

Actes du colloque annuel



P. Haldenwang, C. Delaroche, C. Colin, D. Brutin
Carry-le-Rouet, 5 Novembre 2021

Colloque annuel, Hyères, 4 Novembre 2022



Groupement de Recherche

—

Micropesanteur Fondamentale et Appliquée (CNES / CNRS 2799)

Editeurs:

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

Avant-propos

En cette année 2023 s'ouvre la quatrième décennie de notre Groupement de Recherche. Célébrant cette longévité, les Comptes-Rendus Mécanique de l'Académie des Sciences nous font l'honneur d'un numéro spécial intitulé "Physical Science in Microgravity within the thematic group Fundamental and Applied Microgravity".¹ A cette occasion, nous remercions chaleureusement notre collègue Olga Budenkova, qui a été à l'origine de cette initiative et qui a composé à nos côtés le comité éditorial associé à cette compilation de 17 articles originaux couvrant l'ensemble de nos traditionnelles thématiques. Un grand merci également à tous les auteurs membres du GDR qui ont proposé des contributions. Nous exprimons ici également notre reconnaissance à l'équipe technique des Comptes-Rendus qui nous a accompagnés dans cette activité éditoriale conséquente. Enfin, nous saluons le travail critique de relecture des collègues dont nous avons sollicité l'expertise en tant que reviewers. Nous espérons qu'auteurs, reviewers et éditeurs seront fiers de disséminer ce numéro spécial.

Cette nouvelle décennie s'ouvre également sur l'heureux événement qu'est la naissance de notre tout nouveau site web :

<http://gdr-mfa.fr/>

A ce titre, nous adressons nos sincères remerciements à Muriel Sabater (IMFT) qui a intégralement conçu ce site et se tient régulièrement à notre disposition pour le faire évoluer. Nous vous serons reconnaissants de nous adresser vos suggestions pour alimenter cet outil de communication qui participe de notre rayonnement commun.

Au delà de ces nouveaux aboutissements collectifs, nous nous retrouvons comme chaque année avec joie pour notre colloque ordinaire du 24 au 26 Octobre à Hyères. 31 exposés y dressent l'état d'avancement de nos projets en cours, consolidant le Groupement de Recherche entre compréhension étendue des phénomènes libres d'effet gravitationnel et enjeux nouveaux liés à l'exploration spatiale. Un grand merci à Sylvie Senny (IMFT) pour son aide précieuse dans l'organisation de ces journées.

Au plaisir d'échanger avec vous donc.



Catherine Colin



Guillaume Legros

1. https://comptes-rendus.academie-sciences.fr/mecanique/item/CRMECA_2023_351_S2/

Sommaire

Avant-propos	i
Session 1 Solidification et croissance cristalline, nucléation, dissolution	1
1.1 Caractérisation in situ et en temps réel de la formation des microstructures de solidification : campagne DECLIC DSI-R à bord de la Station Spatiale Internationale M. Medjkoune, F. L. Mota, K. Ji, L. Strutzenberg Littles, A. Karma, N. Bergeon	2
1.2 Dynamique de l'interface solide-liquide facettée du salol pendant la solidification dirigée A. Raad, F. L. Mota, N. Mangelinck-Noël, N. Bergeon	5
1.3 Caractérisation in situ et en temps réel de la dynamique de solidification d'un alliage métallique ternaire Al-10%Cu-20%Sn S. De Albuquerque, J.E. Spinelli, G. Reinhart, H. Nguyen-Thi	8
1.4 Solidification eutectique : conditions instationnaires S. Akamatsu , S. Bottin-Rousseau	11
1.5 Etude de l'instabilité d'une lamelle durant la solidification d'un alliage eutectique M. Plapp	14
1.6 Développement d'un dispositif de solidification dirigée d'alliages métalliques avec observation in-situ par radiographie X pour la station spatiale internationale ISS G. Reinhart, H. Nguyen-Thi	17
Session 2 Instabilité, Turbulence, convection Bénard - Marangoni	21
2.1 Ferrohydrodynamic instabilities in a radially heated concentric cylindrical annulus A.M. Hiremath, A. Meyer, I. Mutabazi	22
2.2 Convection thermélectrohydrodynamique dans un espace annulaire : étude numérique du sacrifice du début de la microgravité en conditions de vol parabolique O. Crumeyrolle, I. Mutabazi	25
2.3 Convection thermo-EHD en cavité : compétition des forces électriques et gravitaires S. Siedel , A. Jawichian, L. Davoust	28
2.4 Rayleigh-Bénard-Marangoni Convection in two-layer binary fluid system A. Dubey, S.V. Diwakar, S. Amiroudine	31
2.5 Structures convectives conduisant à la séparation des espèces d'un fluide binaire mis en mouvement par les parois horizontales d'une cavité parallélépipédique K. Sioud, A. Bergeon, P. Costesèque, M.-C. Charrier-Mojtabi, A. Mojtabi	34

2.6	FLUctuations in Non Equilibrium fluids eXperiment D.-E. Bouyou Bouyou, M. Chraga, P. Fruton, C. Giraudet, H. Bataller, F. Croccolo	37
2.7	Coefficients Soret et de Diffusion des mélanges ternaires : Résultats de l'expérience DCMIX4 H. Bataller , F. Croccolo	40
2.8	Ohmic heating during electrodeposition : The role of coupled kinetic-transport phenomena that lead to morphological and microstructural changes P. Eribol, S. Gopalakrishnan, D. S. Venkatesan, A. Talbi, R. Narayanan, K. Ziegler, F. Zoueshtiagh	43
2.9	Transferts thermiques et streaming acoustique G. Michel , T. Vernier, C. Gissinger, R. Mushthaq, G. Chini	46
2.10	Turbulence diphasique dans un écoulement tourbillonnaire de von Karman V. Mouet, F. Pétrélis, S. Fauve	49
2.11	Characterization of the liquid and gas flow in a canonical two-fluid atomizer E. Wolkiewicz, S.K. Sahoo, O. Tolfts, N. Machicoane	52
Session 3 Combustion, Milieux réactifs		55
3.1	Supercritical Water Oxidation on a chip : an experimental and numerical 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 J.-L. Consalvi , A. Coimbra, J. Sarazin, S. Bourbigot, J.-M. Citerne, G. Legros	59
3.3	Non-premixed flames over cylindrical samples in microgravity : passive/active mitigation strategies Y. Li, J.-M. Citerne, A. Coimbra, J.-L. Consalvi, J. Sarazin, P. Bachelet, S. Bourbigot, A. Guibaud, F. Clément, G. Legros	62
3.4	Intumescence in O ₂ rich environment : fire retarded polymers for spacecraft and space ha- bitat S. Bourbigot , J. Sarazin, P. Bachelet, J.-L. Consalvi, G. Legros	65
3.5	Experimental Laminar Flame Speed Study of Nitrogen-diluted Diethoxymethane/Oxidizer Mixtures under Microgravity R. Glaznev, F. Halter, J. Beeckman, C. Chauveau	68
3.6	Auto-organisation de produits de réactions $A + B \rightarrow C$ 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	71
Session 4 Interfaces fluides, interfaces fluide-solide, ébullition, condensation, bulles, gouttes		75
4.1	Capillarité en microgravité O. Millet , N. Younes, A. Wautier, R. Wan	76

4.3	Influence de la gravité sur l'angle macroscopique de mouillage M. Medale, H. Benabdelhalim, D. Brutin	82
4.4	Influence de la gravité sur l'angle macroscopique de mouillage : Résultats expérimentaux H. Elaidi, H. Benabdelhalim, M. Medale, D. Brutin	85
4.5	Ebullition convective sur site isolé en microgravité : Résultats de l'expérience RUBI Md. Q. Raza, L. Torres, M. Mbaye, J. Sebilleau, S. Tanguy, A. Urbano, C. Colin	88
4.6	Modèle de films dans le caloduc oscillant V. Nikolayev, X. Zhang, M. Abela	91
4.7	A propos de l'évolution de gouttelettes d'eau en microgravité C. Graziani, M. Nespoulous, R. Denoyel, S. Fauve, C. Chauveau, L. Deike, M. Antoni	94
4.8	Effet d'un champ magnétique DC sur le transport à l'intérieur d'un échantillon liquide en lévitation électromagnétique AC : résultats numériques R. Pons, A. El Bakali, A. Gagnoud, D. Chaussende , O. Budenkova	97
4.9	Evaporation de goutte sur substrat soluble C. Pirat, J. Colombani	100
4.10	Expérience de Référence et Analyse Multi-échelle de l'Ebullition Nucléée : ERAMEN L. Tadrist , F. Ronshin, A. Rednikov, I. Martin	103
4.11	USAIN-BOT : microrobots inertiels pilotés par ultrasons G. Chabouh, M. Mokbel, B. van Elburg, M. Versluis, T. Segers, S. Aland, C. Quilliet, G. Coupier	106
Session 5 Mousses, émulsions, suspensions, gels		109
5.1	Glassy dynamics of ultralow cross-linked PNIPAM microgels R. Elancheliyan, D. Truzzolillo, N. Segers, L. Cipelletti	110
5.2	Structure hiérarchique d'une mousse en cours de mûrissement 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	Rôle du fluidifiant et de la géométrie sur la rhéologie de suspensions magnétiques concentrées en écoulement continu ou oscillant G. Bossis , Y. Grasselli, A. Cifreio, O. Volkova	120
6.2	Dynamique de l'agrégation des globules rouges et rhéologie M. Puthumana-Melepattu, G. Maîtrejean, C. Minetti, C. Wagner, T. Podgorski	123

6.3	Circulation du Sang et Signalisation Biochimique	
	M. Abbasi, Z. Gou, G. Dixit, M. Dynar, A. Nayak, A. Farutin, C. Misbah	126
6.4	Design of a parabolic flight experiment to characterize evaporative fluxes similar to plant transpiration ones	
	J. Kuzman, L. Poulet, J.-P. Fontaine, C.-G. Dussap	129
6.5	Capsules, Polymersomes, Vésicules et Globules Rouges en écoulement : des propriétés interfaciales au comportement collectif	
	M. Abbasi, L. Corral, P. Regazzi, G. Chen, H. Klein, M. Jaeger, M. Leonetti	132

Session 1

Solidification et croissance cristalline, nucléation, dissolution

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

**Caractérisation in situ et en temps réel de la formation des microstructures de solidification:
campagne DECLIC DSI-R à bord de la Station Spatiale Internationale**

Mehdi Medjkoune¹, Fatima L. Mota¹, Kaihua Ji², Trevor Lyons², Louise Strutzenberg Littles³, 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

L'étude des microstructures de solidification présente d'une part un intérêt fondamental dans la compréhension des dynamiques non-linéaires d'auto-organisation dans des systèmes maintenus hors-équilibre et d'autre part un intérêt industriel dans la recherche du contrôle et de la maîtrise des microstructures de solidification qui conditionnent intrinsèquement les propriétés macroscopiques du matériau. Le projet scientifique MISOL3D (MIcrostructures de Solidification 3D), projet collaboratif de notre laboratoire avec le CNES et la NASA, vise à réaliser des expériences de solidification directionnelle d'échantillons massifs (cylindre d'un cm de diamètre) en microgravité, au sein de la station spatiale internationale (ISS), afin de limiter les mouvements convectifs dans le liquide. Les études sont réalisées sur des alliages organiques transparents analogues des alliages métalliques, ce qui permet l'observation in situ en temps réel de l'interface solide-liquide.

L'objectif de ces recherches est de comprendre les processus qui contrôlent la formation et la sélection des microstructures à l'interface. La deuxième campagne d'expériences spatiales, DSI-R (2017-2018 ; 2022), a permis l'étude de la dynamique de croissance dendritique dans un échantillon de Succinonitrile-0.46% pds Camphre. Dans ce résumé, nous allons présenter, de manière non exhaustive, quelques avancées sur les analyses des données de cette campagne.

Résultats

La compétition pour la croissance entre les différents grains pendant la solidification a une influence cruciale sur la microstructure finale. La théorie classique suppose que les grains dont l'orientation cristalline est la mieux alignée sur la direction du gradient de température éliminent progressivement les grains voisins moins bien alignés pendant la croissance en raison d'un sous-refroidissement plus faible. Nous étudions la compétition de grains en analysant les phénomènes aux différents joints de grains lors d'expériences de sauts de vitesses descendants vers la vitesse de 3 $\mu\text{m/s}$ (interface macroscopiquement plane). On rappelle qu'à hautes vitesses ($>3\mu\text{m}$) la courbure concave de l'interface provoque l'apparition au bord de l'échantillon de grains parasites désorientés

par rapport à l'axe de croissance qui envahissent le centre de l'échantillon avec une vitesse de dérive élevée. Ainsi, les expériences de sauts de vitesses nous permettent d'obtenir une configuration d'interface plane multigrains présentant de nombreux joints de grains à examiner.

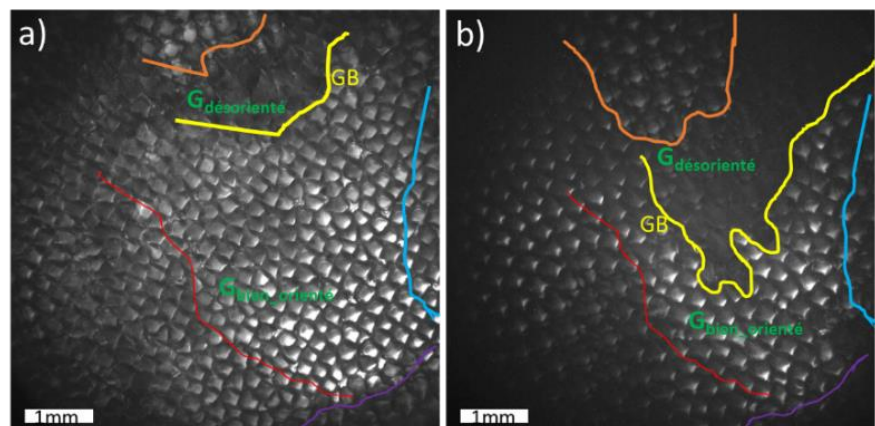


Figure 1. Réseau dendritique à $V=3\mu\text{m/s}$ après saut de vitesse de $12\mu\text{m/s}$ à a) 1 et b) 3h.

par rapport à l'axe de croissance qui envahissent le centre de l'échantillon avec une vitesse de dérive élevée. Ainsi, les expériences de sauts de vitesses nous permettent d'obtenir une configuration d'interface plane multigrains présentant de nombreux joints de grains à examiner.

Nos observations remettent en cause l'assertion établie que le grain le mieux orienté l'emporte aux dépens des dendrites du grain moins bien orienté qui sont éliminées. A haute vitesse, ce phénomène peut s'expliquer par l'effet de la courbure concave de l'interface qui engendre une élévation des dendrites désorientées par rapport aux dendrites bien alignées au niveau du joint de grain. Néanmoins, en interface plane, on observe régulièrement, au niveau de joints de grains convergents, des dendrites

orientées défavorablement éliminer des dendrites orientées favorablement (Fig.1). Une explication possible réside dans la diminution progressive de l'espacement local (et donc augmentation du sous-refroidissement local) dans le grain bien orienté après l'attaque répétée des dendrites mal orientées mais de vitesse de dérive élevée sur le grain bien orienté. Cette observation ne peut pas être généralisée de par la multitude de facteurs entrant en jeu au niveau du joint de grain tel que la direction de dérive relative des deux grains, la distribution de l'espacement primaire autour du joint de grain et l'interaction des bras secondaires entre grains

Les analyses de l'espacement primaire, taille caractéristique des structures, ont permis de déterminer de larges bandes de stabilité. Par exemple, à $3 \mu\text{m/s}$, elle s'étale entre 300 et 900 μm , mais les morphologies dendritiques sont conséquemment différentes avec un développement de branches secondaires qui varie en fonction de l'espacement primaire (Fig.2a-d). Nous avons également mis en évidence une croissance des branches tertiaires inhabituellement orientées par rapport aux branches secondaires (Fig.2e), ce qui suggère une transition de l'orientation privilégiée de croissance ; ce phénomène est en cours d'étude par simulation en champ-de-phase (équipe A. Karma, Northeastern Univ., Boston).

L'entière des expériences d'interférométrie n'ayant pu avoir lieu entre 2017-2018 suite à une panne du laser, deux séquences d'expériences spatiales ont été réalisées en 2022 pour acquérir les données d'interférométrie manquantes. L'interférométrie permet de reconstruire la forme 3D des pointes de dendrites 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. Nous avons ainsi pu reconstruire la forme 3D de pointes de dendrites sur une centaine de microns de profondeur, pour des vitesses de tirage allant de 0.5 à 4 $\mu\text{m/s}$ (Fig.3). Les résultats quantitatifs (rayon de courbure, paramètre d'anisotropie) sont en accord avec les simulations en champ de phase réalisées par l'équipe d'A. Karma.

Perspectives

L'analyse du reste des données est en cours. La préparation de la prochaine campagne de vol DSI-R2 (2024-2025) sur un échantillon de concentration supérieure (1% pds camphre) se poursuit. Des expériences de référence au sol sont en cours.

Références 2023

- Mota F.L., Ji K., Strutzenberg Little L., Trivedi R., Karma A., Bergeon N. *Acta Materialia*. 250 (2023) 118849.
- Mota F.L., Fabietti L., Bergeon N., Trivedi R. *Comptes Rendus. Mécanique*. 351 (2023) 1-14.
- Song Y, Mota F, Tourret D, Ji K, Billia B, Trivedi R, Bergeon N, Karma A. *Nature Comm*. 14 (2023) 2244.
- Mota F.L., Medjkoune M., Strutzenberg Little L. Karma A., Bergeon N. *Rev. Sci. Instrum*. 94 (2023) 065111.
- Akamatsu S., Bottin-Rousseau S., Witusiewicz V.T., Hecht U., Plapp M., Ludwig A., Mogeritsch J., Şerefoğlu M., Bergeon N., Mota F. L., Sturz L., Zimmermann G., McFadden S., Sillekens W. *npj Microgravity*. (accepted).

Remerciements : 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 .

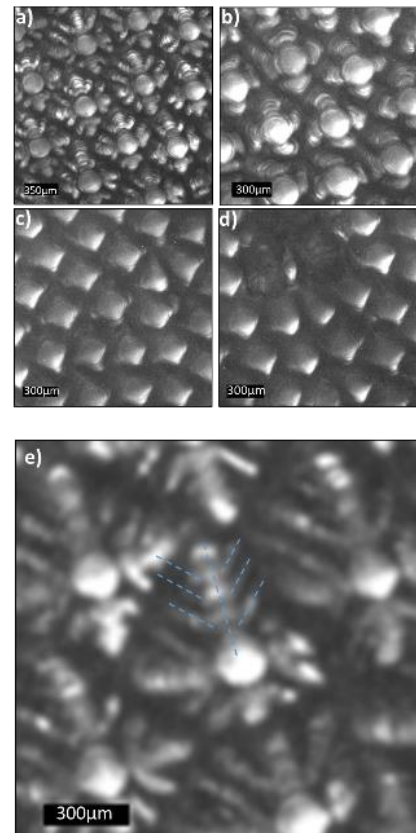


Figure 2. Images de dendrites à $3 \mu\text{m/s}$ après saut de vitesse de : a) 0.75; b) 1.5; c) 6; d) $12 \mu\text{m/s}$. e) Dendrite à $V=12 \mu\text{m/s}$ avec branchement tertiaire orienté de 45° par rapport au bras secondaire.

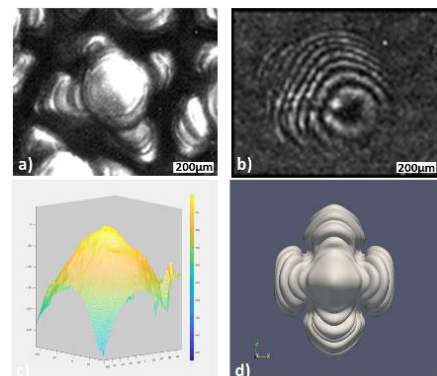


Figure 2. Images de dendrite : a) brute, b) interférométrie correspondante, c) reconstruction 3D, d) simulée en PF. ($V=1.5 \mu\text{m/s}$)

1.2 Dynamique de l'interface solide-liquide facettée du salol pendant la solidification dirigée
A. Raad, F. L. Mota, N. Mangelinck-Noël, N. Bergeon

Dynamique de l'interface solide-liquide facettée du salol pendant la solidification dirigée

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

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

La microstructure qui se forme à l'interface solide-liquide pendant le processus de solidification des matériaux affecte considérablement ses propriétés macroscopiques. La qualité du matériau dépend de la compréhension approfondie des mécanismes physiques qui régissent la formation de ces microstructures. Notre équipe de recherche a contribué au développement de l'instrument DECLIC et de son insert DSI, dédié à l'étude *in situ* de la formation de microstructures colonnaires dans des matériaux organiques transparents, dans le cadre du projet scientifique MISOL3D (MIcrostructures de SOLidification 3D) sélectionné par le CNES. Ces expériences visent à révéler les mécanismes physiques qui gouvernent la dynamique de formation et de sélection de la microstructure interfaciale, et ce en configuration d'échantillons massifs 3D. Jusqu'à présent ce dispositif a été utilisé avec des alliages transparents analogues des alliages métalliques (interface rugueuse). Cependant, l'étude de la croissance de matériaux facettés est également très intéressante sur les plans scientifique et industriel. Le silicium cristallin utilisé dans la fabrication de cellules solaires photovoltaïques est un exemple majeur de cette problématique au niveau industriel. Notre objectif est de mener des études systématiques, en configuration de systèmes massifs 3D, pour approcher les problématiques rencontrées dans les procédés d'élaboration de lingots industriels. Pour ce faire, un matériau organique transparent, analogue aux systèmes facettés, sera étudié dans le dispositif DECLIC-DSI. La première étape consiste à sélectionner des analogues transparents facettés, à les caractériser physico-chimiquement mais également à étudier leur dynamique de croissance en configuration d'échantillons minces. Ce travail préliminaire est réalisé dans l'instrument ECODIS (Experimental setup for CONfined DIrectional Solidification). Dans ce résumé, nous allons présenter les résultats obtenus pendant la solidification dirigée d'un de ces systèmes.

Résultats

Dans ce travail, nous avons choisi d'utiliser le salol (ou phényl salicylate), matériau transparent à la lumière visible, biréfringent et à faible température de fusion ($\approx 42^\circ\text{C}$). Ce matériau croît à partir du liquide avec une interface macroscopique facettée bien marquée en raison de son très haut degré d'anisotropie. Le dispositif ECODIS est un four du type Bridgman conçu pour les géométries d'échantillons minces, équipé d'un microscope optique (avec lumière polarisée) permettant d'observer la dynamique de l'interface solide-liquide *in situ* et en temps réel. Les températures imposées dans les zones chaude et froide du four génèrent un gradient thermique G . Les échantillons ont une longueur de 15 cm, une largeur de 1.5 cm et une épaisseur de 50 μm . Dans le four, les échantillons sont partiellement fondus pour créer un talon solide puis la solidification dirigée est induite par tirage à vitesse V constante vers la zone froide. L'évolution de l'interface est suivie pendant toute la solidification.

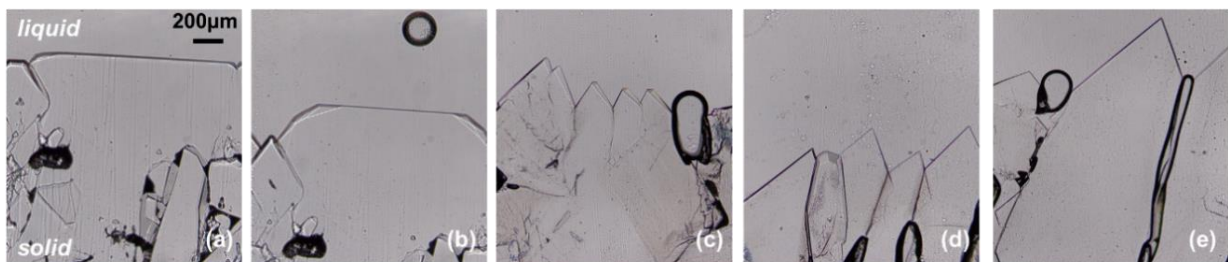


Figure 1 : Images de l'interface solide-liquide du salol à t (en minutes): (a) 0 ; (b) 5 ; (c) 128 ; (d) 165 ; (e) 179.

Épaisseur d'échantillon : 50 μm , $V = 5 \mu\text{m/s}$, $G = 2 \text{ K/mm}$.

