 (2018)] et du séchage [4] de ces matériaux, et les expliquer en montrant le rôle prédominant d'une des deux tailles dans certains cas, ou le couplage des différentes tailles dans d'autres cas. L'étude du séchage a notamment bénéficié de l'apport de la relaxométrie RMN, qui permet de suivre les évolutions de la saturation dans les différentes phases (pores de différentes tailles) au cours du temps à l'intérieur du matériau. Ce travail s'est poursuivi, dans le cadre de la thèse de Vierajitha Srikanthan (thèse DIM Respire) par l'étude de l'imbibition de matériaux biporeux mimant plus étroitement la structure du bois de feuillus, constitué de longs vaisseaux parallèles traversant une matrice poreuse.

Transferts hydriques à l'interface entre une pâte et un milieu poreux [5]

P. Coussot, A. Gossard (CEA)

Dans le cadre du travail de thèse Nidal Ben Abdelouahab (thèse CEA) nous avons étudié les transferts de liquide (imbibition puis séchage) lors de l'application d'une compresse (pâte de cellulose ou de kaolin) humide sur un mur modèle (empilement granulaire). Nous avons ainsi notamment montré qu'après une phase d'imbibition contrôlée par la compresse (et non par l'imbibition capillaire spontanée) [Soft Matter, 15, 6732-6741 (2019)] le séchage s'opère dans tous les cas par vidange successive des plus gros pores (quelle que soit leur profondeur par rapport à la surface libre ventilée) tandis que les autres pores restent saturés [Eur. Phys. J. E, 5, 66 (2019)]. L'IRM et la RMN sont largement utilisées dans ce cadre et fournissent les informations clé [5].

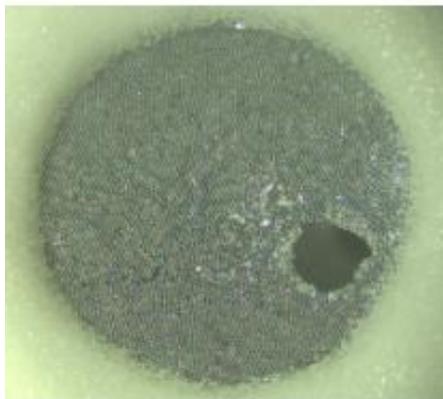
Interfaces, Films et Mousses Liquides, Matériaux Moussés

Comportement mécanique des « gas marbles »

X. Chateau, Y. Khidas, V. Langlois, O. Pitois, F. Rouyer.

Pendant la thèse de Y. Timounay (financement Ifsttar, 2013-2016), nous avons montré qu'il est possible de créer des bulles à partir d'un film liquide tapissé de grains, que nous avons appelées « gas marbles » ou « billes de gaz ». Ces objets résistent à des variations de leur pression interne sans se déformer, non seulement en dépression mais aussi en surpression. L'amplitude des différences de pressions supportées est 10 fois plus importante que la pression de Laplace qui est en jeu pour des billes liquides et des bulles de savon [Physical Review Letters 118(22), 228001 (2017)]. Cette résistance plus importante est associée à la forte dépression du liquide présent dans le film, du fait de la présence des grains qu'il contient. D'autre part, nous avons montré que ce film liquide granulaire est 10 fois moins perméable au transfert de gaz entre l'intérieur et l'extérieur des billes [Soft Matter, 13, 7717-7720 (2017)]. Cette réduction est associée à la réduction de l'aire des films liquides à travers lesquels les échanges ont lieu.

Dans le cadre du projet ANR PRC PhyGaMa qui a démarré en janvier 2020, nous étudions la physique de ces nouveaux objets. Afin de quantifier la dépendance de l'effet de cohésion avec la pression liquide dans le film, nous avons développé une cellule permettant la



création de films granulaires, le contrôle de la pression du liquide dans le film, et la différence de pression de part et d'autre du film (stage de M2 de N. Retailleau et début de thèse). Les premiers résultats montrent des comportements différents du film granulaire lors de sa rupture en fonction de la pression liquide imposée, ce qui s'explique par différentes configurations des grains par rapport aux interfaces du film ; en particulier, le pontage des deux interfaces du film par les particules inhibe la rétraction totale du film, c'est-à-dire que le film se stabilise avec un trou (voir figure).

Stabilité de bulles à une interface liquide [6-8]

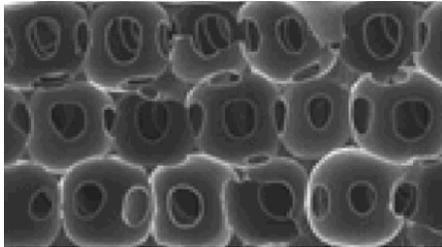
F. Rouyer, E. Lorenceau (Liphy, Univ Grenoble Alpes), E. Rio (LPS, Université Paris Saclay),

La durée de vie et l'éclatement d'une simple bulle à la surface d'un bain liquide reste une question ouverte. Nous avons mesuré les temps de vie de plusieurs milliers de bulles à la surface de mélanges eau-alcool, pour lesquels les contraintes dites de Marangoni sont importantes du fait de l'évaporation d'alcool (bien connus pour les larmes du vin), ce qui a permis de montrer que le temps de vie moyen est une fonction croissante de la concentration en alcool [6]. Par ailleurs, les distributions des temps de vie sont indépendantes de la concentration en alcool et montrent que le phénomène de rupture n'est ni purement diffusif ni totalement indépendant du temps. D'autre part, l'étude de la statistique des temps de vie de bulles en présence de tensioactifs ou d'édulcorant a été menée par Jonas Miguet pendant sa thèse co-encadrée avec E. Rio (LPS UPSud) en partenariat avec PepsiCo. En présence de molécules stabilisantes, le temps de vie moyen des bulles augmente avec leur taille et leur temps de vie maximal est bien décrit par un modèle

prenant en compte le drainage et l'évaporation convective autour du bain. Nous avons ainsi montré l'importance de l'atmosphère sur le temps de vie des bulles et pour la première fois une description quantitative est proposée pour ce phénomène [7,8].

