



Actes du colloque annuel



Groupement de Recherche

Micropesanteur Fondamentale et Appliquée (CNES / CNRS 2799)

Editeurs:

Catherine Colin Guillaume Legros

Directrice (catherine.colin@toulouse-inp.fr) Directeur adjoint (guillaume.legros@cnrs-orleans.fr)

Groupement de Recherche Micropesanteur Fondamentale et Appliquée (CNES / CNRS 2799) website: https://gdr-mfa.fr/

Avant-propos

Cette année 2022 a vu un regain d'activités « classiques », au sens où nous l'entendions avant la pandémie. La vie de notre Groupement de Recherche en a, elle aussi, été un marqueur. Nous avons ainsi été en mesure de nous rassembler à deux reprises cette année, le 10 Mai à la Cité de l'Espace pour une journée exceptionnelle autour des 30 bougies de notre Groupement de Recherche, ainsi que du 2 au 4 Novembre à Hyères pour notre colloque annuel.

A Toulouse au printemps, Alain Karma, Paolo Di Marco, José Torero et Dominique Langevin nous ont fait l'amitié de resituer au cours de leurs conférences le contexte d'une partie de nos recherches au sein des programmes internationaux passés, présents et à venir liés aux sciences de la matière en micropesanteur. Nous leur adressons une nouvelle fois nos sincères remerciements. Nul doute que notre communauté nationale, que le CNES et le CNRS stimulent depuis 30 ans maintenant, saura s'appuyer sur ces bilans et les riches discussions qu'ils ont ensuite nourries pour se porter vers les enjeux de la prochaine décade du Groupement de Recherche.

Parmi les nombreux accomplissements scientifiques de cette année 2022, le public restera pour longtemps hypnotisé par la beauté des photographies capturant l'espace lointain que le lancement du téléscope James Webb a permis. On pourra au passage rappeler que ce projet a nécessité, là aussi, des investissements humains et financiers continus au cours des 30 dernières années. A notre échelle, les membres de notre Groupement de Recherche ne ménagent pas leurs efforts et nous démontrons à nouveau au cours de notre colloque annuel à Hyères la diversité et la qualité de nos travaux. Ils contribuent à coup sûr à la production de connaissances originales dans le domaine des sciences de la matière, ainsi qu'à la capacité de notre agence nationale à répondre aux échéances qu'impose l'exploration spatiale, toujours plus imminente. Plusieurs équipes contribuant à notre Groupement de Recherche sont fortement impliquées dans des programmes de l?Agence Spatiale Européenne et dans des expériences embarquées actuellement dans la Station Spatiale Internationale (DECLIC/DSI, Transparent Alloys, Soft Matter Dynamics/ FOAM C, SCEM, ...). En ce sens également, le rythme annuel recouvré de deux campagnes CNES de vols paraboliques qu'alimentent régulièrement les équipes du GdR est un support de choix pour le développement de nos activités.

C'est donc dans ce contexte foissonnant que nous, Catherine Colin et Guillaume Legros, avons pris la succession de David Brutin à la direction de notre Groupement de Recherche depuis le 1^{er} Janvier 2022. Nous exprimons ici notre reconnaissance à David pour l'énergie qu'il a efficacement insufflée quatre années durant à la tête du Groupement de Recherche. Nous ne saurions clore l'évocation de l'héritage qu'il nous est permis d'entretenir sans avoir une pensée émue pour Pierre Haldenwang. L'année passée encore, Pierre nous honorait de sa présence lors du colloque 2021. La photographie en page de garde avait été prise à cette occasion et résonne aujourd'hui comme un hommage des deux dernières directions en date à notre regretté collègue qui consacra deux mandats de directeur à notre Groupement de Recherche.

Cette même photographie fait enfin honneur aux mérites de Christophe Delaroche, qui eut la lourde tâche de prendre la suite de Bernard Zappoli à la direction des sciences de la matière au CNES. Nous sommes profondément reconnaissants des efforts quotidiens déployés par Christophe pour faire prospérer les expertises reconnues de notre Groupement de Recherche tout comme pour y faire éclore de nouveaux talents. Nous souhaitons à Christophe une retraite enthousiasmante et attendons de voir son successeur reprendre aussi rapidement que possible le flambeau impatient des sciences de la matière au CNES.



Catherine Colin

Guillaume Legros

Sommaire

Avant-propos i		
Session	1 Solidification et croissance cristalline, nucléation, dissolution	1
1.1	Caractérisation in situ et en temps réel de la dynamique de croissance dans DECLIC-DSI à	
	bord de la Station Spatiale Internationale : campagne DSI-R	
	M. Medjkoune, F. L. Mota, K. Ji, L. Strutzenberg Littles, R. Trivedi, A. Karma, N. Bergeon	2
1.2	Etude in situ par radiographie X synchrotron du phénomène de fragmentation durant la	
	solidification directionnelle d'Al $-$ 14 %pds Sn	
	L. Abou-Khalil, K. Sabat da Cruz, G. Reinhart, N. Mangelinck-Noël, H. Nguyen-Thi	5
1.3	Lamelles et fibres en croissance eutectique : confinement et rampes	
	S. Bottin-Rousseau, S. Akamatsu	8
1.4	Simulation par champ de phase de la transition entre fibres et la melles durant la solidification \hfill	
	d'alliages eutectiques	
	M. Plapp	11
1.5	Analyse de la solidification d'alliages ternaires Al-Cu-Sn par radiographie X	
	G. Reinhart, F. Ngomesse, H. Nguyen-Thi	14
1.6	Etude in situ de la solidification dirigée d'alliages organiques transparents présentant une	
	interface facettée : résultats préliminaires	
	A. Raad, N. Bergeon, N.Mangelinck-Noël, F. L. Mota	17
Session	2 Instabilité, Turbulence, convection Bénard - Marangoni	21
2.1	Convection thermoélectrique de Rayleigh-Bénard en microgravité	
	E. Barry, C. Kang, H. Yoshikawa, O. Crumeyrolle, I. Mutabazi	22
2.2	Convective heat transfer in a cylindrical annulus submitted to dielectrophoretic force under	
	parabolic flight conditions : numerical study	
	O. Crumeyrolle, S. Khelifa, P. Szabo, Ch. Egbers, I. Mutabazi	25
2.3	Convection thermo-EHD en cavité : comparaison numérique et expérimentale	
	S. Siedel, A. Jawichian, L. Davoust	28
2.4	Phase field modelling in liquid binary mixtures : isothermal and non- isothermal problems	
	R. Borcia, I. Dan Borcia, M. Bestehorn, D. Sharma, S. Amiroudine	31
2.5	Séparation des espèces dans une cavité parallélépipé dique horizontale en convection forcée $% \left({{{\left({{{\left({{{\left({{{\left({{{\left({{{\left({{{{\left({{{\left({{{\left({{{\left({{{\left({{{\left({{{{\left({{{{\left({{{{\left({{{{\left({{{{\left({{{{}}}}}} \right)}}}}\right.$	
	K. Sioud, A. Bergeon, P. Costesèque, MC. Charrier-Mojtabi, A. Mojtabi	34

2.6	FLUctuations in Non Equilibrium fluids eXperiment	
	DE. Bouyou Bouyou, M. Chraga, P. Fruton, C. Giraudet, H. Bataller, F. Croccolo	37
2.7	Coefficients Soret et de Diffusion des mélanges ternaires	
	H. Bataller, A. T. Ndjaka, DE. Bouyou Bouyou, L. García-Fernández, F. Croccolo	40
2.8	Experimental study of dendrites developing with electrodeposition	
	P. Eribol, S. M. Moussa, S. Gopalakrishnan, D. S. Venkatesan, A. Talbi, K. Ziegler, R.	
	Narayanan, F. Zoueshtiagh \ldots	43
2.9	Vols des papillons Greta oto et Dryas iulia en gravité augmentée : résultats préliminaires à	
	Pexpérience PHOeBUS	
	A. Gayout, Y. Xue, A. Bouaouda, M. Boutayed, R. Pannequin, F. Charpillet, D. Martinez,	10
	V. Debat, V. Llaurens, H. Liu, R. Volk, N. Plihon, M. Bourgoin	46
2.10	Expériences et simulations numériques de streaming acoustique	
	G. Michel, T. Vernier, C. Gissinger, R. Mushthaq, G. Chini	49
2.11	Fluctuations de température engendrées par un écoulement turbulent	
	G. Prabhudesai, S. Perrard, F. Pétrélis, S. Fauve	52
Session	a 3 Combustion, Milieux réactifs	55
3.1	Hydrothermal flames at microscale, first observations for DECLIC SCWO study	
	D. Sharma, A. Erriguible, Y. Garrabos, C. Lecoutre, O. Nguyen, F. Palencia, S. Marre	56
3.2	A pyrolysis model for low-density polyethylene blended with ammonium polyphosphate and pentaerythritol	
	A. Coimbra, JL. Consalvi , J. Sarazin, S. Bourbigot, JM. Citerne, G. Legros	59
3.3	Cyclic propagation of a non-premixed flame spreading over a cylindrical sample in reduced	
	Y Li A Guibaud J-M Citerne J L Torero J-L Consalvi Y Konno O Fujita N	
	Hashimoto G. Legros	62
34	Fire behavior of intumescent polyethylene in microgravity	• -
0.11	S. Bourbigot , Y. Li, J. Sarazin, P. Bachelet, JM. Citerne, G. Legros	65
3.5	Ignitability and flammability limits of gaseous fuel under reduced gravity conditions	
	F. Halter, C. Chauveau, R. Glaznev, C. Bariki, H. Pitsch, J. Beeckman	68
3.6	Réponse en fréquence d'un spray de gouttes en vaporisation : proposition d'une étude en	
	présence d'oscillations de vitesse	
	R. Prud'homme, K. Anani, M. N. Hounkonnou	71
3.7	Auto-organisation de produits de réactions $A + B \longrightarrow C$ en condition de flux CDIC - IV - CHYPI-FLOWEB	
	V. Pimienta, C. Roux, G. Schuszter, D. Horvath, A. Toth, M. Hauser, K. Schwarzenberger	
	A. De Wit	74

Session 4 Interfaces fluides, interfaces fluide-solide, ébullition, condensation, bulles, gouttes 77

4.1	Capillarité en microgravité O. Millet, G. Gagneux, N. Younes	78
4.2	Mouillage partiel d'une surface solide par une goutte liquide dans un champ de gravité : pour aller au-delà de l'équation de Young	
	M. Medale, D. Brutin	81
4.3	Etude de l'hydrodynamique et des transferts en ébullition en microgravitéMd. Q. Raza, P. Ayegba, L. Torres, J. Sebilleau, S. Tanguy, A. Urbano, C. Colin	84
4.4	Démouillage accéléré par l'évaporation dans les caloducs oscillants X. Zhang, V. Nikolayev	87
4.5	Propriétés dynamiques de populations de gouttelettes d'eau en microgravité C. Graziani, M. Nespoulous, R. Denoyel, S. Fauve, C. Chauveau, L. Deike, M. Antoni	90
4.6	Transferts de chaleur dans une goutte de Ni en lévitation électromagnétique R. Pons, A. Gagnoud, D. Chaussende , O. Budenkova	93
4.7	Evaporation de goutte sur substrat soluble C. Pirat. J. Colombani	96
4.8	Islands on freely floating smectic bubbles can wrinkle like solid sheets E. Lacaze , A. Missaoui, K. Harth, T. Trittel, C. Klopp, R. Stannarius	99
4.9	 USAIN-BOT : microrobots inertiels pilotés par ultrasons G. Chabouh, M. Mokbel, B. van Elburg, M. Versluis, T. Segers, S. Aland, C. Quilliet, G. Coupier 	102
4.10	Vers la manipulation sans contact de gouttes avec une pince ultrasonore mono-faisceau en micropesanteur	10-
	R. Marchiano	105
Session	5 Mousses, émulsions, suspensions, gels	109
5.1	Towards the ISS Colloidal solids experiments : sample synthesis and setup tests C. Iaquinta, J. Behra, T. Phou, D. Truzzolillo, N. Segers, L. Cipelletti	110
5.2	Mûrissement des mousses liquides : croissance anormale des bulles S. Cohen-Addad, N. Galvani, O. Pitois	113
5.3	Hydrodynamique des mousses humides	
	A. Requier, S. Varade, M. Pasquet, C. Guidolin, F. Restagno, A. Salonen, E. Rio, D. Langevin	116
Session	6 Milieu granulaires, objets biomimétiques	119
6.1	Rhéologie de suspensions magnétiques bidisperses en présence de rhéoépaississement dis- continu	
	G. Bossis , Y. Grasselli, A. Ciffreo, O. Volkova	120

6.2	Structuration et transport des fluides biologiques : microcirculation sanguine et réseaux	
	lymphatiques	
	M. Puthumana-Melepattu, J. Martin-Wortham, L. Zamora, F. Yaya, S. Losserand, R. Van-	
	loon, G. Coupier, C. Minetti, C. Wagner, T. Podgorski	123
6.3	Blood Flow Simulation and Artificial Intelligence : Application to Microgravity	
	G. K. Dixit, M. Dynar, A. Farutin, C. Misbah	126
6.4	Agrégation des globules rouges et signalisation biochimique : simulations et expériences	
	M. Abbasi, M. Jin, A. Farutin, A. Nayak, Z. Gou, L. Bureau, D. Tsvirkun, C. Misbah 1	129
6.5	Recent advances in the modelling and validation of higher plants growth devoted to space	
	applications	
	J. Kuzman, L. Poulet, JP. Fontaine, CG. Dussap	132
6.6	Capsules et Vésicules en écoulement : expérience/numérique	
	K. Xie, R. Chachanidze, P.G. Chen, M. Jaeger, M. Leonetti	135
6.7	Influence de la micro-gravité sur l'activité calcique de sphéroïdes de neurones ou de cardio-	
	myocites en lévitation acoustique. Acoustique au-delà de la limite de Rayleigh	
	M. Hoyos, N. Jeger-Madiot, C. Dupuis, X. Mousset, L. Belbon, JL. Aider	138
6.8	Milieux granulaires vibrés : étude du démon de Maxwell granulaire	
	Y. Garrabos , C. Lecoutre, F. Palencia, S. Marre	141

Session 1

Solidification et croissance cristalline, nucléation, dissolution

1.1 Caractérisation in situ et en temps réel de la dynamique de croissance dans DECLIC-DSI à bord de la Station Spatiale Internationale : campagne DSI-R
M. Medjkoune, F. L. Mota, K. Ji, L. Strutzenberg Littles, R. Trivedi, A. Karma, N. Bergeon

Caractérisation in situ et en temps réel de la dynamique de croissance dans DECLIC-DSI à bord de la Station Spatiale Internationale : campagne DSI-R

Mehdi Medjkoune¹, Fatima L. Mota¹, Kaihua Ji², Louise Strutzenberg Littles³, Rohit Trivedi⁴, Alain Karma², Nathalie Bergeon¹

¹ Aix-Marseille Université – IM2NP UMR 7334 – Marseille, France
 ² Physics Department, Northeastern University, Boston, USA
 ³ Marshall Space Flight Center, Huntsville, AL 35812, USA
 ⁴ Department of Materials Science and Engineering, Iowa State University, Ames, USA

Dans le cadre du projet scientifique MISOL3D (MIcrostructures de SOLidification 3D) sélectionné par le CNES, nous avons participé au développement de l'Instrument DECLIC et de son insert DSI (Directional Solidification Insert) dédié à l'étude *in situ* de la formation des microstructures colonnaires sur des analogues transparents en régime de transport diffusif. Ce projet fait l'objet d'une collaboration scientifique avec les équipes américaines du Pr. Trivedi (expériences en échantillons minces) et du Pr. Karma (simulations champ-de-phase, PF), sélectionnées par la NASA. L'objectif de ces travaux est d'élucider les mécanismes physiques qui gouvernent la dynamique de formation et de sélection de la microstructure interfaciale. Entre 2010 et 2011, la 1^{ère} campagne spatiale (DSI) a permis d'explorer toute la gamme des microstructures, avec une focalisation sur les réseaux cellulaires. Un échantillon plus concentré en soluté (Succinonitrile – 0.46% pds Camphre) a été utilisé au cours d'une 2^{ème} campagne (DSI-R) ce qui a permis d'étudier en détail les réseaux dendritiques. Le régime dendritique se caractérise par des pointes des structures paraboliques (forme en aiguille), ainsi que par l'apparition des branchements secondaires. Cette campagne a eu lieu en 2 parties : en 2017 - 2018, et entre juillet et décembre 2022. Dans ce résumé, nous allons présenter les avancées sur les analyses des données obtenues dans la campagne DSI-R ainsi qu'un aperçu sur la 2^{ème} partie de cette campagne.

Résultats

La première caractéristique du réseau est la distribution en taille des structures. Cette taille est caractérisée par l'espacement primaire λ (distance centre-à-centre des structures voisines). Les expériences de solidification ont été analysées pour étudier la formation du réseau, identifier les mécanismes d'ajustement de λ et ses valeurs stationnaires. Expérimentalement, nous avons mis en évidence l'influence de la courbure macroscopique de l'interface sur l'évolution de λ . Des simulations en champ de phase (PF) avec l'implémentation d'isothermes courbes similaires aux expériences ont

été réalisées dans l'équipe d'A. Karma (Northeastern Univ., Boston) dans des simulations en échantillon mince. Sous l'influence d'une courbure convexe, les dendrites dérivent du centre vers les bords, un gradient de λ s'établit entre les bords et le centre et cet espacement augmente avec le temps dans tout le domaine de simulation (Fig. 1). Sous l'influence d'une courbure concave (V = 6 µm/s), inversement, les dendrites dérivent vers le centre de l'échantillon, le gradient de λ se forme du centre vers les bords. Comme expérimentalement, la dynamique de dérive due aux effets combinés de la courbure macroscopique et de la désorientation cristalline a été étudiée dans les simulations. La dynamique d'évolution de λ a pu être reliée à la formation de profils de vitesse de dérive spécifiques à chaque type de courbure.



dans les simulations de champ de phase en lames minces. (V = $1.5 \mu m/s$, G = 12 K/cm)

L'espacement primaire d'un réseau cellulaire/dendritique se caractérise par une distribution plus ou moins large de valeurs, prises au sein d'une large gamme de stabilité. La distribution observée dépend de "l'histoire" de l'expérience (transitoires, changements de vitesse de solidification, ordre à longue distance...). Pour étudier la stabilité des espacements sélectionnés et accéder aux limites de la gamme

de stabilité, certaines expériences ont été réalisées avec des sauts de vitesse de tirage pendant la solidification.

Nous étudions la gamme de stabilité à V = $3 \mu m/s$ (interface macroscopiquement plane) en analysant, des sauts de vitesse de V1 vers 3 µm/s. Les mesures d'espacement primaire λ à 3 μ m/s pour l'ensemble des expériences montrent l'existence d'un large intervalle de stabilité, s'étalant entre 300 µm à 900 μm (Fig. 2). Les instabilités d'espacement (éliminations et branchements tertiaires) ont été observées et leurs seuils caractérisés : ils correspondent sans équivoque au maximum et minimum de l'intervalle de stabilité observé, qui définit donc la gamme de stabilité complète. L'espacement primaire moyen λ_{moy} avant le saut de vitesse est, lorsqu'il est compris dans l'intervalle de stabilité, plus ou moins conservé après le saut (Fig. 2). Par ailleurs, la valeur de V1, et l'espacement primaire



Fig. 2: Evolution de l'espacement primaire moyen (disque), maximum (triangle) et minimum (losange) à V = 3 μ m/s et microstructure des dendrites après sauts de vitesses (de V1 à V = 3 μ m/s)

moyen associé, influent sur les caractéristiques du réseau après le saut, en termes d'ordre, de structure de grains (grains « parasites » désorientés pouvant se développer au bord de l'échantillon) et également sur la forme des dendrites avec le développement de bras secondaires plus ou moins importants (Fig. 2).

La 2^{ème} partie de la campagne DSI-R, en 2022, est essentiellement dédiée à l'acquisition des données interférométriques suite à une panne du laser pendant la 1^{ère} partie de la campagne. L'interférométrie permet de reconstruire la forme 3D des pointes de dendrites (Fig. 3) et d'accéder ainsi au rayon de courbure de la pointe, paramètre de forme fondamental, ainsi qu'à la dynamique de formation des branches secondaires. Au début de cette 2^{ème} partie, il apparaît que l'échantillon présente une pollution avec de nombreuses "poussières" noires, qui induisent des images en vue de dessus plus sombres



<u>Fig.3</u>: Exemple d'image interférométrique et de sa reconstruction sous forme de cartographie de hauteur (V = 0.75 μ m/s, G = 12 K/cm).

que d'habitude, mais qui ne semblent pas affecter le comportement de l'échantillon en termes de recul du front et d'évolution de λ . Cette campagne se poursuit actuellement.

Perspectives

L'analyse des données se poursuit. La réalisation de la 2^{ème} partie de la campagne DSI-R à bord de la Station Spatiale continue jusqu'à la fin de l'année 2022.

Publications 2022

- Mota F.L., Medjkoune M., Ji K., Strutzenberg Littles L., Trivedi R., Karma A., Bergeon N., Dynamics of solidification microstructure formation in DECLIC-DSI onboard ISS: dendritic patterns data treatment. Proceedings of 73rd International Astronautical Congress (IAC), Paris, France.
- Mota F.L., Ji K., Strutzenberg Littles L., Trivedi R., Karma A., Bergeon N., Influence of macroscopic interface curvature on dendritic patterns during 3D directional solidification conducted on DECLIC-DSI. Acta Materialia (submitted).
- Mota F.L., Fabietti L.M., Bergeon N., Trivedi R., The effect of confinement on thermal convection and longitudinal macrosegregation in directionally solidified dilute succinonitrile-camphor alloy. *Comptes Rendus Mécanique* (accepted with revisions).

<u>Remerciements</u> : Les auteurs expriment leur gratitude au CNES et à l'équipe du CADMOS-Toulouse, pour sa disponibilité, son efficacité et sa réactivité dans la préparation, la réalisation et le suivi des expériences en µg.

1.2 Etude in situ par radiographie X synchrotron du phénomène de fragmentation durant la solidification directionnelle d'Al – 14 %pds Sn
L. Abou-Khalil, K. Sabat da Cruz, G. Reinhart, N. Mangelinck-Noël, H. Nguyen-Thi

Etude in situ par radiographie X synchrotron du phénomène de fragmentation durant la solidification directionnelle d'Al – 14 %pds Sn

L. Abou-Khalil¹, K. Sabat da Cruz², G. Reinhart², N. Mangelinck-Noël¹, H. Nguyen-Thi¹

 ¹ Aix Marseille Univ, Université de Toulon, CNRS, IM2NP, Marseille, France
 ² Institute of Engineering and Geosciences - Federal University of the Westside of Pará - UFOPA, CEP: 68035-110, Santarém - Pará - Brazil.

Lors de la solidification d'alliages métalliques, on observe généralement la formation spontanée de microstructures (cellules, dendrites) qui ont un impact direct sur les propriétés finales du matériau¹. Au cours de leur croissance, les microstructures peuvent subir le phénomène de fragmentation, qui est un processus de détachement des bras secondaires ou tertiaires des dendrites. Le détachement de ces bras dendritiques est dû à la fusion de leur point d'attache pendant la solidification dont les causes possibles sont *(i)* l'enrichissement solutal qui modifie la température d'équilibre locale, *(ii)* le phénomène de recalescence (rejet de chaleur latente au cours de la solidification) qui entraîne la fusion du solide ou encore *(iii)* le phénomène de mûrissement qui consiste en la migration du soluté des zones ayant une petite courbure vers celles de plus grande courbure entraînant des dissolutions locales. Sur Terre, la gravité joue un rôle important sur la fragmentation car la convection naturelle peut transporter du liquide chaud et riche en soluté au niveau des points d'attache des bras secondaires des dendrites au tronc primaire et donc abaisser la température d'équilibre locale. De plus, la poussée d'Archimède qui exerce une force mécanique sur les bras des dendrites peut également contribuer au détachement en fragilisant mécaniquement les points d'attache.

Dans ce travail, la solidification dirigée d'un échantillon Al-14 %pds Sn a été observée in-situ et en temps réel par radiographie X synchrotron². Dans toutes les expériences, le phénomène de fragmentation a été observé pour des structures cellulaires et/ou dendritiques. Le but était d'étudier l'influence des conditions de solidification (vitesse de refroidissement et gravité) sur le phénomène de fragmentation dendritique dans des conditions proches de la coulée de lingots.

1. Description des expériences

Les expériences de solidification ont été effectuées sur la ligne de lumière ID19 de l'ESRF dans un four de type Bridgman (avec un gradient thermique imposé). L'échantillon d'Al-14 %pds Sn a pour dimensions : $40 \times 50 \times 0.3 \text{ mm}^3$. La solidification est obtenue en appliquant un taux de refroidissement (R_T) sur l'élément chaud du four, tout en maintenant constante la température de l'élément froid. Ceci induit une diminution progressive du gradient thermique au cours de la solidification. Les expériences ont été faites avec différents taux de refroidissement (0,2 ; 0,5 ; 8 et 16 K/min).

La radiographie X synchrotron a été utilisée pour visualiser in-situ et en temps réel la morphologie et la dynamique de l'interface solide-liquide. Le champ de vue est de 14 mm x 6 mm et la résolution spatiale est de 7,46 x 7,46 μ m². Le contraste entre le liquide et le solide provient de la différence d'absorption des rayons X entre les différents éléments (Al et Sn) de l'alliage.

2. Résultats

Dans toutes les expériences, nous avons observé le détachement de fragments de dendrite, que ce soit en régime cellulaire ou dendritique. Après leur détachement, la majorité des fragments flottent vers le haut de l'échantillon sous la poussée d'Archimède où ils fondent à cause des températures plus élevées. Certains fragments restent coincés dans l'épaisseur de l'échantillon et continuent leur croissance. Ils sont à leur tour à l'origine de nouveaux fragments qui peuvent bloquer le front colonnaire et induire une transition colonnaire-équiaxe³.

¹ J.A. Dantzig, M. Rappaz, Solidification, EPFL Press, Lausanne, 2009

² H. Nguyen-Thi et al., Comptes Rendus Physique 13(3) (2012) 237

³ J.A. Spittle, International Materials Reviews 51(4) (2006) 247

La Fig.1 montre un exemple de l'évolution d'une dendrite lors de l'expérience solidifiée à $R_T = 0,5$ K/min. Pour cette dendrite, le tronc primaire subit plusieurs détachements au cours de la croissance comme indiqués dans les Fig.1a₁, 1a₃ et 1a₄ par les cercles rouges. Le fléchissement d'un bras secondaire vers le haut est également visible dans la Fig.1a₁ avant son détachement du tronc primaire (flèche rouge dans les Fig.1a₁ et 1a₂).

Fig.1: Séquence de radiographies montrant les phénomènes de fléchissement d'un bras secondaire et de fragmentation du tronc primaire pendant la croissance d'une dendrite durant l'expérience solidifiée au taux de refroidissment $R_T = 0,5$ K/min.



Pour Al - 14%pds Sn, la poussée d'Archimède qui s'exerce sur les bras secondaires peut causer leur fléchissement vers le haut (Fig.2a et Fig.1a₂). En utilisant l'expression du couple de force s'exerçant sur un bras secondaire donné par *Reinhart et al*⁴, nous avons montré que ce mécanisme lié à la gravité peut provoquer son fléchissement mais ne peut en aucun cas causer son détachement.

Une étude similaire a été faite sur l'effet de la gravité sur les troncs primaires. En effet, la poussée d'archimède appliquée sur le haut de la dendrite peut contribuer à étirer le tronc et conduire à son détachement⁵ (Fig.2b et Fig.1). Comme pour les bras secondaires, nos analyses montrent que la poussée d'Archimède seule est insuffisante pour provoquer le détachement du tronc primaire.

Fig.2 :

(a) Schéma illustrant le fléchissement du bras secondaire vers le haut sous l'effet de la poussée d'Archimède.

(b) Schéma illustrant l'étirement du tronc primaire sous l'effet mécanique.



Les effets mécaniques seuls ne pouvant expliquer la fragmentation des bras primaires et secondaires, il est nécessaire de considérer d'autres phénomènes susceptibles de causer la fragmentation. Il faut souligner que nos expériences ont lieu en régime transitoire, avec une diminution du gradient thermique et une augmentation de la vitesse de croissance au cours de la solidification. Dans ces conditions, nous observons une microstructure de plus en plus fine et de plus en plus ramifiée au cours de la croissance. Ceci a pour conséquence des points d'attache des bras secondaire de plus en plus fins et donc fragiles. De plus, l'augmentation progressive de la vitesse de solidification induit une augmentation simultanée (*i*) du dégagement de chaleur latente et (*ii*) de la quantité de soluté rejetée ce qui diminue localement la température d'équilibre et peut causer la refusion des points d'attache des bras dendritiques. L'addition de ces effets contribue certainement aux fragmentations des bras primaires et secondaires observées dans nos expériences.

Publication 2022

L. Abou-Khalil et al., Influence of growth velocity on fragmentation during directional solidification of Al – 14 wt.% Sn alloy studied by in-situ synchrotron X-radiography, Acta Materiala (accepté). http://dx.doi.org/10.2139/ssrn.4087967

⁴ G. Reinhart et al., Metall. Mater. Trans. A. 39 (2008) 865

⁵ R.H. Mathiesen et al. Mater. Sci. Eng. A. 413–414 (2005) 283

1.3 Lamelles et fibres en croissance eutectique : confinement et rampes S. Bottin-Rousseau, **S. Akamatsu**

Lamelles et fibres en croissance eutectique : confinement et rampes

Sabine Bottin-Rousseau, Silvère Akamatsu

Institut des Nanosciences de Paris, Sorbonne Université, CNRS UMR 7588, 4 place Jussieu, 75005 Paris, France

Les microstructures de solidification biphasées d'alliages dits eutectiques sont le résultat d'une dynamique de front de croissance dite couplée. Ceci désigne un régime de solidification à partir du mélange liquide durant lequel deux phases solides croissent simultanément et forment des structures régulières à l'interface solide-liquide, typiquement à l'échelle de la dizaine de micromètre pour des taux de solidification de l'ordre de 1 μ m/s. Le mécanisme physique de base est un couplage entre l'échange de solutés par diffusion dans le liquide et la réponse capillaire des interfaces solide-liquide (non-facettées). En solidification directionnelle à vitesse imposée V dans un gradient de température fixe, l'interface solide-liquide reste, en moyenne, parallèle à une isotherme idéalement plane. Deux types de microstructures de haute symétrie sont alors observés, appelés structures en fibres et structures lamellaires. En première approche, les premières correspondent à des arrangements hexagonaux d'une des deux phases solides dans une matrice continue de l'autre phase, et les secondes à une alternance unidirectionnelle des deux phases –en d'autres termes, des arrangements cellulaires et en bandes. La stabilité morphologique des eutectiques lamellaires d'une part, et des eutectiques fibreux d'autre part, vis-à-vis de modes de brisure de symétrie a été très étudiée, notamment, dans notre équipe, par des moyens d'observation expérimentale in situ en système modèle –des alliages eutectiques transparents. Récemment, nous avons mené des expériences en micropesanteur [expériences SEBA1 et SEBA2 du projet Transparent Alloys (TA) de l'ESA], supprimant ainsi le problème de la convection thermosolutale dans le liquide, indépendamment de composition de l'alliage et de la géométrie du système, pour obtenir des résultats sur la question, assez bien documentée, mais mal mal abordée dans le passé, de la transition morphologique dite lamelles/fibres. Cette année, nous avons d'une part complété cette étude par l'analyse détaillée d'effets de confinement (effets de taille d'échantillon) sur cette même transition (expériences au sol), et commencé à analyser les observations faites durant la campagne d'expériences SETA en mars 2020.

Résultats

1-Transition lamelles-fibres : effets de confinement. Par contraste avec les instabilités morphologiques les mieux connues (oscillations, dérive, zigzag), la transformation des lamelles en fibres –et vice versa– s'accompagne d'un changement de topologie. Elle est discontinue, et sa dynamique spatio-temporelle présente un haut degré de complexité. Nos expériences in situ de croissance eutectique en micropesanteur dans l'appareil TA à bord de l'ISS ont apporté la preuve expérimentale de la bistabilité entre lamelles et fibres, permettant la coexistence de domaines étendus stables, et celle du caractère propagatif de l'instabilité lamelles-fibres [cf Bottin-Rousseau et al, Scr. Mat. 207 (2022) 114314]. Par ailleurs, des expériences au sol avec Melis Şerefoğlu (actuellement professeure à la Marmara University en Turquie) ont apporté des éléments de réponse supplémentaires sur l'ensemble des modes d'instabilités en jeu, et sur la stabilité relative des lamelles et des fibres en fonction de la vitesse de solidification –dont on montre qu'elle échappe à la loi de similitude habituelle en V^{-1/2}. Pour cela, nous étudié la dynamique de croissance couplée en solidification directionnelle de l'alliage transparent eutectique modèle succinonitrile-(d)camphre (SCN-DC) -le même que pour les expériences spatialesen fonction de la vitesse de solidification V (0,0035 – 0,07 μ ms⁻¹) dans une série d'échantillons de différentes épaisseurs δ de 15 (échantillons minces) à 350 μ m (échantillons épais). Nous avons observé trois régimes de vitesse de solidification : à (relativement) haute vitesse, on n'observe que des fibres, à suffisamment basse vitesse que des lamelles, et, pour des vitesses intermédiaires, une bistabilité lamelles/fibres. La bistabilité est plus marquée dans les échantillons d'épaisseur intermédiaire, dits à géométrie confinée (δ = 30 – 140 μ m). On observe aussi une dépendance de la dynamique en l'espacement interphase λ . Comme dans les expériences spatiales, on constate que les extrémités des lamelles en contact avec les parois de l'échantillon sont stabilisées. Le « pincement » des lamelles produisant des fibres est médié par des instabilités secondaires telles qu'un mode en zigzag (Fig. 1) et un mode d'oscillation spatiale. Nous avons aussi pu observer la transition (inverse) fibres-lamelles via

une instabilité d'allongement des fibres. Un article rapportant cette étude vient d'être accepté à Acta Materialia. Enfin, de récentes simulations numériques (champ de phase) par Mathis Plapp (Ec. Polytechnique), avec lequel nous collaborons depuis de nombreuses années, confirment les conclusions émises ci-dessus, et apportent des éléments nouveaux sur les mécanismes élémentaires qui déterminent la transition la mellaire-bâtonnet, et leur dépendance en λ et V. Un article présentant ces résultats devrait être publié au sein d'une série conçue, sous la coordination de C. Colin, à l'occasion des 30 ans du GDR MFA (Akamatsu et al, Compte Rendus Mécanique, en cours de révision). La transition lamelles-fibres est aussi sensible à la concentration de l'alliage, ou, plus spécifiquement, à la fraction volumique des deux phases solides. Si l'on note η la fraction volumique de l'une des deux phases (la faction de l'autre phase étant évidemment égale à $1-\eta$), on sait, du moins par expérience, que l'on observe plus facilement des lamelles pour des alliages eutectiques tels que η est proche de 0.5, et des fibres pour, disons, η <0.25. Cela a été illustré, de manière inspirante, par des simulations numériques (par Parisi et Plapp) lors desquelles on avait fait varier continûment la concentration de l'alliage (donc η) de part et d'autre du point eutectique. Nous souhaitons reproduire cette dynamique à η variable, dans des limites accessibles expérimentalement. C'est l'objectif de la prochaine campagne SEBA3/TA dans l'ISS en 2023.



Figure 1 : Transition lamelles fibres en solidification directionnelle d'un alliage SCN-DC eutectique dans un échantillon d'épaisseur 60 μ m, après un saut de vitesse vers le haut (temps t = 0) de 10.5 à 21.0 nms⁻¹.

2-Rampes de vitesse. Le programme SETA/TA proposé par l'équipe d'Access à Aix-la-Chapelle, en collaboration avec notre équipe, concerne l'évolution des structures eutectiques dans des conditions de croissance transitoires, en imposant un programme de vitesse de solidification variable. L'intérêt principal est d'étudier l'évolution du degré d'ordonnancement des structures en fonction de « rampes » de vitesse, accélérées ou décélérées. Un alliage (légèrement) ternaire SCN-24,2wgt%DC-0,5wgt%NPG a été utilisé. Différents programmes de vitesse en « V » (rampes linéaires), en « U » (variations exponentielles), ou par sauts abrupts, ont été implémentés. Le programme expérimental a été exécuté d'abord à l'EUSOC de Madrid. Il a été ensuite mené en micropesanteur, à bord de l'ISS, en mars 2020. Une des deux éprouvettes, défaillante, n'a pas pu être utilisée. Il a fallu donc procéder à une refusion de la seule éprouvette viable pour terminer le programme expérimental. Cela s'est fait sans dommage. En bref, l'analyse de la variation de l'espacement interfibres moyen < λ > met en évidence des cycles d'hystérésis (< λ > versus V instantanée), lors desquels < λ > s'écarte de la valeur mesurée en régime stationnaire, ce de manière plus marquée en cours de rampe descendante qu'en cours de rampe montante. L'analyse se poursuivra dans les semaines à venir.