L'expérience décrite ici a été effectuée à $V = 5 \mu\text{m/s}$ et $G = 2 \text{ K/mm}$, pour une longueur totale de solidification de 54 mm (durée de 180 min). La Figure 1 montre l'évolution de l'interface au cours du temps. Une interface solide-liquide très facettée a été obtenue et a évolué jusqu'à la fin de

l'expérience. Le salol présente une structure cristalline orthorhombique (Fig. 2), et les facettes observées dans l'expérience peuvent être identifiées comme correspondant à des plans cristallographiques $(1\bar{1}1)$ et $(\bar{1}00)$. Cette hypothèse se base sur les angles mesurés expérimentalement ($72.4 \pm 1.2^\circ$) en bon accord avec l'angle interplanaire calculé théoriquement (74.5°). L'interface au repos (Fig. 1a) est lisse. Au cours de la solidification, l'interface se déstabilise, conduisant à la formation de nombreuses facettes dont la forme et la taille évoluent tout au long de la solidification ; les joints (ou sous-joints) de grains tendent à se multiplier. Par exemple, à $t = 129$ min (Fig. 3a), nous pouvons identifier différents joints de grains plus ou moins alignés avec le gradient thermique. Une petite perturbation au niveau de l'interface (par ex. petite encoche dans une facette) conduit à la concentration de contraintes, et très probablement à la formation de dislocations (Fig. 3b). Par ailleurs, des cellules facettées peuvent avoir une taille plus grande que la moyenne observée, ce qui conduit à leur division et à la création de nouvelles cellules et de joint de grains. De nombreuses bulles (e.g. ellipse rouge Fig. 3c) sont observées. Ces bulles se forment majoritairement au creux des facettes et au niveau des joints de grains, elles restent généralement attachées à l'interface et s'intègrent donc au solide en croissance. Elles peuvent résulter de la différence de densité entre le salol liquide et solide et de la cinétique de croissance lente mais la présence d'une impureté à faible tension de vapeur qui vient ségréger au niveau des joints n'est pas exclue. Ces nombreux défauts affectent fortement la dynamique pendant de croissance interfaciale. En Fig. 2 et 3a, nous pouvons également voir la structure tridimensionnelle des facettes. Elles croissent suivant le gradient thermique mais également dans l'épaisseur ; la superposition de cristaux peut parfois être observée (par exemple, flèche verte en Fig. 3c).

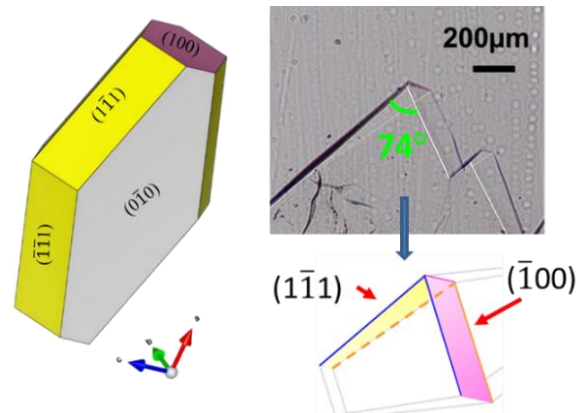


Figure 2 : Structure cristalline orthorhombique du salol et hypothèse sur les facettes observées.

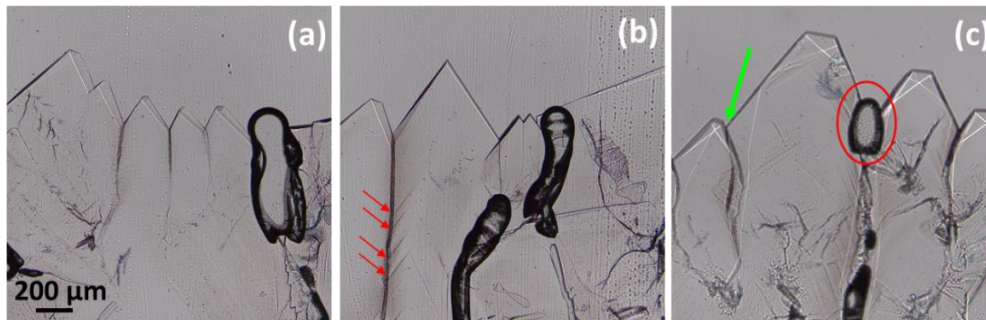


Figure 3 : Images de l'interface solide-liquide avec quelques éléments remarquables : (a) joints de grains ; (b) probables plans de glissement ; (c) bulle (ellipse rouge) et superposition de grains (flèche verte).

Les vitesses des différentes facettes ont été mesurées et elles varient en fonction de leur orientation cristallographique. Malgré une large dispersion, les facettes $(1\bar{1}1)$ ont une vitesse moyenne plus élevée que les $(\bar{1}00)$: 2.8 ± 0.2 et 2.1 ± 0.1 $\mu\text{m/s}$, respectivement. Les bulles perturbent également la vitesse de croissance des facettes : quand une bulle se crée, la vitesse décroît temporairement jusqu'au blocage de la bulle.

Perspectives

La caractérisation de la dynamique des facettes du salol et de leur compétition se poursuit avec, entre autres, la réalisation d'expériences systématiques dans différentes conditions afin d'établir des lois de croissance cinétique. Des comparaisons à des simulations en champ de phase sont prévus ainsi que des études sur d'autres systèmes, tels que les alliages de succinonitrile-borneol et succinonitrile-vanilline.

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

- 1.3 Caractérisation in situ et en temps réel de la dynamique de solidification d'un alliage métallique ternaire Al-10%Cu-20%Sn
S. De Albuquerque, J.E. Spinelli, G. Reinhart, **H. Nguyen-Thi**

Caractérisation in situ et en temps réel de la dynamique de solidification d'un alliage métallique ternaire Al-10%Cu-20%Sn

Sarah De Albuquerque^{1,2}, José Eduardo Spinelli², Guillaume Reinhart¹, Henri Nguyen-Thi¹

¹ Aix Marseille Univ, Université de Toulon, CNRS, IM2NP, Marseille, France

² Université Fédérale de São Carlos, São Carlos, SP, Brazil

Les alliages Al-Cu-Sn présentent un grand potentiel d'utilisation dans les roulements à contact solide/solide en raison de leurs microstructures généralement composées d'une matrice en aluminium résistant à la charge et d'une seconde phase riche en étain qui assure une bonne lubrification. La formation de la phase minoritaire dans ces alliages est due à un gap de miscibilité dans le diagramme de phases qui conduit à la décomposition de la phase liquide en deux autres phases liquides non miscibles, l'une riche en aluminium et l'autre riche en étain. Du fait de la différence de densité entre ces éléments, cette décomposition induit une ségrégation importante au niveau de la microstructure provoquant la sédimentation des gouttes riches en étain¹. Cependant des informations importantes sur leur dynamique de solidification font encore défaut. Cela est certainement dû au fait que la plupart des études expérimentales sur les alliages monotectiques ternaires sont souvent basées sur une analyse métallographique *post-mortem*, ce qui rend difficile une compréhension détaillée de la dynamique du processus de solidification. Pour cette raison, il est crucial de mener des études détaillées pour la détermination des chemins de solidification de ces alliages en utilisant des observations in situ et en temps réel. Pour atteindre cet objectif, l'utilisation de la radiographie X est pertinente, car c'est une technique non destructive pour les alliages métalliques et qui est basée sur les modifications locales de l'amplitude du faisceau de rayons X transmis par l'échantillon².

Description des expériences

Dans cette étude, nous avons analysé le chemin de solidification de l'alliage Al-10%Cu-20%Sn (%pds) avec des observations *in situ* et en temps réel lors d'une expérience de solidification directionnelle réalisée dans le dispositif de laboratoire SFINX (Solidification Furnace with IN Situ X-radiography)². Des échantillons en forme de lamelles de 0.2 mm d'épaisseur ont été solidifiés dans un four de type Bridgman avec une vitesse de refroidissement de -0,15 K/s et un gradient thermique de 5,6 K/mm. Les expériences ont été menées avec l'échantillon en position horizontale pour minimiser les effets de la gravité sur le mouvement des gouttelettes de Sn. Les radiographies ont été obtenues avec un grossissement de 5x pour un champ de vision de 5x5 mm² et une taille de pixel effective de 4x4 µm³. La cadence d'acquisition des images était de deux images/seconde. Des traitements d'images ont été effectués pour améliorer le contraste dans les images et permettre la visualisation et l'identification des réactions au cours de la solidification. Enfin, les résultats de l'observation *in situ* et en temps réel de la solidification ont été comparés avec le chemin de solidification calculé par la méthodologie CALPHAD en utilisant le logiciel Thermo-Calc 2021a avec la base de données TCAL7, version 7.1⁴.

Résultats

Le calcul thermodynamique du chemin de solidification a été effectué à l'équilibre car il permet de décrire la séparation de phase du liquide observée dans les expériences, ce qui n'est pas le cas avec des modèles hors-équilibre traditionnels comme celui Scheil. Le chemin de solidification obtenu est présenté Fig.1 (a) et consiste en 1: une solidification de Al à partir du liquide homogénéisé [L → (Al)] à 597°C ; 2: une séparation de la phase liquide [L → L' + L'' + (Al)] à 551°C, où L' est un liquide riche en Al et L'' est un liquide riche en Sn ; 3: une réaction monotectique [L' → L'' + (Al) + Al₂Cu] à 529°C et enfin 4: une réaction eutectique [L'' → (Al) + Al₂Cu + Sn] à 229,5°C.

¹ G. Reinhart et al., IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering 1274 (2023) 012054

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

³ H. Soltani et al., Journal of Alloys and Compounds. 862 (2021) 158028

⁴ Andersson J.O. et al., Calphad, 26, (2002) 273-312.

Ces prédictions ont été comparées aux observations directes de la solidification par radiographie X. Des radiographies successives ont été enregistrées pendant la solidification et deux procédures de traitement d'image ont été utilisées. Dans un premier temps, la technique de *Flat-Field Correction* a été utilisée, qui permet d'augmenter le contraste et d'éliminer les défauts inhérents à l'équipement (détecteur et inhomogénéité d'intensité du faisceau X). Elle consiste en une division "pixel par pixel" de l'image brute enregistrée à un instant donné par une image de référence enregistrée avant le début de la solidification. En complément, la technique *Frame Differencing* a été appliquée, qui permet d'accentuer les variations entre deux images successives et ainsi de détecter de faibles variations de contraste dues par exemple à l'apparition d'une phase nouvelle. Dans cette technique, une image est divisée par une autre image enregistrée quelques secondes auparavant.

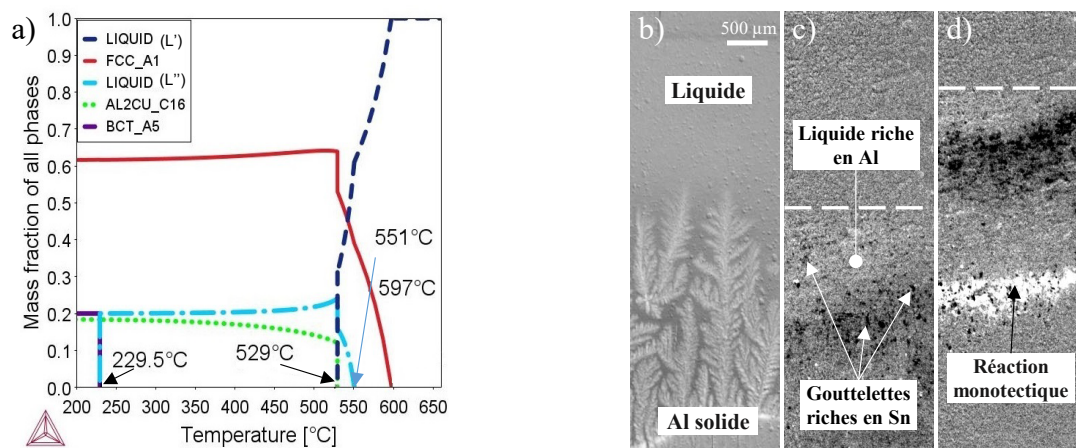


Fig.1 (a) Chemin de solidification pour l'alliage Al–10%Cu–20%Sn. Séquence d'images montrant (b) la croissance dendritique, (c) la séparation de phase liquide (en dessous du trait blanc en pointillés) et (d) la réaction monotectique lors de la solidification directionnelle de Al-10Cu-20Sn (% pds).

Dans une image de radiographie X, le niveau de gris est lié à la masse atomique des éléments. Ainsi, l'interprétation des nuances de gris est telle que les éléments Al, Cu et Sn sont ordonnés du plus clair au plus foncé. La figure 1(b) est une radiographie obtenue par *flat field correction* montrant des dendrites d'aluminium se développant dans la phase liquide au début de la phase de solidification de l'échantillon. La région plus sombre entre les bras dendritiques signale un liquide riche en solutés (Cu et Sn) rejetés lors de la solidification de l'aluminium primaire. La figure 1(c) montre la séparation de phase liquide. On peut observer que la séparation du liquide se produit en deux étapes, contrairement à ce qui était prédit par les calculs thermodynamiques. Dans un premier temps, le liquide L' clair riche en Al apparaît de manière uniforme dans l'échantillon et le liquide L'' riche en Sn se forme en petites gouttelettes de couleur noire. Dans un second temps, le liquide L'' évolue brusquement vers la formation de gouttelettes plus grosses et plus nombreuses. Enfin, la réaction monotectique est bien visible après la séparation de phase liquide (Fig. 1 (d)). En raison de la production d'une grande quantité d'aluminium comme prédit par le calcul thermodynamique, cette réaction est facilement identifiable par la couleur blanche en radiographie.

Grace à une analyse détaillée des radiographies, il a été possible d'identifier que la séparation de phase liquide et la réaction monotectique se sont produites autour de 549°C et 535°C respectivement, ce qui est proche des températures prédites par Thermo-Calc. Des mesures thermiques par ATD (analyse thermique différentielle) sont en cours d'analyse afin de déterminer plus en détail les températures de formation des différentes phases.

Publications

G. Reinhart et al., Investigation of Al-20Sn-10Cu alloy directional solidification by laboratory X-radiography, *IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering*, 1274 (2023) 012054

1.4 Solidification eutectique : conditions instationnaires
S. Akamatsu, S. Bottin-Rousseau

Solidification eutectique : conditions instationnaires

Silvère Akamatsu¹, Sabine Bottin-Rousseau¹

¹Institut des Nanosciences de Paris (INSP), Sorbonne Université, CNRS UMR 7588, 4 place Jussieu, 75005 Paris, France

La solidification d'un alliage eutectique non-facetté délivre un matériau composite dont les microstructures résultent d'un processus d'auto-organisation à l'interface solide-liquide. En solidification directionnelle à vitesse V_s dans un gradient de température axial fixe d'un alliage binaire de concentration C_0 proche d'un point eutectique, on observe des structures de croissance couplée de deux phases solides, qui adoptent des arrangements réguliers, idéalement hexagonaux (fibres) ou unidirectionnels (lamelles), dont la dynamique est gouvernée par la diffusion chimique dans le liquide et les effets capillaires. L'échelle typique, celle de l'espacement interphase λ (proche de 10 μm pour $V_s = 1 \mu\text{m/s}$), varie comme $V_s^{-1/2}$. En fait, les morphologies en fibres et lamellaires sont observables, à V_s donnée, sur un intervalle fini de λ . Elles présentent des instabilités en dehors de cet intervalle. Elles peuvent aussi se transformer l'une dans l'autre (transition lamelles-fibres). Il en résulte une dynamique spatio-temporelle complexe qui a été très étudiée en laboratoire à l'INSP et lors de la première campagne d'expériences *in situ* en micropesanteur (μg) [SEBA1 et SEBA2, projet Transparent Alloys (TA) de l'ESA]. La clé est l'expérimentation *in situ* (visualisation en temps réel) utilisant des alliages modèles transparents (méthode optique DIRSOL¹), et la comparaison avec des simulations numériques (coll. M. Plapp, Ec. Polytechnique). L'intérêt, en μg , est de s'affranchir en toute certitude de la convection thermosolutale dans le liquide, et d'observer des phénomènes gouvernés par la seule diffusion. Pour des raisons assez évidentes, une expérimentation systématique en μg est inaccessible. Une astuce, simple à formuler mais délicate à mettre en œuvre, consiste à faire varier un paramètre de contrôle (V_s , C_0) en cours d'expérience.

Résultats

1) La campagne SETA (mars 2020), piloté par l'équipe d'Access à Aix-la-Chapelle en collaboration avec nous, a exploré l'effet d'une vitesse de solidification V_s variable dans le temps². L'intérêt est d'étudier l'évolution du degré d'ordre des structures (en fibres) lors de « rampes » de V_s , accélérées ou décélérées. Deux alliages de type SEBA et SETA³ ont été utilisés. L'alliage ternaire SETA est identique à l'alliage binaire SEBA avec, en plus, une impureté contrôlée. Nous avons utilisé au sol et dans l'ISS les mêmes programmes de vitesse dits « U » et « V ». L'alliage binaire SEBA a été utilisé au sol (programmes U et V) et dans l'ISS pour une expérience à vitesse décroissante par paliers de longue durée. La comparaison des expériences de solidification 1g et μg de l'alliage SETA a mis en évidence un effet de la convection sur terre. En conditions purement diffusives, on s'attend en effet à une dérive progressive (recul) de l'interface solide-liquide vers les températures froides à cause de l'accumulation de l'impureté dans le liquide. C'est bien ce qu'on observe dans l'ISS mais presque pas au sol, dans des conditions où la convection évacue plus rapidement les impuretés loin du front de solidification.

Nous proposons un résumé des résultats des programmes de vitesse de type V (sur terre) d'alliages SETA, comparés à ceux de l'expérience à vitesse décroissante par paliers (dans l'ISS). Un programme en V consiste à imposer successivement une rampe linéaire descendante, puis une rampe ascendante de V_s , séparées par un palier à vitesse constante. La Fig. 1 présente des microstructures typiques observées à différents temps clés. Nos mesures montrent que l'espacement interfibrilles moyen $\langle\lambda\rangle$ s'écarte de la valeur mesurée (lors d'expériences préalables) en régime stationnaire. Cet écart est plus marqué en cours de rampe descendante qu'en cours de rampe montante. Nous interprétons cette hystérésis comme étant principalement due à la différence de temps caractéristique des instabilités en jeu, à savoir, d'une part, l'instabilité d'élimination de fibres (réponse lente) qui conduit à l'augmentation de $\langle\lambda\rangle$ lors d'une diminution de V_s , et d'autre part, l'instabilité de branchement de fibres (réponse plus rapide) qui conduit à la diminution de $\langle\lambda\rangle$ quand V_s augmente. Par ailleurs, on

¹ S. Bottin-Rousseau et al, J. Cryst. Growth **306**, 465-472 (2007).

² Article en préparation.

³ SEBA : Succinonitrile-24,2wt%d,Camphre. SETA : Succinonitrile-24,2wt%d,Camphre -0,5wt%Neopentylglycol.

estime le degré d'ordre des structures en fibres par la mesure du coefficient S_0 (défini dans l'insert de la Fig. 2a). On voit que la valeur de S_0 change peu tant que V_s reste plus grande que 40 nm/s, mais croît (l'ordre se dégrade) à plus basse vitesse. Par comparaison, lors de l'expérience à vitesse décroissante par paliers (Figs. 2a et 2c), les étapes à vitesse constantes plus longues permettent une meilleure mise en ordre, assez comparable à celle d'expériences de très longue durée (plusieurs jours ; disques noirs de la Fig. 2a). En fait, lors des rampes de type V, telles qu'elles ont été programmées, les événements de branchement et d'élimination, fréquents et nombreux, induisent et entretiennent un fort désordre qui ne relaxe pas assez vite. D'autres facteurs peuvent jouer un rôle comme la présence de grains eutectiques anisotropes. A basse vitesse, la proximité de la transition lamelles-fibres favorise l'apparition de fibres allongées (panel 2 de la Fig. 1) instables, mais assez persistantes pour ralentir la dynamique de mise en ordre.

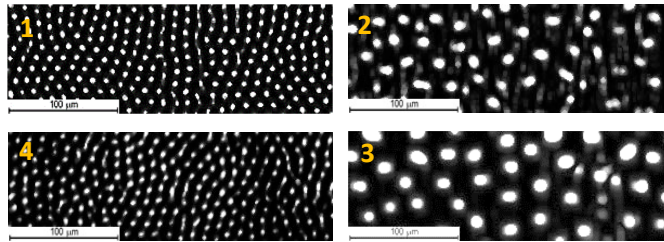


Figure 1 : Structures de croissance eutectique en fibre (détails) en vue de dessus in situ, en cours de solidification directionnelle (au sol). Alliage binaire SETA. Programme de vitesse en « V ». Temps (1) à (4) : voir Fig. 2b.

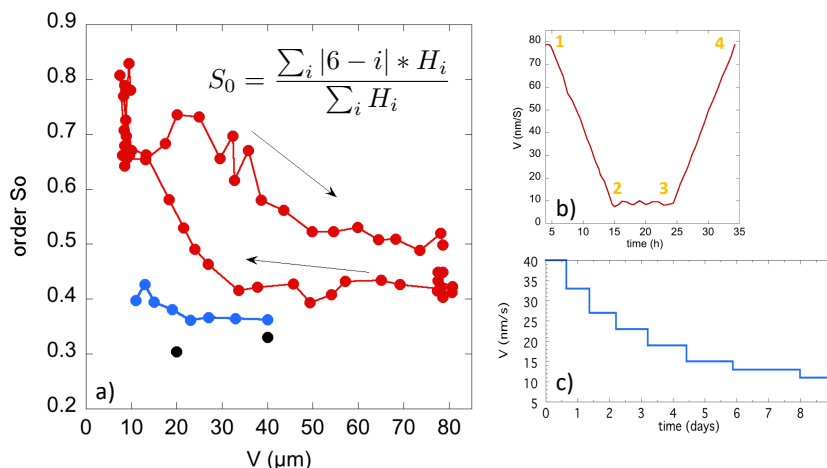


Figure 2 : a) Degré d'ordre S_0 de structures eutectique en fibres en fonction de la vitesse de solidification V_s (H_i : nombre de voisins de la fibre i ; voir insert). $S_0 = 0$: ordre hexagonal parfait ; $S_0 = 1$: désordre. En rouge : programme de vitesse en « V » (voir b). En bleu : expérience à vitesse décroissante par paliers (voir c). En noir : expériences à V_s constante (150–200 h).

2) Les progrès les plus récents de l'analyse des résultats (expériences et simulations numériques) sur la transition lamelles-fibres ont été publiés dans un article faisant partie d'une série célébrant la longue activité du GDR MFA [S. Akamatsu et al, *Compte Rendus Mécanique*, **351** (2023) 1].

Perspectives

La deuxième campagne de TA/SEBA3, que nous pilotons, doit se dérouler de mi-octobre (en principe le 19) à début décembre 2023. L'appareil TA a été installé dans MSG de l'ISS le 2 octobre (les expériences commencent par celles du programme METCOMP). La série d'expériences vise à reproduire une transition lamelles-fibres dans un échantillon « à gradient » d'alliage, préparé début 2023, avec une variation spatiale intentionnelle de la concentration. On espère pouvoir observer ainsi une transition fibres/lamelles progressive.

Publications

M. Şerefoğlu, S. Bottin-Rousseau, S. Akamatsu, *Lamella-rod pattern transition and confinement effects during eutectic growth*, *Acta Mater.* **242**, 118425 (2023).

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*, **351** (2023) 1-13.

1.5 Etude de l'instabilité d'une lamelle durant la solidification d'un alliage eutectique
M. Plapp

Etude de l'instabilité d'une lamelle durant la solidification d'un alliage eutectique

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. 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.

Récemment, une campagne d'expérience spatiales effectuée sur l'ISS 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 étendus 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 de ces expériences est une compétition entre un effet de dérive engendré par un gradient de température transverse 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. Ce scénario a été qualitativement confirmé par nos simulations de champ de phase.

Pour comprendre quantitativement cette transition, une connaissance détaillée de l'instabilité des lamelles est nécessaire. La méthode du champ de phase est un outil de choix pour une telle étude. Nous n'avons pas cherché à reproduire quantitativement les paramètres des expériences, mais au contraire choisi des conditions qui maximisent l'efficacité de nos simulations : un alliage eutectique modèle avec un diagramme de phase symétrique, et un rapport entre la longueur capillaire et la longueur de diffusion bien plus important que dans les expériences. Ici, nous simulons une seule lamelle qui se transforme progressivement en fibres, sans gradient de température transverse.

Resultats

Un exemple typique pour l'instabilité d'une lamelle est donné dans la figure 1. La simulation débute avec une lamelle dans une boîte de simulation allongée, avec un 'trou' (une terminaison de lamelle) d'un côté. La terminaison adopte très rapidement une forme qui ressemble à une goutte pendante dans la vue de dessus, et se 'détache' de la lamelle. Même si cet événement ressemble à un 'pinchoff', c'est-à-dire au détachement d'une goutte d'un jet liquide, il s'agit plutôt d'un branchement de la phase minoritaire en trois dimensions. Ceci peut être apprécié sur l'image de la figure 2, qui montre la géométrie de l'ensemble de la phase minoritaire après une longue simulation. La lamelle (une plaque en trois dimensions) émet de nouvelles fibres à un de ses bords. On constate que les branchements se produisent à des intervalles de temps régulières : les points selles dans la microstructure de la figure 2 se trouvent approximativement sur une ligne droite. La pente de cette ligne donne la vitesse de propagation de l'instabilité lamellaire. Par des séries de simulations, nous avons extrait cette vitesse de propagation en fonction de divers paramètres.

La figure 3 montre la vitesse de propagation en fonction de la composition c_0 de l'alliage (les fractions volumiques des deux phases sont données par $0.5 + c_0$ pour la phase majoritaire et $0.5 - c_0$ pour la phase minoritaire) pour différents espacements lamellaires λ . On constate qu'il y a pour chaque espacement une composition critique en-dessous de laquelle l'instabilité ne se propage plus. Un résultat similaire s'obtient pour une variation de la vitesse de tirage : pour un espacement donné, l'instabilité disparaît en-dessous d'une vitesse critique. La dépendance de la vitesse de l'espacement lamellaire semble être assez complexe, et son étude est encore en cours.