Revêtements moussés [10]

O. Pitois, Y. Khidas, X. Chateau, T. Saison et J.-Y. Faou (Saint-Gobain Recherche)



En collaboration avec Saint-Gobain, dans le cadre de la thèse d'Aymeric Mouquet (Thèse Saint-Gobain 2015-2018) nous nous sommes intéressés aux propriétés mécaniques de fins revêtements moussés produits à partir d'une dispersion de particules de polyuréthane. Nous avons mis au point une méthode permettant de contrôler tous les paramètres importants de ces matériaux : distribution des tailles de pores (dans une gamme 100-1000 μm), épaisseur du revêtement, fractions volumique et surfacique de la porosité [Soft Matter (2019) 15(25), pp. 5084-5093]. Ces revêtements se caractérisent par un faible nombre de pores dans leur épaisseur, ce qui engendre des particularités mécaniques, en compression (perpendiculairement au plan du revêtement) et en élongation (longitudinalement au revêtement décollé de son support). Nous avons montré [10] que la raideur élastique en élongation augmente significativement lorsque le nombre de pores dans l'épaisseur diminue entre 10 et 1. La contrainte de rupture montre une évolution similaire.

Mousses minérales isolantes

O. Pitois, V. Langlois

Lors de la thèse d'A. Kaddami (thèse Ifsttar, 2016-2019), nous avons mis au point une méthode de production de mousse de géopolymère à base de metakaolin [Cement & Concrete Research (2019) 124, 105807 ; brevet FR 1762432A]. La mousse solide à cellules ouvertes obtenue reflète fidèlement la distribution des tailles de bulles de la mousse liquide utilisée comme précurseur. Il est ainsi possible d'obtenir des mousses solides étonnamment monodisperses, dans une large gamme de tailles de pores choisies en fonction de l'application visée. Par ailleurs, les masses volumiques atteintes peuvent être aussi faibles que 100 kg/m^3 , ce qui correspond aux valeurs les plus faibles rapportées à ce jour pour ce type de matériau isolant.

Propriétés de transport et acoustique des mousses solides [11-13]

V. Langlois, O. Pitois, X. Chateau, Y. Khidas, C. Perrot (MSME, Univ Gustave Eiffel)

Nous cherchons à comprendre comment la microstructure des mousses (taille des pores – valeur moyenne et distribution, fraction de membranes ouvertes) influence leur propriétés de transport (perméabilité de Darcy, tortuosité, imbibition) et leurs propriétés acoustiques.

Des mesures réalisées sur des mousses minérales à porosité ouverte et couplées à des simulations numériques nous ont permis de valider des modèles de perméabilité basés sur une approche de réseaux de pores (« pore network ») connectés par des conductances données par une loi de Sampson (1891). Dans le cas de mousse monodisperses, nous avons mis en évidence et expliqué le régime de décroissance exponentielle de la perméabilité réduite avec la fraction volumique solide [11] Dans le cas de mousses possédant des

membranes fermées, des phénomènes de percolation peuvent survenir. Nos travaux [Phys. Rev. E 97, 53111 (2018)] ont permis de proposer une modification d'un modèle classique de percolation dû à Kirkpatrick (1973). En utilisant le lien entre conductivité électrique et tortuosité, nous avons cherché à adapter les modèles « pore-network » de perméabilité afin de décrire la tortuosité des mousses monodisperses partiellement ouvertes [Phys. Rev. E 100, 013115 (2019)]. Enfin, l'étude de l'imbibition capillaire des mousses minérales par un liquide nous a permis de déterminer la pression capillaire engendrée par la microstructure des mousses. La connaissance de la pression capillaire et de la perméabilité nous a permis de mettre en évidence une vitesse d'imbibition anormalement lente comparée aux prédictions [12]

Nous avons également étudié les propriétés acoustiques de différentes mousses monodisperses : mousse minérale à porosité totalement ouverte et à structure rigide (mousse de géopolymère), et mousse très peu dense à porosité partiellement fermée due à la présence de membranes entre les pores (mousse de gélatine séchée). Les mesures acoustiques sont comparées aux prédictions du modèle semi-phénoménologique de Johnson-Champoux-Allard-Lafarge (JCAL). Ce modèle, considérant comme rigide le squelette de la mousse, s'est révélé particulièrement bien adapté à la prédiction du coefficient d'absorption des mousses minérales. La modélisation des paramètres de transport en jeu dans le modèle JCAL a permis de déterminer la microstructure d'une mousse monodisperse permettant d'obtenir une absorption acoustique optimale [13]. Pour les mousses de gélatine, le modèle JCAL s'est révélé moins adapté. La présence de membranes dans ces mousses crée alors un fort couplage entre le fluide et le squelette solide dont le modèle JCAL ne tient pas compte [Mater. Des. 162, 345 (2019)].