Perspectives

La deuxième campagne de TA/SEBA3 (échantillon à gradient) aura lieu en 2023, selon la planification actuelle de l'ESA. Y sont prévues des expériences mettant en œuvre un échantillon présentant un gradient de concentration à grande échelle. Des expériences au sol avec un autre alliage devraient aussi être menées

Références 2022

• S. Bottin-Rousseau, V.T. Witusiewicz, U. Hecht, J. Fernandez, A Laveron-Simavilla, S. Akamatsu, *Coexistence of rod-like and lamellar eutectic growth patterns*, Scripta Mater., **207**, 114314 (2022).

• M. Şerefoğlu, S. Bottin-Rousseau, S. Akamatsu, *Lamella-rod pattern transition and confinement effects during eutectic growth*, Acta Mater., accepted (2022).

• S. Akamatsu, S. Bottin-Rousseau, M. Şerefoğlu, V. T. Witusiewicz, U. Hecht, M. Plapp, *In situ experiments in microgravity and phase-field simulations of the lamellar-to-rod transition during eutectic growth*, Compte Rendus Mécanique, revised version submitted (2022).

 1.4 Simulation par champ de phase de la transition entre fibres et lamelles durant la solidification d'alliages eutectiques
 M. Plapp

Simulation par champ de phase de la transition entre fibres et lamelles durant la solidification d'alliages eutectiques

Mathis Plapp

Laboratoire de Physique de la matière condensée, CNRS, Ecole Polytechnique, Institut Polytechnique de Paris, 91120 Palaiseau

La solidification d'alliages eutectiques produit naturellement des composites consistant de deux phases solides distinctes. Les domaines occupés par ces deux phases sont enchevêtrés, avec une géométrie qui est déterminée par des processus d'auto-organisation à l'interface solide-liquide durant la cristallisation. Les effets opposés de la diffusion, qui favorise les petites structures, et la capillarité, qui les pénalise, font émerger une échelle caractéristique. Deux morphologies spatialement périodiques sont fréquemment observées, les lamelles et les fibres. Dans la théorie classique de Jackson et Hunt, les lamelles sont favorisées quand les fractions volumiques des deux phases sont comparables, et les fibres dans le cas contraire. En conséquence, la morphologie est déterminée par la composition de l'alliage (qui fixe la fraction volumique des phases par la règle des leviers), et est indépendante des conditions de solidification. Des transitions entre lamelles et fibres ont néanmoins été observées en présence de phénomènes de macroségrégation, qui font que la composition moyenne du liquide varie dans le temps et dans l'espace. Cette transition a aussi été reproduite dans nos simulations de champ de phase quand nous avons fait varier avec le temps la composition du liquide en amont du front de cristallisation.

Récemment, une campagne d'expérience spatiales effectuée sur la station spatiale internationale dans le cadre du projet ESA TRANSPARENT ALLOYS a donné des résultats étonnants sur la transition entre lamelles et fibres. L'alliage transparent succinonitrile-camphre, qui forme des fibres dans des échantillons massifs en solidification directionnelle, a développé des lamelles sous certaines conditions, en particulier après des diminutions brusques de la vitesse de tirage. Ces lamelles apparaissent à un bord du système et envahissent progressivement l'échantillon, tout en subissant une instabilité : de nouvelles fibres naissent au bout des lamelles par des processus de 'pinch-off'. L'interprétation actuelle de ces expériences est une compétition entre un effet de dérive engendré par un gradient de température transverse, inévitable dans des échantillons massifs, et une instabilité 'convective' (propagative) des lamelles. Si la vitesse de dérive est supérieure à la vitesse de l'instabilité, les lamelles avancent et envahissent progressivement le système ; dans le cas contraire, l'état du système reste fibreux.

Pour tester ce scénario, nous avons mis en place des simulations par champ de phase. Puisqu'il s'agit pour l'instant d'une preuve de concept, nous n'avons pas cherché à reproduire quantitativement les paramètres des expériences, mais nous avons au contraire choisi des conditions qui maximisent l'efficacité de nos simulations : nous utilisons un alliage eutectique modèle avec un diagramme de phase symétrique, et nous utilisons un rapport entre la longueur capillaire et la longueur de diffusion bien plus important que dans les expériences. En outre, nous imposons un gradient transverse constant qui correspond à une inclinaison des isothermes de 4° par rapport à l'axe de l'échantillon, ce qui est une valeur réaliste.

Résultats

En 2021, nous avions présenté des premiers résultats de simulations dans la configuration décrite cidessus. Pour une vitesse de tirage donnée, un état initial 'aléatoire', c'est-à-dire un front de solidification qui consiste d'un pavage aléatoire de domaines des deux phases solides, se transforme progressivement en état lamellaire par 'étirement' de fibres situés près d'un bord, comme montré dans la figure 1. Cette transformation s'accomplit pour des fractions volumiques de la phase minoritaire au-dessus d'une valeur seuil ; en-deça, l'état du système reste fibreux. Pour une vitesse deux fois plus petite, la valeur de ce seuil est différente, ce qui constitue un écart par rapport à la loi d'échelle habituelle de la solidification eutectique. Par contre, cette observation est en bon accord qualitatif avec les résultats expérimentaux.



Figure 1. Image d'une transformation de fibres en lamelles pour des fractions volumiques des deux phases de 65 :35. Les lamelles naissent au bord arrière du système en se propagent vers le premier plan, tout en émettant périodiquement de nouvelles fibres à leurs bouts.

Pour tester l'hypothèse de la compétition entre dérive et instabilité, nous avons fait en 2022 des simulations systématiques d'une lamelle sans gradient de température transverse mais avec un 'trou' crée artificiellement au début de la simulation, comme montré dans la figure 2. Nous avons trouvé que la terminaison de lamelle est stable au-dessus d'une fraction volumique critique, mais instable endessous ; la vitesse de propagation de l'instabilité le long de la lamelle augmente linéairement avec l'écart au seuil. De façon similaire, pour une faction volumique donnée, il existe une vitesse critique en-dessus de laquelle la terminaison devient instable. Les valeurs des seuils en concentration et vitesse dépendent de manière non-triviale de l'espacement lamellaire, et d'autres simulations seront nécessaires pour établir le diagramme de stabilité complet.



Figure 2. Simulations d'une lamelle individuelle sans gradient de température transverse. (a) Condition initiale, (b) à (e) : fraction volumique de 0,34, 0,33, 0,32, 0.31 après un temps de simulation identique ; la terminaison est stable en (b), l'instabilité se propage en (c), (d) et (e).

Perspectives

Tous les résultats de nos simulations sont en accord avec le scénario envisagé pour expliquer les observations faites dans les expériences spatiales. Pour obtenir un accord plus quantitatif, le modèle de champ de phase pourrait être adapté pour reproduire l'alliage et les paramètres utilisés dans les expériences spatiales. Cependant, pour y arriver, des ressources de calcul considérables seront nécessaires.

References et conferences 2022

- Akamatsu S, Bottin-Rousseau S., Serefoglu M., Vitusiewicz V.T., Hecht U., Plapp M. In situ experiments in microgravity and phase-field simulations of the lamellar-to-rod transition during eutectic growth, soumis à Comptes Rendus Mécanique (2022)
- Plapp M., Akamatsu S., Bottin-Rousseau S., Triple line dynamics in eutectic solidification patterns: Insights from phase-field simulations, International Conference on Advanced Solidification Processing (ICASP 6), 2022

1.5 Analyse de la solidification d'alliages ternaires Al-Cu-Sn par radiographie X G. Reinhart, F. Ngomesse, H. Nguyen-Thi

Analyse de la solidification d'alliages ternaires Al-Cu-Sn par radiographie X

Guillaume Reinhart¹, Fabiola Ngomesse¹, Henri Nguyen-Thi¹ ¹ Aix-Marseille Université – IM2NP UMR 7334 – Marseille, France

Dans de nombreuses applications, la réduction de l'usure due aux frottements entre des surfaces solides en contact est un point crucial. La demande industrielle pour des alliages aux propriétés tribologiques adaptées aux besoins (frottement, abrasion, corrosion, chocs) est en continuel développement. L'amélioration des propriétés tribologiques des matériaux se justifie notamment par la volonté de réduire les pertes considérables liées aux phénomènes de frottement/usure.

Les alliages à base aluminium comme l'alliage ternaire Al-Cu-Sn sont de bons candidats pour ce type d'application. L'aluminium fourni de la légèreté à la pièce, le cuivre améliore les propriétés mécaniques et l'étain augmente la résistance à l'usure. La microstructure finale dans ce type d'alliage est biphasée, constituée de particules souples (riches en étain) distribuées dans une matrice relativement dure d'aluminium. La formation de la phase minoritaire sous forme de particules est due à la présence d'un gap de miscibilité dans le diagramme de phase de ces alliages, qui entraine la décomposition du liquide initial en deux phases liquides non miscibles pendant le refroidissement. Cette démixtion du liquide entraîne une importante ségrégation au niveau de la microstructure à cause de la différence de densité entre les phases liquides, ce qui cause la sédimentation ou la flottaison des gouttes. Le défi majeur dans la production de ces alliages est donc d'obtenir une distribution parfaitement uniforme de la phase minoritaire. La distribution finale de particules souples dans la matrice dure est directement liée à la microstructure se formant pendant la transition de l'état liquide à l'état solide. L'étude du développement de la microstructure dans les alliages métalliques implique de comprendre des mécanismes complexes comme la croissance dendritique de la phase primaire, la démixtion du liquide et ses conséquences sur les mouvements de fluides dans le bain fondu, la coalescence des gouttes, et l'interaction de ces gouttes avec la microstructure colonnaire de dendrites. L'analyse de tous ces phénomènes est d'autant plus difficile quand des phénomènes liés à la présence de la gravité, comme la convection et la poussée d'Archimède doivent être pris en compte.

1. Description des expériences

Les expériences de solidification dirigée ont été effectuées avec le dispositif de laboratoire SFINX (*Solidification Furnace with IN-situ X-radiography*) qui se compose d'un four de type Bridgman et d'un système de radiographie X¹. Le four est constitué de deux éléments chauffants imposant un gradient de température *G*. La fusion et la solidification d'échantillons d'alliage Al-20%pdsCu-10%pdsSn en forme de lamelle d'épaisseur ~ 230 µm sont provoquées par une variation contrôlée des températures des éléments chauffants. Le système de radiographie X utilise une source de rayons X avec une cible en molybdène et une caméra CCD offrant une résolution spatiale et temporelle suffisante pour suivre le développement des microstructures de solidification. Les paramètres de solidification sont : un gradient de température fixe de 5.5K/mm, et un taux de refroidissement *R*₁ = - 0,45K/s, assurant le développement de structure dendritiques colonnaires.

2. Résultats

Le chemin de solidification des alliages binaires hypo-eutectiques Al-Cu et Al-Sn est relativement standard, avec la formation d'aluminium en phase primaire puis d'un eutectique à partir du liquide résiduel. Le chemin de solidification de l'alliage ternaire Al-Cu-Sn est par contre plus complexe à cause de la présence d'un gap de miscibilité. Celui-ci a d'abord été déterminé pour un alliage Al-20%pdsCu-10%pdsSn à l'aide du logiciel Thermo-Calc et de la base de donnée COST 507 (Figure 1). D'après le calcul, la solidification commence avec la formation de la phase solide α -Al et un enrichissement progressif du liquide L' en Cu et Sn. Quand la composition du liquide L' atteint la frontière du gap de

¹ Soltani H. et al., JALCOM 862 (2021) 158028.

miscibilité, une séparation de phase a lieu avec la formation d'un liquide L' riche en Sn. A plus basse température, le liquide L' restant est consommé pendant une réaction monotectique entraînant une importante formation de α -Al et de θ -Al₂Cu solides. Pour finir, le liquide L' résiduel est transformé au cours d'une réaction eutectique avec la formation de Sn solide.



Fig. 1 : Calcul thermodynamique à l'aide du logiciel Thermo-Calc et de la base de données COST 507 de l'évolution de la fraction des phases au cours du refroidissement pour l'alliage Al-10%pdsCu-20%pdsSn

La séquence de solidification d'un échantillon d'alliage Al-20%pdsCu-10%pdsSn a ensuite été observée expérimentalement par radiographie X in-situ. Dans un premier temps, une structure dendritique colonnaire de la phase α -Al se développe, (Figure 2a) comme attendu d'après le calcul thermodynamique. Le liquide autour des dendrites apparait foncé à cause du rejet de Cu et Sn qui ont un coefficient d'absorption des rayons X plus grand que celui de la phase α -Al. Le mûrissement des structures pendant le refroidissement entraîne la formation de dendrites plus épaisses au cours du temps (Figure 2b).



Fig. 2 : Séquence de radiographies montrant (a) la croissance dendritique colonnaire (($t = t_0 + 73 s$), (b) la microstructure après mûrissement (t = t0 + 121 s) et (c) la séparation de phase et la réaction monotectique dans la zone pâteuse ($t = t_0 + 162 s$). (R = -0,45 K/s, G = 5,5 K/mm).

Après quelques minutes, la formation d'une bande foncée est visible dans la zone pâteuse (Figure 2c). La partie supérieure correspond à la séparation de phase avec la formation de gouttes très foncées riches Sn. La partie inférieure correspond à la réaction monotectique avec un éclaircissement de la zone pâteuse qui peut être attribué à une importante formation de α -Al comme également prédit par le calcul thermodynamique. Finalement, un faible assombrissement est détecté en fin d'expériences, visible sur les vidéos mais difficile à distinguer sur des images fixes. Cette observation est associée à la formation de la phase eutectique qui finit la solidification de l'échantillon.

Publication 2022

G. Reinhart et al., *Investigation of AI-20Sn-10Cu alloy directional solidification by laboratory X-radiography,* accepté dans IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng. (2022)

 1.6 Etude in situ de la solidification dirigée d'alliages organiques transparents présentant une interface facettée : résultats préliminaires
 A. Raad, N. Bergeon, N.Mangelinck-Noël, F. L. Mota

Etude in situ de la solidification dirigée d'alliages organiques transparents présentant une interface facettée : résultats préliminaires

Anassya Raad, Nathalie Bergeon, Nathalie Mangelinck-Noël, Fatima L. Mota

Aix Marseille Univ, Université de Toulon, CNRS, IM2NP, Marseille, France

Pendant la solidification d'alliages, la microstructure se développant au niveau de l'interface solideliquide influence fortement les propriétés macroscopiques du matériau. Une étude détaillée des mécanismes physiques qui contrôlent la formation de ces microstructures est fondamentale pour maîtriser la qualité du matériau. Dans le cadre du projet scientifique MISOL3D (MIcrostructures de SOLidification 3D) sélectionné par le CNES, nous avons participé au développement de l'Instrument DECLIC et de son insert DSI (Directional Solidification Insert) dédié à l'étude in situ de la formation des microstructures colonnaires dans des analogues transparents. Les expériences en microgravité servent à établir une base de données de référence sur la dynamique des phénomènes dans la limite du transport diffusif. L'objectif de ces travaux est d'élucider les mécanismes physiques qui gouvernent la dynamique de formation et de sélection de la microstructure interfaciale. Jusqu'à présent ce dispositif a été utilisé avec des alliages transparents analogues des alliages métalliques (interface rugueuse). Cependant, l'étude de la croissance des matériaux facettés est également intéressante et industriellement importante. Au niveau industriel, cette problématique concerne en particulier le silicium cristallin utilisé pour les cellules solaires photovoltaïque. Nous souhaitons mener des études sur des systèmes étendus ce qui permet d'envisager l'extrapolation à la croissance tri-dimensionnelle réelle des lingots industriels. Pour cela, un analogue transparent sera utilisé pour caractériser en détail la croissance de systèmes facettés et pour progresser dans la compréhension de leurs mécanismes de croissance spécifiques.

L'étape préliminaire consiste à sélectionner un analogue transparent facetté dans le cadre de DECLIC-Evo. Un important travail préparatoire doit être réalisé au laboratoire pour sélectionner et caractériser les nouveaux systèmes qui pourraient être utilisés, mettre au point les procédures d'élaboration des échantillons et vérifier la possibilité d'étudier de tels systèmes dans le dispositif DSI. Une partie de ces travaux sera donc d'abord effectuée en lames minces dans l'instrument ECODIS (Experimental setup for COnfined DIrectional Solidification) développé au sein de l'équipe pour ce type d'études. Dans ce résumé, nous allons présenter les avancées sur ce dispositif ainsi que quelques résultats préliminaires.

Résultats

Le dispositif ECODIS (Fig. 1a) est composé d'un four du type Bridgman et d'un système optique qui permet le suivi *in* situ et en temps réel de l'interface solide-liquide. Le four est constitué d'une zone chaude et d'une zone froide (Fig. 1b), séparées d'une distance ajustable, et dont les températures sont contrôlées par des bains à circulation. Des thermocouples positionnés à plusieurs positions des zones thermiques permettent la régulation fine des températures. Un porte-échantillon en aluminium supporté par une platine à moteur linéaire de très grande précision permet le déplacement de l'échantillon dans les zones thermiques avec des vitesses de tirage (V) de l'ordre du μ m/s. L'interface est illuminée en lumière blanche ; le système d'observation est composé d'un microscope, équipé de différents objectifs, et d'une caméra.

Pendant l'année 2022, nous avons calibré thermiquement le dispositif et mis au point des procédures d'élaboration des échantillons. Comme dans l'insert DSI de DECLIC, une des principales difficultés réside dans la connaissance du gradient thermique (*G*) au niveau de l'interface. En effet, l'interface se place naturellement dans une zone thermique non régulée (dite « adiabatique ») située entre les zones dites « chaude » et « froide » respectivement régulées à des températures supérieure et inférieure à la température d'interface solide-liquide. Les travaux de calibration ont donc en grande partie porté sur la caractérisation fine du champ thermique pour mesurer le gradient interfacial. Un échantillon d'éthylène glycol instrumenté d'un micro-thermocouple interne est utilisé pour simuler thermiquement le matériau organique sans les perturbations liées au changement de phase. La

calibration est faite pour différents jeux de paramètres expérimentaux : températures imposées dans les zones thermiques, vitesse et sens de tirage. Les échantillons consistent en un assemblage de deux lames de verre mince dont l'épaisseur est calibrée à l'aide de cales de Mylar. Leur remplissage est effectué sous une atmosphère inerte à l'intérieur d'une boîte à gants.



Figure 1 : (a) Dispositif de solidification dirigée de matériaux transparents en lames minces ; (b) Photo du four de solidification du type Bridgman.

Les premières expériences de solidification dirigée en lames minces sur échantillons facettés ont également été réalisées cette année. A l'issue d'une étude bibliographique approfondie, plusieurs systèmes ont été sélectionnés pour les premiers tests : le salol et le biphényl pour reproduire des études déjà réalisées et prendre en main les expériences sur des systèmes facettés ; et les alliages succinonitrile-5%pds bornéol et succinonitrile-25%pds vanilline puisque ce sont des systèmes transparents faiblement facettées, avec un faible point de fusion (< 70 °C), ce qui facilitera leur future utilisation sur l'instrument DECLIC. La Fig. 2 illustre l'évolution de l'interface solide-liquide du salol pendant la solidification. L'échantillon complétement liquide a été placé à l'intérieur du four pour stabilisation et formation d'un talon solide initial pendant 5h avant de commencer la solidification (Fig. 2a). Les facettes qui commencent à apparaitre au bout de 10 min (Fig. 2b) sont initialement pointues (Fig. 2c-d) et s'élargissent dans un état quasi stationnaire du point de vue morphologique (Fig. 2e).



Figure 2 : Images de l'interface solide-liquide du salol à t (en minutes): (a) 0 ; (b) 10 ; (c) 60; (d) 130; (e) 190. Epaisseur d'échantillon : 50 μm, V = 10 μm/s, G = 17 K/cm.

Perspectives

Les expériences préliminaires nous ont permis de nous apercevoir des difficultés inhérentes à la préparation d'échantillons. Quelques échantillons remplis avec du salol se sont liquéfiés à température ambiante alors que d'autres sont restés solides. La pureté du salol peut être à l'origine de ce phénomène. Par ailleurs, les échantillons remplis avec biphényl présentent des corps étrangers. Nous soupçonnons que ce matériau réagit avec l'époxy utilisé pour coller les lames minces en verre des échantillons. Des améliorations sont en train d'être mises en place : un évaporateur rotatif et un dispositif de sublimation pour purifier les matériaux avant utilisation ; de la colle polymérisable UV comme alternative pour coller les lames minces dans les échantillons ; un bain ultrasons et un détergent spécifique pour un nettoyage plus intense des lames de verre. Enfin, la procédure de sélection de l'orientation ou de préparation d'un monocristal doit être affinée et ajustée pour chaque matériau. Nous envisageons les premières expériences systématiques sur les systèmes SCN-bornéol et SCN-vanilline avant la fin de l'année 2022.

Remerciements : les auteurs expriment leur gratitude au CNES pour son soutien dans le projet MISOL3D.

Session 2

Instabilité, Turbulence, convection Bénard -Marangoni 2.1 Convection thermoélectrique de Rayleigh-Bénard en microgravité
 E. Barry, C. Kang, H. Yoshikawa, O. Crumeyrolle, I. Mutabazi

Convection thermoélectrique de Rayleigh-Bénard en microgravité

Elhadj Barry¹, Changwoo Kang^{1,3}, Harunori Yoshikawa², Olivier Crumeyrolle¹ & Innocent Mutabazi¹ ¹Laboratoire Ondes et Milieux Complexes (LOMC), UMR 6294, CNRS-Université du Havre, Normandie Université, 53, rue de Prony, 76058 LE HAVRE Cedex, France

²Insitut de Physique de Nice, UMR 7010, CNRS-Université de Côte d'Azur, 06100 Nice, France ³ Department of Mechanical Engineering, Jeonbuk National University, Republic of Korea

Introduction

Le transfert thermique par convection naturelle en microgravité reste un enjeu scientifique à cause de la poussée d'Archimède très négligeable devant les forces dissipatives dans un fluide soumis à des gradients de température. Une des solutions de provoquer la convection thermique en microgravité est d'appliquer un champ électrique à un liquide diélectrique ou un champ magnétique à un ferrofluide. En effet, lorsqu'un champ électrique de haute fréquence agit sur un liquide diélectrique, il donne lieu à une force diélectrophorétique (force de Helholtz-Kortweig)¹ dont la composante non-conservative est analogue à une poussée d'Archimède² associée à une gravité électrique. De même lorsqu'un champ magnétique agit sur un ferrofluide, il induit une force magnétique de Kelvin³ dont la partie non-conservative est analogue à la poussée d'Archimède associée à une gravité magnétique⁴. Le projet INTEHLDI a été élaboré pour accompagner l'expérience GEOFLOW⁵ sur la convection thermoélectrique dans une couronne sphérique réalisée dans le module COLUMBUS de la station spatiale internationale de 2008 à 2016 et a pour but de mener des études théoriques de la convection thermoélectrique dans des configurations cylindriques et rectangulaires⁶.

Après avoir réalisé plusieurs études théoriques et numériques sur la convection thermoélectrique dans des anneaux cylindriques stationnaires ou en rotation avec ou sans gravité, nous avons engagé une nouvelle étude de la convection thermoélectrique dans des cavités rectangulaires en vue du contrôle du transfert thermique avec le champ électrique. La présente étude concerne la convection thermoélectrique de Rayleigh-Bénard dans une cavité rectangulaire. Elle a été réalisée au cours de la thèse de doctorat de E. Barry, cofinancée par le CNES et la Région Normandie.



Fig. 1: Fluide diélectrique entre deux plaques isothermes ($T_1 \neq T_2$) et soumises à une tension électrique de fréquence f i.e. $V(t) = \sqrt{2} V_0 sin(2\pi f t)$.

La convection thermoélectrique de Rayleigh-Bénard apparait dans un liquide diélectrique entre deux électrodes planes soumises à un gradient de température et à une force diélectrophorétique due à une tension électrique de haute fréquence appliquée entre les deux électrodes (Fig. 1). Elle a fait l'objet de quelques études⁷⁻⁸, mais aucune ne s'est penchée sur le calcul exhaustif du transfert thermique. L'étude a pour objectif de revisiter l'analyse stabilité linéaire (LSA) et de faire des simulations numériques 3D (DNS) pour calculer le coefficient du transfert thermique en fonction de la tension électrique appliquée.

¹ L.D.Landau & E.M. Lifshitz, *Electrodynamique des Milieux Continus*, Ed. MIR, 1990

² I. Mutabazi, *Fluid Dyn. Res.* **48**, 061413 (2016).

³ R.D. Rosensweig, Ferrohydrodynamics, Cambridge University Press, 1985

⁴ R. Tagg & P. D. Weidman, Z. Angew. Math. Phys. 58, 431 (2007).

⁵ B. Futterer, C. Egbersn N. Dahley, S. Koch & L. Jehring, Act. Astronaut. 66, 193-100 (2010)

⁶ P. H. Roberts, Q.J. Mech. Appl. Math. **22**, 211(1969).

⁷ P. J. Stiles, Chem. Phys. Lett. **179**, 311 (1991).

⁸ H. N. Yoshikawa, M. Tadie Fogaing, O. Crumeyrolle & I. Mutabazi, *Phys. Rev. E* 87, 043003(2013).

Les propriétés du fluide diélectrique sont : la masse volumique ρ , la viscosité cinématique ν , la diffusivité thermique κ , la permittivité électrique ϵ . On admet l'approximation de Boussinesq avec $\rho(T) = \rho_{ref}(1 - \alpha\theta)$, ϵ $(T) = \epsilon_{ref}(1 - e\theta)$ et $\theta = T - T_{ref}$. Les paramètres de contrôle du système sont : le nombre de Rayleigh électrique $L = \gamma_a g_e d^3 / \nu \kappa$, le nombre de Rayleigh $Ra = \gamma_a g d^3 / \nu \kappa$ et le nombre de Prandtl $Pr = \nu / \kappa$ avec la gravité électrique $g_e = \frac{\epsilon_1 e V_0^2 \gamma_e^3}{\alpha \rho_{ref} d^3} \left[ln \left(\frac{1 - \gamma_e / 2}{1 + \gamma_e / 2} \right) \right]^{-2}$ où $\gamma_a = \alpha \Delta T \ll 1$ et $\gamma_e = e \Delta T \ll 1$. Trois cas sont étudiés : i) microgravité (Ra = 0), ii) stratification thermique stable (Ra < 0) et iii) stratification thermique instable (0 < Ra < 1708)où $Ra_c = 1708$ est le seuil de la convection de Rayleigh-Bénard.

Résultats

La convection thermoélectrique apparaît sous forme de rouleaux de convection stationnaires, son seuil L_c et le nombre d'onde critique k_c sont indépendants du nombre de Prandtl et ils décroissent avec Ra en accord avec les résultats de Stiles [7]. La convection thermoélectrique est une bifurcation supercritique de l'état conductif.



Fig. 2 : Rouleaux de convection électrique en microgravité dans une huile diélectrique avec Pr = 65 : structures de vorticité (a, c) et isothermes (b, d) pour respectivement L = 2200 et L = 9000, e) Variation du nombre de Nusselt avec le nombre de Rayleigh électrique L'.

Au seuil, Les rouleaux de convection thermoélectrique sont inclinés (Fig. 2a-b) dans le plan (x, y). Lorsque l'on augmente le nombre de Rayleigh électrique, la dynamique de ces rouleaux évolue à travers l'apparition des défauts et des oscillations (Fig. 2 c,d). Le transfert thermique est déterminé par le nombre de Nusselt Nu qui est le rapport entre le flux thermique convectif et le flux conductif. Pour différentes conditions de stratification thermique, Nu augmente avec L, cependant cette augmentation reste modeste puisque Nu ne double qu'à peine lorsque l'on quadruple la valeur de L i.e. contrairement à ce qui passe dans la convection naturelle de Rayleigh-Bénard (Fig. 2-e). Les variations de Nu avec L et Ra peuvent être combinées en une courbe unique si l'on introduit le paramètre de contrôle $L' = \frac{\gamma_a g_{eff} d^3}{\nu\kappa}$ où $g_{eff} = 0.8024g_e + g sign(\gamma_a)$ est la gravité électrique effective modifiable par la variation de la tension appliquée aux électrodes.

Perspectives

La présente étude a permis de mieux appréhender la convection thermoélectrique de type Rayleigh-Bénard, d'analyser les effets de la stratification thermique stable ou instable et de calculer le coefficient de transfert thermique associé. L'étude offre des ouvertures pour des expériences en microgravité lors des prochaines campagnes de vols paraboliques afin de confirmer les résultats préliminaires obtenus lors de la campagne de 2018. 2.2 Convective heat transfer in a cylindrical annulus submitted to dielectrophoretic force under parabolic flight conditions : numerical study
 O. Crumeyrolle, S. Khelifa, P. Szabo, Ch. Egbers, I. Mutabazi

Convective heat transfer in a cylindrical annulus submitted to dielectrophoretic force under parabolic flight conditions: numerical study

Olivier Crumeyrolle¹, Sofiane Khelifa¹, Peter Szabo², Ch Egbers², I. Mutabazi¹

¹ Normandie Univ, UNIHAVRE, CNRS, LOMC, Le Havre, France ² Brandenburgische Technische Universität Cottbus-Senftenberg, LAS, Cottbus, Germany

Les échangeurs de chaleur sont des dispositifs courants dans les procédés industriels, les équipements du bâtiment, les avions, les voitures, etc. La convection forcée est souvent retenue comme solution pour contrôler et/ou fournir des garanties sur les performances atteintes. Cependant, l'utilisation de pompes, de ventilateurs ou d'autres éléments mobiles est à l'origine simultanément de points de défaillance et de besoins de maintenance. Ces aspects ne sont pas toujours souhaitables, et peuvent même être rédhibitoire dans applications spatiales, pour lesquelles les éléments mobiles sont évités autant que faire se peut. De plus, la convection naturelle est supprimée en microgravité. Cependant, lorsqu'une haute tension est appliquée à un fluide diélectrique, une polarisation inhomogène apparaît et donne naissance une force en volume, la force diélectrophorétique. Les modes d'écoulement convectif qui en résultent conduisent à un transfert de chaleur contrôlable sans parties mobiles. Nous étudions un dispositif présentant un espace annulaire en conditions de vol parabolique, avec un transfert de chaleur accru, mais un comportement compliqué probablement lié auxdites conditions de vol parabolique [1] [2] [3].

Ainsi nous étudions numériquement la convection créée dans un tel espace annulaire (fig. 1a), aligné sur l'axe Oz, rempli d'huile de silicone M5, soumis dans la direction radiale à une différence de température et une haute tension. Des simulations 3d instationnaires sont réalisées sous COMSOL, y compris en incluant les blocs de PMMA aux extrémités (fig 1 b), aussi bien pour l'aspect thermique qu'électrique. Le maillage présente volontairement aux cylindres extérieur et intérieur des résolutions, en éléments par unité de circonférence, aussi proches que possible (fig 1c). Ceci est à l'opposé d'un maillage régulier à résolution angulaire constante qui perdrait en résolution avec *r* croissant.



Figure 1 : a) géométrie théorique, b) demi-section, avec blocs, c) coupe diagonale du maillage. Pour b) et c) : $L = 6 \cdot (b-a) = 30 \text{ mm}$

Un accord qualitatif sur le motif de l'écoulement a déjà été rapporté [4] dans le plan (r, θ). Ici, nous étudions plus en détail le transfert de chaleur et le comportement de l'écoulement. Les posttraitements fournissent des nombres de Nusselt dépendant du temps. En raison des conditions de vol parabolique et du choix du fluide, un écoulement convectif monocellulaire entièrement développé existe et est simulé. Il agit comme la condition initiale axisymétrique, avant la manœuvre de l'avion (fig 2a). Celle-ci est décrite par une gravité dépendante du temps avec deux composantes : "verticale" et longitudinale, dans le repère de l'avion (fig 2b). La composante longitudinale, plus faible, était négligée dans nos précédents travaux. La manœuvre se traduit d'abord par une phase d'hyper-gravité, qui di-symétrise l'écoulement mono-cellulaire grâce à la gravité longitudinale, et renforce cet écoulement (fig 2c) ainsi que le transfert de chaleur convectif correspondant. Puis, la microgravité est atteinte et la haute tension est appliquée. Un motif d'écoulement en partie non axisymétrique se développe (fig 2d).



Figure 2 : a) T(x,z) avant manœuvre, b) gravité et tension au cours du temps, c) isotherme à t = 0 s, d) isotherme à t = 21 s. $L = 6 \cdot (b-a)$, tension appliquée $V_{out}^{\circ} = 10$ kV_p; écart $T_{in} - T_{out} = 10$ K.

L'effet des conditions aux limites est également étudié, en particulier le caractère polarisable des extrémités hautes et basses et leur contribution au transfert thermique. En effet les extrémités sont constituées de blocs de PMMA. De plus une partie des surfaces de ces blocs est régulée thermiquement. La part la plus active des blocs est donc incluse dans les simulations (fig 1 et 2). La comparaison avec une hypothétique expérience – en apesanteur stricte, avec un état initial purement conductif, dénuée de tous motif initial d'écoulement, et munie d'extrémités non polarisables et adiabatiques – montre que les conditions de vol parabolique et les blocs réduisent le transfert thermique maximal qui peut être atteint (fig 3).



Figure 3 : transfert thermique adimensionnel aux parois des cylindres. Traits pleins : conditions de vol parabolique; pointillés : expérience idéale (cf. texte) en apesanteur. Autres paramètres : cf. fig 2.

Les blocs n'agissent pas comme une garde thermique, ce qui suggère de développer des cellules expérimentales munis de blocs thermiquement plus isolant. Des résultats préliminaires suggèrent toutefois que la polarisabilité des blocs en elle-même est bénéfique. Enfin une prise en compte plus complète des blocs sera requise pour la comparaison des résultats expérimentaux existants en termes de transferts thermiques par rapport à ceux prédits par les simulations. En effet les mesures de températures des boucles fluides sont réalisées à l'aide de thermocouple placés en entrée/sortie des blocs seulement, la présence de la haute tension rendant l'emploi de sondes au-delà très difficile. L'intégralité des blocs – 40 mm d'épaisseur chacun – doit alors être prise en compte, avec les différentes traversées par les arrivées et départs de fluide et de haute tension.

- [1] Dahley, Futterer, Egbers, Crumeyrolle and Mutabazi, J. Phys.: Conf. Ser., 318, 082003 (2011).
- [2] Meier, Jongmanns, Meyer, Seelig, Egbers, Mutabazi, Microgravity Sci. Technol. 30, 699-712 (2018).
- [3] Meyer, Meier, Jongmanns, Seelig, Egbers, Mutabazi, Microgravity Sci. Technol. 31, 715–721 (2019).
- [4] Meyer, Crumeyrolle, Mutabazi, Meier, Jongmanns, et al., Microgravity Sci. Technol. 30, 653-662 (2018).

2.3 Convection thermo-EHD en cavité : comparaison numérique et expérimentale S. Siedel, A. Jawichian, L. Davoust
Convection thermo-EHD en cavité : comparaison numérique et expérimentale

Samuel Siedel, Alex Jawichian, Laurent Davoust

Univ. Grenoble Alpes, CNRS, Grenoble INP, SIMaP, F-38000 Grenoble, France

L'électrohydrodynamique (EHD) est considérée ici comme la capacité d'un champ électrique à engendrer de la quantité de mouvement au sein d'un fluide (homogène ou non). L'étude du couplage EHD/thermique se trouve être aussi bien un moyen d'étude qu'un objectif stratégique : un moyen d'étude car l'EHD doit permettre de moduler le rôle d'éventuelles forces de flottabilité d'origine thermogravitaire, essentiellement *via* le rotationnel de la force diélectrique, un objectif stratégique aussi car dans le cas précis des applications thermiques en microgravité, la convection d'origine électrique a le potentiel de pallier la faiblesse voire l'absence de la flottabilité thermogravitaire. Cependant, la géométrie ou la symétrie de nombreux systèmes thermo-EHD favorise un champ électrique uniforme qui oblige le plus souvent à faire émerger une instabilité pour un nombre de Rayleigh électrique suffisamment élevé quand l'objectif est d'intensifier la convection thermique. La présente étude se focalise sur l'intérêt de favoriser un champ électrique non uniforme dans un gradient de température afin de promouvoir une convection thermo-EHD stationnaire dans un fluide diélectrique, aussi bien en microgravité qu'en présence de forces d'Archimède.