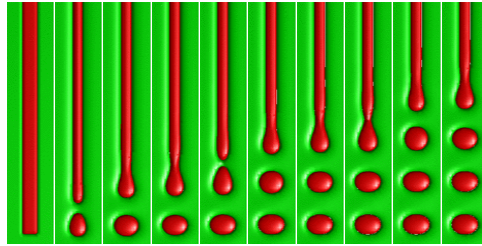


Figure 1 : Images successives de l'instabilité d'une lamelle à $c_0=0.29$ et $l_D/d_0=2000$. Ici, l_D est la longueur de diffusion, et d_0 est la longueur capillaire pour la solidification d'alliages.

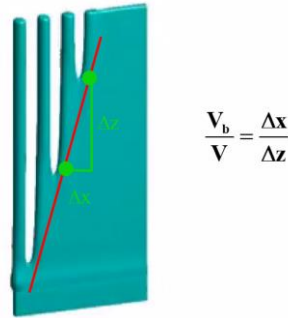


Figure 2 : Vue globale de la phase minoritaire et illustration de la méthode pour déterminer la vitesse de propagation V_b .

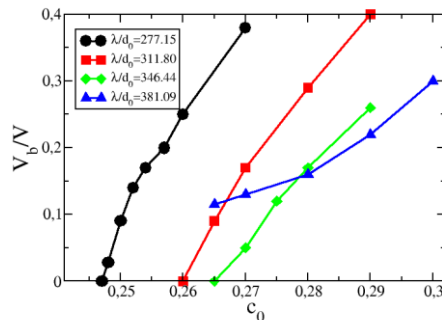


Figure 3 : Vitesse de propagation V_b en fonction de la composition de l'alliage pour différents espacements lamellaires.

Perspectives

La poursuite de nos simulations aboutira à une caractérisation complète de l'instabilité convective, ce qui devrait nous permettre d'interpréter quantitativement les expériences spatiales sur l'alliage succinonitrile-camphre et de faire des prédictions concernant la transition de lamelles à fibres sous conditions terrestres pour des alliages industriels.

Publications et conférences

S. Akamatsu, S. Bottin-Rousseau, M. Serefoglu, 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, *Comptes Rendus Mécanique* 142 (2023).

Directionally Solidified Eutectics Conference VII (DSEC7), Istanbul, Turquie, mai 2023: *Phase-field study of the lamellar-to-rod transition in the directional solidification of eutectic alloys*.

META 2023, Paris, France, juillet 2023: *Self-organization of eutectic two-phase composites: insights from phase-field simulations* (conference invitee).

- 1.6 Développement d'un dispositif de solidification dirigée d'alliages métalliques avec observation in-situ par radiographie X pour la station spatiale internationale ISS
G. Reinhart, H. Nguyen-Thi

Développement d'un dispositif de solidification dirigée d'alliages métalliques avec observation in-situ par radiographie X pour la station spatiale internationale ISS

Guillaume Reinhart¹, Henri Nguyen-Thi¹

¹ Aix Marseille Univ, Université de Toulon, CNRS, IM2NP, Marseille, France

Collaboration avec :

- European Space Agency
- Equipes académiques : Deutsches Zentrum für Luft- und Raumfahrt (Allemagne), University College Dublin (Irlande), Access e.V. (Allemagne)
- Industriels en charge du développement : Swedish Space Corporation, Airbus Defence and Space

Le contrôle des procédés de solidification d'alliages métalliques requiert une compréhension détaillée de phénomènes complexes qui agissent à des échelles de temps et d'espace différentes, tel que la germination, la croissance dendritiques ou encore l'interaction entre cristaux pendant leur développement. Les études de ces mécanismes sont rendues encore plus difficiles quand des phénomènes liés à la gravité viennent s'ajouter, comme la poussée d'Archimède qui est à l'origine de mouvement des grains solides dans la phase liquide pendant leur développement, ainsi que de mouvements convectifs. La réalisation d'expériences en microgravité est donc particulièrement appropriée afin d'atteindre des conditions diffusives, permettant d'obtenir des données de référence et de mettre en évidence les effets de la gravité¹.

Par ailleurs, la radiographie X in-situ et en temps réel est un puissant outil d'observation pour analyser ces phénomènes qui sont par nature dynamiques. Les récents développement des sources ainsi que des détecteurs de rayons X ont ouvert la voie à l'application de la radiographie X pour l'étude in-situ de la solidification d'alliages métalliques en microgravité. L'adaptation de systèmes de radiographie X à des dispositifs utilisables à bord de plateformes de microgravité a été la tâche du projet XRMON (*In-situ X-Ray MONitoring of advanced metallurgical processes under microgravity and terrestrial conditions*) dans le cadre des programmes MAP (*Microgravity Application Promotion*) de l'ESA entre 2006 et 2018. Plusieurs expériences ont été réalisées avec succès à bord de vols paraboliques et de fusées sondes au cours de cette période², ce qui a permis par exemple d'approfondir les connaissances sur la croissance des cristaux dendritiques colonnaires, équiaxes ainsi que la transition entre ces deux structures de grain dans des alliages à base aluminium.

A la suite du succès de ces travaux, l'ESA a poussé au développement d'un dispositif intitulé XRF (X-ray Facility) avec pour objectif de réaliser des expériences de solidification d'alliages métalliques avec observations in-situ et en temps réel par radiographie X à bord de l'ISS. Cet équipement permettra des expériences avec des temps longs, qui ne sont pas accessibles avec les plateformes précédemment utilisées. La phase A intégrant la consolidation des besoins s'est terminée début 2023 et la phase B du développement a débuté cette année avec les *Breadboard Tests* qui ont eu lieu fin juin en Suède dans les locaux de la SSC (*Swedish Space Corporation*).

Description du dispositif expérimental

Le dispositif XRF est composé d'un système de radiographie X et d'un four de solidification dirigée. L'ensemble sera inséré dans le rack EPM du laboratoire européen Columbus sur ISS. La source de rayons X est une source micro-focus de marque HAMAMATSU avec une taille de point focal de 2 μm et une cible en tungstène fournissant un rayonnement polychromatique. Le four à gradient est basé sur le four XRMON-GF (*Gradient Furnace*) utilisé à bord des fusées sondes MASER et de vols paraboliques³. Le four est constitué de deux éléments chauffants imposant un gradient de

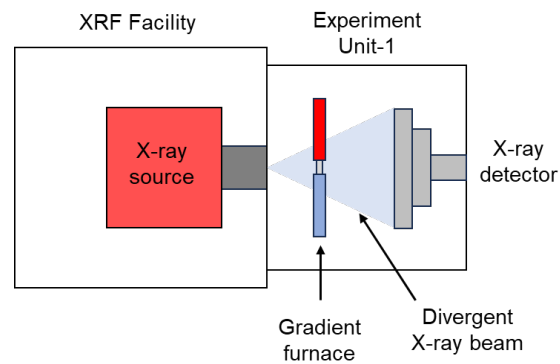
¹ S. Akamatsu and H. Nguyen-Thi, *Acta Materialia* 108, 325 (2016)

² G. Reinhart et al. *npj Microgravity* 9, 70 (2023)

³ H. Nguyen-Thi et al. *Microgravity Sci. Technol.* 26, 37 (2014)

température G . La solidification d'un échantillon en forme de lamelle d'épaisseur $\approx 200 \mu\text{m}$ inséré dans un creuset en carbone vitreux peut être provoquée soit par l'ajustement des températures des éléments chauffants à une vitesse de refroidissement R , soit par déplacement de l'échantillon vers la zone froide à une vitesse V . Les photons sont collectés après avoir traversé l'échantillon par un détecteur sCMOS produit par PHOTONICS SCIENCE permettant d'enregistrer des radiographies avec un bon contraste pour des alliages à base aluminium (figure 1b) et une fréquence d'acquisition de 2 à 3 images par secondes pour une résolution spatiale de $4 \mu\text{m}$.

Figure 1 : Schéma du dispositif XRF et de l'Experiment Unit-1 dédiée à l'étude de la solidification par radiographie X sur ISS.



Résultats et Perspectives

Les deux premières campagnes de *Breadboard Tests* ont permis la validation (i) de la qualité des images obtenues par radiographie, et (ii) le comportement thermique du four. Une troisième série de tests en juin 2023 a été dédiée à la réalisation d'expériences de solidification dirigée d'alliages Aluminium-Cuivre et Aluminium-Germanium. L'analyse de ces expériences est en cours mais nous pouvons déjà voir (figure 2) que les premiers résultats sont très prometteurs.

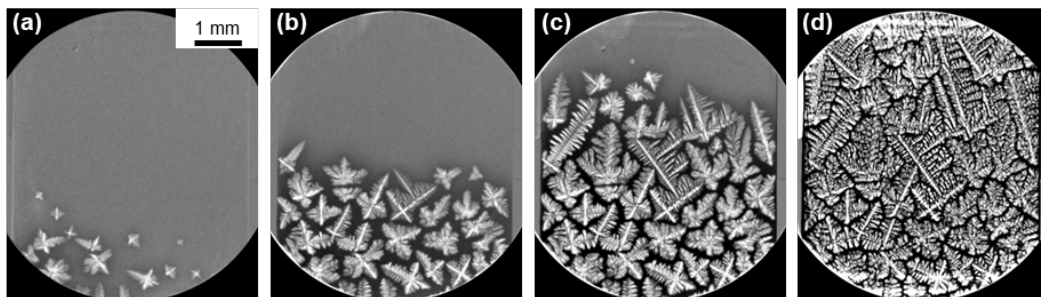


Figure 2 : Exemple de radiographies enregistrées pendant la solidification dirigée d'un échantillon d'alliage Al-20%Cu affiné ($R = -0.15 \text{ K/s}$ et $G = 3 \text{ K/mm}$). L'intervalle de temps entre les images (a), (b) et (c) est de 60 s. L'image (d) correspond à l'échantillon entièrement solide.

Les prochaines étapes seront d'identifier de possibles améliorations avant une validation définitive du dispositif XRF-ISS. Il est actuellement prévu que l'équipement soit opérationnel en orbite en 2026 pour étudier la solidification de 6 échantillons de compositions différentes qui seront définies à l'aide des analyses effectuées au sol.

Publications

G. Reinhart *et al.*, In-situ X-ray monitoring of solidification and related processes of metal alloys *npj Microgravity* 9, 70, 2023.

L. Abou-Khalil *et al.*, Three-dimensional investigation of fragment distribution in Al – 7 wt.% Si solidified in microgravity, *Acta Materialia* 250, 118882, 2023

T. Gong *et al.*, Scaling law for growth of misoriented equiaxed Al-Cu dendrites: A phase-field study with in situ experiment validation, *Computational Materials Science* 226, 112238, 2023

Session 2

Instabilité, Turbulence, convection Bénard - Marangoni

- 2.1 Ferrohydrodynamic instabilities in a radially heated concentric cylindrical annulus
A.M. Hiremath, A. Meyer, **I. Mutabazi**

Ferrohydrodynamic instabilities in a radially heated concentric cylindrical annulus.

Anupam M. Hiremath, Antoine Meyer & 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

Ferrofluids are colloidal suspension of ferric or ferro-magnetic particles which tend to orient in the direction of applied magnetic field. The carrier liquid can be either water or oil. Their viscosity depends on the volume fraction and on the magnetic field [1]. They have different applications and are good candidate for investigation of heat transfer under microgravity conditions [2].

We are interested in the triggering of the thermal convection in ferrofluid in terrestrial conditions and under microgravity. For, which we conduct a linear stability analysis of a ferrofluid in the gap between two concentric cylinders which are capable of rotating at different rates. The inner cylinder of radius R_1 is maintained at temperature T_1 and can rotate with angular frequency Ω_1 . The outer cylinder of radius R_2 and temperature T_2 can rotate with angular frequency Ω_2 . Inside the inner cylinder, a stack of magnets axially spaced at $\lambda_b \cong 3.54 d$ ($d = R_2 - R_1$) provides the necessary magnetic field \vec{B} [3].

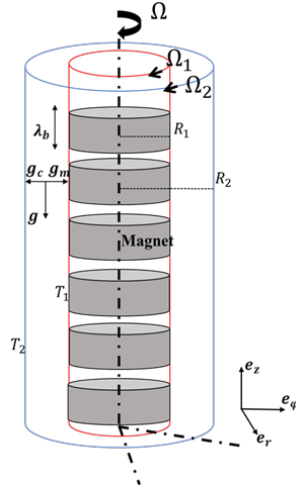


Figure 1: The flow configuration under study.

The interaction between the magnetization \vec{M} of the fluid and the magnetic field \vec{B} yields the Kelvin force $\vec{F}_K = \vec{M} \cdot \nabla \vec{B}$, which can be written as $\vec{F}_K = \vec{\nabla} P_m - \vec{F}_{mb}$ where P_m is the magnetic pressure and $\vec{F}_{mb} = -\rho \alpha \theta \vec{g}_m$ represents the magnetic buoyancy force, where $\vec{g}_m = -g_m \vec{e}_r$ represents the magnetic centripetal acceleration. The magnetic buoyancy force is susceptible for inducing thermomagnetic convection [3,4]. In addition to the magnetic gravity field, the ferrofluid in the cylindrical annulus is subjected to two accelerations: the gravitational acceleration \vec{g} , a centrifugal acceleration $\vec{g}_c = v^2 / r \vec{e}_r$, where v is the azimuthal velocity.

We study the solid body-rotation (i.e. when $\Omega_1 = \Omega_2 \equiv \Omega$) of the ferrofluid under Earth condition, and under weightlessness. The control parameters are the radius ratio $\eta = R_1 / R_2$, the Prandtl number $Pr = \nu / \kappa$, the Grashoff number $Gr = \alpha \Delta T g d^3 / \nu^2$, Taylor number $Ta = \frac{\bar{R} \Omega d}{\nu} \sqrt{\frac{d}{\bar{R}}}$ and the magnetic Rayleigh number $Ra_m = \alpha \Delta T g d^3 / \nu^2 \kappa$ where, $\bar{R} = (R_1 + R_2) / 2$, $\Delta T = T_1 - T_2$, α , ν and κ represent the thermal expansion coefficient, the kinematic viscosity and thermal diffusivity of the fluid respectively

Both the cylinders are assumed of infinite length along the axial direction. The governing equations are linearized around the conduction state and the perturbations are expanded in normal modes of

the form $\exp [st + i(kz + n\varphi)]$, where $s = \sigma + i\omega$ is the complex growth rate of the perturbations, k is the axial wavenumber and n is the azimuthal wavenumber. We determine the threshold of the thermal convection from the minimum of the marginal curves ($\sigma = 0$).

Results

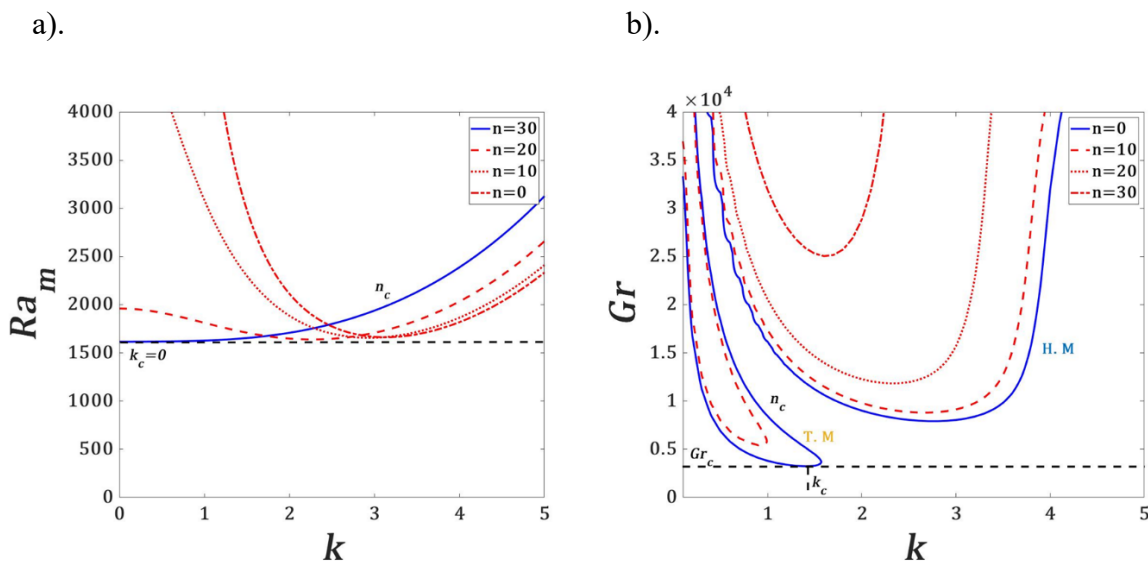


Figure 2: Marginal stability curves for the thermal convection in a ferrofluid ($Pr = 15$) for radius ratio $\eta = 0.9$ and $Ta = 10$. a) Microgravity situation ($Gr = 0$), b) Terrestrial condition ($Ra_m = 0$).

In microgravity the critical modes are due to magnetic buoyancy (we call them magnetic modes), they are stationary helical modes (see figure 1a). They are stabilized by solid body rotation and their threshold increases with the radius ratio η . For small rotation rates the critical modes are stationary helical and become oscillatory columnar when the rotation rate is increased [4].

In terrestrial conditions for low applied magnetic field and stationary cylinders the critical modes are thermal and oscillatory $Pr = 15$ of the fluid [5]. The solid body rotation delays the threshold of convection (see figure 2b). As the magnetic field is increased, the critical modes are magnetic modes in form of stationary columns for zero rotation and oscillatory columns for solid body rotation.

References

- [1] R.E. Rosensweig, *Ferrohydrodynamics*, Cambridge University Press (1985)
- [2] S. Odenbach, *Microgravity Sci. Technol.* **4**, 161 (1993).
- [3] R. Tagg and P.D. Weidman, Linear stability of radially-heated circular Couette flow with simulated radial gravity, *Z. angew. Math. Phys.*, **58**, 431-456 (2007).
- [4] A. Meyer, A. M. Hiremath and I. Mutabazi, Thermomagnetic instability of a ferrofluid in a differentially heated Taylor-Couette system, *Phy. Rev. Fluids*, **7**, 023901 (2022).
- [5] A. Bahloul, I. Mutabazi and A. Ambari, Codimension 2 points in the ow inside a cylindrical annulus with a radial temperature gradient, *Eur. Phys. J. AP*, **9**, 253-264 (2000).

Acknowledgement

The present project has benefited from PIA funding ANR/Labex EMC³ (project INFEMA) and a support from CNES through the GdR MFA2799. A.P. was supported by the funding of the Graduate School MES/LABEX EMC³.

- 2.2 Convection thermélectrohydrodynamique dans un espace annulaire : étude numérique du sacrifice du début de la microgravité en conditions de vol parabolique
O. Crumeyrolle, I. Mutabazi

Convection thermélectrohydrodynamique dans un espace annulaire : étude numérique du sacrifice du début de la microgravité en conditions de vol parabolique.

Olivier Crumeyrolle, Innocent Mutabazi

Normandie Univ, UNIHAVRE, CNRS, LOMC, Le Havre, France

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 peuvent être rédhibitoires dans applications spatiales. 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 (DEP). Les écoulements convectifs 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 (PFC), avec un transfert de chaleur accru, mais un comportement complexe en raison des PFC [1] [2] [3] [A].

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).

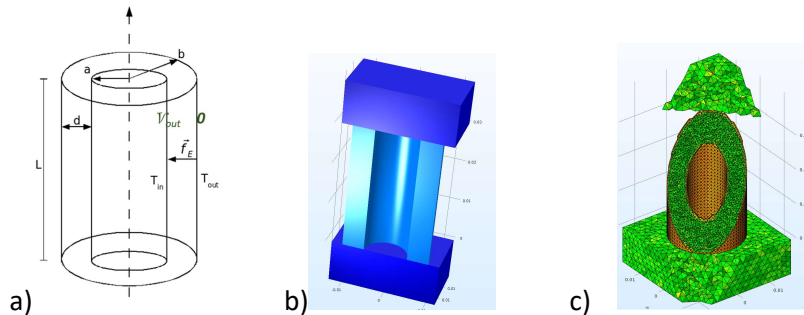


Figure 1 : a) géométrie théorique, b) demi-section, avec blocs, c) coupe diagonale du maillage, qui résulte en un problème à $3,2 \cdot 10^6$ degrés de liberté ; pour b) et c) : $L = 6 \cdot (b-a) = 30$ mm

Un accord qualitatif sur le motif de l'écoulement DEP a déjà été rapporté⁴ dans le plan (r, θ) , et il a été montré^A que le détail du transfert de chaleur et du comportement de l'écoulement DEP 3d sont influencés par l'écoulement monocellulaire (EM) initial, qui est présent avant *chaque* manœuvre de l'avion. Une stratégie d'atténuation est de sacrifier jusqu'à 11 s de microgravité pour laisser l'EM relaxer avant d'appliquer la haute tension. Expérimentalement il a été observé³ que plus le temps sacrifié est long, plus le taux de croissance de l'écoulement sous l'effet DEP est grand, ce qui suggère que le cisaillement de l'EM est néfaste à l'effet DEP, ce qui contre intuitif aux extrémités hautes et basses de l'espace annulaire. Nous étudions donc le comportement obtenus numériquement sans sacrifice^A au cas avec sacrifice, ici présenté pour un délai de 9 secondes avant application de la haute tension. Les composantes de gravités et les chronogrammes de la haute tension sont présentés fig 2.

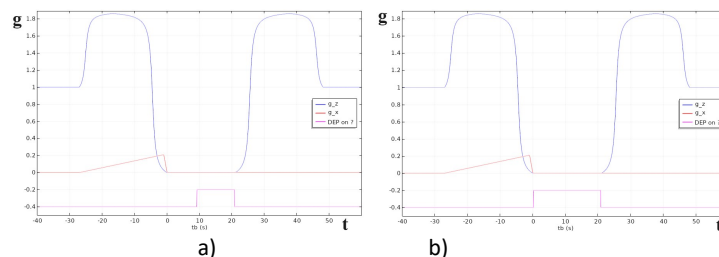


Figure 2 : a), b), gravité et tension au cours du temps, avec et sans sacrifices respectivement

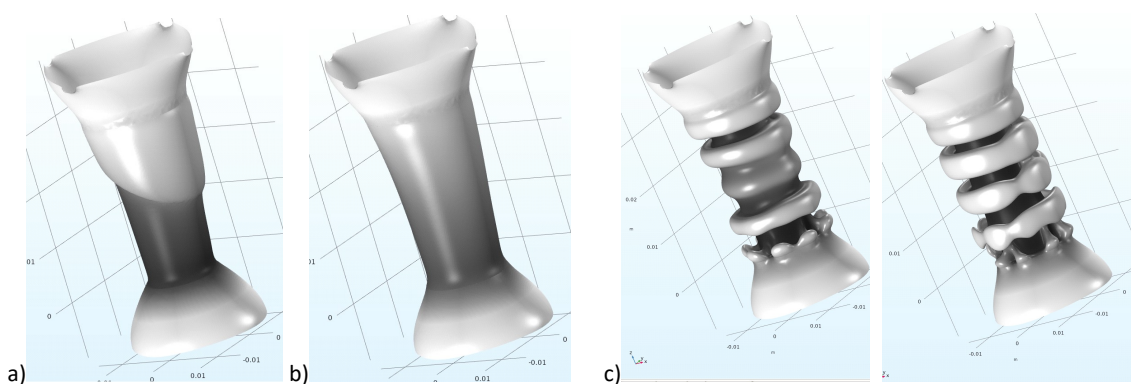


Figure 3 ; a) isotherme à $t = 0$ s, b) avec sacrifice, isotherme à $t = 9$ s ; c) avec sacrifice, $t = 21$ s ; d) sans sacrifice, $t = 21$ s. $L = 6 \cdot (b-a)$, tension appliquée $V_{out} = 7$ kV_p ; écart $T_{in} - T_{out} = 11$ K.

Résultats

Comme attendu l'écoulement sous l'effet DEP est moins développé (fig 2 c-d) quand 9 s ont été sacrifiées à attendre avant d'activer la force DEP. On note toutefois une meilleure régularité du motif au bas de l'espace annulaire, ce qui est confirmé en examinant $T(x,y,z=0)$ (fig 4 a-b). L'interprétation des mesures expérimentales de taux de croissance sur les motifs obtenus en visualisation optique est complexe, mais notons que les rayons lumineux sont précisément injectés par le bas de l'expérience. Enfin l'examen de la vitesse radiale moyenne au milieu du gap (fig 4c), de manière similaire à la méthode expérimentale, montre sur la deuxième moitié de la période soumise à l'application de la haute tension, et donc de la force DEP, le même comportement que dans l'expérience pour le taux de croissance : le développement du mode d'écoulement DEP est plus rapide avec sacrifice que sans. Toutefois l'amplitude atteinte reste plus faible que dans le cas sans sacrifice, contrairement aux résultats expérimentaux.