Milieus Granulaires

Rhéologie des milieux granulaires non saturés

A. Fall, F. Chevoir, J.-N. Roux, S. Deboeuf (Institut d'Alembert)

De nombreux matériaux utilisés en génie civil (bétons et ciments, matériaux de chaussées, sols) se présentent comme des assemblages granulaires en présence d'un liant interstitiel, en particulier lors de leur élaboration. Lors de la thèse de M. Badetti (thèse Ifsttar 2014-2017) nous avons montré comment le comportement global du matériau, caractérisé par un coefficient de frottement apparent et une compacité, dépendait de deux nombres sans dimension : le nombre inertiel et la pression réduite. Dans la continuité de ces travaux, l'étude des effets visqueux a été abordée. Les expériences ont permis de mettre en évidence d'importants effets sur la rhéologie, avec une augmentation significative de la résistance au cisaillement et une diminution de la densité pour une contrainte normale donnée.

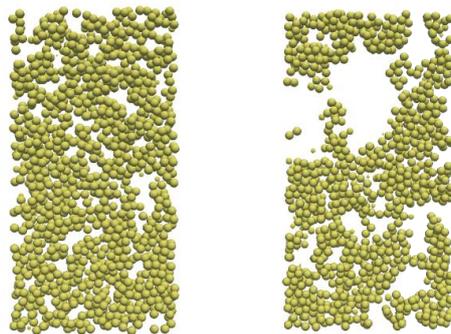
En collaboration avec S. Deboeuf, la loi de comportement que nous avons identifiée pour les matériaux granulaires insaturés a été utilisée pour décrire des configurations plus complexes d'écoulement comme l'écoulement sur plan incliné. Les résultats expérimentaux (en cours de publication) sont confrontés aux prédictions de différents modèles de visco-élasto-plasticité à différentes saturations.

Approches micromécaniques et simulations numériques [16-20].

J.-N. Roux, V. Langlois

Matériaux granulaires avec cohésion capillaire : L'exploitation des simulations numériques engagées dans le cadre du projet ANR « RheoGranoSat » porté par Abdoulaye Fall, avec le contrat postdoctoral de Lhassan Amarsid, s'est poursuivie, et devrait donner lieu à une publication (en cours) sur l'influence sur la rhéologie du matériau de la viscosité du liquide formant les ponts capillaires. Les résultats numériques y sont confrontés aux mesures expérimentales, avec un accord qualitatif ou semi-quantitatif. L'augmentation considérable du coefficient de frottement interne du matériau avec la viscosité du liquide s'interprète en adaptant au cas cohésif la rhéologie des suspensions (à contrainte normale imposée), formulée à l'aide du « nombre visqueux », en introduisant la « pression réduite » P^* (qui compare la contrainte imposée à la force attractive -- de même que la rhéologie des grains avec ponts capillaires se formule en termes de nombre inertiel et de pression réduite).

La thèse de Walid Lammali, commencée à l'automne 2019, dirigée par J.-N. Roux et co-encadrée par Anh-Minh Tang (équipe Géotechnique), étudie le comportement des assemblages cohésifs lâches en régime quasi-statique. Expérimentalement, l'assemblage de billes avec des ponts capillaires constitue un matériau modèle approprié, et la thèse reprend le travail d'un doctorant précédent, Vinh-Du Than [18], en visant à un meilleur contrôle des états internes. Numériquement, on maîtrise la préparation d'états statiques de faible compacité (25%) pour des grains de forme sphérique, et une étude systématique a été menée à bien de la plasticité en compression isotrope (jusqu'à rejoindre, pour $P^* \gg 1$, les structures et la compacité des matériaux sans cohésion), puis de la compression triaxiale jusqu'à l'état critique. Les comportements sont liés aux caractérisations microstructurales et on met en particulier en évidence le rôle des hétérogénéités de densité (pores et amas denses) à échelle intermédiaire (figure).



Visualisation de deux structures différentes pour des assemblages lâches de billes cohésives en équilibre sous pression réduite P^ faible. Sont représentés les grains inclus à une tranche de trois diamètres d'épaisseur. Des états de même compacité (ici 0,35) peuvent différer par la taille caractéristique des pores.*

Matériaux granulaires constitués de granules d'argile gonflante : L'apport de la simulation numérique (DEM ou « éléments discrets ») aux recherches sur ces matériaux, étudiés dans la thèse de Benjamin Dardé [16,17], et évoqués par l'équipe Géotechnique dans son texte de bilan, a consisté à pouvoir modéliser les premières phases du gonflement, sous l'effet de l'imbibition. Leur comportement est alors équivalent à celui d'un assemblage de grains en compression isotrope avec comportement plastique des contacts. Ces assemblages de granules (ou « pellets ») sont utilisés comme matériau de comblement dans les installations de stockage des déchets radio-actifs, c'est pourquoi cette thèse était financée par l'ANDRA.