Résultats

L'approche adoptée est numérique et expérimentale avec la construction d'un banc d'essai dans les conditions gravitaires du laboratoire. La géométrie de travail, présentée en Figure 1-a, est une cavité bidimensionnelle (ou pseudo-2D en cellule de Hele-Shaw pour le dispositif expérimental) contenant un liquide diélectrique confiné. La cavité possède deux ½-parois verticales à températures et potentiels électriques imposés, opposées mais en quinconce, les autres parois et ½-parois restantes étant considérées adiabatiques. La configuration thermique étudiée ici est finalement une modification du cas classique de la cavité dite différentiellement chauffée. Une tension AC imposée entre les deux ½ parois différentiellement chauffées permet d'imposer un champ électrique non-uniforme en plus d'un gradient de température (voir Figure 1-b). Le caractère non uniforme du champ électrique est obtenu d'une part par les électrodes non alignées, d'autre part, par le rayon de courbure r des arêtes à l'extrémité des électrodes (Fig. 1a).



Figure 1: (a) Paire de demi-électrodes, conditions limites thermiques et électriques, et (b) intensité du champ électrique (carte de couleurs) et champ de vecteurs de $(\vec{E}, \vec{\nabla})\vec{E}$ (rouge) et $\vec{\nabla}\theta$ (blanc).

La configuration ainsi choisie permet i) d'obtenir des régions où le terme $(\vec{E}.\vec{\nabla})\vec{E}$ a une valeur significative, et ii) de favoriser une non-colinéarité de ce terme avec le gradient thermique imposé (Fig. 1-b). En effet, le produit vectoriel de ces 2 termes correspond à un couple diélectrophorétique (DEP) qui représente une source contrôlable et permanente de vorticité dans la cavité. Des résultats de simulation numérique dans une telle configuration en microgravité ont été présentés aux derniers congrès du GdR. Afin de permettre une validation du modèle numérique, une installation expérimentale a été développée afin de pouvoir mettre en valeur, en conditions gravitaire de laboratoire, l'impact thermo-EHD sur la convection naturelle. Cette installation permet notamment de mesurer par PIV les écoulements dans la cellule d'essai. Pour illustrer une partie des résultats obtenus, la Figure 2 présente à gauche les lignes de courant et le champ de vitesse verticale adimensionnel obtenus à partir des résultats expérimentaux de PIV pour un nombre de Rayleigh de 2,1 * 10⁶ et un nombre de Roberts de 3,15 * 10⁵. On observe notamment la présence de deux vortex secondaires en plus d'un vortex principal sur toute la cellule d'essai. L'augmentation du champ électrique provoque une dissymétrie de ces vortex secondaires, ainsi qu'une augmentation des vitesses maximale dans les couches limites (voir Figure 2b). On observe aussi, ce qui valide les modèles numériques développés, une diminution des vitesses associées au vortex principal et une augmentation des vitesses associées aux vortex secondaires.



Figure 2: Résultats expérimentaux à fort champ électrique ($L = 3,15*10^{5}$) obtenus par PIV, lignes de courant et champ de vitesse verticale adimensionnelle (a), profils de vitesse verticale expérimentaux et simulés sur une coupe y=0,25 pour différents champs élec.

D'un point de vue des échanges thermiques, des intensifications de l'ordre de 8% peuvent être obtenus dans la configuration étudiée. Si cette augmentation reste modeste, ces résultats permettent de confirmer la possibilité de générer des écoulements stationnaires et stables d'origine électrique en microgravité.

Perspectives

Des résultats obtenus sont encore à analyser et à publier sur cette étude. D'autre part, l'influence de la géométrie des électrodes sera étudiée. A plus long terme, des expériences en microgravité (vols paraboliques) sont souhaitables afin d'isoler expérimentalement la thermoconvection d'origine électrique en conditions de champs non uniformes.

Références 2021-2022

- A. Jawichian, L. Davoust, and S. Siedel. *Dielectrophoretic influence on free convection in a differentially heated cavity.* Submitted to International Journal of Heat and Mass Transfer. In Review.
- A. Jawichian, L. Davoust, and S. Siedel. *Dielectrophoresis-driver jet impingement heat transfers in microgravity conditions*. Physics of Fluids, Vol. 33, Issue 7, p. 073609, 2021.
- S. Siedel, A.J. Jawichian and L. Davoust. Steady thermo-EHD contribution to natural convection. In 12th International Symposium on Electrohydrodynamics, Otaru, Japan, 2022.
- S. Siedel. Electrohydrodynamic enhancement of heat transfer in fluids. 3rd UGA-McMaster University Joint Workshop, Hamilton, ON, Canada, 2022.

2.4 Phase field modelling in liquid binary mixtures : isothermal and non- isothermal problems R. Borcia, I. Dan Borcia, M. Bestehorn, D. Sharma, S. Amiroudine

Phase field modelling in liquid binary mixtures: isothermal and nonisothermal problems.

Rodica Borcia,¹ Ion Dan Borcia,¹ Michael Bestehorn,¹ Deewakar Sharma,² and <u>Sakir Amiroudine²</u>

¹Brandenburgische Technische Universitat Cottbus–Senftenberg, Cottbus D–03044, Germany "

²Universite Bordeaux, I2M UMR Centre National de la Recherche Scientifique 5295, Talence F–33400, France

Based on the conservative phase field model developed by Lowengrub and Truskinovsky¹ for almost incompressible liquid binary mixtures, we propose an extended scheme for studying immiscible/miscible liquids. Below a critical temperature Tc, the liquids are immiscible with separating interfaces. Above Tc, the interfacial effects vanish and the liquids become perfectly miscible. The free energy density of the system depends not only on the phase field variable ϕ (which describes the system composition) but also on the reduced temperature r = (Tc - T)/Tc which measures the distance to the critical point described by Tc. The free energy suffers transformations through Tc in a way to permit a two–phase system in the subcritical (immiscible) regime and a mono phase in the supercritical (miscible) regime. Numerical simulations in two spatial dimensions have been performed for isothermal problems² (with r as control parameter) as well as for non–isothermal problems with the energy equation describing the temperature distribution. These simulations reveal the behavior of liquid mixtures and droplet coalescence placed in temperature gradients with temperatures continuously varying from T < Tc to T > Tc, problems that could be of large interest in phase transitions in micro– and nanofluidics.

Results for the non-isothermal case

We show here some results for the pair of liquids (1 cSt silicon-oil, density ρ_1 =880 kg/m³) and FC-72 perfluorohexane (ρ_2 = 1580 kg/m³) with a consolute temperature of around 42°C. We consider a liquid mixture (with ϕ - uniformly random-distributed ranging between -0.01 and 0.01) placed in a temperature gradient. Laterally the temperature is kept constant: T/Tc = 2. At the initial moment t = 0, the system is at rest and the temperature field presents a linear variation with the minimum T = 0 in the middle of horizontal x length (x=20 and x = 200, see Figures 1A-B (d)). In this way, we have simultaneously in the system both subcritical (T < Tc, r > 0) and supercritical regimes ($T \ge Tc, r \le 0$) with r continuously varying from r = 1 to r = -1. Figures 1A-B display two-dimensional density distributions and corresponding temperature fields (averaged in vertical direction) for two different sizes of the box: $0.041 \times 0.02 \text{ mm}^2$ and $0.4 \times 0.2 \text{ mm}^2$, respectively. Because the thermal diffusion time is proportional to the square of the box length, large systems have large thermal diffusion times and vice versa. Stronger capillarities (higher r parameters, r > 0) enhance the phase separation. In regions with temperatures T > Tc (r < 0), the capillarity effects vanish. In subcritical regimes, two processes are in competition: phase separation/coarsening (stronger in the zones with higher r) and thermal diffusion (see Figs. 1A-B). In Fig. 1A (for small system with small thermal diffusion time), in the central regions phase separation starts with phase fields of order 10⁻². The phase field reaches 0.4 in Fig. 1A(b) and decreases afterwards one order of magnitude from t = 460 to t = 2860 (see Fig. 1A(c)). This is due strong thermal diffusion which leads to a rapid increase of the temperatures above Tc (see Fig. 1A(d)). For T > Tc (r < 0), diffusion and mixing occur in the entire system. Instead for lower thermal diffusion in the system, Fig. 1B shows strong phase separations, phase fields varying from -1 and +1 and the densities $\rho/\rho 1$, correspondingly, from 2 and 1. Rounded droplets are observed in the middle regions and, later on, strong coarsening phenomena occur.



Figure 1: (1) Phase separation in temperature gradient for strong thermal diffusion in the system: (a) t = 0.5; (b) t = 460; (c) t = 2860. The corresponding temperature fields *Tm* (averaged in the vertical direction) are plotted in panel (d). The scaled time is 10^{-6} s and the scaled length 10^{-6} m. (2) Phase separation in temperature gradient for lower thermal diffusion in the system: (a) t = 1500; (b) t = 10000; (c) t = 25000. The corresponding temperature fields *Tm* (averaged in the vertical direction) are plotted in panel (d). The scaled time is 10^{-6} s and the scaled length 10^{-6} m.

Publications

J. Lowengrub and L. Truskinovsky, Quasi–incompressible Cahn–Hilliard fluids and topological transitions. Proc. R. Soc. Lond A 454, 2617 (1998).

M. Bestehorn, D. Sharma, R. Borcia, and S. Amiroudine, Faraday instability of binary miscible/immiscible fluids with phase field approach, Phys. Rev. Fluids 6, 064002 (2021).

2.5 Séparation des espèces dans une cavité parallélépipédique horizontale en convection forcée
 K. Sioud, A. Bergeon, P. Costesèque, M.-C. Charrier-Mojtabi, A. Mojtabi

Séparation des espèces dans une cavité parallélépipédique horizontale en convection forcée.

K. Sioud, A. Bergeon, P. Costesèque, M.-C. Charrier-Mojtabi et A. Mojtabi

Institut de Mécanique des Fluides de Toulouse, UMR CNRS INP/UPS 5502, Université de Toulouse,

Il existe plusieurs méthodes pour accroitre la séparation des espèces d'un mélange binaire.

Pour cela, nous avons étudié récemment, au niveau des articles [1], [2] et [3], la séparation des espèces d'un mélange binaire saturant un milieu poreux, soit dans une configuration classique i.e. colonne parallélépipédique verticale ou annulaire verticale (TGC), soit dans une colonne annulaire horizontale, colonne de mêmes dimensions géométriques que les TGC soit dans une couche annulaire sphérique. Si la quantité d'espèces séparées pour un même mélange binaire est 1,5 fois plus élevée dans la colonne annulaire horizontale que dans la colonne annulaire verticale, elle reste du même ordre de grandeur (1,5 fois) pour la couche sphérique comparée à celle obtenue en colonne parallélépipédique verticale. Si la configuration sphérique et la configuration cylindrique horizontale ont donné lieu à une séparation des espèces plus importante, le temps nécessaire pour atteindre l'état stationnaire est plus faible dans les colonnes verticales annulaire et parallélépipédique. Nous avons ensuite cherché comment conserver cette propriété des colonnes verticales et aussi éviter le temps de remplissage de la colonne après chaque prélèvement du constituant d'intérêt. Cette condition est d'une grande importance pour des applications industrielles qui se veulent rentables. Une publication sur cette thématique sera soumise prochainement à IJTS. Un séjour de deux membres de notre équipe de l' IMFT est prévu en début d'année 2023 à l'Université de Mondragon (équipe du Pr. Bou-Ali) pour mener les premières expériences sur cette technique permettant de combiner la convection forcée et la diffusion thermogravitationnelle en milieu fluide afin d'obtenir une séparation des espèces de façon continue.

Travaux en cours :

La séparation des espèces d'un mélange induite par la seule thermodiffusion pure est très faible. En présence de forces extérieures, il est possible d'améliorer notablement la séparation des espèces d'un mélange. Jusqu'à présent, la séparation des espèces obtenue dans les colonnes thermogravitationnelles verticales bien qu'améliorée, restait cependant limitée. En effet, la vitesse de l'écoulement convectif, induit au sein de la colonne verticale par le gradient de température, dépend de la différence de température ΔT maintenue entre les surfaces verticales de la colonne et de l'épaisseur e séparant ces deux surfaces. Pour une épaisseur e donnée, pour augmenter l'importance de la thermodiffusion, il convient d'augmenter l'écart de température ΔT imposé aux deux surfaces verticales. Il en résulte alors une augmentation de la vitesse de convection du fluide entraînant une diminution de la séparation des espèces. Pour une valeur de ΔT fixée, une séparation optimale est obtenue pour une épaisseur de colonne verticale inférieure au millimètre. Dans l'article [5], nous avons montré qu'il est possible d'augmenter de façon significative la séparation des espèces d'une solution binaire en microgravité. L'article [6] soumis aux Comptes Rendus de l'académie des sciences est une extension de cette contribution aux fluides multiconstituants en microgravité. En l'absence de convection naturelle, en microgravité la mise en mouvement du mélange est réalisée en utilisant la convection forcée. Cette opération est obtenue par un déplacement de translation uniforme des parois isothermes en vis à vis maintenues respectivement à Tc et Tf., avec ΔT = Tc -Tf. C'est cette procédure que l'on s'est proposée de mettre au point en présence du champ de la pesanteur. Nous avons vérifié qu'il est possible d'obtenir une séparation des espèces significative quel que soit le signe du coefficient de thermodiffusion D_T des fluides binaires et que cette procédure peut être étendue aux fluides multi-constituants. De plus, cette procédure peut être utilisée pour des épaisseurs de colonnes plus de dix fois de fois supérieures à l'épaisseur conduisant à la séparation optimale dans les colonnes verticales (TGC). En mélange binaire, si le coefficient de thermodiffusion

du constituant le plus lourd est positif, ce dernier migre, par thermodiffusion pure, vers la paroi froide, si en plus cette paroi froide est la paroi du bas, la couche de fluide obtenue est stable quelle que soit la différence de température imposée à la cavité et quelle que soit la hauteur de celle-ci. Si la paroi supérieure de la cavité est mise en mouvement de translation uniforme de vitesse Up et la paroi du bas avec la vitesse fUp, on montre, dans ces conditions, que l'optimum de séparation est obtenu pour f = -1. Il s'ensuit une accumulation du constituant le plus lourd du côté gauche de la cavité et du constituant le plus léger du côté droit de la cavité. Si par contre le coefficient de thermodiffusion du constituant le plus dense est négatif, ce dernier migre vers la paroi chaude et dans ces conditions il faudrait que la couche fluide soit chauffée par le bas, comme dans la configuration de Rayleigh-bénard, pour que ce constituant se dirige vers le bas de la couche. La couche fluide, en présence de convection forcée, n'est plus stable comme dans le cas où $D_T > 0$. Dans ce cas le déclenchement de la convection naturelle ne peut avoir lieu que pour des valeurs du nombre de Rayleigh supérieures au nombre de Rayleigh critique pour un fluide monoconstituant donc $Ra > Ra_c = 1708$.



Publications

1-Mojtabi A, Sioud K, Bergeon A, Charrier-Mojtabi M-C Numerical and Analytical Studies of Soret-Driven Convection Flow Inside an Annular Horizontal Porous. *Fluids*, 6,357, (2021).

2-Mojtabi A, Costeseque P, Charrier-Mojtabi M-C, Rees ADS, the bounding plates on species separation in a vertical thermogravitational column, *Physics*, *45* p.51-65 (2022)

3-Sioud K, Abdennadher A, Bergeon A, Kaddeche S, Charrier-Mojtabi M-C and Mojtabi A, Thermogravitational separation in porous vertical and horizontal cylindrical annular cells saturated by a binary mixture, *European Ph.J.E*,V.45 I.5 (2022)

4-Sioud K, Kaddeche S, Abdennadher A, Charrier-MojtabiM-C and Mojtabi A, Soret driven convection inside concentric porous spheres saturated by binary fluid: Comparison with parallelepipedic vertical column, *Transport In Porous Media* October (2022).

5-Mojtabi A, A new process for the determination of the Soret coefficient of a binary mixture under microgravity, International J. T. S., Vol. 146, 106204, (2020).

6-Mojtabi M, Charrier-Mojtabi M-C and Mojtabi A, On species separation in n-component mixture under microgravity, article soumis au CRAS, 2022

Remerciements : Les auteurs expriment leurs remerciements au CNES

2.6 FLUctuations in Non Equilibrium fluids eXperiment
 D.-E. Bouyou Bouyou, M. Chraga, P. Fruton, C. Giraudet, H. Bataller, F. Croccolo

FLUctuations in Non Equilibrium fluids eXperiment

Dan-Esli Bouyou Bouyou¹, Mohammed Chraga¹, Paul Fruton¹, Cédric Giraudet¹, Henri Bataller¹, <u>Fabrizio Croccolo¹</u>

¹Universite de Pau et des Pays de l'Adour, E2S UPPA, CNRS, TotalEnergies, LFCR UMR5150, Anglet, France

Le projet international Giant Fluctuations - NEUF-DIX vise à étudier les fluctuations de non équilibre en l'absence de la force de pesanteur qui limite les fluctuations de plus grande taille, normalement qualifiées de géantes. L'étude des fluctuations s'est faite historiquement avec des méthodes optiques et plus spécifiquement par shadowgraphie. Nous avons contribué au développement de cette technique avec la mise en place notamment d'un algorithme dynamique différentiel qui permet d'obtenir la fonction de structure des fluctuations en fonction du temps et pour chaque vecteur d'onde, en passant par un calcul sur les séries d'images enregistrées. Ce calcul demande des ressources informatiques de plus en plus conséquentes au fur et à mesure que le nombre des images et leur nombre de pixels augmentent, avec l'évolution technologique des caméras. C'est pour cela que le développement des logiciels pour effectuer ce calcul de plus en plus rapidement devient crucial pour l'applicabilité de la technique. Le projet Giant Fluctuations étant focalisé sur des systèmes liquides ternaires, le nombre des concentrations indépendantes est de deux. Il est donc nécessaire de passer à une version bi-chromatique de la shadowgraphie, ce qui n'était pas encore disponible au début du projet. Nous avons donc développé cette version à deux longueurs d'onde, en écrivant d'abord le cadre théorique pour analyser les fonctions de structure obtenus aux deux longueurs d'onde et remonter aux propriétés de transport d'intérêt. Puis nous avons équipeé un dispositif de shadowgraphie à deux longueurs d'onde. En tant que calibration et preuve de faisabilité de la méthode, nous avons d'abord étudié un mélange binaire en séparant le signal des fluctuations thermiques du signal des fluctuations de la concentration. Le projet Giant Fluctuations, qui devrait voir son premier vol sur l'ISS en 2025, a pour but d'investiguer plusieurs échantillons, représentatifs de différentes thématiques: 1) des mélanges ternaires incluant un polymère dilué ; 2) des mélanges ternaires à base de polymère proche de la transition vitreuse ; 3) les forces de type Casimir de nonéquilibre ; 4) la diffusion transitoire ; 5) des suspensions colloïdales très concentrées ; 6) l'agrégation des protéines biologiques. Notre implication dans ce projet est liée soit à la co-direction du projet, soit à la responsabilité directe de l'expérience 1). Néanmoins nous envisageons de faire plusieurs expériences sur terre en collaboration avec les équipes qui ont la responsabilité d'autres parties du projet. Ces activités sont aussi en relation à la Chaire Industrielle CO2ES portée par F. Croccolo, qui a débuté fin 2018 sur le thème du stockage du CO₂ dans les aquifères salins profondes.

Résultats



Figure 1 : Flux d'analyse du logiciel par intelligence artificiel. Pour chaque vecteur d'onde un graph de la fonction de structure est généré et comparé à des figures de différents modèles (à gauche). Un réseau de neurones choisi la meilleure fonction à utiliser pour l'ajustement qui est effectué dans l'étape suivante.

Nous avons développé un logiciel qui est capable de calculer la fonction de structure avec une nouvelle logique qui est plus performante aussi bien sur CPU que sur GPU, avec des accélérations de l'ordre de 10 dans tous le cas pratiques. De plus, nous avons développé un logiciel utilisant l'intelligence artificiel qui est capable de choisir de façon automatisé le modèle d'ajustement, chose qui était précédemment faite « à la main » par l'opérateur, avec une perte de temps et un certain degré de subjectivité. Cela nous permet aussi de rendre notre technique plus facile à utiliser pour une éventuelle introduction dans le marché qui pourrait se faire par le biais d'une start-up en phase d'étude.

Nous avons effectué des mesures de calibration de la technique bi-chromatique sur un échantillon de toluène/n-hexane soumis à un gradient thermique. Après avoir développé le cadre théorique nécessaire pour séparer les deux signaux, nous l'avons appliqué avec succès à ce système. Cela a nécessité de plus la mesure de facteurs de contrastes optiques du mélange. Un article est en cours de rédaction. Ces résultats constituent une étape fondamentale pour le projet Giant Fluctuations et son projet MAP TECHNES.



Figure 2 : (à gauche) Fonction de structure C(q,dt) des fluctuations de non équilibre dans un mélange de toluène/n-hexane soumis à un gradient thermique vertical en chauffant par le haut (stable). (en haut)
Amplitude S(q) de la fonction de structure en fonction du vecteur d'onde q pour les deux longueurs d'onde, (en bas) fonction de structure en fonction du temps de retard pour un seule vecteur d'onde et pour les deux longueurs d'onde de la lumière d'analyse. (à droite) Spectre du signale de fluctuations thermique et massiques obtenu par séparation à deux longueurs d'onde ou par ajustement à deux exponentiels.

Perspectives

En bref, les perspectives pour l'année prochaine sont surtout liées à la mise en place de la shadowgraphie à deux longueurs d'onde pour analyser un vrai système ternaire, d'abord un mélange incluant un polymère pour pouvoir comparer les résultats à ce qui peut être obtenu avec des méthodes monochromatiques, et après sur un mélange ternaire moléculaire, le vrai cas d'étude pour lequel nous ne pouvons pas obtenir de résultats autre qu'avec cette technique. D'autres mesures sur terre en préparation du vol sur l'ISS en 2025 sont à prévoir.

Publications

A. Vailati, *et al.*, Diffusion in liquid mixtures, submitted (2022)
L. García-Fernández, *et al.*, Eur. Phys. J. E 45, 52 (2022)
A.T. Ndjaka, *et al.*, Eur. Phys. J. E 45, 20 (2022)
M. Norouzisadeh, *et al.*, Eur. Phys. J. E 44, 146 (2021)

<u>Remerciements</u>: Les auteurs expriment leur gratitude au CNES pour son soutien financier ainsi qu'aux partenaires de la Chaire Industrielle CO2ES: E2S-UPPA, TOTAL, CNES et le BRGM. Nous remercions le Topical Team de DCMIX pour l'autorisation de communiquer ce travail. Loreto García-Fernández remercie aussi la Comunidad de Madrid et la Universidad Complutense de Madrid pour le financement du contrat postdoctoral Atracción de Talento Investigador, modalidad 2 (2019-T2/AMB-15912). 2.7 Coefficients Soret et de Diffusion des mélanges ternaires
 H. Bataller, A. T. Ndjaka, D.-E. Bouyou Bouyou, L. García-Fernández, F. Croccolo

Coefficients Soret et de Diffusion des mélanges ternaires

<u>Henri Bataller</u>¹, Ange Tatiana Ndjaka¹, Dan-Esli Bouyou Bouyou¹, Loreto García-Fernández², Fabrizio Croccolo¹

¹Universite de Pau et des Pays de l'Adour, E2S UPPA, CNRS, TotalEnergies, LFCR UMR5150, Anglet, France, ²Departmento de Estructura de la Materia, Física Térmica y Electrónica, Universidad Complutense de Madrid, Espagne

La diffusion et la thermodiffusion dans les fluides interviennent dans une grande variété de processus.¹ La plupart des fluides rencontrés dans la nature et dans l'industrie sont multiconstituants et/ou contiennent un nombre important de composés chimiques de masses moléculaires et de tailles différentes. De nos jours nous avons atteint une compréhension satisfaisante du comportement des mélanges binaires. Les difficultés expérimentales et théoriques augmentant considérablement avec le nombre de constituants, les systèmes ternaires sont l'étape suivante dans l'ordre croissant de la complexité : ils présentent déjà des caractéristiques des systèmes multiconstituants, telles que la diffusion croisée, les barrières à la diffusion ou la diffusion osmotique. Ils restent accessibles avec des expériences bien conçues étant donné que le nombre des coefficients de diffusion indépendants reste gérable, quoiqu'il passe de un à quatre par rapport aux mélanges binaires.² Les techniques optiques d'analyse se sont progressivement développées et imposées par rapport aux techniques d'échantillonnage et analyse compositionnelle externes. Elles permettent notamment une analyse insitu et un suivi des cinétiques de séparation ou de mélangeage.³ Elles reposent toutes sur l'idée qu'il y a deux variables de concentration indépendantes c_1 et c_2 . Des variations de concentration entraînent des variations de l'indice de réfraction du mélange qui peuvent être détectées par les techniques optiques sensibles aux variations de phase. La séparation des deux concentrations indépendantes nécessite donc deux détections à deux longueurs d'onde différentes, et lorsque la dispersibilité de l'indice de réfraction est suffisante. Réaliser des expériences de diffusion ou de thermodiffusion sousentend de placer les échantillons en conditions de non-équilibre, par l'application de gradients de concentration ou de température. Ces gradients peuvent entraîner des instabilités hydrodynamiques sur Terre qui produisent de la convection. Des expériences en conditions de microgravité permettent d'éliminer cet effet perturbatif pour la détermination des coefficients de transport.

Afin d'éliminer la convection et établir des données de référence fiables sur la thermodiffusion de mélanges ternaires, le projet Diffusion Coefficient Measurements in ternary mIXtures (DCMIX) de l'ESA, rejoint par Roscosmos, fut initié en 2009.⁴ La conception modulaire de l'instrument dédié au projet permet d'étudier 5 compositions ternaires et 1 composition binaire par mission. Jusqu'à présent, quatre campagnes expérimentales ont été menées à bord de l'ISS avec succès. La première de la série, DCMIX1, était dédiée à des mélanges d'hydrocarbures ternaires. Ce choix était motivé par le fait que les mélanges préalablement étudiés au sol donnaient des résultats contradictoires. La campagne suivante, DCMIX2, était dédiée aux mélanges ternaires de toluène/méthanol/cyclohexane, caractérisés par une séparation essentiellement instable au sol et une large zone de démixtion dans le diagramme des compositions. La troisième campagne était dédiée au système non idéal eau/éthanol/triéthylèneglycol. La dernière campagne, DCMIX4, s'est déroulée du 13 décembre 2018 au 4 mars 2019.⁵ 3 nouvelles compositions du mélange toluène/méthanol/cyclohexane, un nanofluide et une solution de polystyrène/toluène/cyclohexane composent les 5 cellules dédiées aux ternaires. Ce dernier mélange permet une meilleure séparation des valeurs propres de la matrice de diffusion. Le mélange binaire de référence était une solution de polystyrène dans du toluène. Nous avons eu la responsabilité des deux mélanges à base de polymère.

¹ S. Van Vaerenbergh et al., ESA, SP 1290 (2005) 202; F. Capuano et al., Phys. Chem. Chem. Phys., 13 (2011),

^{3319;} T. Takahashi et al., J. Alloys Compd., 545 (2012) 168; H. Tello Alonso et al., J. Food Eng., 109 (2011) 490.

² M. Bou-Ali et al., Eur. Phys. J. E, 38 (2015) 30.

³ M. Gebhardt et al., J. Chem Phys., 143 (2015) 164511

⁴ M. Braibanti et al., Eur. Phys. J. E, 42 (2019) 86.

⁵ A. Maildun et al., Eur. Phys. J. E, 42 (2019) 87.

Dans le cadre de ce projet CNES nous avons également contribué au développement de la shadowgraphie bichromatique comme technique optique d'analyse, notamment avec de l'équipement.

Résultats

De l'analyse des évolutions temporelles des profils verticaux de l'indice de réfraction obtenus dans le cadre de DCMIX4 par interférométrie bichromatique, nous avons estimé, en fonction de la température, l'évolution des valeurs propres de la matrice de diffusion du mélange polystyrène/toluène/cyclohexane et du coefficient de diffusion du mélange polystyrène/toluène.

En 2021 nous avions fait l'acquisition d'un réfractomètre multi-longueurs d'onde Abbemat MW de la société Anton Paar, spécialement adapté pour la mesure des indices de réfractions des liquides, à la pression atmosphérique et pour des températures allant de 10 jusqu'à 70 °C. L'appareil est équipé de sources lumineuses aux longueurs d'onde de 432.8, 488.3, 532.1, 589.3, 632.8 et 684.2 nm, couvrant toute la gamme des longueurs d'onde optiques dans le domaine du visible. Nous avons pu déterminer les facteurs de contrastes optiques du mélange ternaire polystyrène/toluène/cyclohexane et des binaires associés, à pression ambiante et aux températures de 20, 25, 30 et 35 °C.

Avec le dispositif de shadowgraphie bichromatique développé au laboratoire, et également dans le cadre de la thèse de Dan-Esli Bouyou Bouyou, nous avons réalisé des expériences sur les ternaires polystyrène/toluène/cyclohexane, polystyrène /toluène/hexane et les binaires associés. Les résultats sont en cours d'analyse.

Après avoir soutenu sa thèse, Ange Tatiana Ndjaka a été recrutée en tant que post-doctorante au laboratoire afin de poursuivre les études expérimentaux et numériques sur la diffusion multicomposantes de sels dans de l'eau, en lien avec la Chaire Industrielle CO2ES portée par F. Croccolo, sur le thème du stockage du CO₂ dans les aquifères salins profonds.

Perspectives

Avec les séparations optiques enregistrées dans le cadre de DCMIX4 et les facteurs de contrastes optiques du mélange ternaire polystyrène/toluène/cyclohexane mesurés, nous sommes en mesure de remonter maintenant aux coefficients Soret du mélange. Nous envisageons de procéder aux analyses des autres systèmes de la campagne DCMIX4.

Nous devons poursuivre les analyses des mesures faites par shadowgraphie bichromatiques des ternaires et binaires associés. Nous allons poursuivre nos études sur la diffusion multicomposantes de sels dans de l'eau.

Egalement, l'équipe du Pr. Werner Köhler de l'Université de Bayreuth a réalisé des expériences de thermodiffusion avec analyse par Optical Beam Deflection et Thermal Diffusion Forced Rayleigh Scattering à différentes longueurs d'onde sur le mélange ternaire de polystyrène/toluène/cyclohexane. Nous aimerions faire une étude comparative entre les mesures faites en microgravité et toutes les mesures faites au sol.

Publications

A. Vailati, *et al.*, Diffusion in liquid mixtures, submitted (2022).

L. García-Fernández, et al., Eur. Phys. J. E 45, 52 (2022)

A.T. Ndjaka, et al., Eur. Phys. J. E 45, 20 (2022)

M. Schraml, et al., Eur. Phys. J. E 44, 128 (2021)

<u>Remerciements</u>: Les auteurs expriment leur gratitude au CNES pour son soutien financier ainsi qu'aux partenaires de la Chaire Industrielle CO2ES: E2S-UPPA, TOTAL, CNES et le BRGM. Nous remercions le Topical Team de DCMIX pour l'autorisation de communiquer ce travail. Loreto García-Fernández remercie aussi la Comunidad de Madrid et la Universidad Complutense de Madrid pour le financement du contrat postdoctoral Atracción de Talento Investigador, modalidad 2 (2019-T2/AMB-15912). 2.8 Experimental study of dendrites developing with electrodeposition
 P. Eribol, S. M. Moussa, S. Gopalakrishnan, D. S. Venkatesan, A. Talbi, K. Ziegler, R. Narayanan,
 F. Zoueshtiagh

Experimental study of dendrites developing with electrodeposition

Pinar Eribol¹, Salah Mohand Moussa¹, Sarathy Gopalakrishnan², Diwakar Seyyanur Venkatesan³, Abdelkrim Talbi¹, Kirk Ziegler², Ranga Narayanan², Farzam Zoueshtiagh¹

¹ University of Lille, CNRS, UMR 8520 - IEMN, F-59000 Lille, France

² University of Florida, Department of Chemical Engineering, 32611, Gainesville, FL, USA

³ Engineering Mechanics Unit, JNCASR, Jakkur, Bangalore, 560064, India

Understanding pattern formation has been a subject of interest across various scientific disciplines for many decades. Of particular focus is the formation of dendrites that arise during electrolysis. During electrolysis, an electrochemical potential and concentration gradient is established near the anode and the cathode. On Earth, such a concentration gradient generates a convection-like flow that directly affects the electrodeposition and therefore the shape of the patterns developed. The effects of gravity on dendrite development were investigated by Huth et al.¹. In their study they showed that by changing the orientation of the experimental cell with respect to gravity, the shape of the patterns developed could be modified.

Here, we experimentally study the patterns that are observed to develop during electrodeposition on the cathode in the different cell configurations. In particular, we investigate the physical characteristics of the dendrites with respect to spacing between the electrodes and the orientation of the latter to the gravity. In this summary, we will present the results from the experimental bench. These results, being analyzed, clearly demonstrate the influence of gravity on the wavelengths of the patterns developed but also on their growth rate.

Results of the experiments

Electrolysis is performed using circuits printed on polished glass wafers with different electrode spacings and placed in an electrolyte bath. The circuit/bath system is designed in such a way that it can be positioned either horizontally or vertically (Figure 1).



Figure 1. The experimental set-ups for horizontal (a) and vertical (b) configurations.

The images are processed with Python code to extract the data. The data subtracted from the images are deposition growth rate and wavelength. The image analyzed through Python code is given in Figure 2 and the results are shown in Figure 3.

¹ Huth, Swinney & McCormick, PRE 51, 1995.

Original Image



ĨĴĨŸĨŧĨĨĸĸĨĨŦŶſŧĬĨĸŊŧŧĸĸĸĸĸŧŨĸĸŊĨĬĸŊŧĸĨĨĊŧĨĊŧĨĊŧĨĊŧſĊŧĸŢĸĸĸĸŧĸŧĊŧĬĿſĿĸĸĸĸĸĸĸĸŧĸŔŧĸŔĬĸĸĸĨĸĸŧĸĸŧĨĸĸŧĸĸŧĨĸĸŧĸĸŧŢĊĸĸŧŧĨĸſĬĊŧĨĬĬŔŧĨĬĬĬ





Figure 3. Dendrite growth (a) and wavelength obtained using Pyton code.

The gap between the electrodes plays an important role in the formation of dendrites. With smaller spacings, the growth rate of the dendrites increases and the wavelength decreases which gives us denser dendrites (Figure 4).



Figure. 4. Effect of electrode spacing on the developed patterns. ΔV =1.5V. Electrode spacing of (a) 100 μ m, (b) 250 μ m, (c)500 μ m.

In addition, in the vertical plane, the position of the cathode relative to the anode influences the growth rate and the morphology of the dendrites. From the experiments, when the cathode is above the anode, i.e. when the formation of dendrites is with the orientation of gravity, the growth rate is greater than that with the opposite position. As in the position where the growth is opposite the orientation of gravity, the dendrites collapse once the saturation point is reached, the wavelengths are seen to decrease over time. But in the area where the anode and the cathode are oriented at 90°, the dendrites undergo the effect of gravity and cause the wavelengths to be stretched.

Perspectives

The effect of the gravity on the electrodeposition is studied for annular geometries and will be continued to be investigated for different parameters such as viscosity of the solution. Next, the effect of the gravity on the straight geometries will be studied in terms of dendrite growth rates and wavelengths. An article based on the work is also being prepared.

- 2.9 Vols des papillons Greta oto et Dryas iulia en gravité augmentée : résultats préliminaires à l'expérience PHOeBUS
 A. Gayout, Y. Xue, A. Bouaouda, M. Boutayed, R. Pannequin, F. Charpillet, D. Martinez, V. Debat,
 - V. Llaurens, H. Liu, R. Volk, N. Plihon, M. Bourgoin

Vols des papillons *Greta oto* et *Dryas iulia* en gravité augmentée : résultats préliminaires à l'expérience PHOeBUS

A. Gayout¹, Y. Xue², A. Bouaouda^{3,4}, M. Boutayed³, R. Pannequin³, F. Charpillet⁴, D. Martinez⁴, V. Debat⁵, V. Llaurens⁵, H. Liu², R. Volk¹, N. Plihon¹, M. Bourgoin¹

¹ Laboratoire de Physique, CNRS, ENS de Lyon, ² Chiba University, Chiba, Japan,
 ³ CRAN, CNRS, Univ. Lorraine, Nancy, ⁴ LORIA, CNRS, Inria, Univ. Lorraine, Nancy,
 ⁵ ISYEB, CNRS, MNHN, Paris

Le projet PHOeBUS s'intéresse à l'interaction triple entre le battement d'aile, la portance et les vortex générés dans le vol des papillons. L'approche retenue dans ce projet est de jouer sur la portance nécessaire au papillon pour se déplacer, en le plaçant en conditions de gravité altérée et d'observer les adaptations de son mouvement de battement d'aile. Une fois les cinématiques de vol reconstituées, elles sont implémentées dans un simulateur numérique développé à l'Université de Chiba (Japon) afin de reconstruire l'écoulement de l'air alors généré par le battement d'aile.