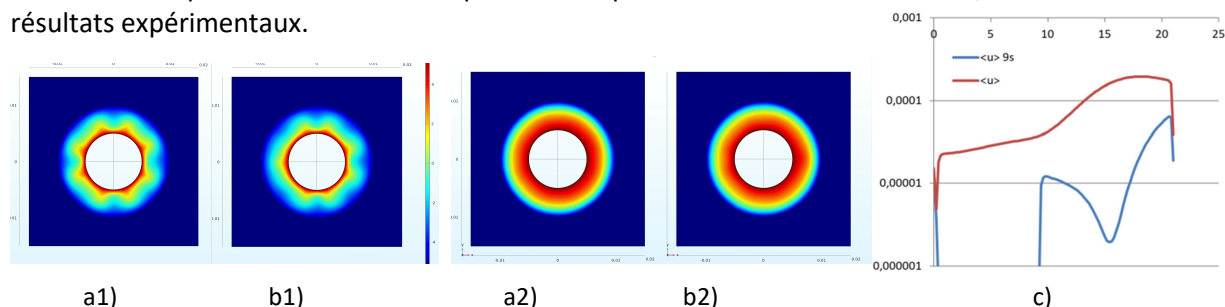


Figure 4: $T(x,y)$; 1 : $z = 0$, 2 : $z = L$; a : avec sacrifice, b : sans sacrifice ; c) vitesse radiale moyennée (m/s) vs. t (s).

Perspectives

La méthode optique employée expérimentalement étant la seule à fournir une information globale sur le développement de l'écoulement dans tout l'espace annulaire, une simulation de cette méthode sur les données numériques obtenues est souhaitable, pour confirmer l'augmentation du taux de croissance observé expérimentalement³ sur l'intensité lumineuse recueillie. Ce faisant l'extension du présent travail sur un espace de paramètre plus important est requise.

Communications

A EFMC14, 13-16 sept 2022, Athens, n°0498, O. Crumeyrolle, S. Khelifa, P. Szabo, C. Egbers, I. Mutabazi

Références

- 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 : compétition des forces électriques et gravitaires
S. Siedel, A. Jawichian, L. Davoust

Convection thermo-EHD en cavité : compétition des forces électriques et gravitaires

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 $\frac{1}{2}$ -parois verticales à températures et potentiels électriques imposés, opposées mais en quinconce, les autres parois et $\frac{1}{2}$ -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 $\frac{1}{2}$ 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).

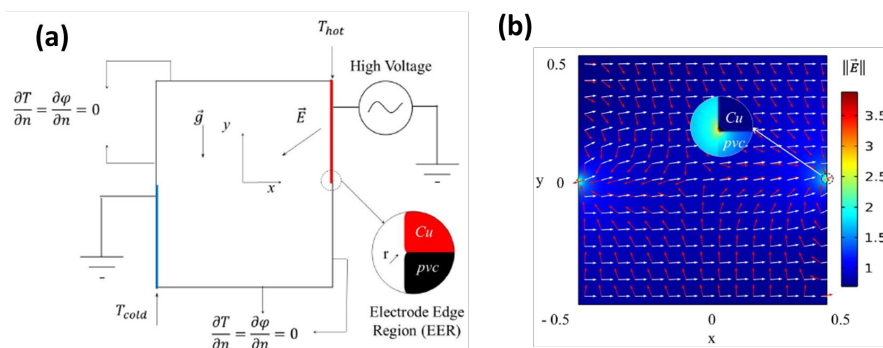


Figure 1: (a) Paire de demi-électrodes, conditions limites thermiques et électriques, et (b) intensité du champ électrique (carte de couleurs) et champ de vecteurs de $(\vec{E} \cdot \vec{\nabla})\vec{E}$ (rouge) et $\vec{\nabla}\theta$ (blanc).

La configuration ainsi choisie permet i) d'obtenir des régions où le terme $(\vec{E} \cdot \vec{\nabla})\vec{E}$ 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 vorticit  dans la cavité. Des r sultats de simulation num rique dans une telle configuration en microgravit  ont  t  pr sent s aux derniers congr s du GdR. Afin de permettre une validation du mod le num rique, une installation exp rimentale a  t  d velopp e 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 $2,1 \times 10^6$ et un nombre de Roberts de $3,15 \times 10^5$. 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 par l'effet des forces diélectriques.

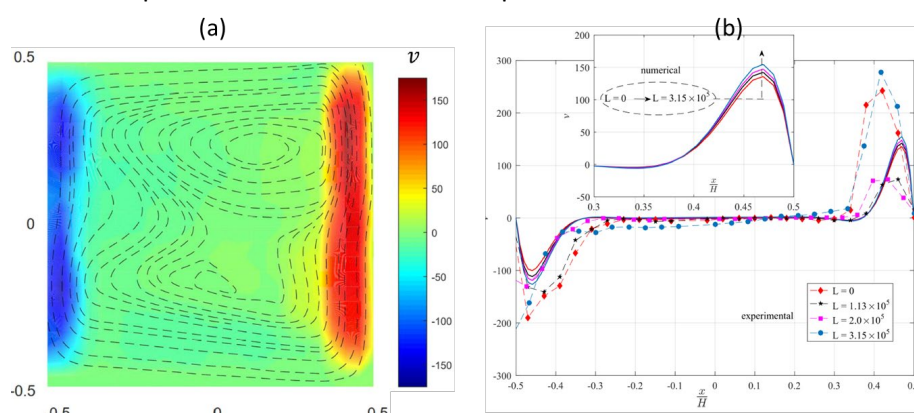


Figure 2: Résultats expérimentaux à fort champ électrique ($L = 3,15 \times 10^5$) obtenus par PIV, lignes de courant et champ de vitesse verticale adimensionnelle (a), profils de vitesse verticale expérimentaux et simulés sur une coupe $y=0,25$ pour différents champs élec.

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 perspectives intéressantes se sont ouvertes grâce aux résultats obtenus par cette étude, notamment sur l'optimisation de géométries d'électrodes pour l'intensification des transferts thermiques convectifs par électrohydrodynamique ou encore pour la génération d'écoulements d'origine thermo-EHD en particuliers en microgravité pour pallier à l'absence de convection naturelle. Cependant, des défis importants appellent à mettre en pause le développement de cet axe de recherche, le premier étant l'absence actuelle de co-financement permettant de financer un doctorant ou post-doctorant pour continuer cette investigation. Néanmoins, la meilleure compréhension du rôle des forces diélectrophorétiques sur les écoulements monophasiques liquides apporteront un éclairage essentiel dans les recherches diphasiques en cours et en particulier le projet AEBIO 2024.

Références 2021-2023

- A. Jawichian, S. Siedel, and L. Davoust. *Dielectrophoretic influence on free convection in a differentially heated cavity*. International Journal of Heat and Mass Transfer, Vol. 200, p. 123560, 2023.
- 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 Rayleigh-Bénard-Marangoni Convection in two-layer binary fluid system
A. Dubey, S.V. Diwakar, **S. Amiroudine**

Rayleigh-Bénard-Marangoni Convection in two-layer binary fluid system

A. Dubey¹, S. V. Diwakar², S. Amiroudine¹

¹) Université Bordeaux, I2M, UMR CNRS 5295, Talence F-33400, France

²) Engineering Mechanics Unit, Jawaharlal Nehru Centre For Advanced Scientific Research, Bangalore 560064, India.

Multiphase flows have been a vibrant area of research owing to its ubiquitous nature ranging from natural phenomenon to industrial processes. The specific two-phase flow problem investigated through current work is Rayleigh Benard Marangoni convection in a two-layer binary fluid system. Binary fluids pose a unique property of having varied degrees of miscibility in each other depending on system temperature. The two fluids are completely miscible above a particular temperature called the upper critical solution temperature (UCST), and have been modeled recently using the diffuse interface approach [1]. The degree of closeness with respect to UCST is characterized by a parameter, r , defined as:

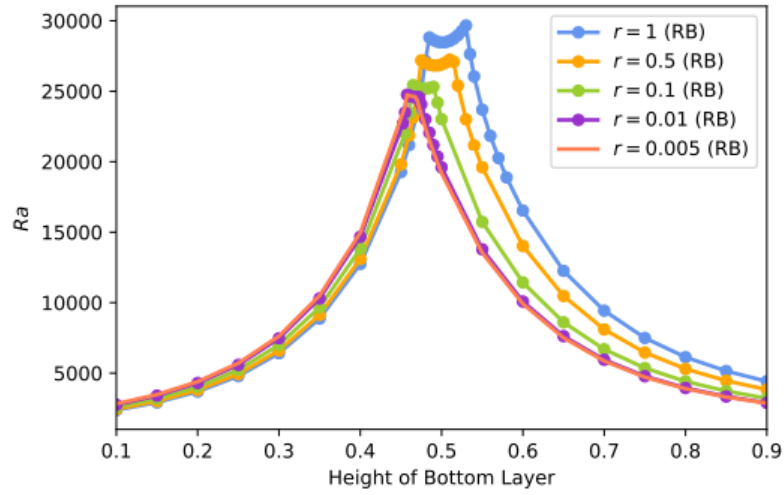
$$r = \frac{\exp(-a\vartheta) - \exp(a\vartheta)}{\exp(-a\vartheta) + (Le)\exp(a\vartheta)}, \quad (1)$$

where ϑ is given by $\vartheta = \frac{\theta - \theta_{crit}}{\theta_{crit}}$, a is a positive constant and Le is Lewis number which gives the ratio of thermal diffusivity to mass diffusivity. This allows us to transition continuously from the immiscible regime ($r = 1$) to miscible regime ($r \leq 0$). The free energy of the system is accordingly modified to take into account this transition and therefore is given by following expression:

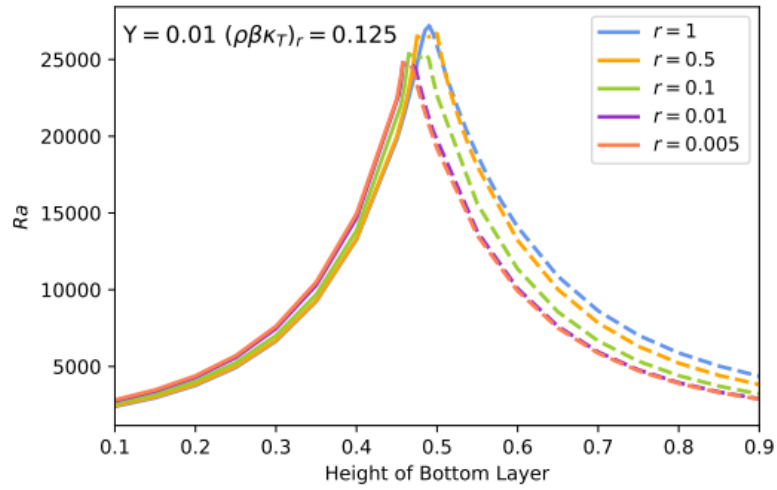
$$F(\phi, \theta, \nabla\phi) = \int_{\Omega} [f_{bulk}(\phi, \theta) + \mathcal{H}(r) \frac{\Lambda}{2} r^p |\nabla\phi|^2], \quad (2)$$

where f_{bulk} represents the bulk contribution of the two phases and is given as $f_{bulk} = \rho c(\phi)\theta - \rho c(\phi)\theta \log(\theta) + \mathcal{H}(r) \frac{\Lambda}{4\epsilon^2} r^q \phi^4 - \frac{\Lambda}{2\epsilon^2} r \phi^2$ and the second term in (2) represents the energy contribution due to non-local interaction in the interfacial region. The pertinent parameters in the expression of free energy include specific heat (c), mixing free energy density (Λ), interfacial thickness (ϵ) and positive exponents (p, q) which are adjusted to corroborate the experimentally observed behaviour. The heaviside function $\mathcal{H}(r)$ vanishes for $r \leq 0$ thereby mimicking the absence of interfacial region of completely miscible fluids.

Due to the presence of an interface in a two-layer system and the propensity of onset of convection in individual layers, the convective flow could manifest in numerous ways [2]. A spectral [3] collocation-based linear phase field model is deployed to study the onset characteristics of such convection. For Rayleigh-Bénard convection, where the thermo-capillarity is negligible, the system exhibits a reduction in window of oscillatory convection as the upper critical solution temperature is approached. Subsequently, Rayleigh-Bénard-Marangoni convection is investigated, and results reveal the non-monotonous effects of thermo-capillarity as it supports oscillatory convection in some limit of inverse Bond number while suppresses it in other. The inverse Bond number ($\gamma = Ma/Ra$) characterizes the relative strength of thermo-capillary forces with respect to gravitational forces.



(a)



(b)

Figure 1: (a) Marginal stability (neutral) curves for different values of 'r' for Rayleigh Benard convection. (b) Marginal stability curves for different values of 'r' for Rayleigh Benard Marangoni convection with $\gamma = 0.01$

References

- [1] Bestehorn, M., Sharma, D., Borgia, R., and Amiroudine, S., 2021, "Faraday instability of binary miscible/immiscible fluids with phase field approach," *Phys. Rev. Fluids*, **6**, p. 064002.
- [2] Renardy, Y. and Joseph, D., 1985, "Oscillatory instability in a Benard problem of two fluids," *Phys. Fluids*, **28**(3), pp. 788–793.
- [3] Diwakar, S. V., Tiwari, S., Das, S. K., and Sundararajan, T., 2014, "Stability and resonant wave interactions of confined two-layer Rayleigh Benard systems," *J. Fluid Mech.*, **754**, pp. 415–455.

- 2.5 Structures convectives conduisant à la séparation des espèces d'un fluide binaire mis en mouvement par les parois horizontales d'une cavité parallélépipédique
K. Sioud, A. Bergeon, P. Costesèque, M.-C. Charrier-Mojtabi, **A. Mojtabi**

Structures convectives conduisant à la séparation des espèces d'un fluide binaire mis en mouvement par les parois horizontales d'une cavité parallélépipédique.

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,

Nos travaux sont menés dans le cadre des échanges internationaux qui ont lieu tous les deux ans lors des IMT (international Meeting on thermal diffusion). Le dernier, IMT15, a eu lieu à Tarragona en Espagne du 29 Mai au 1^{er} Juin 2023. Ils font suite à la collaboration initiée dans le cadre du Projet DCMIX qui a été soutenu par l'Agence spatiale européenne (ESA). La thèse soutenue par M. SIOUD Khairi en Novembre 2022 a bénéficiée de cette collaboration puisque trois professeurs membres du programme DCMIX, ont participé à ce jury de thèse : Pr. Bou Ali de l'université de Mondragon, en tant que rapporteur, Pr. Shevtsova de l'université de Bruxelles et Pr. Croccolo de l'université de Pau en tant qu'examineurs. A la suite de ce jury nous avons convenu avec les professeurs Bou Ali et Shevtsova d'effectuer en commun des expériences en milieux poreux saturés par une solution binaire et ternaire (TGC) en vue de la détermination expérimentale des coefficients de thermodiffusion de ces solutions. Ce travail commun a donné lieu à une communication aux IMT15 [1]. Une réunion de travail est prévue avant la fin de l'année 2023 à Mondragon pour analyser les derniers résultats expérimentaux obtenus. Nous avons montré dernièrement qu'il était possible de réaliser la séparation des espèces de mélanges binaires, à coefficient de thermo diffusion positif, de façon continue dans des colonnes verticales ouvertes. Ce travail a été soumis dernièrement pour publication. Cette procédure a été aussi utilisée dans des colonnes verticales poreuses et a donné lieu à une communication aux IMT15 [2]. Dans une troisième communication [3] présentée aux IMT15 on a cherché à accroître la séparation des espèces de mélanges binaires à coefficient de thermodiffusion positif et/ou négatif. D'autre part, on a montré que l'on peut mesurer, en laboratoire terrestre, les coefficients de thermodiffusion non seulement pour de mélanges binaires à coefficient positif mais aussi négatif. C'est ce travail que nous avons enrichi et développé qui fera l'objet de notre présentation.

Travaux en cours :

La séparation des espèces d'un mélange induit par la seule thermodiffusion pure est très faible. En présence de forces extérieures, il est possible d'améliorer notablement cette séparation des espèces. Jusqu'à présent, la séparation des espèces obtenue dans les colonnes thermo-gravitationnelles verticales, restait limitée. En effet, la vitesse de l'écoulement convectif, induite 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 . Il en résulte alors une augmentation de la vitesse de convection du fluide entraînant une diminution de la séparation des espèces. En l'absence de convection naturelle, en microgravité, [4, 5] on peut obtenir la mise en mouvement du mélange par un déplacement de translation uniforme des parois isothermes en vis à vis maintenues respectivement à T_c et T_f , avec $\Delta T = T_c - T_f$. Suite à ces deux études, nous avons repris cette procédure, dans le champ de pesanteur, en faisant de telle sorte qu'il n'y ait pas de déclenchement de la convection naturelle. Les parois horizontales $z = 0$ et $z = e$ sont animées respectivement de vitesse fUp et Up et on montre que l'optimum de séparation est obtenu pour $f = -1$. Dans le champ de pesanteur, la cellule horizontale peut-être chauffée par le haut ou par le bas et le mélange binaire peut-être à coefficient de thermodiffusion $D_T > 0$ ou < 0 , soit 4 configurations possibles. Pour $D_T > 0$, le chauffage par le bas conduit à une plus grande fraction massique du constituant le plus dense au niveau de la plaque froide supérieure, la convection

naturelle dans ce cas prendrait alors naissance pour des nombres de Ra inférieurs au nombre de Rayleigh critique $Ra_c = 1708$ qui correspond au problème de Rayleigh-Bénard pour un fluide monoconstituant. Cette configuration ne présente aucun intérêt pour la séparation des espèces puisqu'une différence de température inférieure à un degré et/ou une faible épaisseur e conduiraient, pour un fluide monoconstituant à un nombre de Rayleigh $Ra > Ra_c = 1708$. Par contre, pour une cavité chauffée par le haut, le constituant le plus dense migre vers la paroi froide du bas, ce qui conduit à une configuration infiniment stable ($\forall \Delta T$). Les études analytique et numérique ont montré que pour une épaisseur donnée de la cavité, la séparation des espèces augmente quand $\Delta T = (T_c - T_f)$ augmente. De plus l'écoulement convectif dans ce cas est constitué de deux cellules co-rotatives et coopérantes suivant l'axe horizontal de la cavité, conduisant à un temps de séparation plus court que celui obtenu, jusque-là, dans les autres colonnes de séparation. Pour $D_T < 0$, l'étude analytique a montré que les configurations chauffage par le haut ou par le bas conduisent à une très faible séparation des espèces d'égale valeur. L'écoulement pour ces deux configurations est formé de 3 cellules convective contra-rotatives. L'étude numérique a montré que pour une épaisseur de la cavité $e = 2 \text{ mm}$ la structure de l'écoulement convectif dans le cas du chauffage par le haut est analogue à celle obtenue analytiquement. Par contre quand la cavité est chauffée par le bas, l'écoulement est multicellulaire avec des cellules de Rayleigh-Bénard, contrairement à la solution numérique qui suppose un écoulement de type parallèle. Par contre il est possible de recourir à la configuration de cavité chauffée par le haut, pour la mesure du coefficient de thermodiffusion $D_T < 0$. La solution analytique obtenue permet la mesure indirecte de D_T à partir de la mesure du gradient de fraction massique m .

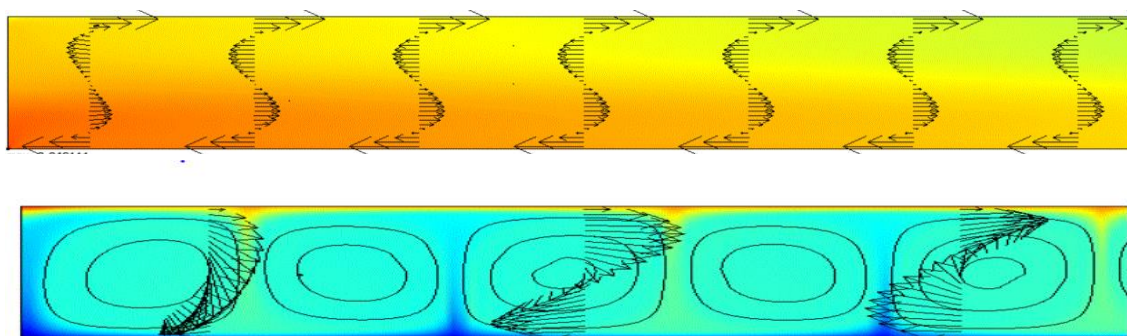


Figure 1 : Champ de vitesse pour $DT > 0$ chauffage par le haut $e = 2 \text{ mm}$, $L=50 \text{ mm}$ $\Delta T = 10^\circ\text{C}$

Figure 2 : ligne pour $DT < 0$ chauffage par le bas $e = 2 \text{ mm}$, $L=50 \text{ mm}$ $\Delta T = 10^\circ\text{C}$

Publications

- 1- Pérez de Luco I.C., Fernández de Arroiabe P., Shevtsova V., Bou-Ali M.M., Mojtabi A., Costeseque P. Measurement of the Soret coefficient of binary mixtures in porous media, IMT15 2023, Tarragona.
- 2- Mojtabi A., Sioud K., Charrier Mojtabi M-C. Mixed convection in porous thermogravitational column, IMT15 2023, Tarragona.
- 3- Mojtabi A., Charrier-Mojtabi M.C., Costeseque P., Mojtabi M., Forced convection in two sided lid-driven horizontal cavity filled with a binary fluid: Optimal, IMT15 2023, Tarragona.
- 4- Mojtabi A, A new process for the determination of the Soret coefficient of a binary mixture under microgravity, Int. J. T. S., Vol. 146, 106204, (2020).
- 5-Mojtabi M, Charrier-Mojtabi M-C and Mojtabi A, On species separation in n-component mixture under microgravity, doi.org/10.5802/crmeca.172, (2023)
- 6-Sioud K, Kaddeche S, Abdennadher A, Charrier-Mojtabi M-C and Mojtabi A, Soret driven convection inside concentric porous spheres saturated by binary fluid: Comparison with parallelepipedic vertical column, Transport In Porous Media, V: 45, I: 3, p.635-651 (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 Battaller¹,
Fabrizio Croccolo¹*

¹Université 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 équipé 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 pour un totale de 5 vols jusqu'au 2030**, 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 non-équilibre ; 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 avec la Chaire Industrielle CO2ES portée par F. Croccolo, qui a débuté fin 2018 sur le thème du stockage du CO₂ dans les aquifères salins profonds. La durée de la Chaire a été récemment rallongée jusqu'à mars 2025.

Résultats

L'année 2023 a été marquée par l'exécution d'une **campagne de validation scientifique** auprès de la société RedWire in Anverse (BE) et l'analyse des données relatives pour établir un rapport (disponible sur demande) de validation scientifique et permettre la clôture de la phase C.

Suite à cette phase, l'ESA nous a demandé de **mettre à jour l'ESR** (Experiment Scientific Requirements document) pour congeler nos besoins pour le vol et lancer la préparation du Flight Model (FM). Cette mise à jour et actuellement en phase de finalisation et a demandé plusieurs réunions et beaucoup de travail de coordination entre les partenaires, inclus un nombre de déplacements de F. Croccolo à Milano (IT) pour discuter avec l'autre coordinateur du projet A. Vailati. La partie qui a été modifiée de façon plus significative est celle liée à la définition précise des **opérations de vol**, surtout par rapport à la durée des expériences et à la taille des données à enregistrer et à télécharger durant la mission.

Nous avons également congelé les échantillons de vol pour les trois premiers vols et redéfini la procédure de calibration de la fonction de transfert du Shadowgraph.

Perspectives

Les perspectives pour l'année prochaine sont liées à la finalisation du setup de vol par les industriels de RedWire et Lambda-X. Une campagne de mesure surtout liée à la consolidation des procédures de vol sera effectuée chez le centre ESA-EUSOC à proximité de Madrid (ES). Ces mesures seront une fois de plus utiles pour finaliser la stratégie d'analyse des données de la shadowgraphie à deux longueurs d'onde. Les mesures seront effectuées sur les quatre échantillons du premier vol GF-1. Bien évidemment, des mesures seront aussi effectuées au laboratoire, pour validation et comparaison avec notre appareil de référence qui utilise une configuration de qualité supérieure par rapport à l'appareil de vol, qui a des priorités de design bien différentes, surtout en termes du poids et compacité.

Publications

- S. Castellini, *et al.*, J. Chem. Phys. **158**, 244201 (2023)
- P. Fruton, *et al.*, Phys. Rev. Fluids **8**, 023503 (2023)
- A. Vailati, *et al.*, npj Microgravity **9**, 1 (2023)
- 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. Norouzsadeh, *et al.*, Eur. Phys. J. E **44**, 146 (2021)

Remerciements : 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 : Résultats de l'expérience DCMIX4
H. Bataller, F. Croccolo

Coefficients Soret et de Diffusion des mélanges ternaires : Résultats de l'expérience DCMIX4

Henri Bataller¹, Fabrizio Croccolo¹

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

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 *in-situ* 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 sous-entend 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.

Dans ce contexte, le projet Diffusion Coefficient Measurements in ternary MIXtures (DCMIX) de l'ESA, rejoint par Roscosmos, fut initié en 2009. 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 dernière campagne, DCMIX4, s'est déroulée du 13 décembre 2018 au 4 mars 2019. 3 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 en principe 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.

Résultats

Afin d'obtenir les champs de température et des concentrations dans les cellules, c'est l'instrument Selectable Optical Diagnostics Instrument (SODI) qui a été utilisé. Il est composé d'un interféromètre de Mach-Zehnder bi-chromatique (670 nm et 935 nm) pour analyser les mélanges ternaires, et d'un interféromètre de Mach-Zehnder mono-chromatique (670 nm) pour analyser le mélange binaire. C'est une technique interférométrique de "temporal phase-shifting" à 5 points qui est mise en œuvre dans SODI.