Matériaux granulaires cimentés : Motivée par l'étude du comportement des sols sous-marins cimentés par la précipitation d'hydrates de méthane (menée à bien dans le cadre du projet ANR HYDRE dont le responsable était Anh-Minh Tang), le travail postdoctoral d'Alexandros Theocharis a fourni une étude numérique systématique de l'élasticité des grains liés par des ponts solides [19]. Bénéficiant de la modélisation du comportement de la liaison intergranulaire cimentée préalablement développée par Vincent Langlois, et des méthodes numériques d'assemblages de matériaux granulaires avec différentes microstructures et coordinences (J.-N. Roux), elle a permis une étude critique des approches utilisées en géophysique et une discussion détaillée de l'influence des paramètres micromécaniques et microstructuraux.

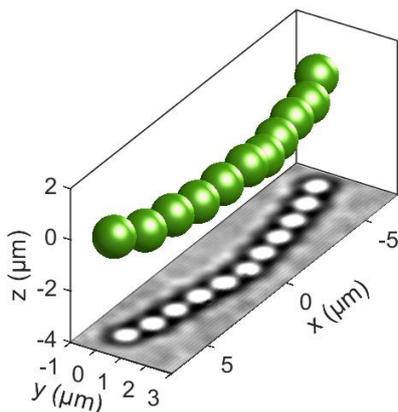
Mécanismes de base de la rhéologie quasi-statique des matériaux granulaires : Une collaboration sur ce thème est engagée avec le Laboratoire 3SR, de Grenoble (V. Richefeu, G. Combe), avec la thèse (soutenue en 2019) de Mathias Tolomeo [20]. Elle se poursuit avec le démarrage d'une nouvelle thèse à l'automne 2020, celle de Moustafa Sebaa (co-encadrement par V. Richefeu et par J.-N. Roux). Il s'agit de caractériser les micro-instabilités (réarrangements du réseau des contacts) et leur rôle dans la rhéologie de matériaux granulaires modèles.

Pâtes et Suspensions Colloïdales

Comment vieillissent les pâtes et les suspensions colloïdales [21]

X. Chateau, J. Goyon, A. Lemaître, J. Fusier, E. Furst (University of Delaware, USA)

Au cours de sa thèse Francesco Bonacci a identifié un nouveau processus responsable du vieillissement des suspensions colloïdales au repos. Le vieillissement mécanique des suspensions colloïdales, qui se traduit par une augmentation de leur module élastique, est habituellement expliqué par une réorganisation de l'arrangement géométrique de leurs constituants. Francesco Bonacci a montré que le vieillissement peut être observé en l'absence de toute modification de la microstructure. Dans ce cas le vieillissement s'explique par la rigidification progressive des contacts entre les particules de la suspension colloïdale. Ce résultat a été obtenu en combinant des essais de rhéométrie, des observations en microscopie confocale et des tests mécaniques à l'échelle des particules en utilisant des pinces optiques.



Il a tout d'abord été observé que le module de cisaillement d'une suspension dense de particules de silice (de tailles comprises entre 0,5 à 1,9 micromètres) augmente de manière quasi-logarithmique au cours du temps alors que sa structure géométrique reste figée. Par ailleurs, des tests de flexion réalisés à l'aide de pinces optiques sur des assemblages de particules formant des bâtonnets (voir la figure) ont montré que la rigidité en flexion des contacts entre particules croit elle-aussi de manière quasi-logarithmique, sur la même échelle de temps. Des résultats similaires ont été

obtenus avec des suspensions de particules de PMMA, ce qui semble indiquer que ce processus de vieillissement par contact est générique dans les suspensions denses et pourrait concerner toute une série de matériaux d'intérêt pratiques, comme les ciments au jeune âge (avant la prise), les sédiments, la céramique, les boues d'épuration, les résidus miniers, etc. A terme, il serait donc possible de régler le vieillissement mécanique des matériaux dont on contrôle la formulation en adaptant la chimie de surface des particules ou encore de mieux prédire le comportement de matériaux de l'environnement. Ces travaux ont été récompensés par le prix de thèse du Groupe Français de Rhéologie.

Rhéologie des suspensions concentrées [22-24]

P. Coussot, J. Goyon

Dans le cadre de l'ANR VSL destinée à développer des batteries de vanadium sous forme de suspensions concentrées, et qui finançait la thèse d'Elie N'Gouamba, nous avons étudié diverses questions liées au comportement des suspensions concentrées ou des pâtes. Nous avons ainsi montré que les suspensions de Carbon Black dans de l'eau se comportent très différemment des suspensions dans l'huile (matériau habituellement étudié) : ce sont des matériaux thixotropes qui présentent un comportement original lors des déformations sous le seuil, un raidissement de la structure qui se traduit par une augmentation significative du module élastique avec la déformation [22]. Un autre type de suspension concentrée a été étudiée dans le cadre d'un contrat avec l'OCP (Office Chérifien des Phosphates). Un autre comportement original a été observé alors : cette suspension présente un seuil de contrainte, mais se liquéfie totalement pour des contraintes au-delà de ce seuil ; en pratique on observe ainsi un seuil de contrainte de quelques dizaines de Pascals mais, dans le régime liquide, la viscosité apparente du matériau est proche de celle de l'eau pure. Nous avons enfin poursuivi ces travaux de façon à approfondir le comportement des fluides à seuil dans le régime solide, en utilisant une technique original consistant à superposer des oscillations de petite amplitude à une contrainte imposée sous le seuil. Nous pouvons ainsi suivre le comportement de la structure durant sa déformation dans le régime solide. Ce travail a permis de montrer le lien entre les composantes plastiques et élastiques sous le seuil et proposer un modèle générique simple décrivant le comportement dans le régime solide [Phys. Rev. Fluids, 4, 123301 (2019)]. Enfin un autre type de suspension a été étudiée dans le cadre du post-doc de Diogo Andrade (Brésil) : des suspensions de cire dans de l'huile, matériau modèle des huiles de pétrole brut. Nous avons montré que ces matériaux avaient également tendance à se liquéfier lorsqu'on les soumet à des oscillations de petite amplitude, ceci résultant de la rupture des ponts entre les particules de cire, une évolution irréversible [Soft Matter, 15, 8766-8777 (2019)] [23]. Nous avons également montré qu'il était possible d'induire un effet similaire en imposant des cycles de température de faible amplitude autour d'une valeur [24].