En cette deuxième année du projet, nous avons réalisé une série d'expériences sur table tournante en hypergravité avec deux espèces de papillons, *Greta oto* et *Dryas iulia*. Le vol spontané des papillons des deux espèces a été enregistré pour 4 niveaux de gravité différents dont la gravité terrestre comme expérience de contrôle. Dans ce résumé, nous allons présenter les résultats préliminaires obtenus après traitement des vidéos de vol et les premières simulations réalisées à l'Université de Chiba suite à un séjour financé par la JSPS.



Figure 1: a) Dryas iulia. (Wikipedia) b) Greta oto. c) Dispositif expérimental sur la table tournante

Résultats

Suite au choix des espèces motivé l'année précédente, l'espèce *Dryas iulia* (Fig. 1a) avait été retenue pour son activité et sa capacité à voler en milieu confiné et avec elle, une seconde espèce, *Greta oto* (Fig. 1b), a été utilisée cette année. Cette seconde espèce avait été également sélectionnée mais une difficulté d'approvisionnement l'an dernier, désormais résolue, n'avait pas permis son test. Ces 2 espèces ont été filmées en vol dans le dispositif expérimental présenté en Fig. 1c, par 4 caméras Flare M360 IOI à 300 fps pour une gravité variant de 1g à 1.25g. Aucun vol n'a été observé au-delà de 1.30g, toutes espèces confondues, parmi les 7 testées lors de la campagne d'expérience.

En utilisant la toolbox Matlab DLTdv8¹, les trajectoires de vol ont été reconstituées en 3D pour *G. oto* sur 3 vidéos et *D. iulia* sur 2 vidéos pour le moment. Les cinématiques de vol, déterminées par la fréquence de battement d'aile et trois angles principaux (*body angle, stroke plane angle,* et *feathering angle*)² ont pu être obtenues intégralement pour les vidéos de *G. oto*, les autres vidéos étant encore en cours de traitement. La trajectoire reconstituée sur 0.3 s de Greta oto est présentée Fig. 2a. Elle correspond à un battement d'aile de fréquence 10.5 Hz. Comparativement, toujours en 1g, Dryas iulia présente une fréquence de 13.9 Hz, cohérente avec les données observées dans la littérature³.

A partir des cinématiques obtenues, de premières simulations ont pu être réalisées à l'université de Chiba durant l'été. Pour le moment, seule la simulation en gravité normale pour *G. oto* a conclu, les autres gravités étant encore en cours de calculs. La structure des vortex (Fig. 2b) a ainsi pu être

¹ T. L. Hedrick, Bioinsp. & Biomim., 2008

² Y.-J. Lin *et al.*, Roy. Soc. Open Sci., 2021

³ R. Dudley, J. Exp. Biol., 1990

reconstituée au cours d'un battement d'aile avec une estimation de la génération de portance à 87% du poids du papillon en moyenne.

Cette valeur a été estimée comme acceptable par nos collaborateurs à l'université de Chiba, comptetenu des approximations faites lors de la simulation sur le mouvement du battement ainsi que sur la géométrie du papillon.

Les premières comparaisons de fréquence de battement d'aile en augmentant la gravité sont différentes selon les deux espèces. En particulier, *G. oto* présente un ralentissement de sa fréquence à 9.5 Hz lorsque la gravité dépasse 1.15g tandis que *D. iulia* semble augmenter sa fréquence de battement à 15 Hz pour les mêmes gravités. Ces résultats sont pour le moment préliminaires, étant donné que seules quelques vidéos ont pu déjà être traitées et même si la vitesse moyenne des papillons est comparable autour d'1 m/s pour les différentes gravités, il est possible que divers paramètres rentrent en compte dans ces observations comme l'individu filmé ou encore sa trajectoire globale.



Figure 2: Résultats en 1g pour *G. oto* : a) Trajectoire reconstituée à partir de la vidéo. b) Modèle numérique et simulation des structures tourbillonnaires lors d'un battement d'aile.

Perspectives

Ces premiers résultats sont très encourageants, d'une part car ils montrent la faisabilité de l'étude envisagée grâce à l'identification d'espèces adaptées au vol confiné et d'autre part car nous avons démontré la capacité de ces espèces à adapter leur comportement en vol lorsqu'elles sont placées en conditions de gravité altérée. Avant la programmation de la campagne de vol parabolique, il s'agit à présent de répéter les expériences en table tournante en variant de manière systématique la gravité effective et en explorant la variabilité du comportement entre spécimens d'une même espèce. Ceci permettra de clarifier la question de la dépendance à l'espèce ou à l'individu de l'adaptation observée, ce qui présente un intérêt tant du point de vue entomologique que du point de vue pratique en prévision des populations à sélectionnées pour les expériences en vol parabolique. En parallèle nous allons poursuivre l'étude numérique initiée avec le groupe de l'Université de Chiba, afin d'explorer finement le lien entre la modification du profil de battement et la génération de portance/poussée aérodynamiques observé en gravité augmentée.

Enfin, les expériences en table tournante ont non seulement apporté la preuve de concept de l'étude envisagée, mais elles ont également permis de valider des éléments importants en vue des expériences en vol parabolique et d'envisager certaines améliorations. Les éléments validés concernent notamment le choix des espèces et la géométrie de l'enceinte de vol (nous conserverons une enceinte icosaédrique, mais dans un matériau plus léger, donc plus adapté aux vols paraboliques), le montage optique (caméras, éclairage), la méthode de calibration pour le suivi 3D ainsi que les outils d'analyse permettant de reconstruire la trajectoire 3D des papillons et leur motif de battement. Un point à améliorer concerne la cadence d'acquisition des caméras qui devra être augmentée (aux alentours de 1kHz) afin d'obtenir une reconstruction du battement d'aile mieux résolue. Ceci requiert un investissement en matière d'équipement.

<u>Remerciements</u>: Les auteurs remercient le CNES et la JSPS pour le soutien financier et le laboratoire de Physique de l'ENS de Lyon pour avoir mis à disposition la table tournante pour les premiers essais en hypergravité.

2.10 Expériences et simulations numériques de streaming acoustique **G. Michel**, T. Vernier, C. Gissinger, R. Mushthaq, G. Chini

Expériences et simulations numériques de streaming acoustique

Guillaume Michel¹, Thibaud Vernier¹, Christophe Gissinger², Remil Mushthaq³, Gregory Chini³

¹ Sorbonne Université, Institut Jean le Rond d'Alembert, Paris, France

- ²Laboratoire de Physique de l'Ecole Normale Supérieure, Paris, France
- ³ Department of Mechanical Engineering, University of New Hamshire, Durham, NH 03824, USA

Une onde acoustique suffisamment intense peut dans certains cas entraîner, en plus d'une oscillation périodique des particules de fluide, un écoulement moyen appelé « écoulement rectifié » ou « écoulement de streaming ». Cet effet non linéaire a été compris par Rayleigh à la fin du 19^e siècle et est depuis exploité en microfluidique pour accélérer des réactions chimiques ou mélanger des composants dans des microcanaux. Il y a maintenant dix ans, l'optimisation par des industriels du rendement des lampes à décharges a mis en évidence un nouveau type de streaming : lorsque la température du milieu est inhomogène, les écoulements de streaming acoustiques sont bien plus rapides que ceux prédits par Rayleigh. On comprend maintenant cet effet comme la conséquence du fait qu'une onde acoustique en milieu stratifié acquiert une vorticité non nulle (même en l'absence de viscosité). L'objectif de cette étude est de déterminer à quel point ces écoulements de streaming acoustique.

Résultats expérimentaux

Un premier dispositif expérimental a été étudié pour vérifier que le refroidissement induit par des ondes acoustiques est notable et peut être mesuré précisément. Il est schématisé Fig. 1 gauche et consiste en une cavité remplie d'air, chauffée avec un puissance constante \mathcal{P}_{ac} au niveau de la paroi supérieure et refroidie au niveau de la paroi inférieure par une circulation d'eau. La différence de températures entre ces parois, notée $T_h - T_c$ et reportée Fig. 1 droite, chute lorsque qu'un haut parleur émet du son à une fréquence $f \simeq 1.8 \text{ kHz}$ correspondant à la première résonance acoustique de cette cavité. La suite de l'étude, non détaillée ici, consiste à préciser comment cette chute de température varie en fonction de la puissance acoustique et de la stratification initiale du milieu. Bien qu'un accord qualitatif avec les modèles théoriques est observé, la valeur exacte de ce refroidissement ne correspond quantitativement, probablement car le modèle théorique néglige l'éffet de la gravité (qui agit comme une force de rappel).



Fig. 1 : (gauche) dispositif expérimental pour l'étude de l'effet d'une onde acoustique sur un transfert thermique. (droite) différence de température mesurée en fonction de la fréquence du haut-parleur.

Une nouvelle version de cette expérience est en conception avec l'équipe technique de l'IJLRDA pour compléter ces résultats. Les améliorations principales sont :

- l'utilisation, à la place des deux thermocouples, de capteurs de flux thermiques permettant de mesurer directement les transferts thermiques

- l'utilisation, à la place du haut parleur, d'une paroi vibrante mise en mouvement par un pot vibrant restant à distance, permettant de s'affranchir du chauffage localisé à ce niveau

- la possibilité de conduire cette expérience en zéro-g de sorte à quantifier l'effet de la gravité sur l'écoulement de streaming généré.

Études théorique et numérique complémentaires

En parallèle, une méthode numérique est développée pour prédire ces écoulements de streaming. La difficulté consiste à capturer le couplage entre les ondes acoustiques et l'écoulement moyen, qui évoluent sur des échelles de temps très différentes : l'onde acoustique force l'écoulement de streaming, qui en retour advecte les inhomogénéités de température et modifie les caractéristiques de l'onde acoustique (amplitude, fréquence et géométrie du mode propre).

Pour s'affranchir d'une simulation numérique directe des équations de Navier-Stokes compressibles avec pour pas de temps une fraction de la période acoustique, option très coûteuse en temps de calcul, une analyse mathématique a été menée avec la méthode des échelles multiples pour séparer formellement les différentes échelles de temps du problème. Un pas de temps bien plus élevé peut alors être utilisé, au prix d'un calcul à chaque pas de temps des caractéristiques des ondes acoustiques via un calcul de modes propres. Plusieurs méthodes sont actuellement comparées pour ce problème aux valeurs propres pour obtenir un algorithme efficace et rapide, notamment la mise en place d'une minimisation optimisée du coefficient de Rayleigh Ritz. Une fois cet outil numérique fonctionnel, il sera utilisé pour déterminer les paramètres les plus efficaces pour refroidir un objet avec du son, notamment ceux difficiles à varier expérimentalement, comme le rapport d'aspect de la cavité (rapport hauteur sur longueur).

La figure 2 rapporte des résultats préliminaires mettant en évidence les premières étapes de la dynamique : à partir d'un champ de température stratifié suivant la direction verticale (état initial, pas d'onde acoustique), une onde acoustique est ajoutée et force deux rouleaux. La suite consiste en une transition vers un régime turbulent que nous cherchons à caractériser.



Fig. 2 : champ de température (gauche) à l'instant initial et (droite) quelques instants après l'onde acoustique en place.

References

- Deeben T. D., Chini G. P., Two-dimensional streaming flows in high-intensity discharge lamps, Phys. Fluids 23 (2011), 056101
- Lin Y, Farouk B., Heat transfer in a rectangular chamber with differentially heated horizontal walls: Effects of a vibrating sidewall, Intl. J. Heat Mass Transfer 51 (2008), 5289
- Michel G, Chini G, Strong wave-mean-flow coupling in baroclinic acoustic streaming, J. Fluid Mech. 858 (2019), 536–564
- Michel G., Gissinger C., Cooling by Baroclinic Acoustic Streaming, Phys. Rev. Applied 16, L051003 (2021)

<u>Remerciements :</u> Ces expériences sont financées en partie par les subventions du CNES

2.11 Fluctuations de température engendrées par un écoulement turbulent G. Prabhudesai, S. Perrard, F. Pétrélis, S. Fauve

Fluctuations de température engendrées par un écoulement turbulent

Gaurav Prabhudesai¹, Stéphane Perrard¹, François Pétélis¹, Stéphan Fauve¹ ¹ Laboratoire de physique de l'ENS, PSL, Sorbonne Université, Université Paris-Cité, CNRS

Les fluctuations de température qui résultent du transport par l'écoulement d'un gradient de température imposé (problème du scalaire passif) ont fait l'objet de nombreuses études expérimentales et théoriques. Par contre, il ne semble pas que les fluctuations de température engendrées spontanément en l'absence de gradient imposé aient été mesurées. Quelques simulations numériques ont été effectuées en prenant en compte dans l'équation d'advection diffusion pour un écoulement incompressible, la chaleur engendrée par la dissipation visqueuse. Nous avons montré que même à nombre de Mach faible, cette modélisation n'est pas pertinente lorsque le nombre de Reynolds devient notable et donc l'écoulement turbulent. En effet, il n'est pas possible de négliger l'effet des fluctuations de pression sur la température, et en particulier le refroidissement adiabatique qui résulte de la chute de pression au cœur des filaments de vorticité qui sont engendrés de façon intermittente par l'écoulement turbulent.

Resultats

Un écoulement tourbillonnaire turbulent de von Karman est engendré dans un cylindre maintenu à température constante par une circulation d'eau. L'air à l'intérieur du cylindre est mis en mouvement par deux disques co-axiaux munis de 4 pales, tournant en contra-rotation à une vitesse angulaire comprise entre 0 et 2000 tours par minute. A rotation maximale, la puissance dissipée par unité de masse atteint 500 m² s⁻³, d'où une échelle de Kolmogorov d'environ 50 µm. L'échelle de Taylor est d'environ 1 mm et le nombre de Reynolds basé sur l'échelle de Taylor est R_{λ} ~ 100. Des mesures de vitesses à l'aide de fils chauds, de pression à l'aide d'un capteur piézo-capacitif et de température à l'aide d'un fil froid sont effectuées dans le plan médian entre les deux disques.



Figure 1 : Schéma du dispositif expérimental.

La figure 2 (gauche) représente les fluctuations de température en fonction du temps. Il apparait clairement des événements rares correspondant à une chute de température qui peut être plus importante que l'écart-type des fluctuations. Si les fluctuations de température étaient principalement dues à la dissipation visqueuse, on s'attendrait au contraire à observer des maxima de température associés à l'intermittence de la dissipation. La similarité entre le signal de température et celui de pression nous conduit à nous intéresser à la densité de probabilité bidimensionnelle pression-température représentée sur la figure 2 (droite). Celle-ci montre une corrélation entre fluctuations de pression et de température. La température T_m(p) qui maximise la probabilité conditionnelle de T quand p, est une droite de pente 0.84 mK/Pa (représentée en pointillés sur la figure 2), valeur qui correspond au refroidissement adiabatique dans l'air. L'interprétation du signal de température observé est donc la suivante : l'écoulement turbulent engendre de façon intermittente des filaments de vorticité au cœur desquels la pression est minimale en raison de la force centrifuge. Il en résulte un refroidissement adiabatique du cœur des filaments de vorticité qui est mesuré sur le signal de température.



Figure 2 : (Gauche) Fluctuations de température en fonction du temps. (Droite) densité de probabilité pression-température

Perspectives

Un écoulement turbulent présente des fluctuations de température spontanées qui impliquent des chutes de température associées aux filaments de vorticité. Cet effet compressible ne peut être négligé même à faible nombre de Mach (4 10⁻³ pour notre expérience) lorsque le nombre de Reynolds devient notable. Ceci doit être pris en compte lorsque l'on étudie des phénomènes qui dépendent de la température tels que la propagation d'une onde acoustique ou électromagnétique dans un écoulement turbulent ou la nucléation de gouttes liquides dans un écoulement turbulent de vapeur d'eau par exemple.

Publication

G. Prabhudesai et al., "Experimental observation of spontaneous temperature fluctuations in turbulent flows", soumis à Phys. Rev. Letters (2022)

Session 3

Combustion, Milieux réactifs

3.1 Hydrothermal flames at microscale, first observations for DECLIC SCWO study D. Sharma, A. Erriguible, Y. Garrabos, C. Lecoutre, O. Nguyen, F. Palencia, **S. Marre**

Hydrothermal flames at microscale, first observations for DECLIC SCWO study

Deewakar Sharma¹, Arnaud Erriguible^{1,2}, Yves Garrabos¹, Carole Lecoutre¹, Olivier Nguyen¹, Fabien Palencia¹, Samuel Marre¹

¹ Univ. Bordeaux, CNRS, Bordeaux INP, ICMCB, UMR 5026, F-33600 Pessac, France

2 Univ. Bordeaux, CNRS, Bordeaux INP, I2M, UMR 5295, F-33600 Pessac, France

With ever growing space activities and deep space missions involving humans expected in coming years, there is a need to develop technologies for sustaining life aboard these space human missions. One such essential technology is means to treat human/organic waste for which using supercritical water oxidation (SCWO) using hydrothermal flames was proposed in this project. The initial objective has been to demonstrate the feasibility of such process at microscale, the requirement favored by size and weight and space constraints in space missions.

The work is done at ICMCB with the support of the CNES postdoc Deewakar Sharma. An experimental setup, for the study of hydrothermal flames during SCWO process, was built around the use of microreactors. The design of these latter has first been incorporated in in-house CFD code, NOTUS, along with a combustion model. The work then has focused on performing experiments under real conditions and assist their understanding via modeling/simulations.

Initial tests have used semi-transparent silicon-pyrex system to check for mixing between ethanol and oxidizer stream along with ensuring H_2O_2 decomposes well into water and oxygen. Subsequently, experiments were performed using sapphire based reactors, fully transparent. The numerical modeling approach was used to comprehend the observations, primarily to identify the conditions for simple oxidation reaction and hydrothermal flame.

Results



Fig. 1: 2 phase flow in pure water

In order to capture oxidation/flame, one of the key conditions is to ensure that fluid temperature reaches supercritical temperature. While this is not straightforward in the current setup, an intuitive approach was adopted to estimate the safe input temperature conditions to attain that temperature for wide range of flow rates. Knowing the saturated temperature of water at a given pressure, change of phase for a given input temperature ensured that at least saturated temperature has been achieved. This is illustrated for one case in Fig. 1 for P = 180 & 220 bar. The observation can be explained as follows: at low flow rates, the fluid gets sufficient time to heat up to the desired saturation temperature and thus, undergoes a phase change (becomes vapor) while at high flow rate, it enters the main channel as a superheated liquid resulting in the observed interface between the two phases.

Subsequently, experiments

with real conditions (water + ethanol and water + hydrogen peroxide) were carried out to observe the formation of flame, if any. Through visual observations, thin blue regions (Fig. 2) in the mixing region were observed. It is known that the ethanol burns with blue flame due to excited CO_2 formed as a product. The experiments were thus able to successfully



demonstrate capturing the oxidation reaction. However, Fig. 2: Thin blue regions corresponding to oxidation of EtOH the question worth pondering is whether it was a simple oxidation reaction or formation of flame. This

can be explained via modeling approach as shown in Fig 3. It can be seen that at inlet temperature 350 C (\sim as in experiments), the formation of products (CO₂) leads to very small increase in temperature while injecting at \sim 400 C results in a significant temperature increase (\sim 200C). Thus, the latter case



corresponds to flame ignition (further justified by sudden change in heat release rate in the domain as shown in Fig. 3) while former, the as in observed experiments can he categorized as the oxidation reaction. In order to gain a rough

estimate of conditions favoring ignition, a machine learning based approach was sought and various classification models were fitted to predict the same.

Perspectives

The future perspective and challenges to attain the formation of flame at microscale are presented herein. While the current work suggests that realization of such a process is quite within the reach in the current framework, however a more scientific approach, rather than heuristic can aid in attaining the goals more efficiently. The key challenge herein lies to ensure that temperature of the fluid reaches the supercritical conditions once it enters the main reaction channel. One of the simplest means could be to increase the temperature at the heating element which would require to ensure that the microreactor can sustain even harsher temperature conditions. Alternatively, minimizing the heat loss due to convection is of utmost importance. This can be addressed by creating a small chamber to encompass the microreactor or a small window to cover microreactor part exposed to camera. However, while doing so it must be kept in mind not to create temperature gradient across bottom and top surface which could mechanically be unfavorable for the chip. Another approach that could be helpful, at least for experiments on ground, is to preheat the fluids streams before they enter the reactor. This can be achieved by implementing a hot compression part heated at 400-450° C, which was recently developed by ensuring sealing with gold O-rings instead of polymeric ones. This would permit to easily control the heat loss in the reaction zone and provide more flexibility in controlling the inlet temperature. Lastly, the current work was carried out in 2D based reactor system. As a future perspective, it could be interesting to extend this to a 3D microreactor wherein the key challenge lies in etching the same sapphire chip with different depths and aligning them thereafter.

Publications

D. Sharma, A. Erriguible, O. Nguyen, C. Lecoutre, Y. Garrabos1, U. Hegde, M. Hicks, S. Marre. A preliminary investigation of microreactor designs for supercritical water oxidation using hydrothermal flames for space applications. ISSF, Montreal, May 15-18, 2022.

In preparation:

D. Sharma, A. Erriguible, O. Nguyen, C. Lecoutre, Y. Garrabos, S. Marre, Hydrothermal flames at microscale

D. Sharma, A. Erriguible, O. Nguyen, C. Lecoutre, Y. Garrabos, S. Marre, Effect of gravity on SCWO/hydrothermal flames

D. Sharma, A. Erriguible, O. Nguyen, C. Lecoutre, Y. Garrabos, S. Marre, Predicting ignition conditions for hydrothermal flames using machine learning

3.2 A pyrolysis model for low-density polyethylene blended with ammonium polyphosphate and pentaerythritol
A. Coimbra, J.-L. Consalvi, J. Sarazin, S. Bourbigot, J.-M. Citerne, G. Legros

A pyrolysis model for low-density polyethylene blended with ammonium polyphosphate and pentaerythritol

Alain Coimbra¹, Jean-Louis Consalvi¹, Johan Sarazin², Serge Bourbigot², Jean-Marie Citerne³, Guillaume Legros⁴

 ¹ Aix-Marseille Université – IUSTI | UMR CNRS 7343 – Marseille, France
 ² Université de Lille, CNRS, INRAE, Centrale Lille, UMR 8207 – Unité Matériaux et Transformations, F-59000, Lille, France
 ³ Sorbonne Université – CNRS, UMR 7190 – Paris, France
 ⁴ INSIS/CNRS, 1C av. de la Recherche Scientifique, 45071 Orléans cedex 2, France

This work results from a collaboration between Aix-Marseille University, Lille University, Sorbonne University, and ISIS CNRS. The objective of this work is to develop a pyrolysis model for the low-density polyethylene (LDPE) with a condensed-phase-active intumescent flame retardant, i.e. ammonium polyphosphate (APP) mixed with pentaerythritol (PER) with ratio 3:1 (wt/wt). This step constitutes the basis to develop a flame spread model to interpret the experiments performed in DIAMONDS on the effects of fire retardant on the flammability properties of polymers at normal and reduced gravity [1]. The first step in the development of the pyrolysis model was the construction of a semi-global reaction mechanism from TGA analysis. This step was complexified by the fact that APP and PER interact during the decomposition as illustrated in Fig.1 that shows a comparison between the experimental time-evolutions of the mass (diagram a) and mass loss rate (diagram b) during TGA experiments and predictions by a model that neglects these interactions.



Figure 1. Experimental and computed TGA for the APP/PER at 10 K/min.

As a result, a reliable methodology based on the mechanistic (physic and chemistry) understanding of the intumescent process was used to determine a semi-global reaction mechanism with robust kinetic parameters [2]. The final 6-reaction mechanism for the LDPE/AP (APP+PER) system is given in Table 1 along with the kinetic parameters and Figure 2 illustrates its accuracy and robustness. The TGA experiments were complemented by DSC experiments to determine the thermodynamic parameters of the pyrolysis model (heat capacity, heat of reaction,..).

Reaction	$A(s^{-1})$	${\rm E}~({\rm J}~{\rm mol}^{-1})$	θ	α
(1)	$1.1{\times}10^{22}$	339600	0.0035	-
(I)	3.5×10^{15}	146300	1.13	0.54
(II)	$2.7~\times10^{13}$	143000	1.02	0.25
(III)	$2.8~{\times}10^{14}$	194100	0.79	-
(IV)	2.2×10^3	77000	0.78	-
(V)	$3.5{ imes}10^7$	139200	0.25	-

Table 1. Kinetic parameters describing LDPE-AP thermal decomposition.



Figure 2. Experimental and simulated TGA of LDPE90AP10 at a heating rates of 5, 10and 20 K/min–. (a) Normalized mass loss. (b) Normalized mass loss rate.

The second step was to calibrate the thermal parameters (thermal conductivity, absorption coefficient, ...) from cone calorimeter experiments. Figure 3 illustrates the capability of the developed pyrolysis model to reproduce the heat release rate of LDPE with and without AP in cone calorimeter experiments under different heat fluxes.



Figure 3. Experimental and simulated heat release rate history of pure LDPE and LDPE90AP10 at the at different radiant heat intensities. (a) 35 kW/m², (b) 50 kW/m² and (c) 60 kW/m².

References

- 4. Y. Li, A. Guibaud, J.-M. Citerne, J.-L. Consalvi, A. Coimbra, J. Sarazin, S. Bourbigot, J.L. Torero, G. Legros. Effects of flame retardants on extinction limits, spread rate, and smoke release in opposed-flow flame spread over thin cylindrical samples of polyethylene in microgravity, Proc. Combust. Inst., 2023.
- [2]. 2. A. Coimbra, J. Sarazin, S. Bourbigot, G. Legros, J.L. Consalvi, A semi-global reaction mechanism for the thermal decomposition of low-density polyethylene blended with ammonium polyphosphate and pentaerythritol, Fire Safety Journal, Volume 133, pp. 103649, 2022.

3.3 Cyclic propagation of a non-premixed flame spreading over a cylindrical sample in reduced gravity Y. Li, A. Guibaud, J.-M. Citerne, J. L. Torero, J.-L. Consalvi, Y. Konno, O. Fujita, N. Hashimoto, G. Legros

Cyclic propagation of a non-premixed flame spreading over a cylindrical sample in reduced gravity

Yutao Ll¹, Augustin Guibaud², Jean-Marie Citerne¹, Jose Luis Torero², Jean-Louis Consalvi³, Yusuke Konno⁴, Osamu Fujita⁴, Nozomu Hashimoto⁴, Guillaume Legros⁵

¹ Inst. Jean Le Rond d'Alembert (CNRS UMR 7190), Sorbonne Université, Paris, France
 ² Department of Civil, Environmental and Geomatic Engineering, Univ. College London, UK
 ³IUSTI (CNRS UMR 7343), Aix-Marseille Université, Marseille, France
 ⁴Hokkaido Univ., Sapporo, Japan
 ⁵ ICARE (CNRS UPR 3021), Univ. Orléans, Orléans, France

This yearly report outlines our contribution, funded by CNES, to the international topical team SAFE COSMOS, a group of experts who work to improve fire safety in manned spacecrafts. The French experimental rig DIAMONDS (Detection of Ignition and Adaptive Mitigation Onboard for Non-Damaged Spacecrafts) has been developed at Sorbonne Université within this context. DIAMONDS allows for experimental investigations in parabolic flights on the flame spread over solid samples. As a partner of the FLARE project ('Flammability Limits at Reduced Gravity') lead by Pr Osamu Fujita and funded by JAXA, DIAMONDS has been designed to integrate the configuration that will be investigated in KIBO aboard the ISS in 2023, i.e. a flame spreading over a cylindrical sample in an oxidizer flow parallel to the sample surface. Within the context of Yutao Li's Ph.D. works (2019-2022), some of the efforts have been devoted to the detection and mitigation strategies. These are outlined in Jean-Louis Consalvi's report together with Serge Bourbigot's one. In addition, Yutao Li extended the previous Ph.D. works by Augustin Guibaud (2016-2019) and conducted investigations on flame spread at partial gravity levels. Among the peculiar behaviors that Moon and Mars gravity levels unveiled, we shed the light on a cyclic flame propagation triggered at Mars gravity level. This could be intuitively anticipated but has never been reported up to now to our knowledge.

Results

As national space agencies ambition future missions to the Moon and Mars, fire safety issues must be addressed in environments that feature intermediate gravity levels. Illustrating such needs, past investigations on downward flame spread over thin cellulosic solid fuel showed a peak spread rate at an intermediate gravity level between microgravity and 1 g₀ (g₀=9.81 m.s⁻²).

Our previous works featured the cylindrical configuration of flame spread over an electrical wire, i.e. a thin LDPE material coating a Nickel Chrome core, under a wide range of ambient flow conditions. As a result, we naturally questioned what mechanisms could drive the flame spread process in the aforementioned partial gravity environments. In order to provide insights into this issue, experiments were conducted in parabolic flights. Downward flame spread was investigated especially at Moon (0.16 g₀) and Mars gravity (0.38 g₀) levels. The experiments reveal a systematic and unique flame spread process where the droplet of molten fuel exhibits a cyclic motion ahead of the flame. The objective of the subsequent investigations was to both document this peculiar flame spread behavior and identify the governing mechanisms that explain how the cyclic pattern appears.

Figure 1 illustrates the opposed-flow downward flame spread over the aforementioned cylindrical sample in both microgravity and Martian gravity environments. The steady surrounding conditions were a free stream velocity U=60 mm/s, an oxygen content $X_{02} = 21\%$, and a pressure P = 121.6 kPa. The frame shown in Fig.1(a) is representative of the flame spreading at a steady rate in microgravity. The sequences of consecutive frames displayed in Figs.1(b)&(c) feature the cycle that the flame spread followed and that systematically happened for these conditions. As the flame spreads at both gravity levels, the LDPE melts and a droplet of fuel forms. In microgravity, the resulting axisymmetric droplet progresses at the same rate as the flame front. A steady rate flame spread can then be observed. As the same experiment is conducted at Martian gravity level, the flame becomes narrower and brighter owing to the induced buoyancy and new competing mechanisms break the steady rate motion of the receding droplet.



Figure 1 : ((a) and (b)) Backlighted and (c) infrared frames imaging the opposed-flow flame spread over cylindrical nickel chrome wire coated with LDPE. Flame spread is captured in (a) microgravity and at (b) and (c) Martian gravity level.

The temperature of the droplet extracted from the IR camera (Fig.1(c)) allows the transport properties of the droplet to be extracted while the backlighted visualization gives access to the geometrical characteristics of the droplet. From this information, the evolution along the period spent at Martian gravity level of the forces acting on the sliding droplet could be evaluated as shown in Fig.2. In contrast with other gravity levels, a window (t>18s) then shows up where the downward gravitational force powering the droplet's sliding can be counteracted by the upward adhesion one attributed to surface tension of the molten LDPE. Thus, the irrevocable dripping does not happen like at 1 g₀ while the droplet is not permanently confined under the flame sheet due to surface tension like in microgravity.



Figure 2 : Evolution with time of the gravitational, F_G , adhesion, F_{ad} , and viscous, F_{τ} , forces acting on the sliding droplet shown in Fig.1(b).

Perspectives

The cyclic behavior unveiled appears as a relevant opportunity especially for the validation of the numerical tools that Jean-Louis Consalvi and his coworkers are currently developping. While our steady rate spreads in microgravity were decently captured by numerical simulations, the shift towards unsteady simulations is clearly a challenge to be faced in the near future.

Publications 2022

[1] A. Guibaud, G. Legros, J.-L. Consalvi, J.L. Torero, Fire safety in spacecraft: Past incidents and Deep Space challenges, *Acta Astronaut*. **195**, 344-354, 2022.

[2] Y. Li, A. Guibaud, J.-M. Citerne, J.-L. Consalvi, A. Coimbra, J. Sarazin, S. Bourbigot, J.L. Torero, G. Legros, Effects of flame retardants on extinction limits, spread rate, and smoke release in opposed-flow flame spread over thin cylindrical polyethylene samples in microgravity, to appear in *Proc. Combust. Inst.* **39**, 2022.

[3] Y. Konno, Y. Li, J.-M. Citerne, G. Legros, A. Guibaud, N. Hashimoto, O. Fujita, Experimental study on downward/opposed flame spread and extinction over electric wires in partial gravity environments, to appear in *Proc. Combust. Inst.* **39**, 2022.
3.4 Fire behavior of intumescent polyethylene in microgravityS. Bourbigot, Y. Li, J. Sarazin, P. Bachelet, J.-M. Citerne, G. Legros

Colloque Annuel du GDR MFA 2799 - 02 au 04 Novembre 2022 - Hyères

Fire behavior of intumescent polyethylene in microgravity

Serge Bourbigot^{1,2}, Yutao Li³, Johan Sarazin¹, Pierre Bachelet¹, Jean-Marie Citerne³ and Guillaume Legros³ ¹Univ. Lille, CNRS, INRAE, Centrale Lille Institut, UMR 8207 - UMET - Unité Matériaux et Transformations, F-59000 Lille, France ²Institut Universitaire de France, Paris, France ³Institut Jean Le Rond d'Alembert/UMR CNRS 7190, Sorbonne Université, Paris F-75005, France

The use of the organic polymer systems like polyolefins or polyamides, which are flammable, leads to greater fire risks and thus to growing importance of fire retardancy¹. Organic polymers are also widely in manned spacecraft and fire safety becomes an important issue. A way to limit the flammability of organic polymers is to incorporate into them fire retardants. For long time, it has been proven to be efficient at normal gravity but the fire behavior of fire retarded polymers is poorly understood at reduced gravity.

The motivation of this paper is to examine the fire retardancy of low-density polyethylene (LDPE) using the concept of intumescence (mode of action in the condensed phase). When heated beyond a critical temperature, an intumescent material begins to swell and then to expand. The result of this process is a foamed cellular charred layer on the surface, which protects the underlying material from the action of the heat flux or the flame. Visually, the swelling and the expansion looks like 'black waves' swollen at the surface of the material and the final char exhibits hemispheric shape with a roughed or smooth surface². Two types of intumescence were used in LDPE: (i) intumescence phenomenon based on series of chemical reactions occurring timely (here it was a combination of ammonium polyphosphate (APP) and pentaerythritol (PER) and (ii) rapid sublimation of a molecule (and/or the decomposing products) which creates the expandable graphite (EG)). The intumescent LDPE containing APP/PER and EG were evaluated as thin cylindrical samples. All experiments at normal and micro-gravity were conducted on the Detection of Ignition And Mitigation Onboard for Non-Damaged Spacecrafts (DIAMONDS) rig³.

Results

Figure 1 shows that an intumescent behavior is observed in all conditions (1G and 0G). The shape and the expansion of the intumescent coating does not seem to be influenced by the gravity: a round expanded carbonaceous layer is formed on the top of the LDPE cable. At normal gravity, increasing the flame-retardant load improves fire safety through an increase in the flame extinction limit on the one hand, and a reduction in the average flame spread rate for all oxygen contents studied on the other hand. In contrast, results in microgravity show no modification in the extinction limit over the range of flame-retardant loads studied, and the benefits in average flame spread rate reduction are less pronounced. Investigating then radiative quenching at the flame trailing edge, smoke emission is never evidenced at normal gravity. However, in microgravity, the addition of flame retardants increases the range of conditions leading to smoke emission, which is detrimental to fire safety. These observations are valid for both flame retardants, yet more pronounced for EG-loaded samples than APP/PER-loaded samples.

To understand the effects of the fire retardants, the residues of LDPE-/PER after the experiments were analyzed by solid state NMR (Nuclear Magnetic Resonance) of ³¹P. At normal and reduced gravity, orthophosphates were formed evidenced by a broad band centered at 0 ppm. It comes from the

decomposition of APP and its reaction with PER. Unexpectedly, a noisy band can be distinguished at -22 ppm on the 1G spectrum. It corresponds to unreacted APP and it suggests that the faster fire spread observed in 1G might be due to slower kinetics in the intumescent reactions.



Figure 1: Intumescent LDPE burning in the conditions of DIAMONS rig at normal and reduced gravity



Figure 2: Solid state NMR of ³¹P of residues of LDPE-APP/PER prepared in the DIAMONDS conditions at 1G and 0G.

Publication

Y. Li, A. Guibaud, J.-M. Citerne, J.-L. Consalvi, A. Coimbra, J. Sarazin, S. Bourbigot, J.L. Torero, G. Legros, Proceedings of the Combustion Institute, (2022) - https://doi.org/10.1016/j.proci.2022.08.030

References

(1) Troitzsch, J. H. Fires, statistics, ignition sources, and passive fire protection measures. *J. Fire Sci.* **2016**, *34* (3), 171-198, Review. DOI: 10.1177/0734904116636642 Scopus.