4 expériences sur les deux mélanges aux températures moyennes de 20, 25, 30 et 35°C, et pour une même différence de température appliquée, ont été réalisées (en chauffant par le "haut" des cellules). L'expérience à 25°C a pu être répétée. L'ajustement en fonction du temps du profil vertical de l'indice

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

de réfraction normalisé nous a permis d'obtenir les valeurs propres de la matrice de diffusion ainsi que les séparations optiques (différence d'indice de réfraction entre le haut et le bas de la cellule) dans le cas du mélange ternaire.

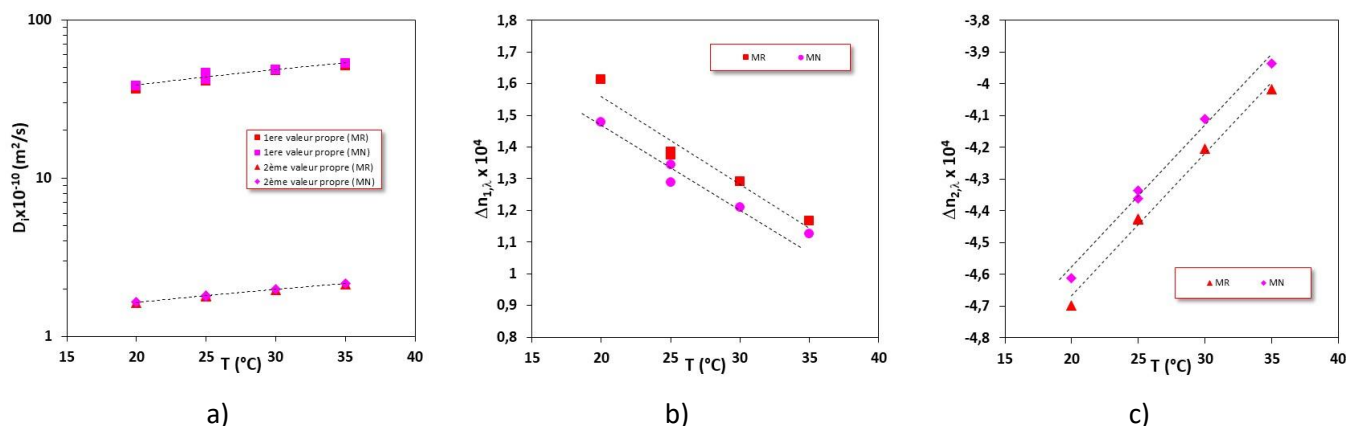


Figure 1 : a) Valeurs propres de la matrice de diffusion, b) 1^{ère} et c) 2^{ème} séparations optiques du mélange polystyrène/toluène/cyclohexane de l'expérience DCMIX4.

Les valeurs propres de la matrice de diffusion ne dépendent pas de la longueur d'onde utilisée. Le 1^{er} mode est à associer à la dynamique du solvant binaire composé de toluène et de cyclohexane. Le 2^{ème} mode est à associé à la dynamique du polymère dans le solvant. Compte tenu de la dispersible du mélange, une légère dépendance des séparations optiques par rapport à longueur d'onde est appréciable. La séparation optique du 1^{er} mode est positive, ce qui veut dire que le toluène a tendance à se concentrer en haut de la cellule (Soret négatif), conduisant à une configuration instable en conditions terrestres.

Perspectives

Entre 2021 et 2022 les facteurs de contrastes optiques des deux mélanges à base de polymère et aux concentrations de l'expérience de DCMIX4 ont été mesurés. Nous sommes en mesure de remonter aux valeurs des coefficients Soret des mélanges. Au laboratoire par shadowgraphie à une longueur d'onde les deux mélanges ont été étudiés. 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 envisageons de faire une étude comparative entre les mesures faites en microgravité et toutes les mesures au sol.

Publications

- Vailati et al., Diffusion in liquid mixtures, *npj Microgravity* 9 (2023) 1
- L. García-Fernández et al., Stabilized convection in a ternary mixture with two Soret coefficients of opposite sign, *Eur. Phys. J. E* 45 (2022) 52
- A.T. Ndjaka et al., Mass diffusion and Soret coefficient measurements of the binary mixture of triethylene glycol/water mixture by dynamic shadowgraphy, *Eur. Phys. J. E* 45 (2022) 20
- M. Schraml et al., The Soret coefficients of the ternary system water/ethanol/triethylene glycol and its corresponding binary mixtures, *Eur. Phys. J. E* 44 (2021) 128
- A. Mialdun et al., Data quality assessment of Diffusion Coefficient Measurements in ternary mixtures 4 (DCMIX4) experiment, *Acta Astronautica*, 176 (2020) 204-215
- M. Braibanti et al., European Space Agency experiments on thermodiffusion of fluid mixtures in space, *Eur. Phys. J. E* 42 (2019) 86
- F. Croccolo et al., Propagating modes in a binary liquid mixture under thermal stress, *Phys. Rev. E* 99 (2019) 012602
- L. García-Fernández et al., Coupled non-equilibrium fluctuations in a polymeric ternary mixture *Eur. Phys. J. E* 42 (2019) 124
- A. Mialdun et al., Preliminary analysis of Diffusion Coefficient Measurements in ternary mixtures 4 (DCMIX4) experiment on board the International Space Station, *Eur. Phys. J. E* 42 (2019) 87

- 2.8 Ohmic heating during electrodeposition : The role of coupled kinetic-transport phenomena that lead to morphological and microstructural changes
P. Eribol, S. Gopalakrishnan, D. S. Venkatesan, A. Talbi, R. Narayanan, K. Ziegler, **F. Zoueshtiagh**

Ohmic heating during electrodeposition: The role of coupled kinetic-transport phenomena that lead to morphological and microstructural changes

Pinar Eribol¹, Sarathy K. Gopalakrishnan^{2,3}, D. S. Venkatesan⁴, Abdelkrim Talbi¹, Ranga Narayanan², Kirk Ziegler², 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 University of Florida, Department of Materials Science and Engineering, 32611, Gainesville, FL, USA

⁴ Engineering Mechanics Unit, JNCASR, Jakkur, Bangalore, 560064, India

The effect of gravity-induced convection on electrodeposition and pattern formation is a phenomenon of significant interest in scientific research. When conducting electrodeposition on Earth, the force of gravity creates a concentration gradient near the electrode surface, leading to convection currents. These convection currents can dramatically influence the electrodeposition process and pattern formation. In particular, gravity-induced convection often gives rise to distinctive dendritic patterns¹, where branched structures form on the electrode surface. These dendritic patterns are a result of the convective flow of ions and the differential growth of crystals at various points on the electrode.

In a microgravity environment, where convection is largely absent, heat generation in electrodeposition takes on unique characteristics. Without the buoyant forces that typically drive convection currents on Earth, heat dissipation becomes more challenging. During electrodeposition, the ohmic heating at the electrode can lead to localized temperature increases. In a microgravity setting, these temperature gradients are less likely to be mitigated by natural convection currents, potentially causing localized overheating. This absence of convection can affect the distribution of ions and reactants at the electrode surface, leading to variations in deposition rates and potentially altering the resulting patterns. Managing heat generation becomes a crucial consideration in such environments, necessitating innovative cooling techniques or controlled thermal management strategies to maintain the desired deposition conditions and patterns. Therefore, it is necessary to understand the heat generation during the electrodeposition.

This study employs infrared thermometry and microscopy to investigate the dynamic changes in temperature profiles throughout the microscale electrodeposition process of copper from copper sulfate. In our research, we investigate the impact of initial electrolyte concentration on the temporal evolution of temperature profiles within the electrochemical cell during electrodeposition.

Results

The electrochemical cell is filled with a copper sulfate electrolyte solution and positioned according to the illustration in Figure 1a. Here, we investigate the relation between the structural characteristics of dendritic deposits (Figure 1b) and the temperature of the electrolyte with respect to its concentration. In Figure 2a, the temporal evolution of copper morphology and the corresponding thermal map within the electrochemical channel for a 5 mM electrolyte concentration is shown. A small but uniform increase in temperature is observed throughout the cell during the initial stages. Once dendritic formations are observed, localized heating can be seen at $t = 165$ s. For a 50 mM electrolyte concentration (Figure 2b), the temperature increases slowly and uniformly until dendrites start to form. At that point, significant localized heating becomes evident, causing a local temperature rise. A different thermal profile is observed for high concentration cases (Figure 2c). Unlike the low concentration cases (5 and 50 mM), both the anode and cathode-electrolyte interfaces heat up and reach a higher temperature than the bulk electrolyte at the beginning of the experiment. As the experiment progresses, the cell uniformly heats up and subsequently experiences a rapid cooling phase. Another phenomenon that was noted pertains to the termination of growth in the most rapidly

¹ Huth, J. M., Swinney, H. L., McCormick, W. D., Kuhn, A., & Argoul, F. (1995). Role of convection in thin-layer electrodeposition. *Physical Review E*, 51(4), 3444.

expanding branch. As illustrated in Figure 2d, a dendrite is undergoing growth emanating from the cathode. It becomes evident that there is localized heating surrounding the dendrite after a duration of $t = 48$ seconds. As the process of electrodeposition advances, the expansion of this particular structural element experiences a notable deceleration. Concurrently, it is noteworthy that the region situated to the right of the dendrite exhibits a substantially accelerated growth rate.

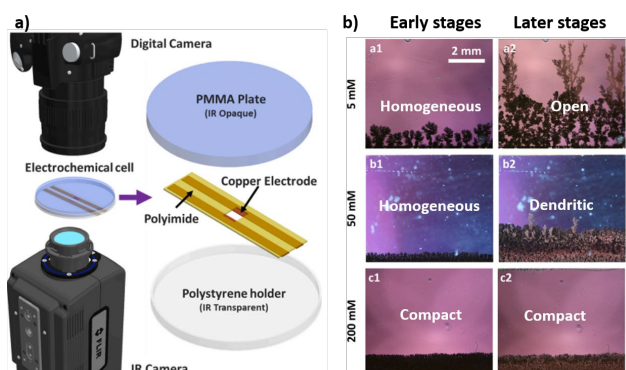


Figure 1: a) Schematic of the experimental setup and b) the dendrite morphology at different initial electrolyte concentrations.

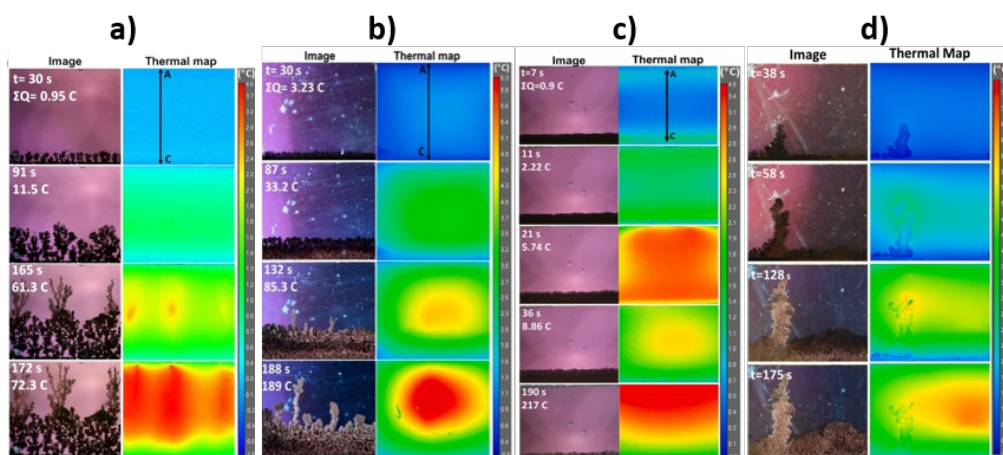


Figure 2 : The evolution of electrodeposited morphology and the corresponding thermal map at an electrolyte concentration of a) 5 mM, b) 50 mM and c) 200 mM; and d) the localized heating at the fastest growing dendrite.

Perspectives

In this study, it is shown the effect of the heat generation during the electrodeposition process in the presence of the gravity. Various morphologies were observed during electrodeposition from CuSO_4 at different concentrations using non-invasive in situ microscopy and thermometry. Depending on the initial electrolyte concentration, compact or dendritic growth morphologies were obtained. The specific morphology attained influences the dynamic behavior of the system. At high electrolyte concentrations, fast temperature rises occur but convection quickly dissipates the heat. The localized dendrites act as a source of heat in the system and we prove that physicochemical, temperature, and current changes show that many dynamic phenomena are correlated in the system. Next, the effect of convection on the system will be shown with respect to the orientation of the gravity.

Publications

Eribol, P., Gopalakrishnan, S. K., Diwakar, S. V., Talbi, A., Narayanan, R., Zoueshtiagh, F., & Ziegler, K. J. (2023). Electrolyte ohmic heating during electrodeposition: The role of coupled kinetic-transport phenomena that lead to morphological and microstructural changes. *Electrochimica Acta*, 462, 142616.

2.9 Transferts thermiques et streaming acoustique

G. Michel, T. Vernier, C. Gissinger, R. Mushthaq, G. Chini

Transferts thermiques et streaming acoustique

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

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

² Laboratoire de Physique de l'Ecole Normale Supérieure, Paris, France

³ Department of Mechanical Engineering, University of New Hampshire, Durham, NH 03824, USA

Les « écoulements de streaming » sont des écoulements moyens créés par des ondes via des effets non linéaires. Ils sont connus pour affecter les propriétés de mélange, les vagues à la surface de l'océan ayant par exemple un rôle actif dans le transport de polluants. Nous nous intéressons ici aux écoulements de streaming associés à des ondes acoustiques. Théorisés par Rayleigh à la fin du 19^e siècle, ils sont couramment utilisés en microfluidique pour mettre en contact des réactifs ou augmenter l'efficacité de catalyseurs solides. Le modèle proposé par Rayleigh a cependant été mis en défaut par de récentes expériences et échoue à prédire les écoulements de streaming rencontrés dans les milieux où la température est inhomogène : dans des lampes à décharges où la température du gaz diffère de plusieurs milliers de degrés entre le milieu de l'arc et les parois¹, mais aussi dans des canaux microfluidiques comportant des mélanges de densités différentes². Ce nouveau régime de streaming est associé à des écoulements bien plus rapides que ceux prédits par Rayleigh, ce qui permet d'envisager de nouvelles applications. L'objectif de cette étude consiste à appliquer cet effet pour améliorer des transferts thermiques grâce à des ondes acoustiques.

Résultats expérimentaux

Dans une première expérience schématisée Fig. 1 gauche, nous avons mis en évidence et quantifié cette augmentation de transfert thermique induite par du son³. Plus précisément, une cavité remplie d'air est chauffée avec une 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 $f \simeq 1.8$ kHz correspondant à la première résonance acoustique de cette cavité : avec du son, nous sommes donc en mesure de refroidir un objet chauffé en accélérant ses échanges thermiques avec l'extérieur. D'autres résultats non reportés ici sont détaillés dans la publication associée³. Ces résultats encourageants nous ont poussés à développer une version plus complète de cette expérience, toujours en conception avec l'équipe technique de l'IJLRDA.

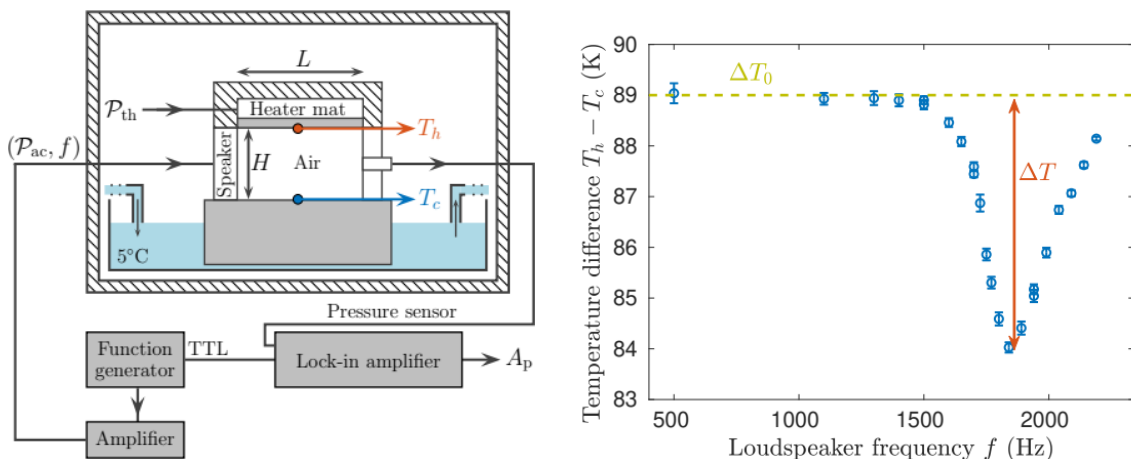


Fig. 1 : (gauche) dispositif expérimental pour l'étude de l'effet d'une onde acoustique sur un transfert thermique. (droite) différence de température mesurée en fonction de la fréquence du haut-parleur.

Plus précisément, cette expérience mesurera directement les transferts thermiques (en plus des températures), utilisera une paroi vibrante mise en mouvement par un pot vibrant déporté (au lieu de haut parleur associés à un échauffement local) et pourra préciser le rôle de la gravité en ouvrant la possibilité de déporter ce dispositif en milieu zéro-g.

Études théorique et numérique complémentaires

Certains aspects du refroidissement par streaming acoustique ne pourront cependant pas être étudiés sur le nouveau dispositif expérimental, où il sera par exemple délicat de varier continûment le rapport d'aspect de la cellule ou encore les propriétés physiques du fluide au repos (densité, masse volumique, compressibilité). Des simulations numériques sont alors menées pour préciser leur rôle. La difficulté consiste à capturer correctement les différentes échelles de temps du problème, allant de la période acoustique (moins d'une milliseconde) au temps de diffusion thermique (plusieurs dizaines de secondes), avec un temps de calcul raisonnable, donc sans résoudre directement les équations de Navier-Stokes compressibles avec comme pas de temps une fraction de période acoustique.

Nous avons développé un algorithme séparant formellement les différentes échelles de temps du problème et permettant de résoudre les équations de Navier-Stokes avec un pas de temps bien plus élevé, l'onde acoustique étant évaluée à chaque pas de temps via un calcul de modes propres⁴. Les dernières simulations numériques sont en train d'être menées, mais nous pouvons déjà détailler quelques conclusions préliminaires obtenues dans une géométrie similaire à celle du dispositif expérimental (une couche d'air séparée par une paroi chaude en haut et une paroi froide en bas), schématisée sur la figure 2. D'une part, on vérifie que la présence d'ondes acoustiques augmente significativement les transferts thermiques et il est possible de détailler la relation entre transfert thermique additionnel P et amplitude de l'onde acoustique A : à faible amplitude $P \propto A^4$ avec une loi qu'il est possible de calculer, et un écart est observé amplitude plus forte, jusqu'à une transition vers la turbulence. D'autre part, nous constatons que la géométrie a un rôle fort dans ce dispositif : il existe une hauteur de cavité optimale (dépendant des autres paramètres du problème) pour laquelle refroidir avec des ondes acoustiques est particulièrement efficace, et s'écarter même légèrement de cette hauteur fait sensiblement chuter l'efficacité du dispositif.

2.10 Turbulence diphasique dans un écoulement tourbillonnaire de von Karman
V. Mouet, F. Pétrélis, **S. Fauve**

Turbulence diphasique dans un écoulement tourbillonnaire de von Karman

Valentin Mouet, François Pétrélis, Stéphan Fauve

¹Laboratoire de Physique de l'Ecole Normale Supérieure, CNRS, PSL Research University, Sorbonne Université, Université de Paris-Cité, F-75005 Paris, France

La turbulence diphasique se produit dans plusieurs configurations d'intérêt industriel ou géophysique. L'industrie pétrolière a étudié des écoulements turbulents de mélanges eau-huile ou eau-huile-gaz dans des tuyaux avec pour motivation l'élaboration de méthodes de mesure fiables du débit d'huile dans ces configurations. Les processus de combustion impliquent des écoulements turbulents de fluides en phases liquide et vapeur. La physique des nuages nécessite également la compréhension de l'effet de la turbulence sur les processus de nucléation de gouttelettes liquides en phase vapeur. Sur le plan fondamental, peu de résultats quantitatifs existent à ce jour. On ne sait pas par exemple comment la coexistence de deux phases affecte les processus de cascade d'énergie qui caractérisent la turbulence d'un fluide homogène.

Nous avons débuté l'étude d'écoulements turbulents d'un mélange eau-air en géométrie de von Karman. Le mélange eau-air est contenu dans un cylindre (voir figure 1). L'écoulement est engendré par la rotation de deux disques munis de pales. Le fluide est éjecté radialement au voisinage des disques, recircule en étant radialement convergent vers le centre du cylindre, puis est aspiré vers chaque disque le long de l'axe. A cet écoulement poloidal moyen, se superpose un écoulement toroïdal, le fluide au voisinage de chaque disque étant en rotation globale dans le sens imposé par le mouvement de chaque disque. Dans le cas de disques en contra-rotation, il en résulte un fort cisaillement au voisinage du plan médian qui engendre un taux de turbulence élevé dans l'écoulement.

Le fluide est un mélange eau-air avec une fraction volumique d'air α . A faible vitesse de rotation des disques, le mélange est fortement stratifié sous l'effet de la gravité, ce qui rend nécessaire des expériences en micro-gravité. Cependant, au-delà d'une dizaine de Hz, le fort mélange turbulent rend le milieu homogène. Les mesures de tailles de bulles ainsi que leur vitesse sont effectuées à l'aide d'un PDPA (phase Doppler particle analyzer). Par ailleurs, des mesures de fluctuations de pression en paroi et des mesures de couples appliqués sur les disques, sont effectuées.

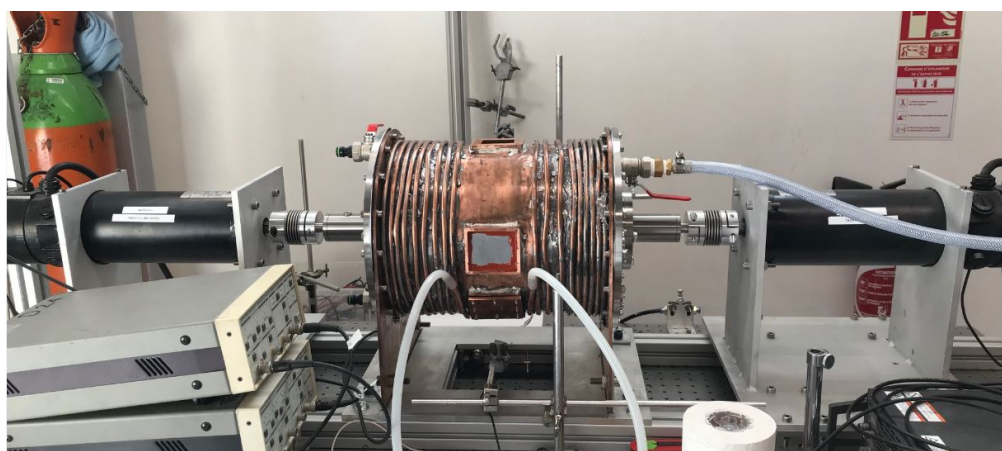


Figure 1 : Dispositif expérimental

Résultats

La distribution de tailles des bulles tend à évoluer vers des bulles plus petites en augmentant la vitesse de rotation des disques en bon accord avec les résultats connus sur l'effet de la turbulence sur la taille des bulles.

La figure 2 représente le couple adimensionné $C_T = \Gamma / \langle \rho \rangle R^5 \Omega^2$ où $\langle \rho \rangle$ est la densité moyenne du mélange, R le rayon des disques et Ω leur vitesse angulaire. Pour Ω suffisamment élevé, C_T ne dépend pas de Ω et le palier a une valeur d'autant plus faible que la fraction volumique de bulles est élevée. Noter que l'effet de densité a été pris en compte en divisant par $\langle \rho \rangle$. Les bulles induisent donc une réduction de traînée. On note les points importants suivant :

- L'effet de réduction de traînée disparaît lorsque l'on ajoute du surfactant. Celui-ci engendre une distribution de bulles beaucoup plus petites qui ne montrent pas de dynamique de fragmentation-coalescence comme les grosses bulles,
- L'effet de réduction de traînée disparaît lorsque l'on remplace les bulles d'air par des billes de polystyrène.

Nous pouvons en conclure que la dynamique des bulles joue un rôle important dans le phénomène de réduction de traînée.