Séchage d'une émulsion [25]

P. Coussot, V. Gaudefroy (MAST)

Afin de comprendre les mécanismes du séchage des émulsions de bitume utilisées dans certains matériaux de chaussée nous avons utilisé l'IRM pour visualiser directement les évolutions des différentes phases du matériau. Le travail de thèse de Marie Goavec (thèse IFSTTAR) s'est ainsi consacré à l'étude du séchage d'émulsions modèles. Ceci a permis de montrer que, contrairement au séchage de beaucoup de poreux rigides, le processus dans le

cas de tels matériaux mous, induit le développement de fortes hétérogénéités (gradient de concentration en eau) qui finalement provoquent une forte décroissance du taux de séchage [Soft Matter, 14, 8612-8626 (2018)]. Une étude analogue a été ensuite menée sur des émulsions de bitume [25] puis sur une chaussée modèle constituée d'un mélange de grains et d'une émulsion de bitume.

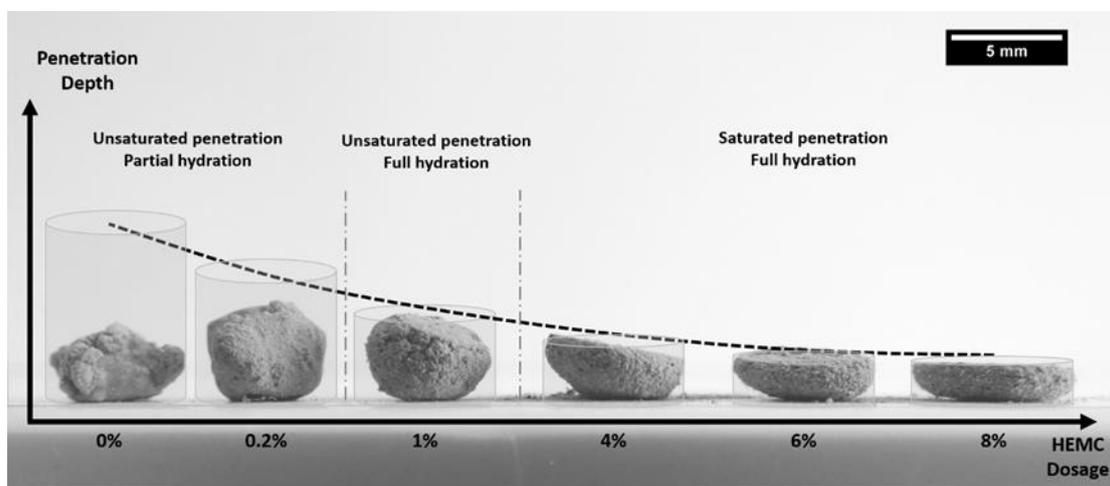
Matériaux Cimentaires [26-33]

Nos recherches se situent à l'interface entre matériaux cimentaires et procédés de mise en forme. Le travail d'analyse des procédés vise à définir le cahier des charges rhéologiques de matériaux idéaux pour une technologie de production ou mise en forme donnée. Nous étudions ainsi le malaxage, la dispersion, le pompage, l'extrusion, le remplissage gravitaire lors de procédés de moulage, l'injection, la vibration ainsi que les procédés digitaux couverts par le terme générique d'impression 3D.

Le travail de formulation que nous réalisons vise à définir et à atteindre les propriétés rhéologiques imposées par le procédé. Nous traitons ainsi d'optimisation granulaire quelle que soit l'échelle de taille des particules ou de modification des forces interparticulaires à l'origine du comportement via l'intégration de polymères aux interfaces.

Enfin, nous développons des outils de caractérisation ou de contrôle pour un usage quotidien dans un environnement industriel où nos équipements de laboratoire ne peuvent être utilisés.

Par ailleurs, nous cherchons depuis maintenant 4 ans à transposer les technologies d'impression 3D par déposition maîtrisées pour les matières plastiques à la construction automatisée de structures en béton pour le bâtiment ou les infrastructures de façon à se dispenser de l'usage coûteux d'un coffrage et des besoins en main d'œuvre associés.



Morphologie de la zone poreuse envahie par le liquide dans un procédé d'impression 3D sur poudre en fonction du dosage en polymère dispersé dans le lit de poudres.