(2) Alongi, J.; Han, Z.; Bourbigot, S. Intumescence: Tradition versus novelty. A comprehensive review. *Prog. Polym. Sci.* **2015**, *51*, 28-73. DOI: 10.1016/j.progpolymsci.2015.04.010 Scopus.

(3) Citerne, J. M.; Dutilleul, H.; Kizawa, K.; Nagachi, M.; Fujita, O.; Kikuchi, M.; Jomaas, G.; Rouvreau, S.; Torero, J. L.; Legros, G. Fire safety in space – Investigating flame spread interaction over wires. *Acta Astronautica* **2016**, *126*, 500-509, Article. DOI: 10.1016/j.actaastro.2015.12.021 Scopus.

3.5 Ignitability and flammability limits of gaseous fuel under reduced gravity conditions F. Halter, C. Chauveau, R. Glaznev, C. Bariki, H. Pitsch, J. Beeckman

Ignitability and flammability limits of gaseous fuel under reduced gravity conditions

Fabien Halter^{1,2}, Christian Chauveau¹, Roman Glaznev³, Chaimae Bariki³, Heinz Pitsch³, Joachim Beeckman³

¹ CNRS ICARE, Avenue de la Recherche Scientifique, Orléans Cedex 2 45071, France
 ² Université d'Orléans, Orléans Cedex 2, France
 ³ Institute for Combustion Technology, RWTH Aachen University, Aachen 52056, Germany

Chemically inert diluents, such as nitrogen, have proven to be an important class of fire extinguishing agents in confined environments such as spacecraft. Highly N₂-diluted flames are slow-burning near the flammability limits. They are affected both by radiation heat losses and buoyancy.

As a result, these flames are heavily distorted due to the gravitational force and are prone to experimental errors. It is worth stressing that the available experimental data measured for slow propagating flames are sparse in the literature. This leads to the following fundamental questions: (1) does these mixtures can be ignited and if so how fast do these flames propagate, and (2) how can these flames be corrected to account for the effect of radiation?

Flame speed is a sizing metric of a fuel to be considered in designing energetic industrial systems such as IC engines and gas turbines. Indeed, this physicochemical property of a combustible mixture notably influences the heat release rate and flame stabilization. Moreover, its significance makes it a major target for the validation of kinetic mechanisms. For example, the flame speed of ammonia or ethanol is around one fourth compared to traditional hydrocarbon fuels. Flame stabilization difficulties, possibly encountered in industrial systems, can be solved by technical adjustments (i.e. air preheating, compression ratio increase, oxygen-enriched air, co-firing with methane or syngas).

The accuracy of experimental flame speed determination (target data for numerical schemes) for slow flames is the main issue to be addressed here.

The research group composed of ITV (RWTH Aachen University) and ICARE (CNRS, University of Orléans) have developed experimental facilities to tackle these scientific objectives.

Flame speed measurements under microgravity conditions were performed both in the Bremen drop tower facility and in the airplane. The drop tower is operated by ZARM, the Center of Applied Space Technology and Microgravity of the University Bremen.

Measurements were also conducted under gravity in a pressure-release type dual chamber, adequate for aircraft-related safety requirements, during parabolic flights onboard the Airbus A310 Zero-G to suppress the buoyancy effect under microgravity conditions. Since only a few selected liquid fuels are allowed onboard the aircraft, ethanol and diethoxymethane were chosen for this work.

The ultimate goal is to characterize the reactivity of slow flames over a wide range of unexplored pressure and temperature conditions (p > 1 MPa & T > 500 K) with the following objectives:

- **Ob1** Determine a map of ignitability for the selected fuels (i.e. ethanol & diethoxymethane)
- **Ob2** Investigate the importance of diffusive effects in the initial stages of propagation of lean mixtures
- **Ob3** Evaluate the performance of detailed kinetic schemes for these low propagating conditions
- **Ob4** Evaluate radiation effects for weakly reactive fuels using two complementary setups.
- **Ob5** Evaluate buoyancy effects on the determination of flame speed for low reactivity mixtures.
- **Ob6** Propose semi-physical models to subsequently correct all data available in the literature for slow flames and evaluate potential applicability for fuels with comparable combustion physics (e.g. refrigerants).

Preliminary Results

Experiments were conducted in a pressure-release-type dual chamber, which is adequate for aircraftrelated safety requirements. An adapted Schlieren system is used to visualize the flame morphology, as can be seen in Fig. 1. After spark ignition, the flame propagates spherically under microgravity conditions, whereas it is highly deformed under terrestrial gravity (cf. Fig. 1). Due to the density difference between the burned and unburned gas, these slowly propagating flames develop an upward motion, and the initially spherical flame deforms and attains a mushroom-like shape. The upward motion of buoyant flames induces a complex flow. In contrast to ideally spherical flames, different points of the flame front propagate with a different absolute speed, making the extraction of laminar flame speed extremely difficult. The methods found in the literature to assess buoyant flames differ quite significantly between studies and seem somehow arbitrarily chosen, as recently demonstrated by Berger et al. [1].



Figure 1: Sequence of typical Schlieren images of highly-buoyant ethanol flames under terrestrial gravity. $(\phi = 1.4, T_0 = 373 \text{ K}, P_0 = 3 \& 10 \text{ bar, oxidizer: } 12\% O_2 - 88\% N_2 \text{ in volume}).$



Figure 2: Laminar flame speed vs equivalence ratio. Filled and open symbols correspond to non-corrected and corrected w.r.t radiation, respectively. Lines represent results obtained using the mechanism by Cai et al.

To determine the flame radius R from the raw images recorded by the high-speed camera, the surface of the spherical flame is projected, and the instantaneous flame front radius can be deduced. By increasing the equivalence ratio, the burned-gas Markstein length \mathcal{L}_b , which represents the sensitivity of flame speed to stretch, decreases significantly. Considering these low flame speeds, radiation effects are of major concern as previously highlighted and should be considered.

Fig. 2 summaries the obtained results. The total differences between radiation induced flame speeds and simulations are in the order of 10% near the stoichiometric conditions and become larger to approximately 45% at the very fuel rich conditions. These results were expected since the experimental data are not yet radiation corrected. This amount of change in laminar flame speed is clearly non-negligible and a correction is necessary.

A joint publication was done with these results. Further work should be done to optimize the analytical model [2].

References

[1] Berger, L., Hesse, R., Kleinheinz, K., Hegetschweiler, M. J., Attili, A., Beeckmann, J., Linteris, G. T., Pitsch, H., A DNS study of the impact of gravity on spherically expanding laminar premixed flames, Combustion and Flame 216 (2020) 412–425.

[2] Bariki C, Halter F, Hesse R, Chauveau C, Pitsch H, Beeckmann J. Experimental measurements of laminar flame speeds for highly N2-diluted ethanol flames under microgravity conditions. Proceedings of the Combustion Institute,39 (2022), in press.

<u>Acknowledgments</u>: The authors express their gratitude to CNES, DLR, and Novespace for their availability, efficiency, and reactivity in the preparation, realization, and follow-up of the µg experiments.

3.6 Réponse en fréquence d'un spray de gouttes en vaporisation : proposition d'une étude en présence d'oscillations de vitesse
R. Prud'homme, K. Anani, M. N. Hounkonnou

Réponse en fréquence d'un spray de gouttes en vaporisation : proposition d'une étude en présence d'oscillations de vitesse.

Roger Prud'homme¹, Kwassi Anani², Mahouton Norbert Hounkonnou³

¹Jean Le Rond d'Alembert Institute, UMR 7190 CNRS, Sorbonne Université, 4 place Jussieu, 75252 Paris Cedex 05. ²Laboratory of Mathematical Modelling and Applications, Department of Mathematics, Faculty of Sciences, University of Lomé ³University of Abomey-Calavi, International Chair in Mathematical Physics and Applications (ICMPA-UNESCO Chair) 072 B.P. 050 Cotonou, Republic of Benin.

1. Le problème posé

La réponse en fréquence d'un spray de gouttes en vaporisation injectées de façon répétitive dans une chambre de combustion générant des oscillations de pression, a été analysée avec un modèle simplifié ^{1,2}. Dans l'analogie de Heidmann³, ce spray évaporant est représenté par une « gouttelette moyenne », c'est-à-dire une gouttelette sphérique alimentée en continu au repos à l'intérieur de la chambre de combustion. La goutte est supposée se situer en un nœud de vitesse de l'onde de perturbation, de sorte qu'elle ne subit pas d'effet de perturbation de vitesse. Le problème traité est alors à symétrie sphérique (Figures 1 et 2). A et B sont des coefficients thermodynamiques.



Figure 1. a) La goutte moyenne qui se vaporise, alimentée en continu par une source ponctuelle placée en son centre. b) Conditions aux limites pour la gouttelette fournie.

Figure 2. Régime d'alimentation adiabatique pour A=10, B=100. Le facteur de réponse réduit N/ α en fonction de la fréquence sonore réduite u pour plusieurs valeurs de θ . La perturbation de température réduite en fonction de l'espace et du temps pour θ =10 et trois valeurs de u.

Si maintenant, l'on veut étudier l'effet d'une perturbation de vitesse, on peut par exemple supposer que la goutte se situe en un ventre de vitesse de l'onde de perturbation stationnaire. La vitesse à l'infini considérée - c'est-à-dire dans le foyer loin de la goutte - est celle d'un écoulement suivant l'axe de la chambre de combustion supposée cylindrique. Le résultat est une vitesse des gaz relativement à la goutte supposée immobile. Le modèle à symétrie sphérique devient inadéquat et la première simplification sera d'admettre une symétrie cylindrique. Le liquide de la goutte est alors entraîné par le gaz extérieur sous l'effet de la viscosité.

2. Vers un modèle simplifié avec vortex de Hill

¹ Prud'homme, R., Habiballah, M., Matuszewski, L., Mauriot, Y., Nicole, A (2010): Theoretical analysis of dynamic response of a vaporizing droplet to acoustic oscillations. *Journal of Propulsion and Power, a publication of the American Institute of Aeronautics and Astronautics (AIAA)*, **26**, n°1, pages 74-83.

²K. Anani, R. Prud'homme, and M. N. Hounkonnou, Dynamic response of a vaporizing spray to pressure oscillations: Approximate analytical solutions, *Combust. Flame* **193** (2018), pp. 295-305.

³ M.F. Heidmann and P.R. Wieber, Analysis of frequency response characteristics of propellant vaporization, Tech. Rep. TN D-3749, NASA, Washington D.C., USA, 1966.

Une situation stationnaire bien connue d'écoulement de vitesse uniforme à l'infini (Figure 3) conduit à la présence de tourbillons de Hill à l'intérieur de la goutte liquide⁴. D'autres origines que l'écoulement extérieur peuvent donner lieu à ces vortex, tels l'effet Marangoni⁵. La pesanteur est négligeable, sauf éventuellement une gravité résiduelle⁶.

Mais dans les publications citées la goutte ne s'évapore pas. Il faudra étudier l'effet d'un écoulement stationnaire sur l'évaporation. On connait bien des effets d'évaporation dans les écoulements de couche limite de combustion en configuration plane avec le problème d'Emmons⁷. Pour les gouttes, on pourrait par exemple utiliser la configuration en pastille.

Si l'on considère un nœud de pression et un ventre de vitesse⁸, cela signifie qu'il n'y a plus symétrie sphérique. C'est la vitesse locale qui subit une perturbation périodique. On peut alors considérer une onde plane sous forme de battement dans une direction Oz perpendiculaire au plan d'onde xOy. On pourra alors admettre une symétrie axiale. A l'interface goutte /gaz, c'est la variation de vitesse qui est censée perturber l'évaporation.

Dans une chambre de combustion, on pourra toujours utiliser les hypothèses classiques⁹, mais il faudra prendre en considération l'effet de l'écoulement relatif extérieur. Rappelons que dans le cas déjà étudié du nœud de vitesse, c'était la perturbation forcée de pression qui modifiait le débit évaporé. Pour la phase liquide on peut, dans un premier temps, essayer de se limiter à des tourbillons de Hill. Pour cela il faut supposer qu'ils ont le temps de s'établir, donc que le temps caractéristique de la perturbation de vitesse forcée est supérieur à celui de stabilisation des tourbillons de Hill¹⁰ (Figure 4).





Figure 3. Lignes de courant internes et externes d'un vortex de Hill.

Figure 4. Exemple de visualisation expérimentale dans le cas d'une injection courte (Gharib et al., 1998).

3. Publications

Prud'homme R., Instabilities in a spherical liquid drop, *Front. Space Technol.*, 24 May 2022 <u>https://doi.org/10.3389/frspt.2022.835464</u>. The Supplementary Material for this article can be found online at: <u>https://www.frontiersin.org/articles/10.3389/frspt.2022.835464/full#supplementary-material</u>

Anani K., Prud'homme R, and Hounkonnou M.N., An approximate analytical model for the frequency response of evaporating droplets, under a mixed feeding regime, *C. R. Mécanique*—Draft, 7th September 2022. ISSN (electronic) : 1873-7234. <u>https://comptes-rendus.academie-sciences.fr/mecanique/</u>

⁴ Germain, P. : *Mécanique*, t. 1, Ellipses, Ecole Polytechnique, Palaiseau, 1986.

⁵ R. Prud'homme, Considérations sur le vortex de Hill, *ISTE OpenScience*, 27 octobre 2021 DOI :

⁶ Bauer, H.F. : Combined residual natural and Marangoni convection in a liquid sphere subjected to a constant and variable micro-gravity field. *Zamm Z. angew. Math. Mech.* 65 10, 461-470, 1985.

⁷ F.A. Williams, *Combustion Theory*. The Benjamin Cumming Pub. Cy., Inc., 2d Ed., 1985.

⁸ Mitsuaki Tanabea, Takuo Kuwahara, Kimiyoshi Satoh, Toshiro Fujimori, Junichi Sato, Michikata Kono. *Droplet combustion in standing sound waves*. Proceedings of the Combustion Institute **30** (2005) 1957–1964.

⁹ Abramzon, B. & Sirignano, W. A. (1989): "Droplet vaporization model for spray combustion calculations", Int. J. Heat Mass Transfer, **32**, № 9, pp. 1605-1618.

¹⁰ Gharib M., Rambod E., Shariff K.: A universal time scale for vortex ring formation. J. Fluid Mech., 360:121–140, 1998

3.7 Auto-organisation de produits de réactions A + B → C en condition de flux CDIC - IV - CHYPI-FLOWER
V. Pimienta, C. Roux, G. Schuszter, D. Horvath, A. Toth, M. Hauser, K. Schwarzenberger, A. De Wit

Auto-organisation de produits de réactions A + B → C en condition de flux CDIC – IV- CHYPI-FLOWER

V. Pimienta¹, C. Roux¹, G. Schuszter², D. Horvath², A. Toth², M. Hauser³, Karin Schwarzenberger⁴, Anne De Wit⁵

¹ Laboratoire des IMRCP,UMR 5623 CNRS,Université Paul Sabatier, Toulouse
 ² Department of Physical Chemistry and materials Science, University of Szeged
 ³ Institut für Experimentelle Physik, Otto-von-Guericke Universität Magdeburg
 ⁴Institute of Process Engineering and Environmental Technology, Universität Dresden
 ⁵ Service de Chimie Physique et Biologie Théorique, Université Libre de Bruxelles

Notre équipe thématique de l'ESA "Chemo-hydrodynamic pattern formation at interfaces" (CHYPI) se concentre sur l'étude expérimentale et théorique des modèles spatio-temporels et des propriétés dynamiques induites par le couplage entre réactions chimiques et hydrodynamique. Les résultats présentés ici ont été obtenus au cours du vol parabolique CHYPI (73rd ESA PF Campaign) en préparation de la mission Texus 57 (qui après plusieurs reports) est actuellement en cours à Esrange.

Les fronts de réaction-diffusion sont observés dans de nombreux phénomènes tels que la combustion, la propagation de maladies ou l'organisation de structures biologiques. Ces fronts de réaction sont observés lorsque les réactifs A et B initialement séparés réagissent dans leur zone de contact pour produire C. Les systèmes dont la réaction peut être représentée par un simple processus bimoléculaire A+B→C fournissent une classe importante de modèles dynamiques, trouvant des applications en chimie atmosphérique ou environnementale. Dans le cas des réactions de précipitation, ces conditions de non-équilibre permettent dans certains cas d'isoler des cristaux métastables non isolables en réacteur fermé.

Les études sont menées dans l'espace confiné à deux dimensions d'une cellule de Hele-shaw. Celle-ci est initialement remplie par la solution B. Une solution contenant la solution A est alors introduite au centre de la cellule avec un débit constant. Cette technique a permis de mettre en évidence toute une série de structures spatiales complexes dépendant des concentrations relatives des solutions A et B, du débit d'injection et de la nature des composés utilisés. Le système choisi pour le vol parabolique et la mission Texus 57 (CICD IV) est la réaction entre le nitrate ferrique ($Fe(NO_3)_3$; réactif B) et le thiocyanate de potassium (KSCN, réactif A) et produisant le thiocyanate ferrique ($[Fe(SCN)(H_2O)_5]^{2+}$; produit C).

Resultats

L'objectif de ces travaux est de mettre en évidence la contribution de flux induits par les effets de densité à la formation du produit. Sur terre, le front de réaction est déformé car la solution A est moins dense que B et passe au-dessus. Cette déformation est amplifiée en hyper-G et disparait en microgravité. Cet effet a pour résultat d'amplifier la zone de contact et donc une augmentation du rendement de réaction (Figure 1).



Figure 1 : fronts de réaction en micro-G, conditions terrestres et hyper-G

Nous avons pu comparer les données obtenues au sol et lors du vol parabolique pour 3 expériences pour lesquelles le débit et d'espacement entre les plaques ont été modifiées.

Pour deux d'entre elle, la durée de l'expérience se déroulait sur plusieurs cycles micro G – hyper G, les résultats sont qualitativement similaires et montrent une production supérieure et un élargissement du front de réaction par rapport aux données terrestres. Par contre, lorsque la phase de micro-G correspond à la durée d'injection, l'effet inverse est observé et la quantité de produit formé est alors inférieure à celle obtenue sur terre.



Figure 2 : comparaison entre la quantité normalisée de produit formé (haut) et sa vitesse de production en vol (cercles) et sur terre (triangles) lorsque l'expérience s'étend sur deux paraboles ou lorsqu'elle coïncide avec la phase de micro-G. En rouge : accélération selon les axes x- et z-.

Ces résultats confirment le rôle des effets de densité de façon qualitative. Ils ont cependant été obtenus pour un débit très élevé sur une durée trop courte qui ne permet pas de comparer les données obtenues aux modèle théorique. Cette comparaison est l'objectif de la mission en fusée-sonde.

Perspectives

Les nouvelles expériences effectuées en fusée sonde permettront de quantifier l'effet induit par les effets de densité et de confronter les résultats à la théorie développée en amont. L'origine de l'écart observé entre celle-ci et les résultats expérimentaux sur terre devrait être déterminée et le modèle théorique pourra être complété.

Publications

Y. Stergiou, M.J.B. Hauser, A. Comolli, F. Brau, A. De Wit, G. Schuszter, P.Papp, D. Horváth, C. Roux, V. Pimienta, K. Eckert, K. Schwarzenberger, Effects of

gravity modulation on the dynamics of a radial A+B→C reaction front, Chemical Engineering Science, Volume 257, 2022. Cet article a fait la couverture du Vol. 259 de Chem. Eng. Sc.



Session 4

Interfaces fluides, interfaces fluide-solide, ébullition, condensation, bulles, gouttes 4.1 Capillarité en microgravité O. Millet, G. Gagneux, N. Younes

Capillarité en microgravité

Olivier Millet, Gérard Gagneux, Nabil Younes ¹LaSIE, UMR-CNRS 7356, Université de La Rochelle, France

1. Solution des équations de Young-Laplace pour des doublets capillaires

La capillarité, en lien direct avec les théories mathématiques de minimisation sous contraintes possède des applications multiples dans des domaines très variés, en géomécanique, en géosciences, ou encore en sciences du vivant (stabilité des sols à morphologie granulaire, avalanches, glissements de terrain, remontée de la sève dans les capillaires fins, compaction de poudres cohésives, ...).

Des résultats mathématiques récents obtenus au LaSIE permettent d'identifier la géométrie exacte d'un pont capillaire comme une surface de révolution avec une courbure moyenne constante et de déterminer les caractéristiques associées (volume, surface, force capillaire, pression). Cette méthode utilise les techniques d'imagerie et de traitement d'image pour accéder aux points de contact de la ligne triple (interface entre les 3 phases), aux angles de mouillage et de remplissage et au rayon de gorge. Le modèle mathématique, basé sur une résolution de l'équation de Young-Laplace comme un problème inverse, ne prend pas en compte la gravité. Il est donc important de pouvoir s'en affranchir pour les mesures expérimentales, ce qui permet de découpler les phénomènes physiques en jeu (capillarité et gravité notamment). Les profils théoriques prédits par cette théorie sont superposés sur des images réelles et les résultats comparés aux expériences réalisés (Figs. 1 and 2). Les résultats théoriques et expérimentaux concordent parfaitement dans toutes les configurations testées.



Figure 1. Pont capillaire entre deux sphères polydisperses, entre une sphère et un plan ou entre deux plans parallèles.



Figure 2. Résultats obtenus en microgravité lors de la campagne VP 142. En rouge, représentation de la méridienne des ponts capillaires entre deux sphères métalliques, $V = 30\mu l$, $r_1 = 16mm$, $r_2 = 8mm$. a) Forme nodoïde (courbe rouge). b) Forme onduloïde (courbe magenta). c) Forme onduloïde juste avant la rupture. Configuration sphère-plan d) et plan-plan e).

2. Vers une transition de régime pendulaire-funiculaire

Un travail théorique récent développé au LaSIE a permis d'expliquer analytiquement l'augmentation soudaine de la force capillaire lors de la coalescence de trois doublets capillaires entre trois particules sphériques. Cependant, dans le cas général, il n'existe pas de modèle théorique qui permet d'expliquer la diminution de la cohésion globale d'un échantillon granulaire partiellement saturé quand on s'approche d'un état quasiment saturé.

Pour essayer de répondre à cette question, nous avons développé une approche basée sur la Méthode Lattice Boltzmann (LBM) diphasique par champ de phase en GPU qui permet de simuler numériquement la coalescence des ponts capillaires lors d'une augmentation de la teneur en eau au sein d'un échantillon granulaire partiellement saturé. Cette approche est basée, d'une part sur l'équation de Navier-Stokes pour le fluide en écoulement avec un terme source pour modéliser les interfaces capillaires. Cette équation est couplée à l'équation d'Allen-Cahn pour modéliser le déplacement des interfaces capillaires entre le liquide et le gaz. A l'équilibre, on a pu montrer que les profils des ponts capillaires obtenus coïncident parfaitement avec les solutions de l'équation de Young-Laplace. Les simulations LBM ont permis de retrouver l'inversion de signe de la courbure moyenne observée expérimentalement, correspondant au changement de géométrie nodoïde/onduloïde lorsque la distance de séparation entres les particules augmente (Fig. 3a). La méthode proposée permet également de calculer très précisément les forces capillaires résultantes et de retrouver l'augmentation soudaine de la force capillaire à la coalescence des doublets (Fig. 3b).



Figure 3: a) Courbure moyenne adimensionnelle normalisée $H^*= H R$ du pont capillaire versus la distance de séparation normalisée $D^*=D/R$. H > 0 et H < 0 correspondent à une géométrie nodoïde ou onduloïde. b) Comparaison des forces capillaires entre le modèle numérique proposé et des résultats existants dans la littérature pour différents angles de contacts et différents volumes.

Cette approche, développée en GPU, a ensuite été couplée à un code de simulation basé sur la Méthode des Eléments Discrets (DEM) qui permet de simuler le comportement mécanique d'un VER constitué de plusieurs dizaines de milliers de particules en 3D sous l'effet d'un cycle de saturation/désaturation.

Perspectives

Parmi les perspectives, il est envisagé de continuer les expériences de coalescence de ponts capillaires dans des configurations plus variées, en concevant entre autres un dispositif de contrôle de l'injection de liquide à pression imposée. Il est également prévu de continuer à développer l'approche théorique de minimisation qui permet de discuter le domaine de validité de l'équation de Young pour un fluide en contact avec un substrat solide de n'importe quelle géométrie.

Références

- H.N.G. Nguyen, O. Millet, C. Zhao, G. Gagneux: Theoretical and experimental study of capillary bridges between two parallel planes, European Journal of Environmental and Civil Engineering, 2020. doi.org/10.1080/19648189.2019.1706055
- H.N.G. Nguyen, C. Zhao, O. Millet, G. Gagneux: An original method for measuring liquid surface tension from capillary bridges between two equal-sized spherical particles, Powder Technology, 363, pp. 349–359, 2020.
- H. N.G. Nguyen, C. Zhao, O. Millet, G. Gagneux, P. Selvadurai: Effect of surface roughness on properties of capillary bridges, Powder Technology, 378, 487-496, 2021.
- G. Gagneux, O. Millet: Analytical calculations for quantifying capillary bridges distortions from experimental data, 2021. (hal-03363070)
- G. Gagneux, O. Millet: Overview on the bending effects distorting axisymmetric capillary bridges, 2021. (hal-03195078)
- G. Gagneux, O. Millet: Structuring and destructuring effects of bending and gravity. An analytical approach to axisymmetric capillary distortions, 2021. (hal-03106868)
- Z. Benseghier, N. Younes, O. Millet: A relevant phase-field-based lattice-Boltzmann method for water-air capillary interfaces, submitted to Journal of Computational Physics, 2022.
- N. Younes, Z. Benseghier, O. Millet, A. Wautier, F. Nicot, R. Wan: Phase-field Lattice Boltzmann model for liquid bridges and coalescence, Powder Technology, Vol 411, 2022.

4.2 Mouillage partiel d'une surface solide par une goutte liquide dans un champ de gravité : pour aller au-delà de l'équation de Young
M. Medale, **D. Brutin**

Mouillage partiel d'une surface solide par une goutte liquide dans un champ de gravité : pour aller au-delà de l'équation de Young

*Marc Medale*¹, *David Brutin*¹

¹ Aix-Marseille Université, IUSTI UMR CNRS 7343, Marseille

Quelle est la géométrie d'une goutte liquide, de volume connu, au contact d'une paroi solide, dans un champ de gravité d'intensité donnée (hyper-gravité, gravité terrestre, micro-gravité, apesanteur) ? Pour répondre à cette question, il faut dans un premier temps dériver les équations qui régissent l'équilibre statique de la goutte et ensuite résoudre les équations obtenues. Cependant, aussi surprenant que cela puisse paraitre, le système d'équations qui régit l'équilibre d'une goutte soumise à un champ de gravité et en interaction avec un substrat, reste une question scientifique encore ouverte à ce jour.

En effet, l'équation de Young [1] détermine la valeur de l'angle macroscopique de contact d'une goutte liquide sur un substrat, en fonction des tensions de surface aux interfaces solide-liquide, solidegaz et gaz-liquide. Cette équation peut être retrouvée par minimisation de la somme des énergies interfaciales (solide-liquide, liquide-gaz et gaz-solide). Cependant, les hypothèses impliquées dans sa dérivation originale n'ont jamais été clairement énoncées et plusieurs questions restent donc en suspens. Nous pouvons néanmoins énoncer les hypothèses qui font consensus : équilibres thermodynamique et des potentiels chimiques, apesanteur (la goutte est modélisée par une calotte sphérique), le substrat est idéalisé (homogène physico-chimiquement et sans rugosité). La résolution de l'équation de Young fournit un seul et unique angle macroscopique de contact, tandis que la plupart des expériences rapportent un hystérésis de l'angle de contact, selon que la ligne de contact avance ou recule sur le substrat. Nous avons montré dans un article traitant le problème du mouillage partiel en apesanteur [2], que la prise en compte d'une énergie de ligne de contact (intégrant à l'échelle macroscopique les effets physico-chimiques et de rugosité effective du substrat), conduit à une équation de Young modifiée. Sa résolution conduit à deux angles macroscopiques de contact, selon que l'on considère une ligne de contact qui avance ou qui recule sur le substrat jusqu'à sa position d'équilibre, et dont la différence caractérise la valeur de l'hystérésis (CAH).

Parallèlement à l'équation de Young, une approche fondamentalement différente consiste à résoudre l'équation de Laplace [3] qui traduit l'équilibre hydrostatique de deux fluides non miscibles séparés par une interface et soumis à un champ de gravité. Dans ce cas, les hypothèses sont connues : interface axisymétrique, équilibre hydrostatique, loi de comportement de Young-Laplace (saut de pression au travers de l'interface liquide-gaz proportionnel à la courbure de cette dernière et à la tension de surface de l'interface). L'équation de Laplace est une équation différentielle ordinaire du second ordre, pour laquelle deux conditions aux limites sont donc nécessaires pour l'intégrer. Dans le cas d'une goutte au contact d'un substrat horizontal, la condition d'axisymétrie (dérivée nulle à l'apex de la goutte) fournit la première condition limite de manière naturelle. Par conséquent, la question centrale relative à la résolution de l'équation de Laplace pour un problème de mouillage partiel est : quelle est la seconde condition limite à introduire ? Bashforth & Adams [4] furent les premiers à résoudre l'équation de Laplace pour trouver la géométrie d'une goutte sessile axisymétrique. Ils utilisèrent comme seconde condition limite la valeur de l'angle macroscopique de contact, solution de l'équation de Young. Depuis ce travail pionnier pour des gouttes axisymétriques, la plupart des modèles développés jusqu'à nos jours reprennent cette approche, sans la remettre en question.

Pourtant, l'angle macroscopique de contact issu de l'équation de Young peut sembler n'être qu'une première approximation dans un champ de gravité. En effet, nous avons vu que parmi les hypothèses conduisant à l'équation de Young, figure une modélisation de la géométrie de l'interface liquide-gaz par une calotte sphérique, hypothèse qui n'est rigoureusement valable qu'en apesanteur. C'est la raison pour laquelle dans le présent travail, nous proposons de dériver une relation plus générale pour la seconde condition aux limites. La relation que nous proposons découle de la minimisation de l'énergie mécanique totale du problème de mouillage partiel en équilibre physico-chimique, en

intégrant à l'échelle macroscopique les contributions d'énergies de surfaces, de ligne et de gravité. Le modèle axisymétrique conduit à un système de six équations d'Euler-Lagrange à résoudre numériquement.

Résultats

Les formes de gouttes obtenues avec le modèle numérique développé sont représentées sur la figure 1, pour trois valeurs du rapport des tensions de ligne ($S=(\gamma_{sg^-}\gamma_{sl})/\gamma_{lg}$) et quatre valeurs du nombre de Bond effectif ($\mathcal{B}o=\Delta\rho ghR/\gamma_{lg}$, où h est la hauteur effective de la goutte et R le rayon de la calotte sphérique de la goutte en apesanteur). Les lignes continues représentent la solution lorsque l'énergie de ligne est négligée, tandis que les lignes en pointillés courts (longs) représentent la forme de la goutte lorsque la ligne de contact avance (recule) sur le substrat jusqu'à sa position d'équilibre hydrostatique. Pour ces derniers cas, l'énergie de ligne adimensionnée ($\mathcal{L}=V^{1/3}/(\gamma_{slg}/\gamma_{lg})$, où V est le volume de la goutte et γ_{slg} l'énergie de ligne) est choisie telle que l'hystérésis des angles macroscopiques de contact (CAH) entre ces deux configurations soit de 20° en apesanteur. On peut observer que l'angle macroscopique de contact dépend des trois paramètres du problème : le rapport des tensions de surface (S), l'énergie de ligne adimensionnée (\mathcal{L}) et le nombre de Bond ($\mathcal{B}o$). Il décroit monotonement lorsque le nombre de Bond augmente, avec une variation plus rapide entre l'apesanteur (Bo=0) et Bo=1, et plus lente ensuite, jusqu'à une valeur asymptotique.



Figure 1 : Géométrie de gouttes sessiles en fonction du nombre de Bond et du rapport des tensions de surface : $\mathcal{B}o=0$ (noir), 1 (violet), 2 (bleu foncé), 3 (bleu ciel) et 4 (vert).

Nous pouvons déduire de ces calculs que le domaine de validité de l'équation de Young est celui qui satisfait simultanément deux conditions : i) un grand rayon de mouillage (lorsque l'influence relative de la tension linéaire est négligeable par rapport à celle des tensions de surface) et ii) une taille de goutte nettement inférieure à la longueur capillaire (faibles nombres de Bond). Ainsi, en gravité terrestre, lorsque ces deux conditions ne peuvent être simultanément satisfaites, les tensions superficielles déduites de l'équation de Young pourraient n'être qu'approximativement identifiées.

Perspectives

La prochaine étape de notre travail portera sur la réalisation d'expériences de laboratoire en configurations de gouttes sessiles et pendantes. Ceci nous permettra ensuite de confronter les résultats du modèle proposé à ceux des expériences réalisées et apprécier le niveau de représentativité du modèle.

Références bibliographiques

[1] Young, T. An Essay on the Cohesion of Fluids. Philos. Transactions, Roy. Soc. Lond. 95, 65-87 (1805).
[2] Medale, M., Brutin, D. Sessile drops in weightlessness: an ideal playground for challenging Young's equation. npj Microgravity 7, 30, DOI: 10.1038/s41526-021-00153-9 (2021).

[3] Laplace, P. S. Supplément au livre X du Traité de Mécanique Céleste. Sur l'action capillaire (1806).
[4] Bashforth, F. & Adams, J. C. An Attempt to Test the Theory of Capillary Action. Cambridge University Press (1883).

4.3 Etude de l'hydrodynamique et des transferts en ébullition en microgravité
Md. Q. Raza, P. Ayegba, L. Torres, J. Sebilleau, S. Tanguy, A. Urbano, C. Colin

Etude de l'hydrodynamique et des transferts en ébullition en microgravité

Md. Qaisar Raza¹, Paul Ayegba¹, Loric Torres¹, Julien Sebilleau¹, Sebastien Tanguy¹, Annafederica Urbano², Catherine Colin¹

¹ Institut de Mécanique des Fluides de Toulouse, Université de Toulouse, CNRS

² ISAE-Supaéro

1. Ebullition convective en tube

L'étude de l'ébullition convective en tube s'est poursuivie dans le cadre de la thèse Paul Ayegba soutenue le 12 septembre 2022 [1]. Un nouveau dispositif expérimental COSMO a été construit sur les bases de l'expérience BRASIL mais avec une réduction de taille significative le rendant compatible avec une future implémentation dans l'ISS [2]. Ce nouveau dispositif COSMO a fait l'objet de 2 campagnes de vols paraboliques en 2021. Des expériences ont été réalisées en ébullition convective en tube vertical en écoulement ascendant et descendant au laboratoire et en micropesanteur. L'impact de la gravité sur les écoulements est surtout visible sur les écoulements à bulles (Figure 1) et en régime d'ébullition nucléée sur les transferts de chaleur. Les régimes d'écoulements, les frottements pariétaux et interfaciaux et les coefficients d'échange de chaleur ont été caractérisés et des modélisations ont été proposées [3]. L'analogie entre le frottement pariétal et le coefficient d'échange de chaleur en écoulement un terme d'amortissement proche de l'interface liquide vapeur qui dépend de la vitesse de propagation des « roll-waves » à l'interface [4]. L'analogie de Prandtl entre viscosité turbulente dans le film de liquide permet de calculer le coefficient d'échange. Ce modèle théorique est en bon accord avec les résultats expérimentaux (Figure 2).



Figure 1 : écoulements à bulles



2. Ebullition nucléée sur site isolée : expérience Multiscale Boiling et simulations numériques

L'expérience Multicale Boiling ou RUBI (Reference mUltiscale Boiling Investigation) a été lancée sur l'ISS en juillet 2019 et opérée jusqu'à début 2021. Cette expérience permet de générer une bulle de vapeur sur une paroi chauffée dans un fluide réfrigérant le n-perfluoro-hexane. Le champ de température au niveau de la paroi est mesuré par thermographie infrarouge et une caméra rapide sur le côté filme la croissance de la bulle de vapeur. Un circuit avec une pompe génère un écoulement cisaillé pour détacher les bulles. Les expériences ont été faites à différentes pressions, flux de chaleur, sous refroidissements du fluide, débits de liquide et temps de chauffe (t_wait) avant déclenchement de l'ébullition [5]. Un total de 3440 expériences reproduites 3 fois ont été réalisées dont 257 concernant l'ébullition avec écoulement. Ces expériences sont en cours de traitement par plusieurs équipes Européennes et un benchmark sur les techniques de traitement des images de la caméra rapide a été réalisé [6]. Ces expériences sont également utilisées pour valider des simulations numériques directes de l'ébullition. Ces travaux sont réalisés dans le cadre de la thèse de Loric Torres grâce au code DIVA développé à l'IMFT. Un modèle de sous maille permettant de décrire les transferts de chaleur au voisinage de la ligne de contact a été récemment implémenté. Il permet une meilleure convergence des simulations lors d'un couplage entre le calcul de la croissance de la bulle et la résolution du champ thermique dans la paroi, particulièrement pour des conductivités thermiques élevées ce qui est le cas de l'expérience RUBI.