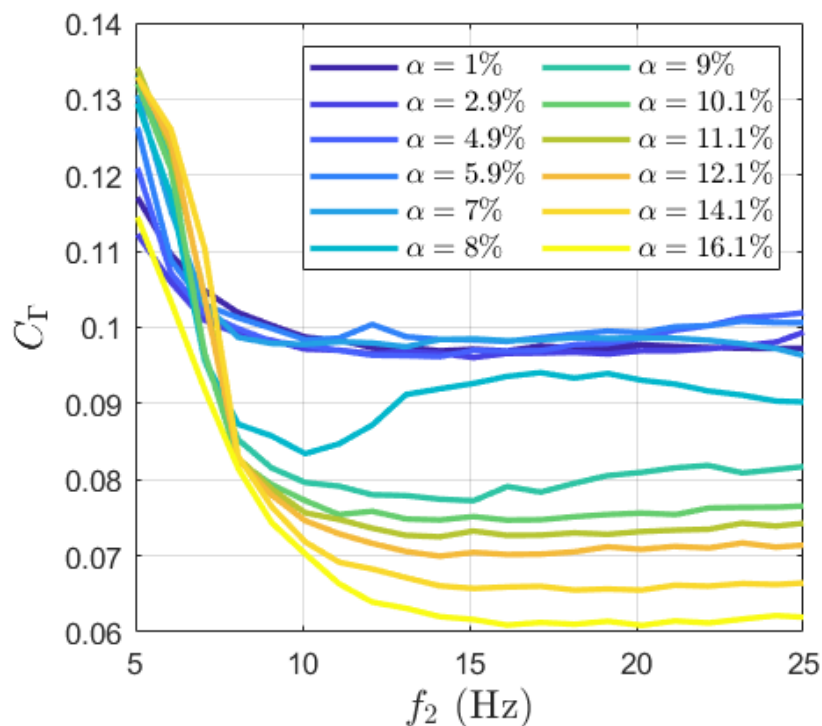


Figure 2 : Couple adimensionné en fonction de la fréquence

Perspectives

Les mesures de vitesse moyenne orthoradiale effectuées en suivant le mouvement des bulles, montrent que la réduction de traînée s'accompagne d'une diminution de vitesse moyenne, ce qui tend à montrer que l'entraînement par les disques est moins efficace. Cependant, cet effet ne résulte pas simplement d'un glissement d'une phase sur l'autre car il n'existe pas pour des petites bulles ni pour des billes de polystyrène. L'objectif est de comprendre quel est le mécanisme de réduction de traînée dû à la dynamique des grosses bulles en effectuant des mesures combinées de vitesse, pression et couple.

- 2.11 Characterization of the liquid and gas flow in a canonical two-fluid atomizer
E. Wolkiewicz, S.K. Sahoo, O. Tolfts, **N. Machicoane**

Characterization of the liquid and gas flow in a canonical two-fluid atomizer

Elias Wolkiewicz¹, Santanu Kumar Sahoo¹, Oliver Tolfts¹, Nathanaël Machicoane¹

¹ Laboratoire des Écoulements Géophysiques et Industriels, Université Grenoble Alpes, CNRS

Two-fluid coaxial atomization is commonly found in many terrestrial and spatial applications. The spray formation mechanisms have been studied in many configurations at LEGI, which recently led to the development of a canonical two-fluid coaxial atomizer. Its design is open-source¹ and is used in several other laboratories (e.g. Alberto Aliseda's lab at University of Washington) and as geometry in numerical simulation (e.g., Olivier Desjardins' lab at Cornell University). The characterization of the spray formation processes at LEGI, over a wide range of liquid and gas Reynolds numbers, was initiated in the PhD thesis of Oliver Tolfts (with a focus on the liquid core, which is the portion of the liquid jet that is hydraulically connected to the nozzle) and is now pursued by the post-doctoral researcher Santanu Sahoo. In addition, Elias Wolkiewicz participated in the data collection and analysis that is reported here, during his master internship.

Gas-assisted atomization is a highly complex multiscale and multiphysics problem where a liquid jet is broken up by a gas jet into a cloud of fine droplets (spray). The spray formation physics is not well established as atomization happens through a cascade of coupled mechanisms, where small changes in one or a few processes will repercuss on every mechanism downstream. This explains why boundaries between atomization regimes can be sharp, leading to difficulties in controlling and reliably predicting spray formation for the applications. No significant effect of gravity (magnitude and orientation), compared to vertical earthbound studies, is expected on the spray itself, as it is composed of small liquid droplets that travel at high velocities (typically 10-100 μm and 20 – 200 m/s respectively). However, large-scale mechanisms close to the exit of the atomizer are slower and involve motions of larger liquid amounts. For instance, the interaction of the gas and liquid streams flowing at different velocities leads to a meandering motion called flapping². Flapping is known to strongly affect the droplet populations in the spray and is expected to be modified by changes in the gravity magnitude and/or direction with respect to the spray axis.

Resultats

The first step consists of a thorough characterization of the turbulent two-phase flow formed by two-fluid coaxial atomization using the canonical setup. The implementation, of the experiment, its control, and the acquisition techniques are described in detail in the manuscript of O. Tolfts³. In addition, the statistics and temporal dynamics of the length of the liquid core, with their scaling with relevant non-dimensional numbers have been thoroughly analyzed, confirming results from the literature and extending them broadly⁴. Beyond the link made to qualitative atomization regimes and these quantitative results, an attempt at quantitatively characterizing spray formation processes for high-speed sprays (Weber number at the scale of the liquid jet beyond 1000) was made and showed promising results (a manuscript is being prepared to be submitted to Physical Review Letters).

Additional characterization of the flow was conducted during the internship of E. Wolkiewicz, and the choice was to target each phase individually (gas, then liquid, each studied in the absence of the other), to be able to use dedicated methods. For the gas phase, hotwire anemometry was employed, to study the potential cone and the transition to self-similarity of the velocity profile of an annular turbulent gas jet. While well-known and reported for round jets, for instance, few results are available in the literature for annular cases. In the current setup, the potential cone (the region where the gas jet

¹ http://www.legi.grenoble-inp.fr/people/Nathanael.Machicoane/research_data.html

² A. Delon, A. Cartellier, and J. P. Matas, Phys. Rev. Fluids, 3(4), 043901 (2018).

³ Tolfts, O., [PhD thesis of Univ. Grenoble Alpes](#) (2023).

⁴ O. Tolfts, G. Deplus, N. Machicoane, [Physical Review Fluids](#) 8, 044304, 2023.

behaves approximately with a plug flow, and entrainment has not slowed down the centerline velocity) extends to 3 gas diameters downstream of the nozzle exit, just before self-similarity occurs (Fig. 1).

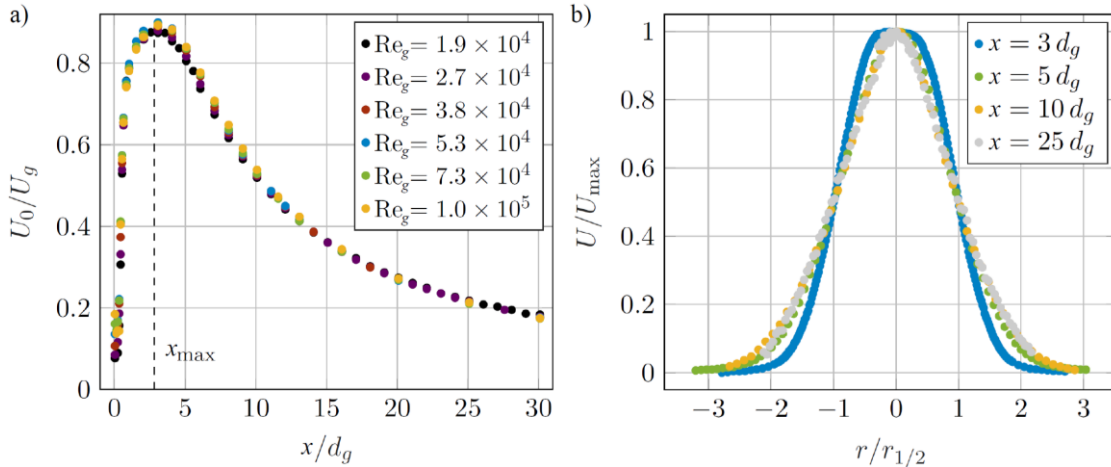


Figure 1: a) Centerline longitudinal gas velocity, normalized by the exit gas velocity, as a function of the longitudinal distance, normalized by the gas nozzle diameter. B) Radial profiles of the longitudinal gas velocity, showing self-similarity (for $x \geq 5d_g$) when normalizing by the centerline velocity and the half-width distance.

The liquid jet was studied in detail, from Rayleigh break-up to atomization in the absence of gas, and particular attention was given to the diameter of the jet at the nozzle exit since this is thought to be affected by gravity (so these results can be compared against in future studies). The lip of the nozzle can be pre-wetted or dry, which, in a range of Reynolds numbers, results in very different liquid diameters, on average, but with very similar fluctuations around that (Fig. 2)

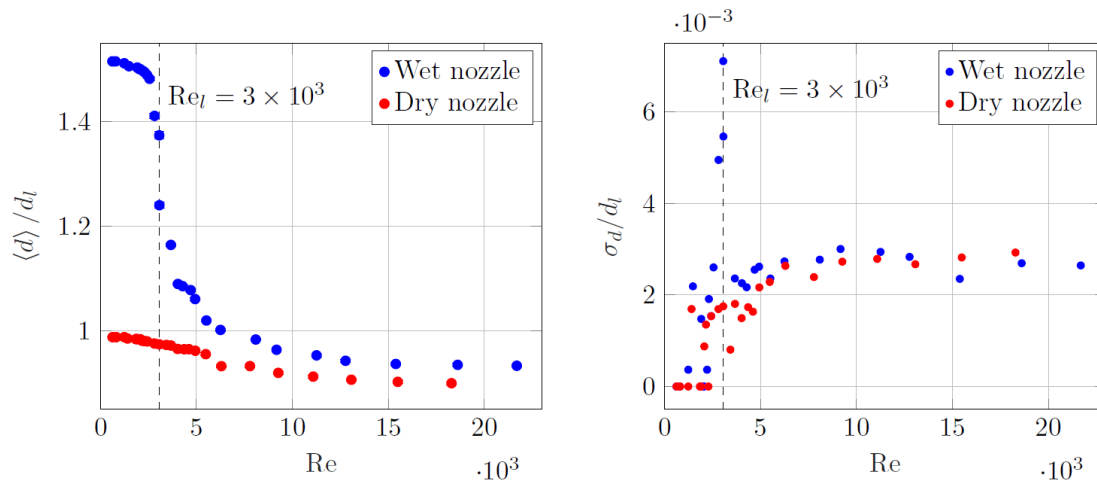


Figure 2: Average (left) and standard deviation (right) of the diameter of the liquid jet at the nozzle exit, normalized by the inner liquid nozzle diameter, for wetting and non-wetting conditions.

Perspectives

Now that the two-phase flow in the near-field of coaxial two-fluid atomization is well characterized in a broad range of parameters, the role of the orientation between the gravity vector and the spray's axis will be studied in detail, in particular concerning the flapping of the liquid jet and its change in spatial dynamics⁵. This will be a ground experiment undertaken at LEGI, with a specific structure to hold the spray at various angles and collect the fluids. The next step would be to study the role of gravity magnitudes using parabolic flights, with a dedicated setup for fluid injection and collection.

Publications

No publication yet.

⁵ M. Kaczmarek, R. Osuna-Orozco, P. Huck, A. Aliseda, N. Machicoane, [Int. J. of Mult. Flow 152](#), 104056, 2022.

Session 3

Combustion, Milieux réactifs

- 3.1 Supercritical Water Oxidation on a chip : an experimental and numerical study
D. Sharma, A. Erriguible, Y. Garrabos, C. Lecoutre, O. Nguyen, F. Palencia, **S. Marre**

Supercritical Water Oxidation on a chip: an experimental and numerical 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

Supercritical water oxidation (SCWO) has been sought as one of the promising technologies for the treatment of organic waste, and has recently been proposed in the context of space exploration. To overcome limitations due to precipitation of salts at high pressure and temperature conditions of supercritical water, the process has garnered attention when used in conjunction with hydrothermal flames. In the current work we study the miniaturization of the process to move it towards microscale (μ SCWO), using hydrothermal flames. We present here first evidence to realize such a system followed by numerical investigation to understand the underlying physics leading to the formation of hydrothermal flames at microscale.

The work is done at ICMCB with the support of the CNES postdoc Deewakar Sharma. The simulations are carried at two different inlet temperatures (350 C and 365 C), just below the critical temperature of water, using ethanol and oxygen, the former acting not only as a model organic matter but also fuel for the formation of hydrothermal flames. The prime objective lies to understand how hydrodynamics (flow rates) impact the reaction dynamics and consequently govern the formation of hydrothermal flames, thereby distinguishing a simple SCWO reaction from the formation of hydrothermal flames. The numerical study is undertaken for a fixed fuel and oxidizer concentration at the inlet for a 2D co-flow configuration using a single step reaction. It is observed that due to microscale size of the system, hydrothermal flames are formed at relatively low flow rate conditions while higher ones correspond to a simple SCWO reaction. The upper limit of the flow rate was, however, found to increase with increase in the inlet temperature. Furthermore, key characteristics of hydrothermal flames – ignition delay time, flame structure, shape, and local propagation were analyzed. The structure of the flame was found to be similar to well-known triple flame for diffusion flames while the local flame propagation speed was found higher than that of local flow/inlet velocity implying the flames under the investigated conditions anchor at the base of the inlet. Finally, we present an intensive future perspective to further understand micro hydrothermal flames which could form the basis for more efficient experimental studies as well as technological realization of the process.

Main Results

A criterion was defined in order to distinguish between the SCWO with or without hydrothermal flames (SCWO-H and μ SCWO respectively). In the current work, we opt for maximum HRR (heat release rate) in the domain to identify the autoignition at the origin of the formation of in hydrothermal flames and is shown for various flow rates in Figure 1.

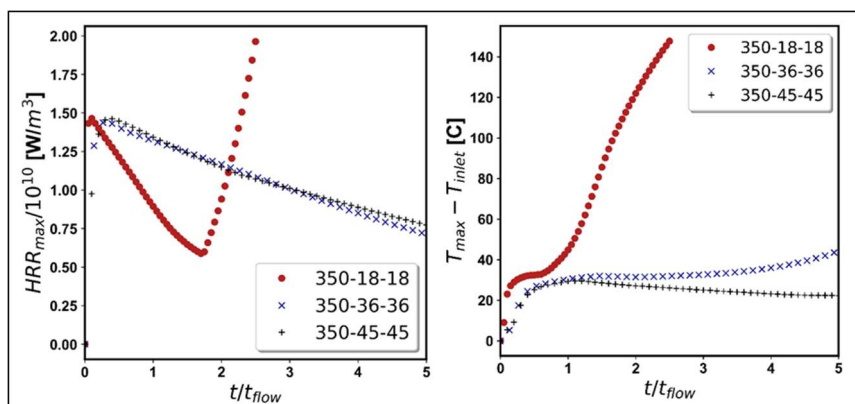


Fig. 1: Maximum heat release and maximum temperature in the domain for $T_{inlet}=350$ °C at different flow velocities. (For the sake of conciseness, the operating conditions are henceforth denoted as per the legend $T_{inlet}-V_f-V_o$, for example 350-18-18 implies $T_{inlet}=350$ °C, $V_f=18$ mm.s⁻¹, $V_o=18$ mm.s⁻¹)

Based on HRR_{max} plot, three different trends can be identified. We discuss here for $T_{inlet}=350^{\circ}C$ and similar reasoning holds for another temperature. The first regime is where HRR_{max} starts to decrease followed by its sudden increase while T_{max} in the domain is increasing, as in the case of 350-18-18 in Fig. 1. We define this regime as hydrothermal regime owing sudden change in slope of HRR_{max} denoting autoignition. The second regime corresponds to the case illustrated for 350-45-45 where both the HRR_{max} and T_{max} are decreasing with time and we characterize this regime as a simple SCWO regime as over a period of time, this is expected to attain a stationary thermodynamic state. The third regime is identified wherein HRR_{max} is decreasing while T_{max} in the domain is increasing, for instance in 350-27-27. We term this condition as likely-flame to preclude the possibility of missing out hydrothermal regime due to limited computational time considered in the present work. Based on the above defined criterion, an ignition map is drawn and is shown in Fig. 2.

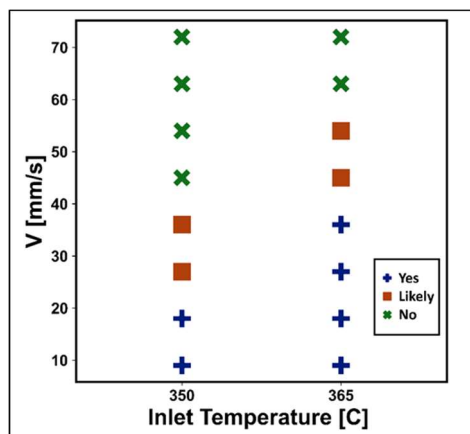


Fig. 2: Ignition map in terms of flow velocities for two different inlet temperatures.

The following two inferences can be made from the ignition map. Firstly, a higher flow velocity does not favor the formation of hydrothermal flames at microscale in the current physical setup and secondly, with increase in temperature, there is an increase in the permissible flow rates leading to the formation of hydrothermal flames. Work on the formation and dynamics of hydrothermal flames is in progress to elucidate the observed behavior.

Perspectives

It was shown that it is possible to have appearance of hydrothermal flames at microscale. Subsequently, SCWO in a flow process at microscale was investigated using numerical modeling to understand under what conditions the simple SCWO reaction would lead to the formation of hydrothermal flame. This was analyzed for two different inlet temperature below the critical temperature of water for a fixed fuel (ethanol) and oxidizer (oxygen) concentration using single step reaction chemistry. It was observed that no ignition kernel was formed at high flow rates (flow rates for which length of jet would be larger than reactor channel length) and thus the reaction was merely a SCWO reaction. However, at lower flow rates, as a consequence of heat focusing arising to jet hydrodynamics, increase in the local eventually led to the attainment of autoignition and thus formation of hydrothermal flame. A further investigation revealed that the hydrothermal flame exhibits a classical triple flame structure. Analyzing local flame speed, it was observed that it is significantly higher than the incoming fluid flow speed resulting in upstream propagation of the triple flame. It was thus ascertained flame would anchor at the inlet region.

The current work, while presenting some key features of μ SCWO-H, brings out some interesting questions which will be undertaken in future studies, such as i) the appropriate design of microreactors which can lead to formation of hydrothermal flame at high flow velocity, ii) the minimal concentration of the fuel required to autoignite, iii) the influence on ground of natural convection.

Publications

D. Sharma, C. Lecoutre, F. Palencia, O. Nguyen, A. Erriguible, S. Marre, Assessment of machine learning algorithms for predicting autoignition and ignition delay time in microscale supercritical water oxidation process, *Fuel*, 2023, 352, 129098, <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2023.129098>

D. Sharma, A. Erriguible, O. Nguyen, C. Lecoutre, Y. Garrabos, S. Marre, Supercritical Water Oxidation on a chip: an experimental and numerical study (*in preparation*)

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

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

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

Jean-Louis Consalvi¹, Alain Coimbra¹, 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 and the main results were established during the PhD thesis of Alain Coimbra, co-supervised by J.L. Consalvi and G. Legros and defended on November, 2022 [1]. The objective was to develop a pyrolysis model for the low-density polyethylene (LDPE) with and without the addition of a condensed-phase-active intumescent flame retardant. The fire retardant, considered in our work, is a combination of 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 both ambient conditions and fire retardant on the flammability properties of polymers at normal and reduced gravity.

This development of the pyrolysis model was divided in two steps:

- 1) In a first step, a semi-global reaction mechanism was developed to capture the decomposition of both pure LDPE and the fire intumescent system [2]. The methodology combined thermogravimetric analysis (TGA) in anaerobic environment over a wide range of heating rates and inverse modelling of these experiments based on the Shuffled Complex Evolution (SCE) optimization algorithm. The decomposition of neat LDPE was found to be described by a single first-order reaction. In contrast, the decomposition of the APP/PER additive is characterized by strong interactions between the reactants and a 5-step reaction mechanism was designed driven by the mechanisms of the intumescence process. The direct coupling of the 1-step reaction mechanism for LDPE and the 5-step reaction mechanism for APP/PER was found to provide decent predictions for the decomposition of the 90 %LDPE/10% APP/PER blend. The slight interactions between the LDPE matrix and the APP/PER additive were taken into account by updating the kinetic parameters of two reactions, leading to a final robust and accurate 6-step reaction model. The TGA experiments were complemented by DSC experiments to determine the thermodynamic parameters of the pyrolysis model (heat capacity, heat of reaction,...).
- 2) In the second step, the semi-empirical pyrolysis model was developed and validated in cone calorimeter experiments. This model was based on the semi-global reaction mechanisms for the degradation of LDPE and APP/PER developed in Step 1. The apparent properties that define heat transport inside the pyrolyzing solid were determined via inverse modeling of cone calorimeter experiments for the pure LDPE and then for the complete IFR system. This was achieved by using the Shuffled Complex Evolution

optimization algorithm. The flame heat flux in the cone calorimeter experiments was also evaluated by targeting the heat release rate (HRR) data in the optimization process of one of the cone radiative heat setups. The optimized parameters and flame heat feedback were in line with the literature and the robustness of the model was assessed by a comparison with the experimental data for a wide range of cone heat fluxes. Ignition times and peaks of HRR and total HRs were within the engineering accuracy whatever the flux conditions for both pure LDPE and the IFR system.

Figure 1 illustrates the capability of the pyrolysis model to reproduce the time to ignition of LDPE in cone calorimeter experiments under different heat fluxes.

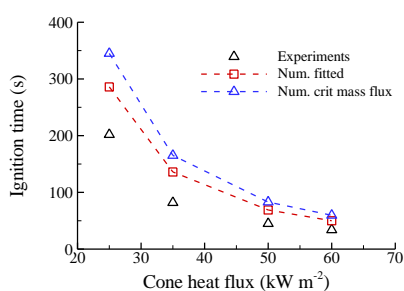


Figure 1. Experimental and numerically calculated time to ignition for the three observed cases of cone heat flux for LDPE.

- **On going work:** A detailed flame spread model coupling the present pyrolysis model and the gas-phase combustion code developed at IUSTI UMR 7343 is in development. This model will be validated first by comparison with the experimental data obtained in DIMANONDS by Augustin Guibaud in co-current flow flame spread in microgravity [4].

References

- [1]. A. Coimbra, Modelling flame spread over cylindrical samples in microgravity, PhD Thesis, Aix-Marseille Université, 2022.
- [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]. Alain Coimbra, Johan Sarazin, Serge Bourbigot, Guillaume Legros, Jean-Louis Consalvi, A pyrolysis model for the thermal decomposition of low-density polyethylene blended with ammonium polyphosphate and pentaerythritol, Fire Safety Journal, Volume 139, pp. 103813, 2023.
- [4]. A. Guibaud, Flame spread in microgravity environment: influence of ambient flow conditions, PhD Thesis, Sorbonne Université, 2022.

- 3.3 Non-premixed flames over cylindrical samples in microgravity : passive/active mitigation strategies
Y. Li, J.-M. Citerne, A. Coimbra, J.-L. Consalvi, J. Sarazin, P. Bachelet, S. Bourbigot, A. Guibaud,
F. Clément, **G. Legros**

Non-premixed flames over cylindrical samples in microgravity : passive/active mitigation strategies

Yutao Li¹, Jean-Marie Citerne¹, Alain Coimbra², Jean-Louis Consalvi², Johan Sarazin³, Pierre Bachelet³, Serge Bourbigot³, Augustin Guibaud⁴, Florence Clément,⁵ Guillaume Legros⁶

- ¹ Inst. Jean Le Rond d'Alembert (CNRS UMR 7190), Sorbonne Université, Paris, France
- ² IUSTI (CNRS UMR 7343), Aix-Marseille Université, Marseille, France
- ³ Univ. Lille, CNRS, INRAE, Centrale Lille, UMET (UMR 8207), Lille, France
- ⁴ Department of Civil, Environmental and Geomatic Engineering, Univ. College London, UK
- ⁵ CADMOS, Centre National d'Etudes Spatiales, Toulouse, France
- ⁶ ICARE (CNRS UPR 3021), Univ. Orléans, Orléans, France

This yearly report outlines our contribution to the international topical team SAFE COSMOS, a group of experts who have collaborated for a decade to improve fire safety in manned spacecraft [1]. The 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 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 was designed to integrate the configuration that will be investigated in KIBO aboard the ISS in 2024, i.e. a flame spreading over a cylindrical sample in an oxidizer flow parallel to the sample's axis. Within the context of Yutao Li's Ph.D. works (2019-2022), some of the efforts have been devoted to passive mitigation strategies. These efforts sustained a fruitful collaboration with Pr Bourbigot and Dr Consalvi on the effect of fire retardants incorporated to cylindrical samples [2-4].

In addition, active mitigation has been envisioned for a couple of years by J.-M. Citerne and A. Guibaud. This led to the design and the successful completion of a new rig, called UNBURNIT (UNconventional BURNing Response to Non-Invasive Techniques). UNBURNIT capitalized on DIAMONDS' achievements and allows the flame spread over cylindrical samples to be mitigated by perturbations of the surrounding conditions. UNBURNIT flew for the first time this year within the CNES parabolic flight campaign VP 171. While the data are currently processed, microgravity already unveils a rich phenomenology of flame response to acoustic perturbations.