Mécanismes d'écoulement et forme des dépôts dans l'impression 3D en béton

P. Coussot, N. Roussel, H. Bessaies-Bay (CPDM-MAST)

La technologie la plus répandue actuellement dans le domaine de la construction et l'impression 3D en béton est celle de la construction additive par déposition de matière. Ce procédé consiste à déposer successivement des couches de matériau sous forme de filaments plus ou moins épais qui vont, en se figeant, parvenir à reprendre le poids des couches supérieures et permettre, sans coffrage, l'élévation verticale d'un élément en béton. Un des éléments clés de cette technologie et du succès de l'impression réside dans la maîtrise de la géométrie des filaments déposés et ceci, quel que soit le robot ou l'encre cimentaire utilisés. Dans le cadre de la thèse d'A. Geffrault (thèse UGE) nous développons une approche scientifique permettant de contrôler la forme des couches, durant la déposition, à un débit donné, d'un filament de fluide à seuil (éventuellement thixotrope) extrudé par une tête d'impression en mouvement. Nous étudions en particulier les diverses instabilités pouvant se produire durant ce procédé, résultant des caractéristiques particulières du comportement du matériau et/ou des valeurs relatives des vitesses de sortie et de déplacement, ainsi que la hauteur de sortie du filament. La première phase du travail s'est focalisée sur la phase d'extrusion et la séparation possible du filament en gouttes successives. Nous avons en particulier développé une approche originale permettant d'analyser les évolutions de la forme de ces gouttes d'un point de vue « rhéométrique », pour finalement obtenir, pour la première fois, la courbe d'écoulement d'un fluide à seuil durant une élongation, en dépit de l'instabilité de cet écoulement. Cette approche permet également de prédire les caractéristiques de formation des gouttes à partir de la connaissance du comportement du fluide.

Contrainte seuil d'une pâte de ciment aérée [33]

O. Pitois, N. Roussel

Lors de la thèse de B. Feneuil (Thèse Labex MMCD, 2015-2018), nous avons étudié l'évolution de la contrainte seuil (de mise en écoulement) d'une pâte de ciment préalablement mélangée avec une mousse liquide. La taille et la quantité des bulles introduites dans la pâte ont été contrôlées au moment de la production de la mousse liquide et par la quantité de mousse mélangée. Deux comportements distincts ont été observés en fonction du tensioactif utilisé pour stabiliser la mousse liquide : (i) Pour un tensioactif ayant peu d'affinité avec les grains de ciment, les bulles tendent à faire décroître la contrainte seuil par rapport à la contrainte seuil de référence (celle de la pâte non-aérée) avec une ampleur gouvernée par le nombre capillaire de Bingham qui rend compte de la déformabilité des bulles dans la pâte. (ii) Pour un tensioactif ayant une forte affinité avec les grains de ciment, les bulles augmentent significativement la contrainte seuil. Nous avons montré que ce comportement à l'hydrophobisation des grains de ciment, qui leur de se fixer aux interfaces des bulles et les rigidifier. Ces bulles ont le même effet sur la contrainte seuil que des particules solides qui auraient été incorporées à la pâte.

Verres et Matériaux Amorphes

Plasticité des matériaux amorphes [34,35]

A. Lemaître, D. Vandembroucq et S. Patinet (ESPCI)

En collaboration avec Damien Vandembroucq et Sylvain Patinet de l'ESPCI, Anaël Lemaître a conduit deux études numériques de la réponse mécanique des matériaux amorphes. La première s'intéresse à l'effet Bauschinger, connu en plasticité et présent aussi bien pour des matériaux cristallins qu'amorphes, et qui peut se résumer au fait que déformer un matériau dans une certaine direction l'affaiblit dans la direction inverse. Par des simulations numériques Anaël Lemaître et ses collaborateurs ont pu montrer que l'effet Bauschinger est dû à ce que la plasticité introduit un "bruit mécanique" qui perturbe les régions du matériau qui répondent élastiquement [34].

La même collaboration s'est intéressée au problème de la transition vers la rupture fragile, qui intervient par localisation de la déformation quand un verre bien relaxé est sollicité en déformation plastique. Ils ont montré que la localisation intervient par un processus de nucléation. Il est attendu que certaines régions plus fragiles soient les premières à répondre plastiquement. Anaël Lemaître et ses collaborateurs ont montré qu'un seul événement plastique suffit à amener son environnement proche dans un certain état statistique très bien défini avec, en particulier, une distribution donnée des contraintes seuil locales. La transition vers la fragilité intervient quand un verre est suffisamment relaxé pour que les seuils locaux soient statistiquement plus faibles que cet état post-événement. Alors, chaque événement amène son environnement proche dans un état plus fragile que le reste du matériau ce qui facilite l'occurrence d'événements secondaires à proximité. Cela cause la nucléation d'une bande de cisaillement dont la largeur croît de façon diffusive [35].

Élasticité, vibrations, et propagation du son dans les milieux désordonnés [36]

A. Lemaître, C. Caroli (INSP)

Il est reconnu depuis longtemps que les verres possèdent des propriétés vibratoires très particulières qui affectent aussi bien la propagation sonore que le transport thermique. À l'évidence cela provient du désordre structural, mais on ne sait pas précisément comment. Une théorie actuellement dominante sur la question tente de représenter un verre comme un pur milieu élastique hétérogène afin d'accéder à ses propriétés acoustiques. Cette théorie s'oppose à des modèles dits de "défauts" qui décrivent un verre comme un milieu élastique au sein duquel le désordre structural cause la présence de petites inclusions molles. Dans un premier travail Anaël Lemaître avait mis en doute la représentation d'un verre comme un pur milieu élastique, en démontrant que cela conduisait à une forte sous-estimation des pertes acoustiques. Il a depuis construit un formalisme de projection permettant de séparer rigoureusement les effets de petites et de grandes échelles. Cela permet de tester précisément les théories existantes. Ces travaux montrent que la réponse des petites échelles introduit des effets de gradients qui implique qu'une théorie élastique de la propagation sonore dans un verre doit impérativement prendre en compte des effets de second gradient [29*].