Sur le plan expérimental, le détachement des bulles induit par la coalescence de 2 bulles en écoulement cisaillé a été étudié en collaboration avec Qaisar Raza et l'Université de Ljubljana. En présence d'un écoulement les bulles de vapeur sont nucléées sur la paroi, puis se détachent en glissant le long de la paroi. Si la fréquence de formation des bulles est assez élevée, il arrive que les bulles coalescent, ce qui conduit très souvent à leur détachement. Les conditions de microgravité offrent un cadre unique pour étudier ce phénomène très similaire au mécanisme de saut de gouttelettes induit par coalescence. Nous avons observé que quand 2 bulles coalescent, la bulle résultante se détache de la paroi (Figure 3) due à la conversion de l'excès d'énergie de surface en énergie cinétique qui donne une vitesse initiale de décollage à la bulle. Juste après la coalescence, une onde capillaire se propage

à la surface de la bulle et le décollage se produit après un temps t^* ($=\frac{t}{\tau_{cap}}$) =1.66, où $\tau_{cap} = \sqrt{\frac{\rho_l R^3}{\sigma}}$ est un temps capillaire. A partir d'un bilan des forces appliqué à la bulle après le décollage, la trajectoire de la bulle est calculée ainsi que la hauteur maximale du rebond qui est fonction d'un nombre d'Ohnesorge qui capture l'effet des propriétés du fluide dans le mécanisme de coalescence.



Figure 3 : Mécanisme de détachement des bulles de la paroi par coalescence

Publications

[1] Ayegba P., Ebullition convective dans un tube millimétrique vertical en écoulement ascendant, descendant et en conditions de microgravité, Thèse INP Toulouse, 2022.

[2] Chorin et al., Conception of a compact flow boiling loop for the International Space Station- First results in parabolic flights, CR Mécanique, en revision, 2022

[3] Ayegba P., Sebilleau J., Colin C., Hydrodynamics of vertical upward and downward flow boiling in a millimetric tube, Int. Journal of Multiphase Flow 153, 2022, 104120

[4] Ayegba P., Sebilleau J., Colin C., Theoretical Modelling of Heat Transfer in Vertical Upward and Downward Annular Flow Boiling, Heat transfer Enginnering, en revision, 2022.

[5] Sielaff et al., The Multiscale Boiling Investigation on-board the International Space Station: An overview , *Applied Thermal Engineering*, 205 ATE 117932, 2022

[6] O. Oikonomidou, Bubble growth analysis during subcooled boiling experiments on-board the international space station: Benchmark image analysis, Advances in Colloid and Interface Science 308, 2022, 102751

4.4 Démouillage accéléré par l'évaporation dans les caloducs oscillants X. Zhang, V. Nikolayev

Démouillage accéléré par l'évaporation dans les caloducs oscillants

Xiaolong Zhang¹, Vadim Nikolayev¹, ¹Service de Physique de l'Etat Condensé, CEA, CNRS, Université Paris-Saclay, CEA Saclay, 91191 Gif-sur-Yvette Cedex

Nous étudions des phénomènes physiques responsables du fonctionnement du caloduc oscillant (pulsating heat pipe en anglais, PHP) qui est un tube capillaire pliés en boules. A l'intérieur, des bouchons liquides séparés un de l'autre pas des bulles de vapeur se forment spontanément. Après l'application du gradient de température, le train des bouchons commence à osciller sous action de l'échange de phase, d'où l'efficacité du transfert de chaleur.

D'une part, ce travail fait l'objet d'une collaboration scientifique avec l'Université de Pise [1]. Avec nos collègues italiens, nous participons dans le projet MAP TOPDESS (Two-phase passive thermal devices for deployable space systems, 2019-2024) de l'ESA et aussi dans Topical team de l'ESA « Boiling and Condensation ». Deux prototypes de recherche en cours de développement par Kayser Italia seront montés sur l'appareil Heat Transfer Host 1 de l'ESA (à bord de l'ISS). Nous avons travaillé sur la simulation numérique des prototypes afin de prédire leur fonctionnement à bord de l'ISS. Les simulations sont effectuées avec le logiciel CASCO (Code Avancé de Simulation du Caloduc Oscillant) développé au CEA [1]. Cependant, certains modèles physiques à la base de la version actuelle de CASCO doivent être améliorés pour réaliser des simulations adéquates. Il s'agit notamment du modèle des films liquides, qui est l'objet principal de la thèse [7] cofinancée par le CNES démarrée fin 2019 ; sa soutenance aura lieu le 14/12/2022.

Lors de l'oscillation les ménisques des bouchons liquides déposent un film liquide de ~50 µm



(Edwards et al. Sci. Adv. 2016)

Fig. 1 Le démouillage de la paroi précédemment mouillé et la formation du bourrelet.

d'épaisseur. D'abord, nous étudions le phénomène de démouillage du tube par ce film, c'est-à-dire le recul de la ligne triple de contact. Le démouillage s'observe dans la vie quotidienne, par exemple quand on étale une goutte d'eau sur une surface non-mouillante et la surface de contact rétrécie (Fig. 1). Un bourellet qui collecte le liquide du film disparu, se forme le long de la ligne triple [2] et grossit dans le temps (Fig. 2a). Malgré cette manifestation macroscopique, il s'agit d'un phénomène contrôlé par l'échelle nanométrique ; il s'agit donc d'une simulation complexe capable de résoudre toutes les échelles [3]. Nos expériences antérieures ont démontré le démouillage est accéléré par l'évaporation (Fourgeaud et al. Phys. Rev. Fluids 2016). Dans le cadre du projet actuel, nous avons simulé le démouillage numériquement en présence de l'échange de phase. Notamment, le nombre capillaire $Ca = \mu U_{cl} / \sigma$, qui est la vitesse de démouillage adimensionnée avec la viscosité μ et le tension interfaciale σ décroit logarithmiquement dans le temps donc est presque constante. La décroissance logarithmique est visible sur la Fig. 2b car la largeur w du bourrelet de démouillage augmente avec le temps (cf. Fig. 2a). Pour cette raison, il est pratique d'opérer avec une valeur $\langle Ca \rangle$ moyennée entre $0.1t_d$ et $0.6t_d$ où t_d est le temps de l'évaporation complète du film.

Notre objectif est cependant de l'étudier l'effet de l'évaporation. Nous avons simulé ce cas et trouvé la vitesse de démouillage en fonction de l'angle de contact θ_{micro} qui définit des propriétés de mouillage et donc ne dépend que de la couple fluide-solide et la surchauffe ΔT de la paroi.



Fig. 2 (a) Croissance du bourrelet de démouillage; la demi-largeur $_W$ du bourrelet grossit dans le temps. Le paramètre des courbes et t/t_d . (b) Décroissance de la vitesse de la ligne triple en fonction de la largeur du bourrelet.

Le démouillage s'accélère avec ΔT (Fig. 3a) puisqu'il est contrôlé par l'angle de contact apparent θ_{app} qui augmente avec la surchauffe (Fig. 3b), et non pas l'angle microscopique θ_{micro} . La théorie multiéchelle [4] montre que θ_{app} est lié par une formule bien connue de Cox- Voïnov à l'angle de Voïnov θ_V qui est l'angle apparent pour la ligne de contact statique. Ce dernier dépend de θ_{micro} et de ΔT (Fig. 3b) et peut être calculé à partir d'un modèle de micro-région (Janecek et al. EPL 2012). N'importe quel autre modèle de micro-région, par exemple celle de Stephan et al. (1992) peut être également utilisé. Ce type d'approche est intéressant pour simuler non seulement les caloducs oscillants [6] mais aussi la microcouche qui apparait sous les bulles en ébullition [5].



Fig. 3 Comparaisons entre la simulation 2D de démouillage (symboles) [3] et la théorie simplifiée multi-échelle (lignes) [4] pour la vitesse de démouillage (a) et les angles de contact apparent et de Voïnov (b).

References 2022

- 1. Abela, M., Mameli, M., Nikolayev, V. & Filippeschi, S. *Experimental analysis and transient numerical simulation of a large diameter pulsating heat pipe in microgravity conditions*, <u>Int. J. Heat Mass Transfer</u>, **2022** vol. 187, 122532.
- Nikolayev, V. S. Evaporation effect on the contact angle and contact line dynamics, In: Marengo, M. & De Coninck, J. (ed.), The Surface Wettability Effect on Phase Change, <u>Chapter 6</u>, Springer, 2022, 133 - 187.
- Zhang, X. & Nikolayev, V. S. Dewetting acceleration by evaporation, <u>J. Fluid Mech.</u>, 2022 vol. 948, A49.
 Zhang, X. & Nikolayev, V. S. Dewetting accelerated by evaporation, Proc. 16th Int. Conf. Heat Transfer Fluid Mech. Thermodynamics (HEFAT-ATE 2022), 2022, 311 - 316.
- Tecchio, C., Zhang, X., Cariteau, B., Zalczer, G., Roca i Cabarrocas, P., Bulkin, P., Charliac, J., Vassant, S. & Nikolayev, V. *Microlayer dynamics at bubble growth in boiling*, Proc. 16th Int. Conf. Heat Transfer Fluid Mech. Thermodynamics (HEFAT-ATE 2022), 2022, 624 - 629.
- Zhang, X. & Nikolayev, V. S. Liquid film model for pulsating heat pipes, Proc. 16th Int. Conf. Heat Transfer Fluid Mech. Thermodynamics (HEFAT-ATE 2022), 2022, 612 - 617.
- 7. Zhang, X. Modélisation de caloduc oscillant » Thèse de doctorat de l'Université Paris-Saclay, 2022.

4.5 Propriétés dynamiques de populations de gouttelettes d'eau en microgravité
C. Graziani, M. Nespoulous, R. Denoyel, S. Fauve, C. Chauveau, L. Deike, M. Antoni

Propriétés dynamiques de populations de gouttelettes d'eau en microgravité

C. Graziani¹, M. Nespoulous¹, R. Denoyel¹, S. Fauve², C. Chauveau³, L. Deike⁴, M. Antoni¹ ¹Aix-Marseille Univ., MADIREL, ²ENS-Paris, LP, ³Univ. Orléans, ICARE, ⁴ Princeton Univ., MAE/HMEI

Les aérosols sont des systèmes multiphasiques dans lesquels au moins une des phases est sous une forme divisée. Ces phases peuvent être gazeuses, liquides ou solides. Comme les émulsions ou les nanofluides, les aérosols sont des dispersions avec de grandes surfaces d'échange qui leur confèrent des propriétés physico-chimiques spécifiques. Ils peuvent être d'origine naturelle ou anthropique. Le brouillard, la poussière, les argiles, les exsudats forestiers en sont des exemples naturels tandis que le smog, les particules fines produites par les moteurs à combustion interne ou les appareils de chauffage des bâtiments sont tous d'origine anthropiques. La description des propriétés de tous ces systèmes est un problème majeur en climatologie, notamment lorsqu'il s'agit de décrire la microphysique des nuages.

Les aérosols considérés ci-après consistent en des populations de gouttelettes d'eau de quelques micromètres de rayon. Ils sont produits par une compression rapide suivie d'une détente, elle aussi rapide, d'un petit volume d'air. La pression initiale et finale est la pression atmosphérique. Les expériences sont réalisées dans une chambre d'expérimentation (CE) cylindrique (diamètre 3 cm, hauteur 6 cm) et la compression/détente se fait depuis/vers un réservoir d'environ 170 cm³. La microscopie par tomographie optique en transmission est utilisée pour identifier les gouttelettes et suivre leur évolution dans le temps. Le champ optique est voisin de 1 mm² et le volume total sondé d'environ 2 mm³. Dans les expériences au sol, ces systèmes se déstabilisent rapidement du fait du drainage gravitaire ce qui empêche l'étude de leurs propriétés. Après typiquement une seconde plus aucune gouttelette n'est en effet observable. Des conditions de microgravité s'avèrent donc indispensables. Des campagnes en vols paraboliques ont donc été menées et ont permis de démontrer la possibilité de produire des populations de gouttelettes ainsi que leur bonne observabilité.

Résultats

Les séquences de microscopie tomographiques sont traitées une par une pour identifier chaque gouttelette individuellement puis faire une reconstruction en 3D des aérosols étudiés afin de permettre le comptage du nombre de ces gouttelettes. La Figure 1 montre l'évolution de ce nombre (N) en fonction du temps pour deux valeurs de l'humidité relative : H=100% et H=70%. Quatre répliques sont réalisées pour chaque valeur de H dans des conditions de pression et de température similaires. La zone grisée (t<7 s) indique la période pendant laquelle la reconstruction en 3D n'est pas utilisable en raison du manque de cohérence entre images successives. Pour des temps plus longs, les expériences saturées en eau montrent des gouttelettes persistantes sur la durée des paraboles alors qu'elles ont toutes disparues après typiquement 11 s lorsque H=70%.



Figure 1 : Évolution du nombre de gouttes en fonction du temps. En haut H = 100 %. En Bas : H = 70 %. La zone grise correspond à la phase d'amortissement des écoulements consécutifs à la détente. La ligne verticale discontinue indique le temps d'évaporation.

Ces résultats, bien qu'attendus, sont essentiels. Tout d'abord parce qu'ils démontrent clairement la possibilité de suivre l'évolution de populations de gouttelettes par tomographie optique en microgravité. C'est une condition fondamentale pour la faisabilité d'études sur de plus longues durées. Il était notamment important de vérifier que les écoulements générés par la détente initiale s'amortissaient rapidement. Il se trouve qu'après quelques secondes, les gouttelettes présentent toutes des mouvements de faible amplitude résultant uniquement de l'accélération résiduelle des conditions de vol. Ces mouvements des temps caractéristiques suffisamment grands pour ne pas altérer la cohérence des images indispensable pour la reconstruction 3D. La Figure 1 indique aussi que l'évaporation dans le régime sous-saturé (H=70%) est un phénomène rapide. Il apparaît ici que des problèmes fondamentaux comme la rapidité avec laquelle des populations de gouttelettes s'évaporent ou encore la mesure de la fraction liquide (nombre et rayon des gouttelettes) deviennent accessibles quantitativement. Les expériences montrent toutefois une reproductibilité dont l'origine vient des imprécisions dans le faible protocole de compression/détente mis en oeuvre. Les expériences récentes ont permis de résoudre ce problème par un meilleur contrôle des transferts thermiques mis en jeu dans la phase de compression/détente.

Outre la cinétique de formation et d'évaporation des gouttelettes, un autre objectif de cette étude est de décrire leur évolution dans un écoulement de Von Karman. La CE est, pour cela, équipée de deux rotors coaxiaux contrarotatifs se faisant face, de diamètre 29 mm et distants de 6 cm. Les expériences se sont concentrées sur la mesure du temps de drainage (t_{dr}) qui est défini ici comme le temps écoulé entre l'activation des rotors (à une fréquence f) et la mise en mouvement des gouttelettes. Le comportement de $1/(f \times t_{dr})$ en fonction de f est représenté sur la Figure 2. Il augmente linéairement dans la gamme 6 Hz < f < 15 Hz et s'extrapole jusqu'à zéro pour f \approx 1,5 Hz, ce qui est cohérent avec le fait qu'aucun mouvement (si ce n'est celui associé à l'accélération résiduelle) n'est observé pendant la durée des paraboles lorsque f < 4 Hz. Cela correspond à un nombre de Reynolds (Re = $2\pi f R^2/v$) de l'ordre de 400 pour lequel il est connu que les premières instabilités de l'écoulement de Von Karman ont lieu ($v\approx$ 1,5 10 m².s⁻¹, est la viscosité cinématique de l'air et R \approx 1,45 cm le rayon des rotors). Pour des valeurs plus petites de Re, l'écoulement est laminaire et le mouvement se développe sur des échelles de temps déterminées par la diffusion ($4R^2/v\approx$ 60 s), donc bien plus longues que la durée des paraboles (22 s).



Figure 2 : Comportement de 1/(f×t_{dr}) en fonction de la fréquence f de rotation des moteurs.

Conclusions

Les expériences préliminaires présentées dans ce travail ont permis d'établir la possibilité de décrire quantitativement des populations de gouttelettes en microgravité. Les écoulements générés par la détente initiale utilisée pour les produire s'estompent en quelques secondes. Au-delà de ce temps, les gouttelettes sont animées de mouvements suffisamment lents pour étudier leur évolution. Ce travail démontre enfin comment des gouttelettes peuvent être mises en mouvement lorsqu'elles évoluent dans un écoulement de Von Karman.

Publications

C. Graziani et al., A new experimental set-up for aerosol stability investigations in microgravity conditions, Submitted to *Comptes Rendus de l'Académie des Sciences* (2022)

4.6 Transferts de chaleur dans une goutte de Ni en lévitation électromagnétique R. Pons, A. Gagnoud, **D. Chaussende**, O. Budenkova

Transferts de chaleur dans une goutte de Ni en lévitation électromagnétique

Romain Pons¹, Annie Gagnoud¹, Didier Chaussende¹, Olga Budenkova¹

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

La lévitation électromagnétique (LEM) a pour but de garder un échantillon conducteur d'électricité en suspension, sans aucun contact, afin de garder la pureté de ce dernier, et plus particulièrement à l'état liquide. Les manipulations avec un échantillon en état de lévitation et la prise des mesures sans contact permettent de définir les propriétés thermophysiques de métaux et alliages à hautes températures^{1,2}. La majorité de ces études s'effectuent en microgravité, car les conditions sont avantageuses. Cependant, les expériences de microgravité sont chères et rares. L'objectif de cette étude est donc d'utiliser la LEM en conditions terrestres.

Afin de récupérer des propriétés comme la chaleur spécifique C_p et la conductivité thermique λ de métaux liquides, une méthode de calorimétrie modulée est mise en œuvre dans le « Materials Space Laboratory » de l'ISS. Cette méthode se base sur l'approximation du modèle à deux zones^{3,4} qui ne prend en compte qu'un transport de chaleur purement diffusif au sein de l'échantillon. Or, lorsque la gravité doit être compensée, les forces électromagnétiques sont plus importantes et la convection engendrée tend à homogénéiser la température au sein de l'échantillon. Par ailleurs, le champ électromagnétique n'étant pas complétement symétrique, l'échantillon adapte sa position d'équilibre lorsque l'intensité du courant électrique circulant dans l'inducteur varie. Dans ces conditions, il est nécessaire d'étudier le comportement thermique de l'échantillon sous diverses modulations de courant afin de vérifier si une procédure de calorimétrie modulée peut être appliquée sur Terre⁵.

Résultats

Dans deux expériences présentées ci-dessous, l'évolution de la température polaire et équatoriale de la charge est suivie durant les modulations du courant AC efficace $I_{AC} = I_{AC,0} + \Delta I \cos(2 \pi t / T_m)$, où $I_{AC,0} = 322A$ correspond à un état stationnaire avant la modulation. Une première expérience (1) est réalisée avec une période de modulation de courant $T_{m,1} = 2s$ et une amplitude de courant $\Delta I_1 = 8A$, avec l'échantillon de Ni dont le rayon en état sphérique est $R_1 = 3.53mm$, Fig.1. Une deuxième expérience (2) est ensuite réalisée pour deux échantillons de Ni de tailles différentes : $R_1 = 3.53mm$ et $R_2 = 3.84mm$, avec une période de modulation $T_{m,2} = 6s$ et une amplitude de modulation de courant $\Delta I_2 = 20A$, Fig.1.



Figure 1 : Evolution des températures polaire et équatoriale lors de la modulation du courant électrique (ligne grise) obtenue dans l'expérience 1 (gauche) et 2 (droite).

Dans les expériences 1 et 2, lors de la variation du courant électrique, les deux températures, polaire et équatoriale, augmentent puis se stabilisent. Ce résultat est en contradiction avec la théorie, selon laquelle après une perturbation initiale, la relaxation de température vers la valeur stationnaire est attendue. L'augmentation de la température observée dans les expériences est due au mouvement de la charge au sein de l'inducteur, sous l'effet du changement de courant. Cela a été prouvé par des

simulations réalisées avec COMSOL Multiphysiques^{® [1]}. Par ailleurs, la réponse de la température polaire semble être liée à la taille de la charge, à son poids et sa distance par rapport aux spires ; cela affectant son déplacement.



Figure 2 : Réponse de la température équatoriale (rouge) suite à différents « pulses » du courant (gris), le « fit » exponentiel étant représenté en vert ; taille de l'échantillon $R_2 = 3,84mm$.

Dans l'expérience 3 nous avons modulé le courant électrique dans l'inducteur par « pulses » avec des durées différentes dans l'idée d'obtenir une réponse exponentielle de la température lors du passage d'un état thermique stationnaire vers l'autre (Fig.2). Avec les données expérimentales, le C_p du matériau peut être déterminée grâce à deux méthodes (voir Tab.1). Le $C_{p,tot}$ est la valeur pour l'échantillon entier, i.e. exprimée en $J. K^1$. La valeur de ΔP_{mod} qui correspond à l'amplitude de la variation du puissance Joule dans la goutte peut être estimée à partir des données récupérées lors de l'état stationnaire^[1].

La valeur de C_p obtenue pour Ni avec la méthode (i), Tab.1, semble assez éloignée de la valeur connue à la température de fusion (T_f) de Ni, 1728 K ($C_{p,T_f} = 656 J. K^{-1}. kg^{-1}$)⁶. On suppose que ce décalage est dû à la période de modulation du courant T_m dans les expérience 1 et 2 qui n'est pas adaptée^{3,4}. Les valeurs de C_p dans Tab.1 correspondent à une température 200 K au-dessus de T_f .

	Equations	$C_p(J.K^{-1}.kg^{-1})$
(i)	$C_{p,tot} = \Delta P_{mod} / (2\pi / T_m \Delta T)$	790
(ii)	$\Delta T = Be^{-\beta t} + D, \beta = 4\pi R^2 \sigma_b \varepsilon T^3 / C_{p,tot}$	690

Tableau 1 : Valeurs de Cp

Perspectives

Les expériences montrent que dans les conditions terrestres il est possible d'estimer la valeur de C_p , cependant, il faudrait utiliser des échantillons plus grands afin de minimiser le déplacement de ces derniers et ainsi mieux distinguer la température polaire et équatoriale. Des calculs numériques sont aussi mis en œuvre pour comprendre au mieux les phénomènes de déphasage entre pôle et équateur, et donc les effets de taille et de déplacements d'échantillons. Par ailleurs, des T_m plus adaptées seront mis en place. Enfin, en excluant le transport convectif, et en évaluant le déphasage de la réponse entre la température et le courant, la conductivité thermique λ pourra être évaluée.

Publications

[1] R.Pons, A.Gagnoud, D.Chaussende, O.Budenkova. Design of a coil for electromagnetic levitation: comparison of numerical models and coil realization. *Magnetohydrodynamics*, vol. 58 (2022), no.1/2, pp. 55-64.

[2] R.Pons, A.Gagnoud, D.Chaussende, O.Budenkova. Study of heat transfer in a nickel droplet in electromagnetic levitation. Submitted to *Magnetohydrodynamics*.

¹ Mohr et al. NPJ microgravity, 5 (2019) / ² Mohr et al. Adv.Eng.Mat, 23 (2021)

³ Fecht and Johnson. Review of sc. Inst., 62 (1991) / ⁴ Wunderlicht and Fecht. Meas. Sc. and Tech., 16 (2005)

⁵ Schetelat and Etay. Heat and mass transfer, 47 (2011) / ⁶ Chapman. Materials Science and Engineering, 1 (1966)

4.7 Evaporation de goutte sur substrat soluble C. Pirat, **J. Colombani**

Evaporation de goutte sur substrat soluble

Christophe Pirat et Jean Colombani

Institut Lumière Matière, Université de Lyon, Université Claude Bernard Lyon 1, CNRS UMR 5306, Campus de la Doua, 69622 Villeurbanne cedex

Cette étude se situe à l'interface de l'étude de l'évaporation de gouttes, et de l'étude de la dissolution/précipitation des minéraux. Nous souhaitons comprendre à la fois la façon dont une goutte voit les mécanismes de son évaporation modifiés quand elle s'évapore sur un substrat soluble plutôt qu'inerte, et la façon dont la surface du solide est modifiée par cette évaporation.

Lorsqu'une goutte de solution colloïdale s'évapore, le dépôt de colloïdes à la périphérie de la goutte provoque un ancrage de la ligne triple, qui lui-même induit un flux centrifuge de colloïdes dans la goutte. Ce dernier conduit à la formation d'un dépôt en bord de goutte en fin d'évaporation, de type 'tâche de café'. Ce phénomène a été observé et interprété dans des centaines de situations.

Si l'évaporation de la goutte a lieu sur un substrat soluble dans le liquide en cours d'évaporation, au lieu d'un substrat inerte comme habituellement, un flux des espèces dissoutes a lieu du centre vers le pourtour de la goutte, pour les mêmes raisons qu'expliqué ci-dessus, conduisant à un ancrage de la ligne triple et à un dépôt de type 'tâche de café'. Dans cette situation plus complexe, quatre phénomènes viennent maintenant interagir : (i) réaction chimique à l'interface solide-liquide, avec transfert d'ions du substrat à la goutte, (ii) évaporation du solvant à l'interface liquide-gaz, avec transfert de molécules de la goutte à l'atmosphère, suivi de la diffusion-convection de ces molécules loin de la goutte, (iii) transport des ions dissous du centre vers la périphérie, (iv) précipitation du soluté formant dépôt en bordure de goutte.

Nous avons donc observé l'évaporation de gouttes d'eau pure de moins de 1 µl sur un monocristal de chlorure de sodium clivé et poli, afin de garantir un état de surface reproductible. Nos études ont porté essentiellement sur deux aspects.



Fig. 1 : Haut : Profil d'écoulement dans le plan du substrat, de gauche à droite à t=0.5, 0.15 et 0.20 t_f. Les pointillés rouges montrent la ligne de stagnation. Bas : Interprétation partielle du profil de vitesse.

1- L'étude du champ de vitesse dans la goutte

Le premier objectif de cette étude a été d'identifier les mécanismes qui pilotent la cinétique d'évaporation de la goutte, et en particulier la contribution du champ de concentration découlant de la dissolution du substrat. Pour cela, nous avons mesuré les écoulements à l'intérieur de la goutte par une série d'expériences de microscopie confocale couplée à une analyse μ -PIV. Nous avons obtenu des

champs de vitesse résolus en espace et en temps dans le plan à l'interface solide-liquide (figure 1, haut). L'écoulement est observé comme étant entièrement dirigé radialement du bord vers le centre au tout début de l'évaporation. Puis l'écoulement, toujours radial, s'inverse et, après moins d'1/4 du temps total d'évaporation t_f , quelle que soit la température du substrat, l'écoulement est entièrement dirigé du centre vers le bord. Nous attribuons cette inversion de l'écoulement à la présence d'un gradient de concentration dû à la dissolution du substrat qui, par effet Marangoni solutal, conduit initialement à un transport de fluide centripète au niveau de l'interface solide-liquide. Une fois la concentration homogénéisée, cet écoulement Marangoni disparaît et on observe un écoulement capillaire centrifuge classique de type 'tâche de café'. Une interprétation partielle en terme de profil d'écoulement, validée par des simulations numériques, est schématiquement donnée figure 1, bas¹.

2- La morphologie du dépôt

Cette étude hydrodynamique montre que les écoulements dans la goutte sont dominés par un transfert de soluté du centre vers la périphérie, celui-ci conduisant à l'apparition d'un dépôt périphérique, systématiquement présent après évaporation totale. A la différence de ce qui est observé d'habitude lors de l'évaporation de solutions salines sur substrat inerte, le dépôt, conséquence d'un creusement parabolique sous la goutte (figure 2, droite), semble se former par précipitation progressive en suivant le profil de la goutte au niveau de la ligne triple². Deux morphologies finales sont observées: dépôt incliné vers l'intérieur ou bien structure creuse hémitoroïdale (figure 2, gauche). Un modèle analytique incluant tous les paramètres des expériences (évaporation, dissolution diffusion, précipitation) permet de comprendre pourquoi les paramètres de contrôle de la morphologie sont le rayon initial de la goutte déposé r_{TLO} et l'angle de contact de celleci θ_0 (figure 2, droite)³. Les expériences sur terre et en vols Og (campagnes Novespace VP 115-118-123-125) nous ont amené de retrouver les mêmes tendances morphologiques, conduisant à penser que les mécanismes à l'œuvre lors de la cristallisation du dépôt sont peu influencés par la gravité.



Fig. 2 : <u>Gauche</u> : exemples de clichés MEB après évaporation d'une goutte d'eau pure sur un monocristal de NaCl de types « ouvert », et « fermé » (après clivage). <u>Droite</u> : haut : profil typique de dépôt ; bas : diagramme des morphologies dans le plan (r_{TLO} , θ_0) (cercles vides : ouvert, pleins : fermé).

<u>Remerciements</u> : Les auteurs remercient le CNES pour son soutien et le CADMOS pour son aide expérimentale.

¹ Mailleur, Colombani, Pirat, Rivière and Vodolazskaya, Phys. Rev. Fluids, 7, 093605 (2022).

² Mailleur, Pirat, Simon, Fulcrand, and Colombani, Colloids Surf. A, 651, 129724 (2022).

³ Mailleur, Pirat, Pierre-Louis and Colombani, *Phys. Rev. Lett.*, **121**, 214501 (2018).. En couverture de la revue.

4.8 Islands on freely floating smectic bubbles can wrinkle like solid sheets **E. Lacaze**, A. Missaoui, K. Harth, T. Trittel, C. Klopp, R. Stannarius

Islands on freely floating smectic bubbles can wrinkle like solid sheets

Emmanuelle Lacaze¹, Amine Missaoui^{1,2}, Kirsten Harth², Torsten Trittel², Christoph Klopp², Ralf Stannarius²,

¹ Sorbonne Université, CNRS, Institut des Nanosciences de Paris (INSP), Paris, France.

² Otto von Guericke University Magdeburg, Inst. of Physics, ANP, Magdeburg, Germany.

The main purpose of the experiment is the study of the dynamic of smectic islands under external forces in free floating smectic liquid crystal bubbles. In general, a violent stretching or compression of smectic liquid crystal film is always coupled to a flow and thus to a re-distribution of the film material which is significantly hindered by the internal layer structure that would inhibit thickness changes of the films. This involves a reorganization of the smectic layer structure and the generation and growth of islands. They are excess smectic layers stacked upon a background film. They are surrounded by a dislocation line that provides a line tension that shapes them circularly in equilibrium. Using microgravity experiments performed during a CNES parabolic flight campaign at NOVESPACE (Bordeaux, France) we reveal that the growth of the islands in presence of violent stretching or compression is characterized by a buckling-type phenomenon.

We create oscillating free floating bubbles using catenoid collapse (Figure 1). Under normal gravity conditions, the initial shape of the bubble is asymmetric after pinch-off. It usually pinches off at its upper end first, which influences the oscillating behavior. On the other hand, as they are freely floating, the bubbles under normal gravity leave the observation window of the optical microscope very fast. Most experiments were thus carried out in microgravity during a CNES parabolic flight campaign at NOVESPACE (Bordeaux, France) in October 2019.



Figure 1: Sketch of the procedure to prepare freely floating smectic bubbles using catenoid collapse.

Results

The smectic liquid crystal bubble performs damped oscillations for approximately 1 second. The oscillation occurs with alternating prolate and oblate extensions (Figure 1). Because of the decrease of the surface area and the corresponding increase of the average bubble thickness, the smectic layers have to reorganize by building/growing islands in the film in the first tenth of milliseconds. We indeed observe the expected quadratic island growth during these milliseconds (Figure 2-left). However, in 30% of the measurements, islands additionally react to local lateral compression of the film that cannot be compensated by the growth of their area [1]. The result is that the apparent growth stops as shown on Figure 2-right. This corresponds to the appearance of a circular wrinkle pattern (Figure 3). Wrinkles develop on a time scale of milliseconds, faster than the time scale for island expansion. When the wrinkling is finished the island area become similar to the value it would have if no wrinkling would have occurred (Figure 2-right). This shows that the real island radius continues to grow during wrinkling. The wrinkling process can be viewed as a local buckling of the island under violent compression, allowing to locally and suddenly increase its size.


Such a wrinkling process has already been observed for the smectic bubble itself [2]. It demonstrates that smectic films can behave similarly to solid sheets under sufficiently fast and strong lateral compression. This phenomenon cannot happen in conventional low-viscosity soap films because they can instantaneously change their thickness and film area under strong lateral compression. For the islands the wrinkling patterns are structurally equivalent to those of, e.g., thin gold films on a polymer substrate with incompatible thermal expansion coefficients under temperature changes (Figure 3) [3]. We adapt to the islands the model originally developed to explain the wrinkling of the bubbles, allowing to understand how specific wavelengths are selected in the patterns [1]. Here the wavelengths are of the order of tenths of micrometers. We demonstrate the crucial role played by the line tension for the wrinkling of islands that usually occurs without wrinkling of the bubble around. Thanks to an independent measurement of the island line tension value, we reformulate the original model. We reveal that the elasticity of the smectic islands is mostly dominated by the curvature of the smectic layers within the islands, the dilation term being not so important. The main result is finally that the line tension value that we infer from the model is smaller by almost two orders of magnitude than the value issued from static measurements. We thus have to assume that the line tension term introduced in the model is not the usual static line tension but an effective, dynamic one [1].



Figure 3.

Top: Wrinkling structures observed in smectic islands. A wavelength of $40\mu m$ is selected

Bottom: Images of gold coated shape memory polymers after shape recovery of a locally streched sample [2].

Perspectives

Appearance of such an effective, dynamic line tension should be tested in the future. However, a lot of new properties of these smectic bubbles appear also important to be studied, in particular how they behave under the influence of external parameters. In the parabolic flight campaign of October 2022 we have explored how smetic bubbles evolve under electric field applied from external needles.

References

[3] Shape instabilities of islands in smectic films under lateral compression" Amine Missaoui, Kirsten Harth, Torsten Trittel, Christoph Klopp, Ralf Stannarius and Emmanuelle Lacaze, Soft Matter 9 (2022) 3193-3205

[2] K. Harth, T. Trittel, K. May and R. Stannarius, soft Matter 15, 677 (2019).

[3] Y. zhao, W.M. Wang and Y. Q. Fu, J. Micromec. Microeng. 21,067007 (2011).

4.9 USAIN-BOT : microrobots inertiels pilotés par ultrasons
G. Chabouh, M. Mokbel, B. van Elburg, M. Versluis, T. Segers, S. Aland, C. Quilliet, G. Coupier

USAIN-BOT : microrobots inertiels pilotés par ultrasons

G. Chabouh¹, M. Mokbel², B. van Elburg³, M. Versluis³, T. Segers³, S. Aland², C. Quilliet¹, G. Coupier¹

¹ Laboratoire Interdisciplinaire de Physique, Université Grenoble Alpes, CNRS ² Freiberg University, Germany ³ Mesa+, Twente, the Netherlands

Résumé des objectifs : l'enjeu global du projet est de réaliser des micronageurs artificiels mûs par ultrasons ; le principe de propulsion est de faire subir à des microcoques (bulles d'air encapsulées) des cycles de dégonflement-regonflement donnant lieux à des événements de flambage mettant en jeu rapidement une grande quantité de fluide. Ce principe de propulsion ayant été démontré numériquement et sur des expériences macrométriques, l'étape cruciale du projet était de démontrer le principe à l'échelle micrométrique, en ayant en tête la nécessité d'optimiser les paramètres mécaniques des coques et les modes de sollicitation (forme de l'onde ultrasonore) pour obtenir une propulsion efficace.

Le projet a progressé tant sur les aspects expérimentaux que théoriques. Les aspects numériques, portés par l'équipe de Freiberg, ont déjà donné lieu à une publication [1], permettant de prévoir la dynamique de coque dans leur état flambé (fréquences propres d'oscillations et dissipation dans le fluide).

Nous avons utilisé des microcoques produites dans l'équipe de Twente afin de réaliser nos premières expériences sur coques lipidiques. Ceci nous a d'abord permis d'améliorer notre compréhension des mécanismes de flambage sur ces objets. En effets, ces objets sont bien connus de la communauté de l'imagerie ultrasonore puisqu'ils sont utilisés comme agents de contraste, de par leur forte compressibilité. La perte de symétrie sphérique sous une trop forte pression était traditionnellement comprise comme due à une annulation de la tension de surface. En parallèle, le flambage de coque élastique est conceptuellement associé à une compression trop importante dans le plan, libérée par une déformation faisant intervenir un coût en énergie de courbure. En observant et en modélisant le comportement des coques soumises à une contrainte de pression (Fig. 1), nous avons travaillé à concilier ces deux visions, dans le but de mieux comprendre comment activer efficacement les coques. Ce travail a donné lieu à un article soumis en réponse à une invitation pour un numéro spécial dans la revue Philosophical Transactions A [2].