Results

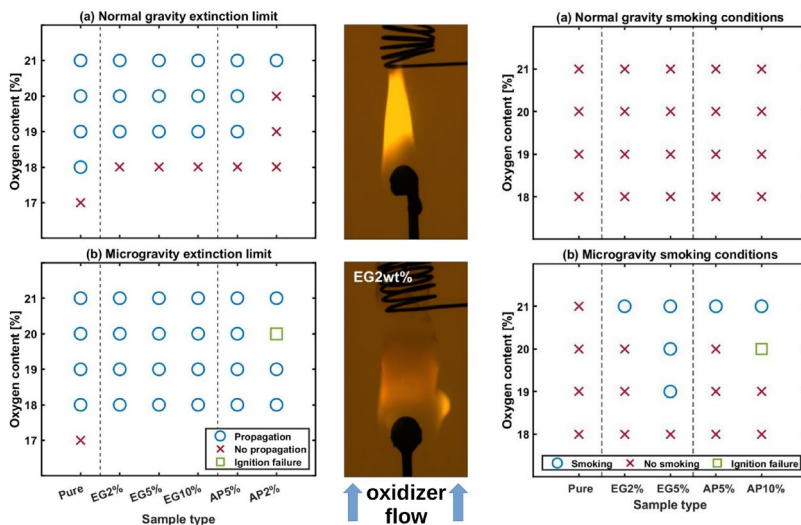


Figure 1 : domain of extinction (left) and soot release to the surrounding (right) in terms of oxygen content in the oxidizer flow for normal gravity (top) and microgravity (bottom). A sample is a 1.1mm diameter cylinder. The material is LDPE, that can be 'pure' or mixed beforehand to Expandable Graphite (EG) or Ammonium polyphosphate / Pentaerythritol (AP). EG10% means 10% of EG in weight.

Passive mitigation. Figure 1 displays in the center typical flames observed at 1g₀ and 0g₀. Here the top end of a cylinder is ignited and the flame may spread in an opposed flow of air that can be diluted by nitrogen. As shown on the maps on the left, some fire retardants added to LDPE actually elevate the oxygen content leading to extinction at 1g₀. In contrast, these retardants then do not influence the extinction limit at 0g₀. Observing the intumescent process under the thermal sollicitation of the flame, the capillary forces are believed to express especially in microgravity through the matrix built by the

decomposition of the fire retardant. The ineffectiveness of these fire retardants in microgravity are even more pronounced as higher soot production are also reported as shown by the maps on the right.

Active mitigation. The preliminary work with UNBURNIT has primarily focused on the study on the acoustic perturbations of the flames that DIAMONDS extensively documented earlier. The schematic of UNBURNIT is shown in Fig.2. The starting point of any test is the flame spread over the LDPE coating of the wire in microgravity. The unperturbed flame has been proven to be the one observed with DIAMONDS. Then the acoustic perturbation is triggered by the actuation of the speaker. As a function of the frequency and the acoustic pressure, the perturbation can first lead to a surprisingly steady tube shape of the flame, that is stretched as compared to the unperturbed one. In such a case the perturbation acts as an accelerator of the spread due to the locally enhanced mixing between the oxidizer and the fuel. For higher level of acoustic energy, the perturbation leads to a shaky ring shape of the flame. Still the flame may survive the 4s long perturbation. At some point, the perturbation can lead to the extinction of the flame, leaving travelling wisps of smoke. While the data are still processed, microgravity already unveils the domain of the flame's tube shape that burning at normal gravity does not display.

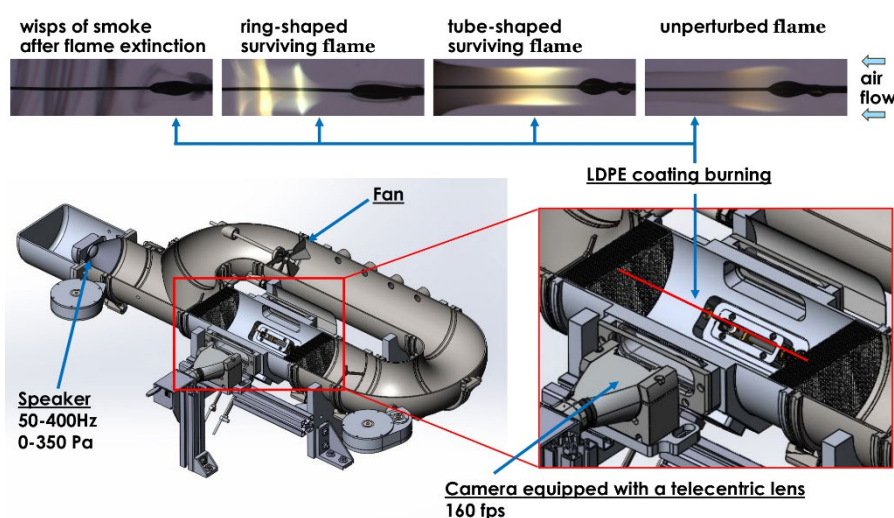


Figure 2 : Schematic of the UNBURNIT setup. Following the frequency and the level of acoustic pressure, the acoustic perturbation of the flame spreading in microgravity (unperturbed flame) can lead to a steady tube shape of the flame, a shaky ring shape of the flame, or the extinction of the flame.

Perspectives

In the absence of any Ph.D. student, our investigations in 2024 will focus specifically on passive and active mitigations of the flame spread.

Publications 2023

- [1] S.L. Olson, G.A. Ruff, P.V. Ferkul, J.C. Owens, J. Easton, Y.-T. Liao, S. James, B. Toth, G. Jomaas, C. Fernandez-Pello, G. Legros, A. Guibaud, O. Fujita, N. Smirnov, D.L. Urban, The effect of duct size, sample size, and fuel composition on concurrent flame spread over large cellulose samples in microgravity, *Comb. Flame* **248**, 112559, 2023.
- [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, *Proc. Combust. Inst.* **39**, 3919-3928, 2023.
- [3] A. Coimbra, J. Sarazin, S. Bourbigot, G. Legros, J.-L. Consalvi, A pyrolysis model for the thermal decomposition of low-density polyethylene blended with ammonium polyphosphate and pentaerythritol, *Fire Safety J.* **136**, 103813, 2023.
- [4] A. Coimbra, Y. Li, A. Guibaud, J.-M. Citerne, G. Legros, J.-L. Consalvi, An engineering model for creeping flame spread over idealized electrical wires in microgravity, *CRAS Méca.* **351** (in press) 2023.
- [5] 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, *Proc. Combust. Inst.* **39**, 3785-3794, 2023.
- [6] Y. Li, A. Bordino, A. Guibaud, D. Montero, J.-M. Citerne, J.-L. Consalvi, J. Torero, G. Legros, Electric sampling of soot particles in spreading non-premixed flames: methodology and influence of gravity, *CRAS Méca.* **351** (in press) 2023.

- 3.4 Intumescence in O₂ rich environment : fire retarded polymers for spacecraft and space habitat
S. Bourbigot, J. Sarazin, P. Bachelet, J.-L. Consalvi, G. Legros

INTUMESCENCE IN O₂ RICH ENVIRONMENT: FIRE RETARDED POLYMERS FOR SPACECRAFT AND SPACE HABITAT

S. Bourbigot^{1,2}, J. Sarazin¹, P. Bachelet¹, J.L. Consalvi³, G. Legros⁴

¹ Univ. Lille, CNRS, INRAE, Centrale Lille Institut, UMR 8207 - UMET - Unité Matériaux et Transformations, F-59000 Lille, France

² Institut Universitaire de France, Paris, France

³ Aix-Marseille Université, CNRS, IUSTI UMR 7343, 5 rue E. Fermi, 13013 Marseille, France

⁴ ICARE/CNRS, 1C av. de la Recherche Scientifique, Orléans Cedex 1 45071, France

Fire safety is a main concern in space travel. Flame spread is very much affected by external environmental conditions which may be very different in a spacecraft from on Earth, e.g. microgravity (absence of floatability forces), low-velocity flow, variable oxygen concentrations, and reduced pressures [1, 2]. Furthermore, the cabin environment of NASA's latest generation of spacecraft and future lunar habitats will have lower pressures and increased oxygen concentrations (55–70 kPa, 27–35% O₂) than standard atmosphere [3]. This combination of including reduced cabin pressure and increased oxygen concentrations (normoxic conditions) increases the fire risk because of the higher flammability of combustible materials in those conditions.

Low density polyethylene (LDPE) is a polymer of interest in spacecraft because of its use as outer sheath in cables. Intumescence is a method providing fire retardancy to polymers including LDPE [4]. Intumescent LDPE containing different systems were evaluated as thin cylindrical samples at normal and micro-gravity. Experiments were conducted on the Detection of Ignition And Mitigation Onboard for Non-Damaged Spacecrafts (DIAMONDS) rig [2]. It was shown that the shape and the expansion of the intumescent coating does not seem to be influenced by the gravity but the flame spread rate is higher in microgravity [5]. In oxygen-rich environment, the oxygen level affects differently the flammability of the materials as a function of the gravity (it might be worse in microgravity) [6]. The fire behavior of intumescent polymers in oxygen-rich environment has been examined while it might be crucial for the development of fire safe materials used in spacecraft. It is the motivation of this paper to present a new tool for evaluating material in O₂-rich environment (between 21 and 50 vol% O₂) and to investigate the fire behavior in such conditions. Note that the effects of reduced pressure and gravity were not considered here.

Experimental

The O₂-rich cone calorimeter (O2CC) is a bench scale apparatus designed to study the fire behavior of materials (Figure 1.(a)). It was drawn and built up in our lab. Its design is similar to that of regular cone calorimeter but the electrical heater and the scale are in a quartz combustion chamber (Figure 1.(b)). Oxygen and nitrogen inflows are mixed going through a sintered disc to get an homogeneous mixture of gas at a certain level of oxygen (between 21 and 50 vol% with our setup). Heat release rate (HRR) is measured by oxygen consumption using a paramagnetic analyzer. The other parameters (total heat release, mass loss rate ...) are calculated as usual.

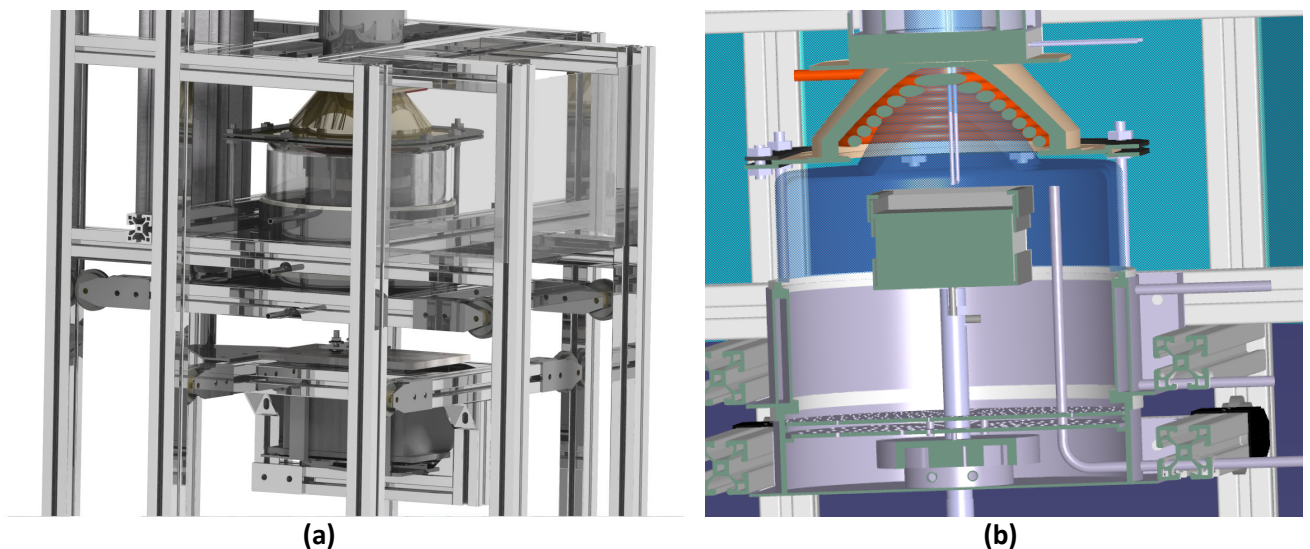


Figure 1. (a) General view of O2CC showing the quartz combustion chamber and (b) inside the chamber

Results and Discussion

An intumescent system (combination of ammonium polyphosphate (APP) and pentaerythritol (PER) at the ratio 3/1 wt/wt) was incorporated in LDPE at 20 wt% loading. LDPE and the formulation LDPE-APP/PER were evaluated with the O2CC at 21% and 35% O₂ (Figure 2 (a)). The comparison of the HRR curves of LDPE clearly shows that the HRR peak (pHRR) is much higher at 35% O₂ than that at 21% O₂ (600 vs. 900 kW/m²). The same phenomenon occurs for the intumescent system (pHRR = 250 vs. 460 kW/m²). The higher level of O₂ involves a higher temperature of flame which increases the decomposition rate of the material and hence, higher pHRR (higher light intensity of the flame as shown on Figure 2 (b)). The formation of an intumescent layer was observed and intumescence provides a protection to the polymer whatever the O₂ level.

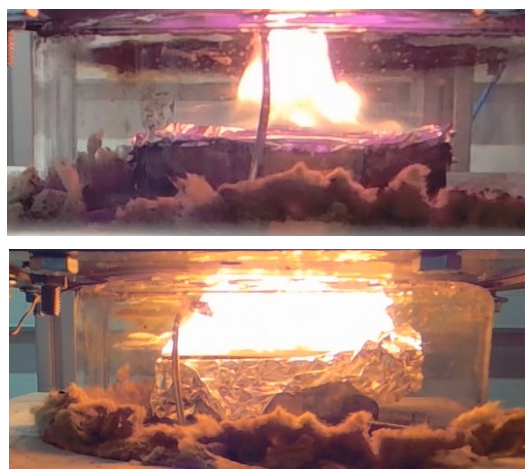
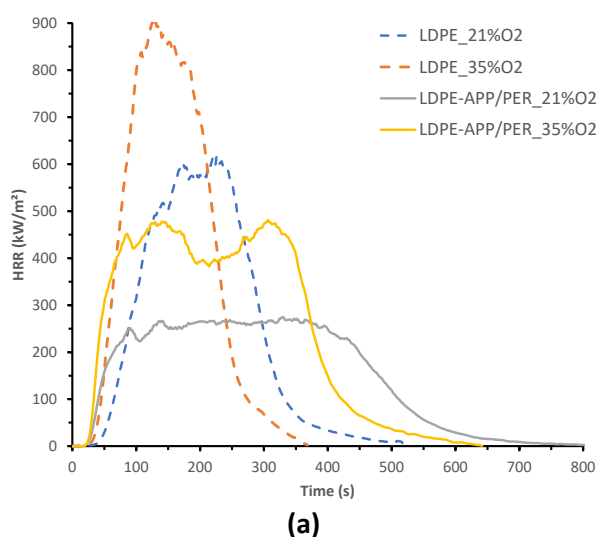


Figure 2. (a) HRR curves of LDPE and LDPE-APP/PER as a function of time at 21% and 35% O₂ and (b) combustion of virgin LDPE at 21% (top) and 35% (bottom) O₂

References

- [1] Link S, Huang X, Fernandez-Pello C, Olson S, Ferkul P, The Effect of Gravity on Flame Spread over PMMA Cylinders, *Scientific Reports*, 2018;8.
- [2] Citerne JM, Dutilleul H, Kizawa K, Nagachi M, Fujita O, Kikuchi M, Jomaas G, Rouvreau S, Torero JL, Legros G, Fire safety in space – Investigating flame spread interaction over wires, *Acta Astronautica*, 2016;126: 500-09.
- [3] Eigenbrod C, Meyer F, Hauschildt J. Fire safety in human space flight - Research for improved standards. In. *Fire safety in human space flight - Research for improved standards*. International Astronautical Federation, IAF, 2018.
- [4] Alongi J, Han Z, Bourbigot S, Intumescence: Tradition versus novelty. A comprehensive review, *Progress in Polymer Science*, 2015;51: 28-73.
- [5] Li Y, Guibaud A, Citerne JM, Consalvi JL, Coimbra A, Sarazin J, Bourbigot S, Torero JL, Legros G, Effects of flame retardants on extinction limits, spread rate, and smoke release in opposed-flow flame spread over thin cylindrical polyethylene samples in microgravity, *Proceedings of the Combustion Institute*, 2023;39: 3919-28.
- [6] Takahashi S, Terashima K, bin Borhan MAF, Kobayashi Y, Relationship Between Blow-Off Behavior and Limiting Oxygen Concentration in Microgravity Environments of Flame Retardant Materials, *Fire Technology*, 2020;56: 169-83.

Outlook

Intumescence was proven to be an appropriate concept to fire retard polymer in O₂ rich environment. Further work will be to evaluate the fire behavior of the intumescent polymer at different levels of gravity (moon, mars and 0 gravity) in O₂ rich environment to investigate the effects of gravity. It might be done using an updated version of DIADMONDS during parabolic flights.

Publication

- 1- 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, *PROCEEDINGS OF THE COMBUSTION INSTITUTE* 39(3) (2023) 3919-3928.
- 2- A. Coimbra, J. Sarazin, S. Bourbigot, G. Legros, J.L. Consalvi, A pyrolysis model for the thermal decomposition of low-density polyethylene blended with ammonium polyphosphate and pentaerythritol, *FIRE SAFETY JOURNAL* 139 (2023).

- 3.5 Experimental Laminar Flame Speed Study of Nitrogen-diluted Diethoxymethane/Oxidizer Mixtures under Microgravity
R. Glaznev, F. Halter, J. Beeckman, **C. Chauveau**

Experimental Laminar Flame Speed Study of Nitrogen-diluted Diethoxymethane/Oxidizer Mixtures under Microgravity

R. Glaznev¹, F. Halter^{2,3}, J. Beeckmann¹, C. Chauveau²

¹ Institute for Combustion Technology, RWTH Aachen University, Germany

² CNRS ICARE, Orléans, France

³ University of Orléans, France

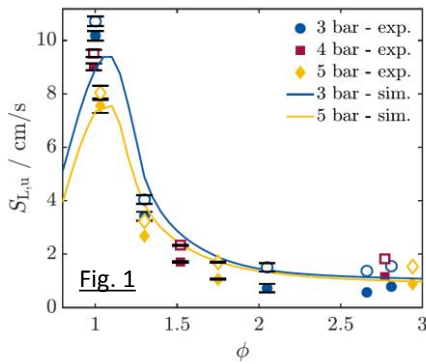
The global transition to minimum CO₂ emissions causes growing interest in alternative fuels. Various alternative energy carriers with low-temperature chemistry (LTC) are present in many applications. They differ from fuels without LTC by a wider flammability range and lower soot emissions complicating their fire detection¹. Diethoxymethane (DEM, C₅H₁₂O₂) is a representative bio-hybrid fuel with complex low-temperature chemistry¹. Diethoxymethane's laminar flame speed ($S_{L,u}$), a fundamental reactivity and exothermicity metric of a combustible mixture, is of key importance for kinetic model validation. Understanding the effect of low-temperature chemistry on DEM's laminar flame speed requires high-fidelity experiments in a wide range of conditions. Nitrogen dilution of the combustible mixture decreases the adiabatic flame temperature T_{ad} and thus favors low-temperature reaction pathways. For this, accurate experimental data on the fundamental combustion properties of DEM, such as the laminar flame speed, are required.

One of the most sophisticated experimental methods to measure $S_{L,u}$ is based on the acquisition of a centrally ignited outward propagating flame (OPF). This technique has gained widespread use, owing to the considerable pressure range it offers and the clearly defined stretch rate $K = 2/R_f \frac{dR_f}{dt}$, where R_f denotes the flame radius. During the early stage of flame propagation, the flame front radius can be tracked using high-speed Schlieren/shadowgraphy optical techniques or Particle Image Velocimetry (PIV). Since the burned gas can be assumed motionless, the flame propagation speed with respect to the burned gas, $S_{L,b} = \frac{dR_f}{dt}$, is then calculated. Flame propagation speed S_L^b can be extrapolated to zero-stretch rate using linear or nonlinear methods. The laminar flame speed is then obtained using the mass continuity equation as $S_{L,u}^0 = \sigma S_{L,b}^0$, where $\sigma = \frac{\rho_b}{\rho_u}$ is the density ratio between burned and unburned gases. In this work, an experimental study of N₂-diluted spherically expanding DEM flames was conducted. Nitrogen dilution considerably decreases flame propagation speed, causing significantly increased experimental timescales². The expansion of spherical flames is a complex process that can be influenced by radiation and buoyancy effects. These effects can cause the flame to deviate from its spherical shape, thereby challenging underlying post-processing analysis assumptions². In order to distinguish the impact of radiation from the buoyancy-induced deformation, microgravity experiments were carried out during a parabolic flight campaign onboard the Airbus A310 Zero-G. The radiation-correction formula proposed by Yu et al.³ was used to correct radiation heat losses in experimental laminar flame speed data. The experimental results were compared with planar, steady laminar flame speed simulations under adiabatic assumptions conducted using the 1D reactive computational fluid dynamics (CFD) solver FlameMaster and a reduced version of the kinetic mechanism by Jacobs et al.¹.

Results

The extracted laminar flame speeds are shown in Fig. 1 over the equivalence ratio (filled symbols). The lines in Fig. 1 represent laminar flame speeds obtained from the planar unstretched adiabatic premixed simulations using the kinetic mechanism by Jacobs et al.¹. The total differences between radiation affected flame speeds and simulations are 10 % near stoichiometric conditions for $P_u = 3 \text{ bar}$ and become larger to approximately 50 % at fuel-rich conditions. These results were expected since the experimental data obtained are not yet radiation corrected. However, for $P_u = 5 \text{ bar}$ and $\varphi = 1$ uncorrected experimental S_L^u shows good agreement with the adiabatic simulation results, meaning that either radiation does not play a significant role for these particular conditions, or that the experimental data and kinetic mechanism require further analysis and potential improvement for the mixtures near stoichiometric conditions. Discrepancies between S_L^u -

calculations with the adiabatic assumption and experiments are observed for most conditions. The low flame speeds, below 10 cm/s, indicate that radiation must be corrected. The generalized empirical correlation by Yu et al.³ is used to obtain radiation-free laminar flame speeds (open symbols).



Recall that this model was developed by employing CFD and the statistical narrowband (SNB) model. It is also based on several types of fuels, from C1 to C8 hydrocarbon fuels, syngas H₂/CO at various ratios, and fuels containing oxygen functional groups such as dimethyl ether. A wide range of equivalence ratios and different initial pressures and temperatures were chosen to quantify the uncertainty associated with radiation. Moreover, the applicability of this formula for the N₂-diluted flames was recently studied for ethanol². Thus, the model is applied in the present study to DEM. It is given as:

$$\frac{S_{L,u}^{corr}}{S_{L,u}} = 1 + 0.82 \left(\frac{S_{L,u}}{S_0} \right)^{-1.14} \left(\frac{T_u}{T_i} \right) \left(\frac{P_u}{P_i} \right)^{-0.3}, \text{ where } S_0 = 1 \text{ cm/s, } T_i = 298 \text{ K and } P_i = 1 \text{ atm.}$$

Radiation-corrected laminar flame speeds obtained are shown in Fig. 1 by open symbols. The corrected experimental results underpredict the simulation results by 25 % at $\phi = 1.3$. The offset becomes negligible for $1.5 < \phi < 2.1$. A slightly larger discrepancy is observed for the richer mixtures ($\phi > 2.5$), which can be explained by lower repeatability caused by the ignition challenges and more pronounced Lewis number effects. However, the obtained experimental data for $\phi > 2.5$, which were extremely difficult to measure and post-processed very carefully, can be used as a reference data set to validate kinetic schemes of DEM.

Perspectives

Rayleigh scattering measurements can provide unique insights into radiation effect and temperature distribution inside ultra-slow spherically expanding flames. The first tests were conducted during the parabolic flight campaign in May 2023 (Table 1.). An example of temperature evolution of different stages of DEM flame propagation is presented in Fig. 2. More repetitions and further analysis are required for better understanding of the radiation effect.

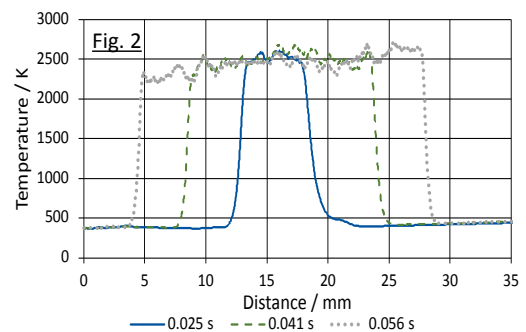


Table 1. Rayleigh scattering signal of ultra-slow flame at different time steps.

0.016 s	
0.034 s	
0.053 s	

Publications

- Glaznev R., Halter F., Schwenzer C., Hesse R., Bariki C., Chauveau C., Pitsch H., Beekmann J. 11th European Combustion Meeting (ECM 2023) Rouen, France (2023)
- Bariki C., Halter F., Hesse R., Chauveau C., Pitsch H., Beekmann J. Proc. Combust. Inst, 39 (9) (2022)
- Kaya Eyice D., Halter F., Yozgatlıgil A., Gökalp I., Chauveau C. Comptes Rendus. Mécanique, 351 (S2), pp 1-16 (2023) 10.5802/crmeca.174.
- Eyice D. K., Renoux G., Halter F., Yozgatlıgil A., Gökalp I., Chauveau C. Atomization and Spays, 32 (9), pp 79-94 (2022) 10.1615/AtomizSpr.2022041118.