Dans le cadre d'une ANR en cours (ViSIONs), Anaël Lemaître et Nikita Shcheblanov (post-doctorant), sont impliqués dans un groupe de recherche (g-MAG) dédié à l'étude et au développement de matériaux et techniques permettant de réduire les pertes mécaniques et optiques dans les couches de d'oxyde de traitements antireflets des interféromètres gravitationnels. Ce groupe a été officiellement reconnu en 2020 comme faisant partie de Virgo Coatings R&D, un consortium associé à l'interféromètre Européen Virgo. L'interférométrie gravitationnelle consiste à mesurer les déformations de l'espace-temps en positionnant des miroirs distants de plusieurs kilomètres avec une infime précision (de l'ordre de 10-20m). Pour atteindre une telle précision, il est indispensable d'éliminer tous les bruits parasites susceptibles de perturber la mesure. Et à ce jour, la principale limite à l'horizon d'observation de l'appareil provient des mouvements spontanés et aléatoires d'atomes situés dans les couches d'oxydes qui sont déposées à la surface des miroirs pour leur conférer leur pouvoir réfléchissant. Anaël Lemaître et Nikita Shcheblanov apportent une expertise théorique sur l'origine des phénomènes vibratoires des verres, ce qui aide autant à identifier l'origine physique des pertes mécaniques que l'on cherche à réduire, que d'aider la caractérisation de la microstructure par des méthodes telles que la spectroscopie Raman.

Références

- [1] D.M. Nguyen, S. Caré, D. Courtier-Murias, M. Zhou, P. Coussot, Mechanisms of softwood imbibition inferred from Magnetic Resonance Imaging, *Holzforschung Holzforschung*, 000010151520200051
- [2] H. Penvern, M. Zhou, B. Maillet, D. Courtier-Murias, M. Scheel, J. Perrin, T. Weitkamp, S. Bardet, S. Caré, P. Coussot, How bound water regulates wood drying, *Physical Review Applied*, 14, 054051 (2020) - Editor's suggestion
- [3] G. Gerber, D. A. Weitz, and P. Coussot, Propagation and adsorption of nanoparticles in porous medium as traveling waves, *Phys. Rev. Research* 2, 033074 (2020)
- [4] T. Lerouge, B. Maillet, D. Courtier-Murias, D. Grande, B. Le Droumaguet, O. Pitois, P. Coussot, Drying of a Compressible Biporous Material, *Phys. Rev. Applied*, 13, 044061 (2020)
- [5] P. Coussot, Progress in rheology and hydrodynamics allowed by NMR or MRI techniques, *Experiments in Fluids*, 61, 207 (2020) (invited review)
- [6] J. Miguet, F. Rouyer, Y. Fang and E. Rio, "How does the presence of stevia glycosides impact surface bubbles stability? ", 603, 125093, *Colloids and Surfaces A* (2020).
- [7] E. Lorenceau, F. Rouyer, "Lifetime of a single bubble on the surface of a water and ethanol bath", *Phys. Rev. Fluids*, 5, 063603 (2020).
- [8] J. Miguet, M. Pasquet, F. Rouyer, Y. Fang and E. Rio, "Stability of big surface bubbles: impact of evaporation and bubble size", *Soft Matter*, 16, 1082-1090 (2020).
- [9] Q. Roveillo, J. Dervaux, Y. Wang, F. Rouyer, D. Zanchi, L. Seuront, F. Elias, "Trapping of swimming microalgae in foam", *Journal of the royal society interface*, 17, 168 (2020)
- [10] Mouquet A., Khidas Y., Chateau X., Saison T., Faou J.-Y., Pitois O., Tensile mechanics of polymeric foam ribbons, *Polymer Testing* (2020) 86, 106513
- [11] O. Pitois, A. Kaddami, V. Langlois, Permeability of Monodisperse Solid Foams, *Transp. Porous Media* 134, 635 (2020).