Figure 1 : Formes flambées d'agents de contrastes lipidiques (barre d'échelle 6 microns). La présence d'une longueur caractéristique entre deux plis indique la présence d'une échelle typique liée à la compétition entre compression et courbure au niveau de la coque [2]. En parallèle, nous avons mis en évidence un déplacement important sur un cycle de pression, dans le cadre de faibles fréquence (Fig. 2). Ce résultat est la preuve de concept permettant d'envisager la suite de ce projet avec optimisme.

La suite du projet est d'activer ces coques avec des fréquences croissantes (thèse d'Andréa Feasson démarrant actuellement), toute en modélisant leur comportement par des approches numériques (équipe de Freiberg) et théorique.



Références

[1] M. Mokbel, A. Djellouli, C. Quilliet, S. Aland, and G. Coupier, « Post-buckling Dynamics of Spherical Shells «, Proc. Roy. Soc. A 477, 20210378 (2021).

[2] G. Chabouh, B. van Elburg, M. Versluis, T. Segers, C. Quilliet and G. Coupier, « Buckling of lipidic ultrasound contrast agents under quasi-static load », Phil. Trans. Roy. Soc. A 2022, in revision (special issue « Probing and Dynamics of Shock Sensitive Shells »).

4.10 Vers la manipulation sans contact de gouttes avec une pince ultrasonore mono-faisceau en micropesanteur

R. Marchiano

Vers la manipulation sans contact de gouttes avec une pince ultrasonore mono-faisceau en micropesanteur

Régis Marchiano¹

¹ Sorbonne Université – CNRS UMR 7190 - Institut d'Alembert– Paris, France

La manipulation de liquide sans contact et sans récipient en micropesanteur peut être utile aussi bien pour des applications pratiques de transport et de manipulation sans contamination que pour des études plus fondamentales de coalescence, de mélange et d'évaporation de gouttes. Les ultrasons sont bien adaptés à cet objectif car ils peuvent exercer une force à distance sans contact direct, leur technologie est bien maîtrisée et ils ne nécessitent pas de traitement particulier sur les liquides à manipuler. Hasegawa et al.¹ ont proposé récemment un dispositif permettant de manipuler en micropesanteur des gouttes bien plus grosses qu'en laboratoire et ont pu observer la coalescence de deux gouttes lors d'expériences en vol parabolique. Toutefois leur dispositif expérimental, basé sur des ondes stationnaires, n'assure pas une grande sélectivité spatiale (plusieurs points d'équilibre existent) ni le transport sur une grande distance (celui-ci n'est pas naturel à cause du travail dans une cavité) et le champ acoustique utilisé est assez intense (à cause des ondes stationnaires). Ces trois problèmes pourraient être dépassés grâce à l'utilisation d'une pince ultrasonore mono-faisceau. En effet, nous avons montré que la manipulation sans contact ultrasonore est possible avec des ondes progressives². Cette avancée a permis le développement d'un démonstrateur technologique de pince ultrasonore adaptée à la manipulation en micropesanteur : Télémaque. Télémaque a été développé en partenariat entre le CNES et Sorbonne Université dans le cadre de la mission Alpha de Th. Pesquet. Télémaque a d'abord été validé expérimentalement en vol parabolique lors des campagnes CNES de juin 2020 et avril 2021, puis déployé dans l'ISS et expérimenté par Thomas Pesquet en juillet 2021 et Matthias Maurer en Février 2022. Les deux séances ont permis de valider le dispositif et de piéger et manipuler différents objets (de billes élastiques 'simples' jusqu'à des objets articulés). Dans ce travail, nous évaluons la possibilité pour la pince Télémaque de piéger des gouttes de liquide.



Résultats

Figure 1 : Evolution du champ de pression en fonction du diamètre de la goutte (d=1, 2, 4, 6 et 8 mm) La figure 1 présente l'évolution du champ de pression acoustique au voisinage d'une goutte (supposée sphérique) de diamètres 1, 2, 4, 6 et 8 mm dans des plans transverses à l'axe de propagation (en bas)

¹ K. Hasegawa et al., Sci. Rep., 2019;

² D. Baresch et al., Phys. Rev. Lett., 2016

et dans des plans parallèles à l'axe de propagation (en haut). Le champ de pression représenté est la somme d'un champ incident (champ rayonné par la pince Télémaque mesuré expérimentalement) et d'un champ diffusé par la goutte (champ simulé numériquement à partir de la connaissance du champ incident et des propriétés physiques du liquide : $\rho = 1000$ kg/m^3 et $c_0 = 1500$ m/s.). On voit ainsi l'influence de la goutte sur le champ et ses interactions avec celui-ci. Pour les diamètres les plus petits, la goutte est piégée dans le cœur « de silence » produit par la pince et engendre peu d'interactions. Pour les plus grands diamètres, l'interaction du champ et de la goutte est plus importante changeant profondément la structure du champ autour de la goutte. La composante axiale de la force de pression de radiation en fonction du diamètre de la goutte est présentée à la figure 2. On constate que la pince est capable de produire un piège stable pour les diamètres 1, 2, 4 et 6 mm. Un piège stable correspond à un passage à zéro de la force F_z avec une pente de F_z négative (de sorte qu'avant le zéro, la force « pousse » vers les z croissants et qu'après le zéro, la force « attire » vers les z décroissants). Il n'y a pas de piège pour la goutte de diamètre 8mm (elle est poussée systématiquement), pour le diamètre 6mm, le piège existe mais est fortement décalé et les forces sont très dissymétriques (la poussée est plus forte que l'attraction).



Figure 2 : Evolution du champ de pression en fonction du diamètre de la goutte (d=1, 2, 4, 6 et 8 mm)

Perspectives

Les résultats présentés montrent que le piégeage de gouttes de liquide est théoriquement possible avec une pince mono-faisceau et que la pince Télémaque peut être adaptée à cette tâche pour le piégeage de gouttes jusqu'à des diamètres d'environ 4mm. A court terme, le travail en cours porte sur l'observation expérimentale du piégeage de gouttes d'abord de petite taille pour travailler en laboratoire. Pour les diamètres plus importants il faudra avoir recours à des expériences en micropesanteur. Actuellement, le point bloquant est le problème de l'injection de la goutte de liquide dans la pince (c'est à dire la capture de la goutte par la pince). Jusqu'à présent, seuls des objets solides ont été manipulés et les méthodes pour les placer dans la pince reposaient toutes sur l'utilisation d'une autre pince (matérielle cette fois) pour tenir l'objet et le déposer au foyer. Bien entendu cette technique n'est pas applicable pour les liquides. Suite à différents essais infructueux d'injection directe avec une seringue déposant une gouttelette au foyer, le protocole est en cours de modification. Nous envisageons l'ajout de transducteurs sur l'aiguille pour détacher la goutte et permettre sa capture par la pince. Par ailleurs, l'instrumentation du dispositif actuel est en train d'être complétée pour mieux observer le comportement de la goutte (principalement observer les déformations de la surface de la goutte avec des caméras et voir l'évolution de la température de surface à partir d'une caméra infrarouge).

Publications

S. Vincent, P. Challande, R. Marchiano, "Calibration of the axial restoring force produced by a single-sided acoustic tweezers", Sci Inst., en cours de soumission.

Session 5

Mousses, émulsions, suspensions, gels

5.1 Towards the ISS Colloidal solids experiments : sample synthesis and setup tests C. Iaquinta, J. Behra, T. Phou, D. Truzzolillo, N. Segers, L. Cipelletti

Towards the ISS Colloidal solids experiments: sample synthesis and setup tests

C. Iaquinta¹, J. Behra¹, T. Phou¹, D. Truzzolillo¹, N. Segers², L. Cipelletti^{1,3}

¹ L2C, U. Montpellier, CNRS, Montpellier, France
 ²Qinetiq, Kruibeke, Belgium
 ³Institut Universitaire de France, Paris, France

We present advances in both the sample design and setup tests in view of the experiments on colloidal glasses and gels to be performed on the COLIS apparatus, which will fly on the International Space Station in early 2024 (tentative date). This year, we have focused on two topics:

- The optimization of the thermosensitive 'mesogels' introduced last year and to be used to tune the volume fraction of colloidal glasses.
- 2) Tests on the COLIS apparatus, namely on the small angle part of the setup.

Concerning 1), we recall that COLIS is a light scattering-based setup that can accommodate just one sample at a time. It is therefore important to develop samples whose properties can be tuned *in situ*. Last year, we proposed to tune the volume fraction of a glassy suspension of colloidal particles by changing the sample volume accessible to them through a variation of temperature, *T*. To achieve this, we add a small amount of thermosensitive 'mesogels' to the colloidal suspension [1,2]. The mesogels have size ~100-200 μ m, intermediate between that of the particles (~40 nm) and that of the sample container (~1 cm). They swell or shrink upon a change of *T*, due to a change of the affinity of the polymer they are made of with the solvent (water). Upon shrinking (resp., swelling) they make available more volume (resp., less volume) to the particles, thereby decreasing (resp., increasing) the particle volume fraction, which is the relevant control parameter for the colloidal glass transition.

We had two problems to solve: first, the diameter of the mesogels we synthesized was about 200 μ m, which posed a problem for loading the sample through the thin tubing of the COLIS apparatus. Second, we produced the mesogels using a homemade microfluidic device, which tended to clog and afforded limited reproducibility. To solve both issues, C. laquinta worked during her master project on the synthesis of mesogels using a commercial flow focusing microfluidics chip. Due to chemical compatibility issues, she had to modify the protocol and change some of the fluids used in the process. Eventually, she succeeded in producing consistently mesogels with diameter < 80 μ m (see Fig. 1), more than a factor of two smaller than with the previous device.



Figure 1. Main graph: *T* dependence of the diameter of PNIPAM mesogels immersed in water or in a concentrated suspension of Ludox (silica nanoparticles similar to those to be used in the space experiments). Inset: image of the flow focusing microfluidic device used to produce the mesogels.

Concerning 2) (tests on COLIS), we focused on the small angle part of the setup, performing dynamic light scattering (DLS) measurements on a suspension of Brownian particles. The tests revealed several issues concerning the way the data (images of the speckle pattern generated by the light scattered by the particles) are acquired and saved. After solving the most serious issues, we were able to process a series of images. The intensity correlation function $g_2(q, \tau)$ -1 was calculated for several scattering vectors q, in the range 0.069 μ m⁻¹ – 2.32 μ m⁻¹. For Brownian particles, the expected functional form is $g_2(q, \tau)$ -1 = B + $A\exp(-2Dq^2\tau)$, with $B \ll 1$ a baseline term due to the optical background (light scattered by imperfections in the optics), $A^{\sim}1$ the amplitude of the correlation function, and D the diffusion coefficient of the particles.



Figure 2. a): correlation functions measured using the COLIS setup. b) relaxation time (see text) obtained by fitting the correlation function of a). The lines show the expected behavior for a diffusive process and for ballistic dynamics.

As shown in Fig. 2a, the contribution of the optical background is quite high (baseline B >>0, especially at low q). Furthermore, the relaxation time $1/2Dq^2$ obtained from a fit $g_2(q, \tau)-1 = B + A\exp[-(2Dq^2 \tau)^p]$ deviates from the q^{-2} scaling expected for a diffusive process. Finally, we find p>1, rather than p=1 as expected for Brownian motion.

Perspectives

For 1), We will fully characterize the dynamics of Ludox-PNIPAM mesogels mixtures as a function of final temperature *T*, thermal history imposed to the sample, and ratio between the content of mesogels and the mass fraction of Ludox. For 2), we will perform new tests with various kinds of particles, in order to understand the origin of the deviations with respect to the expected behavior reported in Fig. 2 above.

<u>Acknowledgements.</u> We thank the CNES and ESA (project "COLLOID: Solidification of colloids in space: structure and dynamics of crystal, gel, and glassy phases") for support. LC gratefully acknowledges support from the Institut Universitaire de France.

References

[1] J. S. Behra, A. Thiriez, D. Truzzolillo, L. Ramos, and L. Cipelletti, Controlling the Volume Fraction of Glass-Forming Colloidal Suspensions Using Thermosensitive Host "Mesogels," J. Chem. Phys. **156**, 134901 (2022), available on https://arxiv.org/abs/2203.04407

[2] *Mesogels control volume to explore the glass transition*, AIP highlight, https://aip.scitation.org/doi/full/10.1063/10.0010112

[3] D. Larobina, A. Pommella, A.-M. Philippe, M. Y. Nagazi, and L. Cipelletti, Enhanced Microscopic Dynamics in Mucus Gels under a Mechanical Load in the Linear Viscoelastic Regime, Proc Natl Acad Sci USA **118**, e2103995118 (2021).

5.2 Mûrissement des mousses liquides : croissance anormale des bullesS. Cohen-Addad, N. Galvani, O. Pitois

Mûrissement des mousses liquides : croissance anormale des bulles

S. Cohen-Addad¹, <u>N. Galvani</u>^{1,2}, O. Pitois²

¹Sorbonne Université – Institut des Nanosciences de Paris, UMR 7588 – Paris, France ²Université Gustave Eiffel, Laboratoire Navier, UMR 8205 – Champs-sur-Marne, France

Contexte

L'un des objectifs de notre projet CNES « mousses de fluides complexes » est d'étudier le mûrissement des mousses d'émulsion afin de comprendre comment une émulsion peut ralentir voire bloquer ce processus. Cette question fondamentale rejoint une finalité appliquée concernant le contrôle de la morphologie de matériaux solides aérés qui héritent leur structure des mousses liquides qu'ils étaient avant leur solidification. Nous cherchons notamment à comprendre les lois d'évolution de la taille des bulles, induite par les échanges diffusifs de gaz entre bulles voisines, en fonction de leur teneur en liquide et de leur constitution physicochimique. Nos travaux se fondent sur des expériences réalisées au sol et dans l'ISS dans le cadre du projet MAP de l'ESA « Hydrodynamics of wet foams ». La 3ème campagne de mesures avec l'instrument « Soft Matter Dynamics » [1] dans l'ISS est en cours¹. Dans le cadre de la thèse de N. Galvani, financée conjointement par le CNES et l'ESA, nous nous sommes récemment intéressés à la relation entre observations en surface et structure de la mousse en volume, ainsi qu'à l'évolution de la distribution de tailles de bulles au cours du mûrissement.

Surface versus volume

Bien que constituées de fluides transparents (air et eau savonneuse), les bulles situées à l'intérieur d'une mousse ne sont pas observables *de visu*. En effet, la surface considérable des interfaces liquide/gaz produit de multiples réflexions et réfractions de la lumière, ce qui restreint les observations directes de leur structure à la couche de bulles visibles en surface. En outre, les bulles observées en surface apparaissent délimitées par un contour sombre, qui donne une fraction de leur taille réelle (fig. 1a). Pour déterminer si une observation de surface est néanmoins représentative de la distribution des tailles de bulles en volume, nous avons réalisé une expérience au sol qui consiste à étudier simultanément la surface d'une mousse et une monocouche de bulles obtenues en diluant la même mousse avec le liquide moussant (fig. 1b). L'image de la monocouche fournit donc une photographie instantanée des bulles qui constituent la monocouche sont très semblables, et cela dans la gamme de fractions liquides ε que nous étudions dans l'ISS et au sol, qui s'étend des mousses modérément humides (ε = 15%) jusqu'à la transition de blocage (ε_c = 36%). Ces résultats montrent que les observations en surface de ces mousses fournissent des informations quantitativement représentatives de leur structure en volume [2].

Figure 1 : Expérience au sol. a) Image de la surface d'une mousse éclairée en transmission comme dans l'ISS ; b) image d'une monocouche de bulles de la même mousse, prises immédiatement après la fabrication de la mousse.



c) Distributions du rayon des bulles normées par le rayon moyen, mesurées à la surface d'une mousse et pour la monocouche correspondante. Solution aqueuse TTAB 5 g/L.

Croissance anormale des bulles : bulles errantes

Nos analyses du mûrissement des mousses modérément humides (ϵ = 15 à 33%) en microgravité ont montré que la distribution de tailles de bulles devient bidisperse dans le régime de croissance

¹ Les deux campagnes précédentes ont eu lieu en 2020 et 2021.

autosimilaire. Cette croissance anormale est caractérisée par une population de bulles en contact les unes avec les autres, et une population de petites bulles qui ont perdu leurs contacts (fig 2a). Celles-ci suivent alors un autre cours et se dissolvent lentement comme des bulles individuelles. Nous nous sommes intéressés à ces bulles errantes, et avons proposé une loi d'échelle qui prédit la taille maximale d'une bulle errante (fig 2b) en fonction de la taille caractéristique des interstices liquides entre bulles, qui est fonction de la taille moyenne des bulles et de la fraction liquide [3].



Mûrissement des mousses d'émulsion : bulles piégées

Au sol, nous avons étudié le mûrissement de mousses d'émulsion en fonction de la fraction volumique d'huile ϕ_{oil} dans l'émulsion interstitielle et de la fraction liquide totale (eau + huile) dans la mousse. Le drainage gravitaire dans ces mousses est considérablement ralenti lorsque ϕ_{oil} est élevée, par la viscosité ou la contrainte seuil de l'émulsion. Nous avons mis au point un dispositif rotatif « clinostat » qui compense les effets gravitaires résiduels et permet d'étudier au sol ces mousses très humides. Nous avons mesuré la distribution des tailles de bulles et montré qu'elle converge vers une forme autosimilaire. Lorsque $\phi_{oil} < \phi_{c}$, où $\phi_c = 64\%$ correspond à la transition de blocage, la distribution est semblable à celle d'une mousse liquide simple de même fraction liquide (mesures dans l'ISS) (fig. 3). De manière remarquable, lorsque $\phi_{oil} > \phi_{c}$, la distribution autosimilaire révèle une population de petites bulles qui se regroupent en amas. Mais, à la différence d'une mousse simple, les petites bulles ne sont pas errantes car elles sont piégées par la contrainte seuil de l'émulsion. Par la suite, nous chercherons à comprendre le critère de piégeage des petites bulles, et leur impact sur la loi de croissance moyenne des bulles.



Figure 3: Distribution du rayon des bulles normé par le rayon moyen à l'âge considéré, pour des mousses de même fraction liquide totale ε = 35% : a) mousse simple (au sol), avec une solution aqueuse TTAB 5 g/L; b) et c) mousses d'émulsion (dans l'ISS) : gouttes d'huile silicone dans une solution aqueuse TTAB 5 g/L.

Références 2022

P. Born, M. Braibanti, L. Cristofolini, S. Cohen-Addad, D. J. Durian, S. U. Egelhaaf, M. A., Escobedo-Sánchez, R. Höhler, T. D. Karapantsios, D. Langevin, L. Liggieri, M. Pasquet, E. Rio, A. Salonen, B. Zuccolotto-Bernez, "Soft Matter Dynamics: a versatile platform to study dynamics in soft matter in microgravity", Review of Scientific Instrument, 92, 124503 (2021).
 M. Pasquet, N. Galvani, O. Pitois, S. Cohen-Addad, R. Höhler, A. T. Chieco, S. Dillavou, J. M. Hanlan, D. J. Durian, E. Rio, A. Salonen, D. Langevin, Comptes Rendus Académie des Sciences, Physique, "Aqueous foams in microgravity, measuring bubble size", en cours de révision.

[3] S. Cohen-Addad, D. J. Durian, N. Galvani, R. Höhler, D. Langevin, Marina Pasquet, O. Pitois, E. Rio, A. Salonen, "Abnormal coarsening in liquid foams", en préparation.

5.3 Hydrodynamique des mousses humidesA. Requier, S. Varade, M. Pasquet, C. Guidolin, F. Restagno, A. Salonen, E. Rio, D. Langevin

Hydrodynamique des mousses humides

Alice Requier, Shailesh Varade, Marina Pasquet, Chiara Guidolin, Frédéric Restagno, Anniina Salonen, Emmanuelle Rio, Dominique Langevin

Laboratoire de Physique des Solides, CNRS UMR 8502, Université Paris-Saclay, 91405 Orsay France

Les mousses se déstabilisent au cours du temps par divers mécanismes, dont le drainage gravitaire qui assèche la mousse. Notre étude, à différentes échelles, associe diverses expériences afin de mieux comprendre la stabilité de ces objets et de déterminer la contribution de la gravité sur celle-ci.

1. Etude de mousses en microgravité

Les mousses dites « humides », ont une fraction liquide ϕ importante, typiquement supérieure à 10 %, et sont très instables sur Terre car elles drainent rapidement sous l'effet de la gravité. Comprendre leur stabilité est important car, au début de leur vie, les mousses sont toujours très humides. Au cours de leur vieillissement, la taille moyenne des bulles augmente suite à la coalescence (éclatement du film séparant deux bulles) et au mûrissement (transfert de gaz des plus petites bulles vers les plus grandes sous l'effet des gradients de pression de Laplace). En raison du mûrissement, leur rayon *R* augmente en moyenne comme *R* = A t^{β} , où *t* est le temps et β un exposant variable. L'objectif du projet est d'éliminer la gravité pour étudier le mûrissement et observer le comportement des mousses près de la transition de *jamming* ($\phi = \phi^* \sim 36\%$). Au-delà du *jamming*, les bulles ne sont plus jointives et sont dispersées dans une matrice liquide : on parle alors de « liquide bulleux ». Dans ce régime β devrait être égal à 1/3 tandis que pour les mousses plus sèches on s'attend à un exposant $\beta = 1/2$.

Afin d'explorer la transition entres les mousses sèches et les mousses humides, le projet FOAM-C a commencé en mars 2020 dans la station spatiale internationale (ISS). Le but est de caractériser le mûrissement et ses conséquences sur le réarrangement des bulles. Les expériences sont conduites avec le B-USOC (Belgian User Support and Operations Centre). Le premier batch de 20 échantillons contenant des solutions aqueuses stabilisées par un tensioactif (TTAB) avec ou sans co-tensioactif (dodécanol) se sont déroulées parfaitement.



Fig.1. ϕ = 32,5 %. a) image de la première mousse produite dans l'ISS le 9 mars 2020 ; b), graphique représentant la variation dans le temps du rayon des bulles à différentes fractions de liquide.

Nous sommes actuellement en train de traiter et publier les résultats obtenus. Un premier article sur le dispositif expérimental a été publié en 2021 en collaboration avec toute l'équipe du SMD. Concernant spécifiquement les mousses, nous sommes en train de publier un second article (dans l'édition spéciale de CRAS pour les 30 ans de GDR MFA). Le résultat principal est de montrer que nous sommes capables de mesurer la taille des bulles sur une gamme de gamme de temps de plusieurs ordres de grandeur, à la fois avec des images de surface et un diagnostic de diffusion de la lumière en volume.

Un premier résultat est l'évolution des distributions de tailles de bulle vers un régime stationnaire dans lequel les petites bulles sont sur-représentées par rapport aux observations sur terre. Nous expliquons

ce phénomène par le fait que les bulles en dessous d'une certaine taille se coincent dans les interstices et ne touchent aucune bulle. Le résultat est différent sur terre car la gravité les pousse contre les bulles du dessus. Ce résultat est en cours de publication en collaboration avec l'équipe de l'INSP et avec Douglas Durian (University of Pennsylvania).

Un second résultat est l'observation de l'évolution de R(t) au court du temps pour toute une gamme de fraction liquide (Figure 1b). Nous observons que les résultats en dessous du *jamming* sont en accord avec les prédictions pour des mousses sèches à condition de prendre en compte la diminution de la taille des films avec la fraction liquide. Au-dessus du *jamming*, le mûrissement observé est plus important qu'attendu. Nous expliquons ce phénomène par une adhésion entre les bulles. Nous comptons étudier plus précisément ce phénomène dans un éventuel batch 4 en 2023. Les premiers résultats sont aussi en court de publication, toujours avec les mêmes collaborateurs.

Une campagne avec de nouveaux liquides a commencé en juillet 2021. Le changement de composition des liquides (changement de viscosité, de type de film, de rhéologie superficielle) devrait nous aider à comprendre les nouveaux phénomènes que nous observons. L'expérience a été arrêtée quelques mois mais a repris et les résultats sont en cours d'acquisition. Nous profitons de cette campagne pour étudier les échantillons d'un troisième batch de 8 échantillons en plus des échantillons du second batch dont l'étude avait été interrompue.

2. Etudes sur terre. Mousses des liquides viscoélastiques

Nous continuons à étudier le vieillissement des mousses au sol, à la fois pour réaliser des expériences de caractérisation de différents paramètres lors du vieillissement avec les systèmes étudiés sur l'ISS, comme la perméabilité du film. Nous réalisons également des expériences en dimensions réduites afin que la gravité ne joue pas de rôle dans le processus de vieillissement, ou en choisissant des fluides viscoélastiques dans lesquels les bulles sont bloquées par la limite d'élasticité des fluides afin qu'elles ne montent pas sous l'effet de la gravité. Ça nous permet de faire des expériences limitées sans gravité.

Nous avons étudié le grossissement des mousses humides et des émulsions moussées dans une configuration quasi-2D. Le résultat principal a été l'observation d'un grand changement dans la structure de la mousse lorsque l'élasticité de la phase continue devient comparable à celle des bulles.

Références

- Mariot, S., Pasquet, M., Klein, V., Restagno, F., & Rio, E. (2021). The European Physical Journal E, 44(4), 1-8.
- Born, M. Braibanti, L. Cristofolini, S. Cohen-Addad, D. J. Durian, S. U. Egelhaaf, M. A.Escobedo-Sánchez, R. Höhler, T. D. Karapantsios, D. Langevin, L. Liggieri, M. Pasquet, E. Rio, A.Salonen, M. Schröter, M. Sperl, R. Sütterlin, and A. B. Zuccolotto-Bernez, (2021), *Review of Scientific Instruments*, 92(12), 124503.
- Miguet, J., Pasquet, M., Rouyer, F., Fang, Y., & Rio, E. (2021). Physical Review Fluids, 6(10), L101601.
- Mariot, S., Pasquet, M., Klein, V., Restagno, F., & Rio, E. (2021). The European Physical Journal E, 44(4), 52.
- Ferreiro-Cordova C., Foffi, G., Pitois, O. Guidolin, C., Schneider, M.& Salonen, A. (2022) Soft Matter, 18, 2842
- Guidolin, Jiang, Langevin, Salonen, Colloids and Surfaces A. (2022) 641 128454.
- Pasquet, M., Boulogne, F., Sant-Anna, J., Restagno, F., & Rio, E. (2022). Soft Matter.
- Pasquet, M., Galvani, N., Pitois, O., Cohen-Addad, S., Höhler, R., Chieco, A. T., Dillavou S., Hanlan, S.J., Durian, D. J., Rio, E., Salonen, A., Lanevin, D., (2022) CRAS *sous revision*.
- Cohen-Addad, S., Durian, D. J., Höhler, R., Langevin, D., Pasquet, M., Pitois, O., Rio, E., Salonen, A. (2022) Aqueous foam coarsening near the jamming transition: a study in the International Space *en preparation.*

<u>Remerciements</u> : Nous remercions Sylvie Cohen-Addad et Reinhard Höhler (INSP, Paris), Florencer Rouyer et Olivier Pitois (IFSTTAR, Marne la Vallée) pour des collaborations fructueuses. Nous remercions l'ESA et le CNES pour le support des expériences. Nous sommes particulièrement reconnaissants à Christophe Delaroche qui nous a fortement soutenus en empêchant la destruction du module pendant celle du FSL et qui a permis de poursuivre le projet

Session 6

Milieu granulaires, objets biomimétiques

6.1 Rhéologie de suspensions magnétiques bidisperses en présence de rhéoépaississement discontinuG. Bossis, Y. Grasselli, A. Ciffreo, O. Volkova

Rhéologie de suspensions magnétiques bidisperses en présence de rhéoépaississement discontinu

Georges Bossis¹, Yan Grasselli², Alain Ciffreo¹ Olga Volkova¹

¹InPhyNi, UMR 7010, CNRS, Université Côte d'Azur, France ²SKEMA Bachelor 60 rue Dostoievski, BP085, 06902 Sophia Antipolis, France

L'écoulement de suspensions très concentrées en micro ou nanoparticules solides peut soudainement se bloquer et compromettre les procédés de mise en œuvre de ces suspensions. Ce peut être le cas par exemple pour le pompage ou l'étalement du ciment ou encore l'impression 3D avec des pâtes métalliques ou encore pour des suspensions de fibres dans le cas du moulage de matériaux composites. De nombreux travaux ont récemment portés sur la compréhension de ces phénomènes de blocages dans des écoulements de cisaillement simple en utilisant des rhéomètres dits rotationnels. Pour notre part nous étudions ce phénomène afin de générrer de grandes variations de viscosité à l'aide d'un faible champ magnétique. Depuis la mise en évidence de cette possibilité ¹, nous avons d'une part progressé dans la compréhension générale du phénomène² et d'autre part montré qu'il s'observait également dans des écoulements capillaires³. Un obstacle à l'utilisation de ces suspensions dans des dispositifs industriels est la forte densité des particules magnétiques de fer carbonyle (ρ =7.7 g/cm3) qui peut conduire à leur agrégation définitive liée à leur sédimentation. Pour réduire cette sédimentation on a montré qu'on pouvait utiliser des mélanges de particules de fer et de carbonate de calcium (ρ =2.72 g/cm3 sans dégrader le changement de viscosité par application d'un champ magnétique. Une publication décrivant ces derniers résultats obtenus est en cours de soumission.

Résultats



Les mesures en rhéométrie rotationnelles pour 4 valeurs du champ magnétique sont reportées sur la Fig. 1 pour 2 suspensions ayant chacune 23% en volume de particules de fer (diamètre moyen 0..3µm)

Figure 1. Ligne pointillé : Particules de fer Φ =0.23 Trait plein : Particules de fer Φ =0.23 plus des particules de CaCO3 avec une fraction volumique totale de solide : Φ =0.74

Alors que pour les particules de fer seules , l'application d'un champ magnétique ne change que la valeur à l'origine de la contrainte (la contrainte seuil τ_y),lorsque l'on ajoute des particules de CaCO3 pour atteindre ici une fraction volumique de solide de 74%, à la fois la contrainte seuil et la viscosité

plastique (la pente de la courbe) changent. Par ailleurs on observe la transition de rhéoépaississement avec un cisaillement critique qui diminue quand on augmente le champ.



Sur les figures 2 et 3 on a reporté respectivement la contrainte seuil et la viscosité plastique relative (normée par la viscosité d'une suspension de CaCO3 pure) en fonction de la fraction solide de fer pour une fraction volumique totale de solide Φ = 70.5%. On voit que l'augmentation maximum, aussi bien de contrainte seuil que de viscosité, a lieu pour une fraction solide de fer très petite de l'ordre de 5%. Ce résultat est contradictoire car, plus on a de particules magnétiques de fer ,plus on s'attend à accroître la réponse au champ. Ceci s'explique par la décroissance du champ interne H_i=H₀/µ (où µ est la perméabilité magnétique de la suspension et H₀ le champ externe) à cause du champ démagnétisant qui augmente quand la concentration en fer entre les 2 disques augmente

Perspectives

Nous allons chercher à améliorer la formulation des suspensions bidisperses contenant un mélange de particules magnétiques et non magnétiques pour optimiser la réponse au champ magnétique tout en préservant la stabilité au cours du temps contre la sédimentation et l'agrégation irréversible des particules

Publications

Bossis, Grasselli, Volkova, Capillary flow of a suspension in the presence of discontinuous shear thickening, Rheologica Acta **61**, pages 1–12 (2022) doi: 10.1007/s00397-021-01305-0

Bossis, Grasselli, Volkova Discontinuous shear thickening (DST) transition with spherical iron particles coated by adsorbed brush polymer, Physics of Fluids, (2022) to appear

Bossis, Volkova,_Dobler,Grasselli, Ciffreo "Discontinuous shear thickening with suspensions of magnetic particles" Chapter 4 in Soft Matter series: Magnetically Responsive Soft Matter ;Royal Society of Chemistry, to appear

Bossis, Grasselli, <u>Volkova</u>, Capillary and rotational flow of a suspension of magnetic particles in the presence of discontinuous shear thickening, keynote lecture at Annual European Rheology Conference ,April,26-28 (2022) Séville

6.2 Structuration et transport des fluides biologiques : microcirculation sanguine et réseaux lymphatiques M. Puthumana-Melepattu, J. Martin-Wortham, L. Zamora, F. Yaya, S. Losserand, R. Vanloon, G. Coupier, C. Minetti, C. Wagner, **T. Podgorski**

Structuration et transport des fluides biologiques : microcirculation sanguine et réseaux lymphatiques.

M. Puthumana-Melepattu¹, J. Martin-Wortham^{1,2}, L. Zamora^{3,4}, F. Yaya^{1,2}, S. Losserand³, R. Vanloon⁴, G. Coupier³, C. Minetti⁵, C. Wagner² et T. Podgorski¹

¹ Université Grenoble Alpes, CNRS, Grenoble INP, LRP, F-38000 Grenoble, France
 ² Universität des Saarlandes, Experimentalphysik, 66041 Saarbrücken, Allemagne
 ³ Université Grenoble Alpes, CNRS, LIPhy, F-38000 Grenoble, France
 ⁴ Swansea University, Biomedical Engineering, Swansea SA1 8EN, Wales, UK
 ⁵ MRC, Service de Chimie Physique EP, Université libre de Bruxelles, Brussels, Belgique

Les conditions de microgravité, notamment lors du vol spatial, affectent significativement les écoulements de fluides biologiques. Les écoulements et la rhéologie du sang sont perturbés à l'échelle globale de l'organisme par la redistribution des volumes liquides en microgravité (fluid shift) ainsi que par des modifications biochimiques à l'échelle des tissus affectant la mécanique du globule rouge, ses propriétés d'agrégation et la rhéologie sanguine. Des études récentes confirment cette combinaison de facteurs¹. En parallèle, la modification des distributions de pression en microgravité est susceptible de perturber le pompage actif de la lymphe depuis les tissus interstitiels vers les ganglions et son rôle dans l'immunité². Suite à nos expériences en vols paraboliques sur l'agrégation des globules rouges sous cisaillement, nous avons poursuivi par une étude du rôle de l'agrégation dans la distribution des globules aux bifurcations du réseau circulatoire et avons obtenu les premiers résultats sur la dissociation d'agrégats en écoulement élongationnel. Par ailleurs, nous avons réalisé une première modélisation numérique de réseau lymphatique permettant d'analyser le pompage actif de la lymphe

Resultats

Les expériences récentes réalisées dans le cadre de la thèse de Julie Martin-Wortham sur l'influence de l'agrégation dans des écoulements microfluidiques plus complexes et représentatifs du réseau microcirculatoire ont montré que la séparation de phases aux bifurcations d'un réseau était significativement augmentée par rapport au cas de globules rouges sans agrégation (fig. 1), renforçant ainsi l'hétérogénéité de la distribution des globules rouges dans les réseaux microcirculatoires.



Figure 1 : Distribution de l'hématocrite à une bifurcation microfluidique, en fonction du rapport de vitesse dans les branches de sortie, avec et sans agrégation des globules rouges.

Ceci souligne le rôle essentiel des bifurcations dans la détermination des tailles d'agrégats circulants, comme nous l'avons montré précédemment³. Nous avons donc démarré une nouvelle étude de la désagrégation des globules rouges dans un écoulement d'élongation pure dans le cadre de la thèse de M. Puthumana-Melepattu. Un système microfluidique convenablement dimensionné constitué de

¹ Marshall-Geobel et al. JAMA Netw Open. 2019; Kim et al. Exp. Physiol. 2021

² Gashev et al., Am J Physiol Heart Circ Physiol 2006 ; Ly et al. Life 2022, 12, 268

³ F. Yaya, thèse de doctorat (2021)

constrictions successives permet d'imposer des contraintes élongationnelles croissantes et des techniques d'IA sont utilisées pour l'analyse d'images. Les premiers résultats obtenus montrent qu'avec des énergies d'interaction dans la gamme physiologique, les agrégats de petite taille nécessitent des taux d'élongation relativement élevés pour atteindre la rupture (Fig. 2).



Figure 2 : Dissociation d'agrégats en élongation: (a) distributions de tailles d'agrégats à taux d'élongation croissant ; (b) distribution obtenue par analyse d'images par Intelligence Artificielle (CNN) ; (c) distributions de tailles à concentration croissante en agent agrégeant (Dextran).



Figure 3 : Simulation d'un modèle de pompage actif de la lymphe dans un réseau réaliste (évolution de la distribution de pression)

Dans le cadre d'une thèse en cotutelle avec l'Université de Swansea, nous avons réalisé une première étude numérique du pompage actif de la lymphe dans un réseau réaliste de lymphangions, montrant une dynamique complexe de synchronisation des lymphangions et une sensibilité à la distribution de pression externe.