- [12] O. Pitois, A. Kaddami, V. Langlois, Capillary imbibition in open-cell monodisperse foams, *Journal of Colloid and Interface Science* (2020) 571, pp. 166-173
- [13] V. Langlois, A. Kaddami, O. Pitois, C. Perrot, Acoustics of monodisperse open-cell foam: An experimental and numerical parametric study, *J. Acoust. Soc. Am.* 148, (2020).
- [14] Ovarlez G., Le A.V.N., Smit W.J., Fall A., (...), Chatté G., Colin, A., Density waves in shear-thickening suspensions, *Science Advances* (2020) 6(16), eaay5589
- [15] Rimmelgas J., Fall A., Sasic S., (...), Marucci M., Boissier C., Characterization of microcrystalline cellulose spheres and prediction of hopper flow based on a $\mu(I)$ -rheology model, *European Journal of Pharmaceutical Sciences* (2020) 142, 105085
- [16] Dardé, B., Dangla, P., Roux, J.N., Pereira, J.M., Talandier, J., Vu, M.N., Tang, A.M. 2020. Modelling the behaviour of bentonite pellet-powder mixtures upon hydration from dry granular state to saturated homogeneous state. *Engineering Geology*, 278, 105847.
- [17] Dardé, B., Roux, J.N., Pereira, J.M., Dangla, P., Talandier, J., Vu, M.N., Tang, A.M. 2020. Investigating the hydromechanical behaviour of bentonite pellets by swelling pressure tests and discrete element modelling. *Acta Geotechnica*, (doi : 10.1007/s11440-020-01040-5)
- [18] Than, V.-D., Aïmedieu, P., Pereira, J.-M., Roux, J.-N., Tang, A.-M. 2020. Experimental investigation on the grain-scale compression behavior of loose wet granular material, *Acta Geotechnica*, 15, 1039-1055
- [19] Theocharis, A., Roux, J.-N., Langlois, V., 2020. Elasticity of model weakly cemented granular materials: A numerical study. *International Journal of Solid and Structures*, 193, 13-27
- [20] Tolomeo, M., Richefeu, V., Combe G., Roux, J.-N., Viggiani, G., 2020. An assessment of discrete element approaches to infer intergranular forces from experiments on 2D granular media. *International Journal of Solid and Structures*, 193, 13-27
- [21] Francesco Bonacci, Xavier Chateau, Eric M. Furst, Jennifer Fusier, Julie Goyon and Anaël Lemaître, Contact and macroscopic ageing in colloidal suspensions. *Nature Materials* 19 (2020) 775-780.
- [22] E. N'gouamba, J. Goyon, L. Tocquer, T. Oerther, P. Coussot, Yielding, thixotropy, and strain stiffening of aqueous carbon black suspensions, *J. Rheol.*, 64, 955-968 (2020)
- [23] D.E.V. Andrade, M. Ferrari, P. Coussot, The liquid regime of waxy oils suspensions: A magnetic resonance velocimetry analysis, *J. Non-Newt. Fluid Mech.*, 279, 104261 (2020)
- [24] D.E.V. Andrade, P. Coussot, Thermal fatigue and collapse of waxy suspensions, *Rheol. Acta*, 59, 279-289 (2020)
- [25] M. Goavec, S. Rodts, V. Gaudefroy, P. Coussot, Magnetic Resonance Imaging of drying bitumen emulsions, *Colloids and surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 591, 124512 (2020)
- [26] Zuo W., Bessaies-Bey H., Tian Q., Miao C., Roussel N., Robustness of cement-based materials: From dosage variations to yield stress fluctuations, *Cement and Concrete Research* (2021) 139, 106260
- [27] Sultangaliyeva F., Carré H., La Borderie C., (...), Keita E., Roussel N., Influence of flexible fibers on the yield stress of fresh cement pastes and mortars, *Cement and Concrete Research* (2020) 138, 106221
- [28] Théréne F., Keita E., Naël-Redolfi J., (...), Bonafous L., Roussel N., Water absorption of recycled aggregates: Measurements, influence of temperature and practical consequences, *Cement and Concrete Research* (2020) 137, 106196
- [29] Roussel N., Spangenberg J., Wallevik J., Wolfs R., Numerical simulations of concrete processing: From standard formative casting to additive manufacturing, *Cement and Concrete Research* (2020) 135, 106075
- [30] Buswell R.A., da Silva W.R.L., Bos F.P., (...), Wangler T., Roussel N., A process classification framework for defining and describing Digital Fabrication with Concrete, *Cement and Concrete Research* (2020) 134, 106068
- [31] Carneau P., Mesnil R., Roussel N., Baverel O., Additive manufacturing of cantilever – From masonry to concrete 3D printing, *Automation in Construction* (2020) 116, 103184

- [32] Mechtcherine V., Bos F.P., Perrot A., (...), Sonebi M., Roussel N., Extrusion-based additive manufacturing with cement-based materials – Production steps, processes, and their underlying physics: A review, *Cement and Concrete Research* (2020) 132, 106037
- [33] Feneuil B., Roussel N., Pitois O., Yield stress of aerated cement paste, *Cement and Concrete Research* (2020) 127, 105922
- [34] Sylvain Patinet, Armand Barbot, Matthias Lerbinger, Damien Vandembroucq, and Anaël Lemaître. Origin of the bauschinger effect in amorphous solids. *Phys. Rev. Lett.*, 124 :205503, May 2020.
- [35] Armand Barbot, Matthias Lerbinger, Anaël Lemaître, Damien Vandembroucq, and Sylvain Patinet. Rejuvenation and shear banding in model amorphous solids. *Phys. Rev. E*, 101 :033001, Mar 2020.
- [36] Christiane Caroli and Anaël Lemaître. Key role of retardation and non-locality in sound propagation in amorphous solids as evidenced by a projection formalism. *J. Chem. Phys.*, 153(14) :144502, 2020.
- [37] Bouzid I., Pino Herrera D., Dierick M., Pechaud Y., Langlois V., Albaric J., Fatin-Rouge N., A new foam-based method for the (bio)degradation of hydrocarbons in contaminated vadose zone, *Journal of Hazardous Materials* (2021) 401, 123420