Perspectives

Les études sur l'agrégation permettront de dégager des lois de comportement du sang dans les réseaux circulatoires. Une candidature à une expérience en fusée sonde sur les liens entre structuration du sang en agrégation et rhéologie en microgravité a été déposée en partenariat avec l'ULB et deux partenaires italiens. Les applications à la microgravité de l'étude sur la lymphe seront approfondies.

Publications

T. Podgorski et al., Microgravity experiments on Red Blood Cell aggregation in flow, 27th ELGRA biennial symposium, September 6-9, 2022

V. Audemar, T. Podgorski, G. Coupier, Rheology and structure of a suspension of deformable particles in plane Poiseuille flow, *Physics of Fluids* 34,042013, 2022.

S. Losserand, G. Coupier, T. Podgorski, Axial dispersion of Red Blood Cells in microchannels, *submitted to Physical Review Fluids*, 2022.

T. Podgorski, Biomimetic and biological fluids in microgravity, ESA-ELGRA Gravity-Related Research Summer School, June 27- July 8, 2022.

J. Martin-Wortham et al., Aggregation effect on red blood cell flow at a microbifurcation, *Colloque du GDR Mecabio*, November 11-December 1, 2021.

6.3 Blood Flow Simulation and Artificial Intelligence : Application to Microgravity G. K. Dixit, M. Dynar, A. Farutin, C. Misbah

Blood Flow Simulation and Artificial Intelligence: Application to Microgravity

Gopal K. Dixit¹, Mariam Dynar¹, Alexander Farutin¹, Chaouqi Misbah¹ ¹Univ. Grenoble Alpes, CNRS, LIPhy, F-38000 Grenoble, France

Microcirculatory blood flow plays a pivotal role in distribution of nutrients and oxygen to tissues and organs. With upto around 45% concentration of Red Blood Cells (RBCs), the blood behaves like a suspension and its rheology is effectively controlled by the dynamics of RBCs. Interaction of RBCs with the vessel walls leads to the formation of a cell free layer (CFL) near the vessel walls. Presence of the CFL drastically reduces effective blood viscosity with decreasing vessel diameter. This is known as the Fåhræus-Lindqvist effect¹. Moreover, the suspended RBCs tend to aggregate and form rouleaux, which is generally reversible in physiological conditions due to applied flow stress. Both these effects, i.e., aggregation-deaggregation of RBCs and CFL formation effectively regulate the transportation of oxygen and nutrients throughout the body.

The long term space flights lead to enhanced amylase (an enzyme) activity², which results into partial digestion of glycocalyx on the surface of RBCs as well as on the endothelial cells situated on the inner face of blood vessels. This degradation not only promotes RBC-RBC aggregation, but also increases the adhesiveness of RBCs to blood vessel walls and impacts CFL width. Enhanced RBC-RBC adhesion tendency is also prevalent in several blood diseases, such as diabetes and coronary heart disease, where high fibrinogen levels (a protein contained in plasma) lead to formation of stable aggregates. Impairment of blood perfusion to the tissues and organs is a potential reason of cardiovascular dysfunctions. In our group, we are trying to understand the impacts of increased amylase activity on CFL formation as well as on the RBC aggregation. The present work outlines some recent work that we have performed in this regard by means of numerical simulations and artificial intelligence.

Results:

1. Cell Free Layer:

The CFL formation during blood flow results from the balance between a lift force that tends to align RBCs towards the channel centreline, and hydrodynamic diffusion that makes them spread. Following a theoretical study performed in the group³, we have deduced that balancing the above two forces lead to a linear dependence of inverse CFL width on the RBC concentration (more profoundly in the limit of low RBC concentration). Formally, this dependence can be expressed as:

$$\frac{1}{y} = \frac{2}{W} + C\phi_0$$

where y is the CFL width defined as the distance between cell wall and the centre of mass of the nearest RBC, W is cell width, ϕ_0 is RBC concentration and C is some parameter depending upon vesicle shape, etc.

We have performed numerical simulations to verify the above relationship (Fig 1b). We have employed the Lattice-Boltzmann Method (LBM) for solving fluid dynamics equations (in Stokes flow regime) coupled with Immersed Boundary (IB) method for modelling fluid-membrane interactions. The RBCs are modelled using 2D vesicles endowed with shear elasticity of RBC cytoskeleton. The 2D vesicles have been proved to capture several features of RBC shape and dynamics in blood flow. Current efforts are undergoing to verify same relationship using 3D calculations.

¹R. Fåhræus and T. Lindqvist, American Journal of Physiology–Legacy Content, 96, 562–568 (1931).

²A. Markina, L. Strogonovaa, O. Balashova, V. Polyakova, and T. Tigner, Acta Astronaut. 42, 247 (1998).

³A. Farutin et al. (unpublished)



Figure 1(a): Cell Free layer formed by vesicle suspension in plain Poiseuille flow, 1(b): plot showing inverse linear dependence of CFL width with vesicle concentration.

2. RBC Aggregation:

RBCs in the blood flow form aggregates of different severities (shapes, sizes, stabilities, etc.) representing various scenarios of blood flow anomalies. With the use of an artificial intelligence based technique YOLO (You Only Look once)⁴ we are able classify/detect different types of aggregates. We have implemented the above technique, i.e., trained and tested the associated convolutional neural network separately on the image data sets obtained from both experiments and numerical simulations. The experimental images were produced by injecting aggregation triggering macromolecules, such as dextran to the blood, whereas simulation images were produced by performing 2D numerical simulations as discussed above. Additionally, in numerical simulations, adhesion energy between two vesicles is modeled using a Lennard-Jones potential. Both cases represent blood flow in straight long channel with parameters representing different flow strengths, channel width and aggregation energies. These parameters suitably mimic pathologies as well as conditions in space flight missions.

Perspectives :

1. In CFL calculations, next task is to understand how CFL width changes in presence of normal and degradated endothelial layer.

2. In the study of RBC aggregates, once the detection model is perfectly trained, we will use it to characterize simulation/experimental results with respect to the number, nature and spatiotemporal organization of aggregates in the straight channels as well as in the complex vascular networks. Our next task will be to produce averaged images over long time of simulation and convert them into RBC concentration fields. These concentration fields will then be compared with global gray scale images of vascular blood flow obtained using photoacoustic technique.

⁴Glenn Jocher et al., https://doi.org/10.5281/zenodo.7002879

6.4 Agrégation des globules rouges et signalisation biochimique : simulations et expériences M. Abbasi, M. Jin, A. Farutin, A. Nayak, Z. Gou, L. Bureau, D. Tsvirkun, C. Misbah

Agrégation des globules rouges et signalisation biochimique : simulations et expériences

M. Abbasi, M. Jin, A. Farutin, A. Nayak, Z. Gou, L. Bureau , D. Tsvirkun, C . Misbah

Laboratoire Interdisciplinaire de Physique (LIPHY), UMR5588, CNRS et UGA, Grenoble

Nous avons analysé par simulation numérique (à 2D et 3D) les conditions de formation de clusters de globules rouges (GR) à faible et à haut hématocrite, et avons mis en évidence des résultats non intuitifs, comme l'existence d'une adhésion critique entre GR (et donc une densité optimale d'agrégats) pour une perfusion optimale. Au-delà de cette adhésion critique la perfusion chute, avant de conduire à des occlusions complètes. Nous avons en parallèle analysé la signalisation biochimique, l'ATP par les GR et le Calcium par les cellules endothéliales, et l'impact sur la formation de clusters. Nous avons entrepris des études expérimentales sur la formation de clusters de GR, et en particulier dans le cas où le glycocalyx (brosse de glycoprotéines sur la membrane des GR) des GR est altéré, par une enzyme (amylase), connue pour être amplifiée lors de long séjour spatiaux.

Résultats

Les clusters de GR ont lieu à cause de protéines dans le plasma (fibrinogène), qui donne lieu à une attraction (souvent appelée adhésion) à assez grande distance, et répulsion à courte distance. On a mis en évidence des situations (à 2D) ou l'agrégat de 2 GR (doublet) devient très stable même pour de fortes valeurs du taux de cisaillement (pour une force d'adhésion physiologique). Une telle situation se produit si les propriétés des GR sont altérées, comme le contraste de viscosité entre les fluides interne et externe (la valeur du contraste choisie à droite de la figure 1, λ =10, est supérieure à la valeur physiologique λ =5-7). Un tel contraste peut arriver dans différentes pathologies (e.g. diabète, malaria). Nous avons confirmé ce résultat à 3D en prenant en compte le cytosquelette du GR. Les résultats sont présentés sur la figure 1, dans le plan de l'énergie d'adhésion adimensionnée et le nombre capillaire (proportionnel au taux de cisaillement). Ce résultat confirme le fait que les simulations 2D capturent l'essentiel des effets. Nous avons ensuite analysé la formation de clusters pour différents hématocrites à 2D. La figure 2 montre un cas typique de configurations des GR dans un écoulement imposé de type Poiseuille. Un fait important découvert ici, qui doit être souligné, est le caractère non monotone du flux sanguin en fonction de l'énergie d'adhésion : à faible énergie d'adhésion, le flux est augmenté par rapport à la situation sans adhésion jusqu'à une adhésion critique où le flux atteint un maximum, avant de décliner à une adhésion élevée. Le flux relatif (rapport du flux de GR sur le flux du fluide sans GR) maximal en fonction de l'énergie d'adhésion (pour différents nombres capillaires ; Figure 2). Le flux de GR peut être amplifié jusqu'à 30 % par rapport au cas sans adhésion. Par ailleurs l'ATP est affecté par la formation de clusters, ce qui impacte la signalisation du calcium.



Figure 1, R: rolling, FR: flexible rolling, RS: rolling-sliding, S: separation; à droite on note Presque l'absence de toute les phases seules la phase FR et la phase RS n'est que marginal. λ est le contraste de viscosité et C_n et le taux de confinement (rapport entre diamètre effectif du GR et largeur du canal).



Figure 2:A gauche spanhots et à droite le flux de GR (adimensionné par le flux du fluide sans GR) en fonction de l'énergie d'adhésion, pour différent nombres capillaires C_a.

Lors de longs séjours spatiaux l'altération du métabolisme et propriétés mécaniques des GR a été rapportée ¹, en particulier l'activité de l'amylase est amplifiée, ce qui peut conduire à la dégradation du glycocalyx. Le glycocalyx des GR a été altéré in vitro par l'amylase. La taille des amas de RBCs sous flux, dans un dispositif microfluidique, en fonction de la concentration en amylase est caractérisée en détail. Cette étude a été complétée par la microscopie confocale. La figure 3 montre un résultat principal: la taille des clusters augmente avec la concentration en amylase.



Figure 3: tailles des clusters en fonction de la concentration en amylase

Perspectives

Nous étudierons des agrégats dans des géométries complexes en présence d'une dysfonction endothéliale, aussi bien par simulation qu'expérimentalement. Sur le plan expérimental, aussi bien les GR que les cellules endothéliales seront incubé par l'amylase. **Publications**

- L. Locatelli, et al. High glucose and human endothelial cells: new clues from culture in 3d microfluidic chips, FASEB, **36**, e22137 (2022).
- Z. Gou, et al. Red Blood Cells Under Flow Show Maximal ATP Release for Specific Hematocrit, Biophysical Journal 120, 4819 (2021).
- S. Rizvi et al., <u>Flow driven vesicle unbinding under mechanosensitive adhesion</u>, Soft Matter, **18**, 1209-1218 (2022)
- M. Abbasi et al. <u>The dynamics and the rheology of the multilobe vesicle</u>, Phys. Rev. Fluid, **7**, 093603 (2022).
- A. Nayak et al. <u>Mathematical modeling of intracellular calcium in presence of receptor: a</u> <u>homeostatic model for endothelial cell</u>, Biomech. And Modeling in Mechanobiology, 2022, DOI : 10.1007/s10237-022-01643-9
- W.F. Hu et al., <u>Spontaneous locomotion of phoretic particles in three dimensions</u>, **7**, 034003 (2022).
- A. Farutin et al. A reduced model for a phoretic swimmer, J. Fluid. Mech. accepté.

<u>Remerciements</u> : les auteurs remercient le CNES, l'Europe (projet EVIDENCE dans Horizon 2020), et l'Université Franco-Allemande pour un soutien financier.

¹ Markin et al. The Dynamics of Blood Biochemical Parameters In Cosmonauts During Long-Term Space Flights, Acta Astraunautica Vol. 42., 1-8, pp. 247-253 (1998)

6.5 Recent advances in the modelling and validation of higher plants growth devoted to space applications J. Kuzman, L. Poulet, J.-P. Fontaine, C.-G. Dussap

Recent advances in the modelling and validation of higher plants growth devoted to space applications

Joanna Kuzman^{1,2}, Lucie Poulet¹, Jean-Pierre Fontaine¹, Claude-Gilles Dussap¹

¹Université Clermont Auvergne, Clermont Auvergne INP, CNRS, Institut Pascal ²Centre National d'Etudes Spatiales (CNES), Toulouse

Long-term space exploration, like the exploration of the Moon or Mars requires the development of an efficient and robust life-support system (LSS). According to NASA's economic calculations, each trip over 10 months needs at least 15% of the food for astronauts to be produced on board. This will make biological processes to produce edible biomass inevitable. ESA has been developing the MELiSSA (Micro-Ecological Life-Support System Alternative) project for 35 years. It concerns the growth of higher plants, which is strongly influenced by the environmental conditions (g, p, T, RH, air flow, partial pressure of O_2 or CO_2). Optimal growth conditions require a high level of control and management, and thus a thorough understanding of the key phenomena and of their interaction with the environment (like transpiration). Most of the existing plant growth models do not consider gravity, radiation, O₂ or CO₂ concentration as variable parameters, and are rarely adapted to space closed systems. However, new models are being developed in controlled environments. First (A), this study presents an overview of the existing models used in agronomy and created for closed systems like greenhouses and cultivations which are a part of LSS. A focus is on the models that enable the analysis of the influence of external parameters on the global system in space. It also highlights the main issues still to be studied for long term space exploration. Second (B), it is devoted to a review of the use of leaf replicas to better investigate purely physical processes, like transpiration, without biochemical or biological interactions nor genetic variability. Transpiration is a limiting process in plant growth. The development of precise mechanistic models of plant behaviour in space becomes a necessary step to assess the influence of gravity for example. Three different levels have to be studied: 1. morphological level, which includes structural changes at the plant scale; 2. physical level to describe rate-limiting processes at the organ scale; 3. biochemical level to describe the processes at the cell scale¹.

Results

A). Three main different approaches are available: (i) empirical models which can predict biomass growth or plant behaviour according to previously collected data; (ii) process-based (PB) models which depend on mechanistic equations that can simulate biomass production for various environmental conditions; (iii) functional-structural (FS) models focused on single plants to simulate them in a more accurate way compared to PB models. The existing models are effective enough in agronomy, not in the context of closed and life-support systems (LSS): in agronomy, CO_2 and O_2 availability is not considered as a control variable, which make them inappropriate for LSS development where CO_2 and O_2 are limited. On Earth, the atmosphere acts like a buffer.

More precisely, empirical models (i) are frequently used to estimate yields of monocultures but cannot be extrapolated outside the conditions in which the data were collected.

Environmental factors are considered in PB models (ii), also soil parameters and plant type. The focus is usually on the description of the carbon and nitrogen balance, by assuming that plant growth depends on the exchange of matter. The goal is to predict the yield per unit area with relatively simple modelling: basic light interception model, simplified photosynthetic surface of plants, biomass production related to light use efficiency, empirical functions for the influence of the environment, biomass allocation related to their sink strength. To simplify the calculation, the global model uses many empirical principles or hypotheses. O₂ and CO₂ availability are not modelled as limiting factors. FS models (iii) are the combination of structural and functional approaches. The plant structure is explicitly represented in terms of a network of elementary units in relation to the environment, and their physiology is simulated with a mechanistic approach. FS models address the development of the

¹ Poulet L., Dussap C.G. DUSSAP, Fontaine J.P.). Development of a mechanistic model of leaf surface gas exchange coupling mass and energy balances for life-support systems applications. Acta Astronautica 175,

plants and their structure, plant growth is based on intercepted light and biomass production at the level of every leaf, transport and partitioning of biomass in the plant at the level of individual organs. The complexity of the model makes the simulations computationally costly.

For closed LSS, most of the models follow a mass and energy balance approach and simulate specific processes with a different accuracy but use empirical rules. Gravity and cosmic radiations are usually not considered in today's models. Among the existing models, three need to be focussed on: 1. the *Modified Energy Cascade Model* and its evolution (developed for NASA) which calculates the daily carbon gain and the growth of plants (multi-crop cultivars) as a function of biomass production. The model was validated on a Lunar greenhouse prototype study. 2. The *GREENLAB+ model* which uses a knowledge-and-data-driven modelling approach to simulate the growth of plants and the dynamics of CO₂/O₂ concentrations with humans and plants inside. However, the model was developed mainly for terrestrial crop cultivations in closed or semi-closed systems, where CO₂ and O₂ concentrations can vary over time. 3. The *MELISSA model* (ESA) is divided into modules: morphological, physical, biochemical, energy balance and one linking the environment surrounding the plants to the plant modules. This model uses a single leaf approach, with the g-level and the air velocity as parameters¹ and simulates plants architecture using empirical parameters related to the crop. The morphological module is also described with empirical equations.

The comparison of the different models shows that the complete modelling of higher plant growth including all parameters and environmental variables remains to be done (see Table 1).

parameters /model	02	CO2	PPFD	т	RH	pressure	day/ night	air velocity	multicrop	gravity	plants development	partitioning	leaf conductance
MEC	+	+	+	+	+	+	+		+		+		
MELISSA	+	+	+	+	+	+		+		+	+		+
GREENLAB+	+	+	+	+	+				+		+	+	

Table 1. Comparison of the parameters included in the analysed closed system models

B). The study also provides a state-of-the-art of the existing leaf replicas to investigate heat exchange and water transport across plants with a focus on the development of mechanistic models for applications in LSS. Leaf replicas have been introduced to simulate physical processes occurring at the leaf level in steady and transient states, without the bias caused by environmental stress factors or genetic variability occurring on limited sample size. Concerning transpiration fluxes, we identified three kinds of replicas: simple replicas made of one material (dry and wet), complex replicas with simulated stomata (pores found in the leaves, that control the rate of gas exchange), and replicas with internal heating. The major topics analysed with replicas, concern the energy balance (i), the transpiration estimate (ii), and the boundary layer conductance (iii).

(i) As the air temperature is a major factor affecting almost all plant processes (photosynthesis, respiration, biosynthesis, transpiration, etc.), it does have a significant influence on the energy balance, and more particularly in microgravity with the lack of natural convection. (ii) The leaf conductance for diffusion of water vapour depends on the stomatal and boundary layer conductance which itself depends on gravity making transpiration very sensitive to reduced gravity. (iii) It is known that in μ -g ventilation is needed to perform satisfactory growth because of the thickness of the boundary layer.

Perspectives

A testbench is under development in Earth-gravity, with a perspective of being tested in parabolic flights later. It will be tested at 1g, before being adapted for parabolic flights. The results are needed to validate the mechanistic approach being developed in the MELiSSA project.

Publications

Kuzma, Poulet, Fontaine, Dussap, Modelling physical processes in higher plants using leaf replicas for space applications, submitted to *Compte Rendu Académie des Sciences – Mécanique*, Spécial éd. 30 ans GdR-MFA, 2022.

Kuzma, Poulet, Fontaine, Dussap, Main focusses on the use of higher plant growth models for life support systems, Proceedings of the 51st International Conference on Environmental Systems, St Paul, Minnesota, USA, July 2022.

<u>Remerciements</u> : Les auteurs expriment leur gratitude au CNES, la Fondation MELiSSA et à l'ESA.

6.6 Capsules et Vésicules en écoulement : expérience/numérique K. Xie, R. Chachanidze, P.G. Chen, M. Jaeger, **M. Leonetti**

Capsules et Vésicules en écoulement : expérience/numérique

K. Xie^{1,2}, R. Chachanidze³, P.G. Chen¹, M. Jaeger¹, M. Leonetti⁴

¹Laboratoire de Modélisation, Mécanique et Procédés Propres (M2P2), Aix Marseille Université, CNRS UMR7340, Centrale Marseille

²Institut de Recherche sur les Phénomènes Hors Equilibre (IRPHE), Aix Marseille Université, CNRS UMR7342, Centrale Marseille

³Laboratoire de Rhéologie et Procédés (LRP), Grenoble Université, CNRS UMR5220,

⁴Centre Interdisciplinaire de Nanosciences de Marseille (CINaM), Aix Marseille Université, CNRS UMR7325

E-mail : marc.leonetti@univ-amu.fr ou marc.leonetti@cnrs.fr

De nombreux exemples dans la vie de tous les jours et dans la nature montrent que la compartimentation est un moyen efficace pour i) protéger, transporter et délivrer des principes actifs, ii) assurer des conditions physico-chimiques et biologiques contrôlées dans un espace clos pour permettre à certaines étapes clés du vivant de s'effectuer et iii) développer de nouveaux matériaux aux propriétés originales comme les mousses par exemple. Le consortium CINaM-M2P2 poursuit son activité d'étude de particules déformables en associant une triple méthodologie expérience/numérique/théorie. L'approche est multi-échelle, de la membrane (aussi appelée coque ou peau suivant la communauté) dont l'épaisseur varie de quelques dizaines de nanomètres à une dizaine de micromètre pour une particule dont la taille varie de quelques dizaines de micromètres à un millimètre. La dernière campagne de trois vols paraboliques a eu lieu au printemps 2021.

Résultats

Dans un cisaillement en présence d'une paroi, la déformation de la capsule rompt la symétrie avantarrière. La capsule a alors une vitesse transverse, i.e orthogonale à la direction de l'écoulement. Nous avons vérifié et mesuré cette vitesse dans une chambre millifluidique. Nous avons établi que la vitesse varie comme l'inverse de la puissance de la distance à la paroi. En revanche, nous n'avons pas été capable d'établir comment varie le pré-facteur avec le module élastique de cisaillement et de dilatation. Qualitativement, plus le module élastique est grand, plus la vitesse est faible. C'est le contraire avec le taux de cisaillement. Mais la gamme de variation reste trop faible pour être conclusif. D'une part, une chambre de conception différente est en cours de test au CINaM. D'autre part, les capsules préparées l'étaient avec un module élastique trop grand n'autorisant pas une déformation suffisante. Il faudrait tester le cas des capsules en albumine.

Dans la chambre d'écoulement élongationnel plan réalisée auparavant : figure 1-gauche, nous avons étudié la rupture d'une capsule à cohésion faible de manière originale, i.e selon deux vues. La vue classique est celle selon l'axe z. Cette vue ne. donne que peu. D'informations lorsque la capsule est fortement étirée. En revanche, la vue sur le côté permet d'identifier le point de rupture : figure 1-droite. Ce résultat est relativement inattendu sachant que l'on s'attendait plus à une rupture par les pointes. Toutefois, à l'aide de simulations numériques, nous avons montré que ce point coïncide avec la zone où les contraintes Internes sont maximales : figure 2-droite. Un diagramme de phase a été établi (figure 2-gauche) qui identifie trois zones caractéristiques et notamment une rupture fluide viscoélastique et une rupture solide.


Figure 1 : gauche – setup original avec deux vues de la capsule lors de sa déformation. Droite – a – visualisation selon z : peu d'information. b – identification de la rupture.



Figure 2 : Gauche – diagramme de phase de la rupture d'une capsule dans l'espace des paramètres module élastique de cisaillement G_s / contrainte hydrodynamique σR : voir texte. Droite – simulation numérique d'une capsule dans un écoulement élongationnel plan. Le code couleur correspond aux deux tensions mécaniques principales ou contraintes internes. La tension d'étirement T_1 est maximale (image a) au lieu de la première rupture observée expérimentalement (rectangle rouge de la figure 1, gauche,b).

Perspectives

Le consortium souhaite finaliser l'étude sur la vitesse de migration visqueuse (≈ force de portance visqueuse) sur les capsules et établir le lien entre les propriétés de la coque et la vitesse de migration. Pour cela, une nouvelle géométrie de canaux a été proposée dans l'AAP et fabriquée qui devrait permettre de pallier les inconvénients détectés lors de la campagne 2021 et de localiser les meilleures zones d'observation en vol. Les études préliminaires sont en cours de réalisation au CINaM.

Nous avons étudié des capsules à cohésion faible, c'est à dire que les molécules (chitosan, acide phosphatidique) constituant la coque sont en interaction électrostatique. Cette étude serait à renouveler dans un même cas de cohésion faible pour s'assurer de l'universalité du mode de rupture observé mais aussi d'aller vers des coques formées de polymères réticulés. Nous nous attendons à des modes différents notamment dans le cas de membranes d'élastomères. Les membranes épaisses seront aussi à envisager dans l'avenir. Cela correspond au cas où le comportement de la membrane ne peut plus être décrit par une loi élastique surfacique.

Publications

R. Chachanidze, K. Xie, J. Lyu, M. Jaeger and M. Leonetti, Breakups of Chitosan Microcapsules in Extensional Flow, Journal of Colloid and Interface science 629 (2023) 445-454

R. Chachanidze, K. Xie, H. Massaad, D. Roux, M. Leonetti and C. de Loubens, Journal of Colloid and Interface science 616 (2022) 911-920

J. Lyu, K. Xie, R. Chachanidze, A. Kahli, G. Boedec and M. Leonetti, Dynamics of shape instability of a polymersome tether, Physics of Fluids 33 (2021) 122016

6.7 Influence de la micro-gravité sur l'activité calcique de sphéroïdes de neurones ou de cardiomyocites en lévitation acoustique. Acoustique au-delà de la limite de Rayleigh
M. Hoyos, N. Jeger-Madiot, C. Dupuis, X. Mousset, L. Belbon, J.-L. Aider

Influence de la Micro-gravité sur l'activite calcique de Spheroïdes de Neurones ou de Cardiomyocites en Levitation Acoustique. Acoustique au-delà de la limite dce Rayleigh

Mauricio Hoyos¹, Nathan Jeger-Madiot¹, Chloe Dupuis¹Xavier Mousset¹, Ludovic Belbon¹, Jean -Luc Aider¹

Laboratoire PMMH, CNRS UMR7636 ESPCI, PSL etc.

Acoustic levitation designates the fact that the acoustic radiation force opposes gravity or several gravities in order to stabilize in buoyant position and object irradiated by an acoustic standing wave. Thus, a pressure field is established consisting in pressure nodes and antinodes where species are driven in function of their physico-chemical characteristics. Delving deeper in the phenomena description, the acoustic radiation force results from the interaction between the incident wave and the dispersed wave by the object. The radiation force is a nonlinear effect capable of affecting species spanning from 0.5 to 100 μ m size. Manipulating particulate materials as spherical cylindrical or irregular solid or liquid particles, as well as biological cells, bacteria, algae etc, become possible by using acoustic levitation and that on gravity or on weightlessness environments. We shall see how and can be manipulated leading to either a single species propulsion, rotation or separation of mixtures.

Cette technique permet de créer rapidement des agrégats de particules ou de cellules qui pourront être maintenus aussi longtemps que nécessaire en lévitation acoustique, à mi-hauteur, au nœud de pression créé entre les deux parois du micro-canal (Fig. 1). La force acoustique subie par une particule ou une cellule en suspension dans un fluide à l'intérieur de la cavité acoustofluidique dépend directement de ses propriétés physiques et géométriques (densité, compressibilité, volume). Il est donc possible d'utiliser la FRA pour séparer en fonction de leurs propriétés physiques des espèces initialement mélangées dans la suspension.



Fig. 1 : Principe de la lévitation acoustique. Sous l'effet de la force de radiation acoustique, les particules en suspension migrent vers le nœud de pression acoustique où elles vont former des agrégats qui pourront être maintenus en lévitation. La position d'équilibre des agrégats dépend de la gravité ce qui va avoir un impact sur les phénomènes observés.

Dans notre recherche nous questionnons deux hypothèses fondamentales de l'acoustofluidique : la théorie est développée pour des objets très petits devant la longueur d'onde acoustique (hypothèse de Rayleigh) et le plan de lévitation est supposé confondu avec la position du nœud de pression. La microgravité permet d'étudier la position réelle du plan de lévitation acoustique et permet également de manipuler des particules dont la taille se rapproche de la longueur d'onde acoustique et qui ne peuvent être manipulées sur Terre en raison d'une sédimentation rapide.

Dans le cadre de ce projet nous souhaitons étudier l'influence de la gravité sur l'activité de sphéroïdes neuronaux manifesté par l'activité calcique Fig2



Fig. 2 : Imagerie calcique : a) Agrégats 3D de neurones en lévitation acoustique, b) Réseau 2D de neurone

Résultats : Sphéroïdes de cellules mesenchymateuses en lévitation acoustique, Taille es sphéraïdes para rapport à la longueur d'onde : (au -délà de la limite e rayleigh)



Fig3 Culture de cellules souches mésenchymateuses (MSC) en lévitation acoustique (en laboratoire). Après quelques heures, les cellules qui formaient des feuillets cellulaires s'auto-organisent et forment des sphéroïdes de grandes dimensions (environ 400 m). Travaux réalisés en collaboration avec l'Unité de Thérapie Cellulaire de Jérôme Larghéro (APHP Saint-Louis, Paris) [Jeger-Madiot et al., Nature Sci. Rep., 20

Un réseau de neurones sain va développer une activité électrique que l'on peut visualiser (imagerie calcique) sur des temps courts(fig2). Notre objectif est de mesurer l'activité calcique de réseaux de neurones 2D (puces micro-fluidiques) et 3D (sphéroïdes en lévitation) afin d'évaluer l'impact des variations de gravité. Les premiers essais réalisés en mars 2022 (VP164) sont très encourageants puisque nous avons réussi à observer une activité calcique dans certaines configurations Figure 2. Les résultats préliminaires semblent confirmer que cette activité varie en fonction de la gravité (Fig.3)



Fig. 3 : Évolution temporelle de l'activité calcique dans les réseaux 2D de neurones. L'activité semble bien être modifiée par les changements de gravité.

Perspectives

La prochaine étape (vols paraboliques 2023) sera faire expériences en microgravité avec sphéroïdes neuronaux et cardiomyocytes.

Références

Self-organization and culture of Mesenchymal Stem Cell spheroids in acoustic levitation Nathan Jeger-Madiot, Lousineh Arakelian, Niclas Setterblad, Patrick Bruneval, Mauricio Hoyos, Jérôme Larghero & Jean-Luc Aider Scientific reports, Published: 16 April 2021 6.8 Milieux granulaires vibrés : étude du démon de Maxwell granulaire **Y. Garrabos**, C. Lecoutre, F. Palencia, S. Marre

Milieux granulaires vibrés : étude du démon de Maxwell granulaire

*Yves Garrabos*¹, *Carole Lecoutre*¹, *Fabien Palencia*¹, *Samuel Marre*¹ ¹ Univ. Bordeaux, CNRS, Bordeaux INP, ICMCB, UMR 5026, F-33600 Pessac, France

La richesse et la diversité des comportements de la matière hétérogène sous vibration en condition de micropesanteur trouvent leurs origines dans le fait que la vibration est susceptible d'induire des gradients de vitesse lorsque la densité du système est localement variable. L'absence d'accélération terrestre simplifie notablement l'analyse et permet un meilleur contrôle de ces comportements de la matière vibrée. A l'ICMCB, outre la participation aux opérations d'avancement de l'instrument VIP-GRAN de l'ESA pour un fonctionnement prévu dans l'ISS (réunions en distanciel du 27/08/2020, 04/04/2022 et 16/06/2022), un programme parallèle d'expériences sols et en vols paraboliques liées à l'étude du Démon de Maxwell granulaire est réalisé en utilisant un rack de vibration développé en interne. La campagne CNES VP146/58 de juin 2020 a permis de valider le design et le fonctionnement en microgravité de la cellule expérimentale permettant de visualiser le mouvement et de compter les billes transférées d'un compartiment à l'autre. Nous présentons ici quelques résultats obtenus lors des expériences *sol* effectuées après cette campagne dont l'objectif est de permettre une meilleure optimisation des conditions exploratoires à satisfaire en condition de gravité réduite.

Rappel des conditions expérimentales en microgravité.





La première des deux figures ci-contre illustre le design du piège à bille (à gauche) qui permet de visualiser le transfert et le comptage des billes qui sont extraites du compartiment de droite au travers de la fente de communication médiane entre les deux compartiments, tout en ne permettant pas leur retour de gauche à droite.

deuxième figure illustre La l'influence gravitaire dans les conditions opératoires "fluidifier" nécessaires pour le milieu granulaire qui imposent un facteur de l'ordre de 5 sur l'importance relative des niveaux d'accélération nécessaires pour combattre la gravité terrestre s'opposant à la fluidisation du milieu granulaire (ici à amplitude de vibration constante, soit 0.127 mm c'est à-dire ~d/10 où d=1,21 mm est le diamètre de la bille). Ce qui restreint fortement les possibilités technologiques dans la conception du système générant les vibrations en gravité réduite. En

complément il faut souligner que ces premières expériences en microgravité ont montré l'importance de la durée de microgravité puisqu'il a été impossible de vider totalement le compartiment de droite pendant les 31 paraboles du vol journalier. Par contre, au cours de ces trois jours de vol et sans validation précise des conditions de fluidisation du milieu granulaire en microgravité (qui est précisément un des objectifs scientifiques visés avec l'instrument VIPGRAN à bord de l'ISS), nous avons pu déjà vérifier que les conditions de microgravité permettent d'étudier des taux de remplissages impossibles à étudier au sol, même avec une réduction significative de la plage d'accélération expérimentale.

L'optimisation sol des conditions expérimentales à satisfaire en microgravité.

Les expériences sols qui ont suivi la campagne de vols CNES VP 146/58 de 2020 ont pour objet principal l'optimisation des paramètres opératoires à utiliser en microgravité puisqu'il est maintenant acquis que seul un nombre restreint de vols paraboliques ou de séquences opératoires de l'instrument VIPGRAN pourront être utilisés pour mesurer le flux de billes extraites.



La figure ci-contre est focalisée sur les mesures des débits obtenus pour des périodes de temps comparable à celles observées en microgravité (courbes supérieures lissées linéairement pour 31 paraboles avec 12 s d'ouverture de la fente au centre des 21 s de de microgravité chaque parabole, soit 372 s). Rappelons que les conditions opératoires sont alors très différentes pour cet exemple ou l'amplitude de vibration (ici 0.127 mm soit ~d/10 où d=1,21 mm est le

diamètre de la bille) a été fixée. En conséquence, la plage du nombre initial de billes remplissant le compartiment est significativement réduite. Cette figure montre alors un comportement du flux de bille fortement influencé par le niveau de gravité (élevé avec les symboles pleins, faibles avec les mêmes symboles creux), traduisant des niveaux de fluidisation très différents et donc des vitesses moyennes de billes très différentes. Ici nous limiterons l'analyse aux conséquences pratiques liées à l'optimisation de niveau d'accélération pour que la durée de microgravité typique (ici 372s comme indiqué précédemment) soit suffisante pour vider le compartiment permettant alors d'étudier le comportement du flux pour un nombre billes significativement inférieur à une couche.

Perspectives

La prochaine campagne de vols paraboliques CNES devrait être ciblée sur l'étude de l'impact du niveau de gravité à nombre constant de billes et amplitude fixée. En parallèle les études sols seront maintenant focalisées sur les comportements du flux de billes à faible nombre de billes dans la cavité, afin de confirmer l'existence d'un extremum dans sa variation en fonction du nombre billes, pour un nombre initial de billes inférieur à 1 couche (résultats sols obtenus par P. Evesque).

Simultanément, nous poursuivrons notre participation aux réunions d'avancement relatives à l'élaboration des protocoles expérimentaux utilisant l'instrument ESA VIPGRAN et celles aux expériences préparatoires en vols paraboliques.

Publications

M. Noirhomme, A. Cazaubiel, E. Falcon, D. Fischer, Y. Garrabos, C. Lecoutre-Chabot, S. Mawet, E. Opsomer, F. Palencia, S. Pillitteri, and N. Vandewalle, Particle dynamics at the onset of the granular gas-liquid transition, [Physical Review Letter], 126, 128002 (2021); doi: 10.1103/PhysRevLett.126.128002.

D. Puzyrev, D. Fischer, K. Harth, T. Trittel, R. Cruz Hidalgo, E. Falcon, M. Noirhomme, E. Opsomer, N. Vandewalle, Y. Garrabos, C. Lecoutre, F. Palencia, R. Stannarius, Visual analysis of density and velocity profiles in dense 3D granular gases, [Scientific Reports], 11, 10621, (2021) doi: 10.1038/s41598-021-89949-z