1 : S. Jacobs et al., Energy Fuels 35 (2021)
 2 : C. Bariki et al. Proc. Combust. Inst. 1540 (2022)
 3 : H. Yu et al. Combust. Flame 161, 2815 (2014)

3.6 Auto-organisation de produits de réactions $A + B \longrightarrow C$ 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 $A + B \rightarrow C$ en condition de flux
CDIC – IV- CHYPI-FLOWER**

*V. Pimienta¹, C. Roux¹, G. Schusztter², 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

⁴ Institute of Process Engineering and Environmental Technology, Universität Dresden

⁵ Service de Chimie Physique et Biologie Théorique, Université Libre de Bruxelles

Les instabilités chimio-hydrodynamiques apparaissent lorsque des réactions chimiques sont couplées à des écoulements hydrodynamiques en induisant des gradients de densité, de viscosité, de perméabilité ou de tension superficielle à travers des interfaces réactives. Les modèles associés combinent les propriétés des systèmes chimiques et hydrodynamiques et peuvent être très complexes lorsque plusieurs sources d'instabilité interagissent. 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.

Le but de la mission CDIC IV est de tester une nouvelle théorie générale caractérisant la dynamique de fronts réactifs $A+B \rightarrow C$ dans les écoulements radiaux, ils appartiennent donc à la catégorie des fronts de Réaction-Diffusion-Advection. Les travaux ont été réalisés au cours du vol parabolique CHYPI (73rd ESA PF Campaign) et de la mission Texas 57 qui a eu lieu en octobre 2022 au Centre Spatial de Kiruna à Esrange sous la responsabilité de Karin Schwarzenberger. Le système expérimental utilisé pour ces missions a été conçu par AIRBUS Defense and Space (Bremen, Allemagne).

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 Texas 57 (CICD IV) est la réaction entre le nitrate ferrique ($\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$; réactif B) et le thiocyanate de potassium (KSCN , réactif A) et produisant un complexe thiocyanate ferrique ($[\text{Fe}(\text{SCN})(\text{H}_2\text{O})_5]^{2+}$; produit C)¹.

Résultats

Sur terre, le front de réaction est déformé car la solution A est moins dense que B et passe au-dessus. Le front peut alors être caractérisé par deux données : sa largeur et la production de complexe C². Cette déformation est sur terre fortement amplifiée lorsque l'espacement entre les deux plaques de la cellule de Helle-Shaw augmente ou encore en situation d'hyper-G comme observé lors du vol parabolique. Dans les deux cas, la quantité de complexe (C) formé augmente par l'effet d'une zone de contact plus importante entre les deux réactifs. A l'inverse, le vol parabolique a également permis de mettre en évidence une sous-production de complexe C pendant les phases de microgravité. Cependant, la durée trop courte de ces phases lors du vol parabolique limitait grandement le domaine des paramètres explorables.

Pour la mission en fusée-sonde, Texas 57, le module (Figure 1 a)) comportait trois cellules de Helle-Shaw d'épaisseurs différentes (0.2 ; 0.6 et 1 mm) et pour lesquelles des débits croissants d'injection sont utilisés (0.053 ; 0.32 ; 0.53 mL/min).

La figure 1b) permet de comparer les comportements observés pour les trois conditions expérimentales sur terre et au cours de la mission en fusée-sonde.

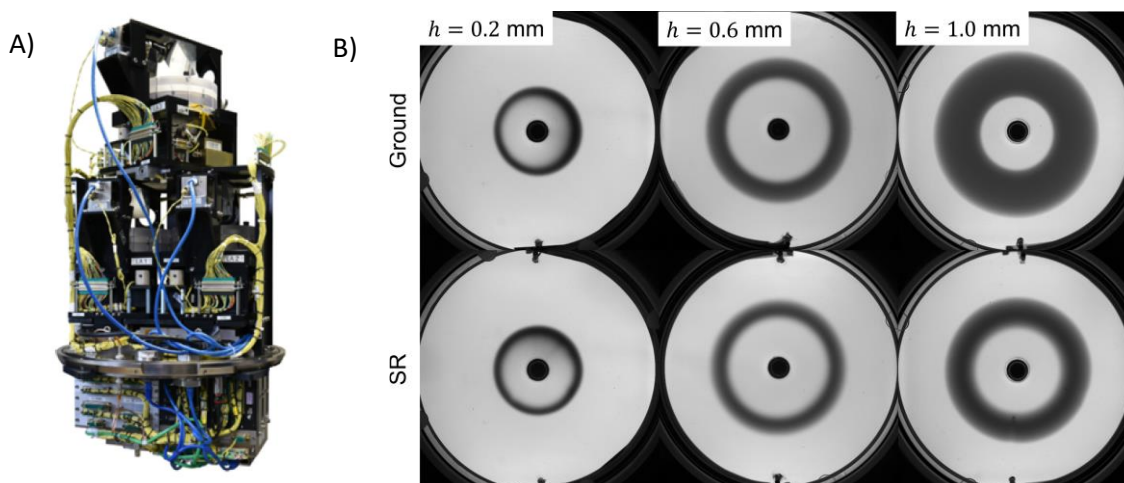


Figure 1 : A) module CICD-IV embarqué lors de la mission TEXUS 57. B) Fronts de réaction observés à $t=150$ s pour les 3 conditions expérimentales faisant varier l'espacement et le débit d'alimentation.

La différence est peu visible pour l'épaisseur et le débit d'alimentation les plus faibles. Cette observation est confirmée par une production de C pratiquement équivalente sur terre et en microgravité. Par contre, la différence est bien plus visible pour les épaisseurs de 0.6 et 1 mm. La largeur du front augmente avec l'espacement et le débit dans les deux cas. Alors qu'il reste symétrique le long de l'axe vertical en microgravité, il apparaît plus largement déformé lorsque les effets de densité sont à l'œuvre. Dans tous les cas, la largeur du front de réaction est directement corrélée à la quantité de complexe formé.

Perspectives

Notre consortium a répondu à l'AO-2022-SoundingRocket de l'ESA avec un projet qui ferait suite à celui-ci en impliquant cette fois une réaction hétérogène de précipitation du carbonate de calcium. La dynamique des réactions de précipitation induites par l'écoulement est très complexe en raison de la sédimentation des particules, du colmatage et des instabilités convectives induites par les effets de densité.

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 $A+B \rightarrow C$ reaction front, *Chemical Engineering Science*, Volume 257, 2022.

Bere K.V., Nez E., Balog E., Janovák L., Sebok D., Kukovecz Á., Roux C., Pimienta V., Schuszter G., Enhancing the yield of calcium carbonate precipitation by obstacles in laminar flow in a confined geometry, *PCCP*, 23, 2021.

¹ Y. Stergiou, M. J. B. Hauser, A. De Wit, G. Schuszter, D. Horváth, K. Eckert, and K. Schwarzenberger, *Physical Review Fluids* 7, 110503 (2022).

² A. Tóth, G. Schuszter, N. P. Das, E. Lantos, D. Horváth, A. De Wit, and F. Brau, *PCCP* 22, 10278 (2020).

Session 4

Interfaces fluides, interfaces fluide-solide,
ébullition, condensation, bulles, gouttes

4.1 Capillarité en microgravité

O. Millet, N. Younes, A. Wautier, R. Wan

Capillarité en microgravité

Olivier Millet¹, Nabil Younes¹, Antoine Wautier², Richard Wan³

¹LaSIE, UMR-CNRS 7356, Université de La Rochelle, France

²Irstea, Aix-en-Provence, France

³University of Calgary, Canada

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.

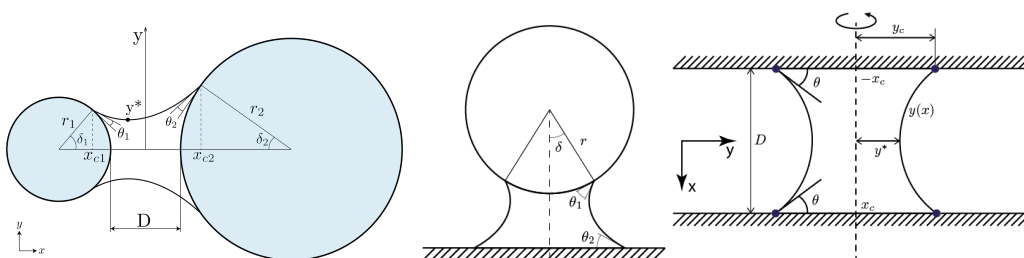


Figure 1. Pont capillaire entre deux sphères polydisperses, entre une sphère et un plan ou entre deux plans parallèles.

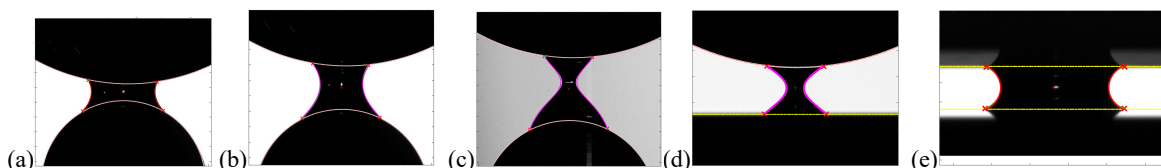


Figure 2. Résultats obtenus en microgravité lors de la campagne VP 142. En rouge, représentation de la méridienne des ponts capillaires entre deux sphères métalliques, $V = 30\mu\text{l}$, $r_1=16\text{mm}$, $r_2=8\text{mm}$. a) Forme nodoïde (courbe rouge). b) Forme unduloïde (courbe magenta). c) Forme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

2. Etude de la transition de régime pendulaire-funulaire

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 entre les particules augmente. 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, ainsi que de calculer les forces capillaires pour n'importe quelle géométrie de ponts coalescés.

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. Les résultats obtenus sont très prometteurs et permettent d'expliquer physiquement l'augmentation, puis la chute à partir d'une valeur limite du degré de saturation S_r , de la cohésion globale d'un milieu granulaire partiellement saturé (Fig. 3).

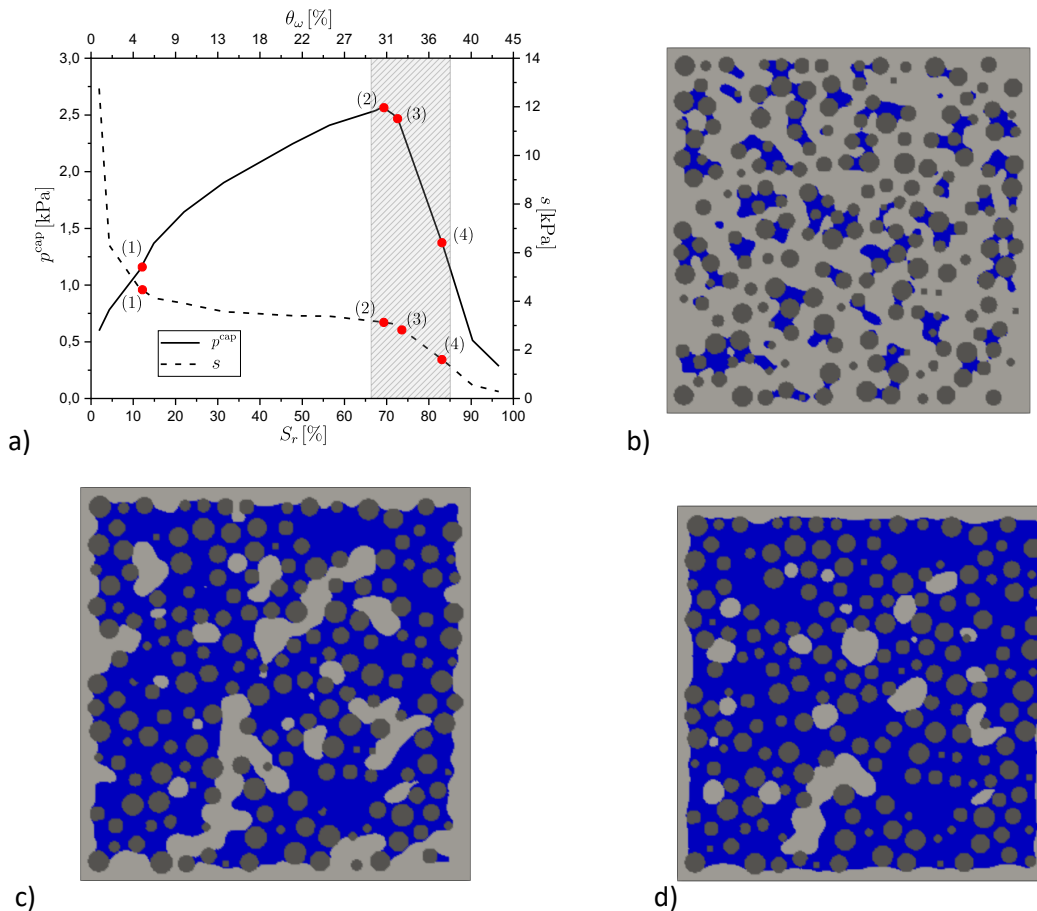


Figure 3: a) Contrainte capillaire moyenne P^{cap} [kPa] et suction s [kPa] en fonction du degrés de saturation S_r [%] et de la teneur en eau volumétrique θ_w [%] en bas et en haut de l'axe des x , respectivement. b) c) et d) Visualisation de la phase liquide (eau en bleu) et gazeuse (air en gris) et de son évolution (coalescence des ponts capillaires) en fonction de S_r [%].

3. Déduction générale de l'équation de Young et de Young Laplace

4.3 Influence de la gravité sur l'angle macroscopique de mouillage
M. Medale, H. Benabdelhalim, **D. Brutin**

Influence de la gravité sur l'angle macroscopique de mouillage

Marc Medale¹, Houssine Benabdelhalim¹, David Brutin¹

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

Mise en situation

Nous nous intéressons à la caractérisation des propriétés de mouillage d'une surface plane par un liquide, dans un environnement fluide (gaz ou autre fluide non-miscible avec le premier). Nous considérons la configuration d'une goutte sessile au contact d'un solide supposé idéal (indéformable, horizontal, chimiquement homogène, de rugosité faible) et soumise à un champ de gravité.

L'objectif de notre étude est de comprendre s'il peut exister une influence de la gravité sur cette configuration de mouillage partiel. En effet, lorsque le volume de la goutte est tel que sa taille devienne supérieure à sa longueur capillaire, alors la géométrie de la goutte sessile s'éloigne notablement de celle d'une calotte sphérique. La question scientifique sur laquelle l'état de l'art des connaissances actuelles n'apporte aucune réponse qui fasse l'unanimité, est : qu'advient-il dans cette configuration de l'angle macroscopique de mouillage ? Dans un champ de gravité donné, dépend-il du volume de la goutte (ou de manière adimensionnelle du nombre de Bond, qui quantifie le rapport entre la pression hydrostatique à la base de la goutte et la pression capillaire qui règnerait dans cette goutte en l'absence de gravité) ou au contraire en reste-t-il indépendant ?

Pour contribuer à répondre à cette question, nous avons mis en œuvre deux approches complémentaires : l'une expérimentale et l'autre de modélisation. Du point de vue expérimental, la création d'une goutte sessile sur un substrat horizontal est réalisée par l'injection du liquide (eau distillée) par l'intermédiaire d'une seringue motorisée au travers d'un trou (de 1 mm) percé dans le substrat (en PMMA), et ceci dans un environnement d'air ambiant, cf. figure 1. De cette façon, nous pouvons observer ce qui se produit en augmentant ou en diminuant le volume de la goutte, engendrant un déplacement monotone d'avancée ou de recul de la ligne de contact solide-liquide-air sur le substrat (« advancing-receding contact line »). Afin d'obtenir la forme macroscopique de la goutte en équilibre statique, le protocole suivant est mis en œuvre. L'injection est réalisée avec un débit de 1 $\mu\text{l/s}$ pendant une durée de 10 s (soit un incrément de 10 μl), puis interrompue pendant une durée de relaxation de 30 s. Deux photos de la goutte sont prises (l'une en vue de dessus pour vérifier l'axisymétrie et l'autre en vue de côté pour obtenir le profil de la goutte dans le plan vertical). La séquence précédente est répétée jusqu'à l'obtention d'un volume de goutte d'environ 400 μl , pour lequel la forme de la goutte n'est plus du tout celle d'une calotte sphérique. Ensuite, un protocole comparable est appliqué en aspirant incrémentalement le liquide pour parcourir le mode « receding ».

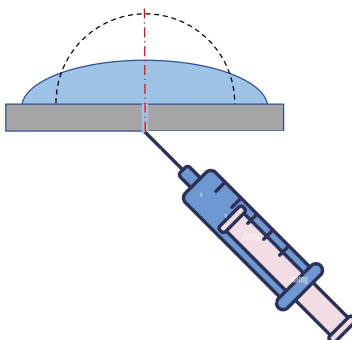


Figure 1 : Schéma du dispositif expérimental de création d'une goutte sessile en gravité terrestre.

Parallèlement, nous avons développé un modèle macroscopique axisymétrique, dont les équations modélisent la forme de la goutte en équilibre statique, l'expression de l'équilibre thermodynamique

du système capillaire pour laquelle on applique le théorème des fonctions homogènes d'Euler pour les grandeurs thermodynamiques non extensives et finalement le théorème du Viriel en projection suivant la direction verticale. Ce modèle conduit à un système algébro-différentiel constitué de quatre équations différentielles du premier ordre en espace, et deux équations algébriques de contrainte. Ce système étant fortement non-linéaire, il est résolu numériquement par méthode asymptotique numérique.

Résultats

Les résultats issus de nos expériences de laboratoire en mode « advancing contact line » sont présentés sur les graphiques de la figure 2 (désignés dans les légendes par « Exp »). On observe que l'angle macroscopique de contact décroît rapidement pour les faibles volumes de la goutte ($V < 100 \mu\text{l}$) puis atteint une valeur minimale vers $V = 250 \mu\text{l}$, et ne varie quasiment plus pour les plus grands volumes. On peut remarquer que l'angle macroscopique de mouillage atteint sa valeur minimale lorsque la hauteur de la goutte atteint sa valeur asymptotique. Ceci nous conduit à conjecturer que l'angle de macroscopique de mouillage décroît lorsque la pression hydrostatique augmente dans la goutte, puis se stabilise avec cette dernière, lorsque la goutte atteint sa hauteur limite. Le rayon de mouillage augmente quant à lui monotonement avec le volume de goutte. Il n'y a donc pas de stick-slipping durant cette phase « advancing contact line ».

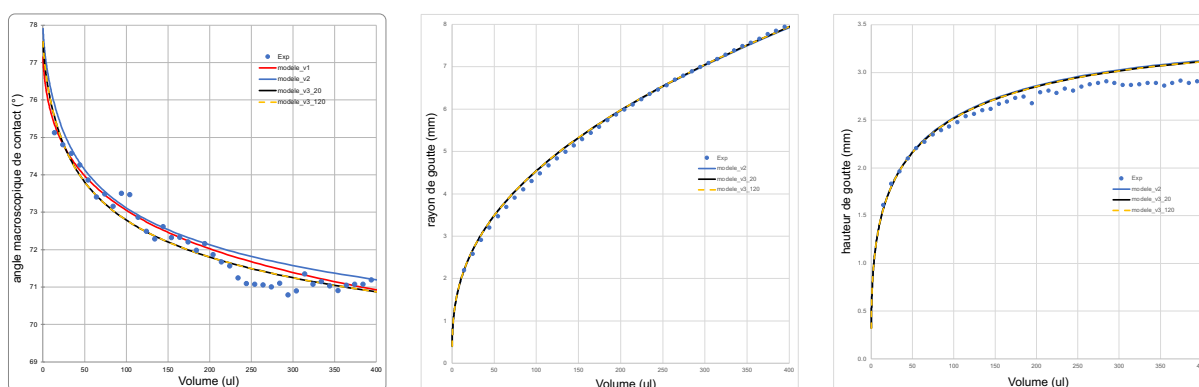


Figure 2 : Confrontation des résultats expérimentaux et du modèle en fonction du volume de la goutte (mode « advancing contact line ») : a) angle macroscopique de mouillage ; b) rayon de mouillage ; c) hauteur de la goutte.

Les résultats du modèle sont aussi reportés sur les graphes de la figure 2 (avec des légendes « modèle », suivi d'un numéro de version). Comme un des paramètres d'entrée du modèle fait intervenir l'énergie de la zone où les trois phases (solide-liquide-gaz) se rencontrent (« three-phase-zone ») et que la valeur de cette dernière n'est pas disponible dans la littérature scientifique, nous avons cherché à prendre la valeur qui rapprochent au mieux les résultats du modèle à ceux de l'expérience. Avec les valeurs considérées, nous obtenons un bon accord sur toutes les quantités observables (angle de mouillage, rayon de mouillage et hauteur de goutte). Nous pouvons ainsi comprendre comment la gravité influence l'angle macroscopique de contact, ainsi que le rôle de l'énergie de la zone triple dans l'évolution de celui-ci, en « advancing », mais aussi en « receding contact line ».

Perspectives

Nous envisageons de solliciter des créneaux lors de prochaines campagnes de vols paraboliques (CNES), ainsi qu'en centrifugeuse (ESA), afin d'élargir la gamme des valeurs de gravité permettant de consolider les résultats préliminaires présentés ci-dessus.

Publications

À venir.

4.4 Influence de la gravité sur l'angle macroscopique de mouillage : Résultats expérimentaux
H. Elaidi, H. Benabdelhalim, M. Medale, D. Brutin

Influence de la gravité sur l'angle macroscopique de mouillage : Résultats expérimentaux

Hamza Elaidi¹, Houssine Benabdelhalim¹, Marc Medale¹, David Brutin¹

¹ Aix Marseille Univ, CNRS, IUSTI, Marseille, France

Les situations de mouillage partiel résultant du contact d'un liquide avec un substrat solide, dans un environnement fluide (liquides non miscible ou gaz), sont omniprésentes tout autour de nous. Ainsi, une meilleure compréhension de leurs caractéristiques intrinsèques, telles que la capacité de mouillage ou d'étalement pour un ensemble donné de propriétés physico-chimiques caractérisant le système liquide, solide et fluide environnant, ou la dynamique d'évaporation qui en découle, est une quête récurrente depuis plus de deux siècles.

Les principales questions scientifiques sous-jacentes au mouillage partiel sont les suivantes : à partir d'un ensemble connu de propriétés matérielles du système solide-liquide-fluide environnant et d'un volume connu de liquide, peut-on prédire ou retrouver la taille et la forme macroscopiques résultantes (problème direct) ? Inversement, à partir de la forme et du volume connus, peut-on identifier les propriétés interfaciales individuelles du système (problème inverse) ? Pour répondre à cette dernière question, il faut surmonter les problèmes liés à la détermination des contributions physiques individuelles mises en jeu.

En effet, même dans une approche macroscopique qui intègre les échelles de longueur les plus basses aux plus hautes, il y a au moins quatre propriétés matérielles clés à quantifier : trois tensions de surface (solide-liquide, liquide-fluide environnant et solide- fluide environnant) ainsi que la tension de ligne qui agit à la ligne de contact. Malheureusement, ces quatre quantités clés pour le mouillage partiel ne peuvent pas être mesurées directement et indépendamment, mais sont identifiées au moyen de modèles constitutifs, dont les entrées ne sont que des combinaisons des propriétés physiques recherchées. Il existe de nombreuses façons de réaliser l'identification des propriétés interfaciales en statique ou en dynamique. La question centrale devient alors : quel modèle constitutif doit-on utiliser pour identifier les propriétés interfaciales recherchées ? L'objectif de cette étude est de contribuer à répondre aux questions posées plus haut, dans les configurations pour lesquelles la gravité ne peut être négligée (aplatissement de la goutte).

Nous avons développé un nouveau dispositif expérimental pour quantifier l'effet du volume de la goutte sessile et de la gravité sur les paramètres de mouillages, cf. figure 1. Ce dispositif consiste à injecter le liquide à travers un trou percé dans le substrat contrairement à la méthode traditionnelle qui consiste à déposer une goutte sur le substrat. Le liquide de travail, l'eau distillée, est injecté par l'intermédiaire d'une pompe électronique équipée d'une seringue, sur un substrat en PMMA. Nous avons utilisé deux appareils photos : un premier pour vérifier l'axisymétrie des gouttes et un deuxième pour la prise d'images utilisées dans l'analyse.

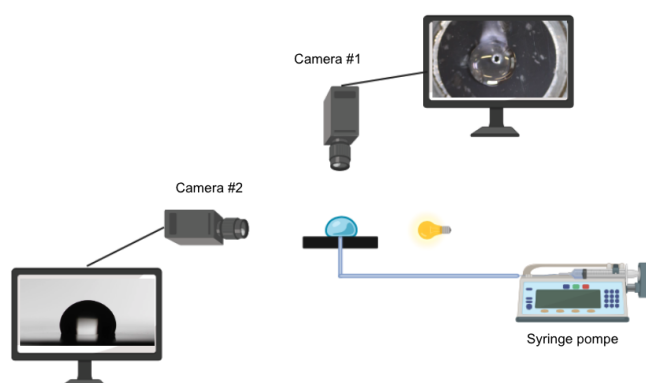


Figure 1 : Dispositif expérimental de création d'une goutte sessile

Résultats

Nous avons réalisé des mesures en augmentant le volume de 10 μl à 180 μl par incréments de 10 μl . Dans la figure 9, nous pouvons constater que l'augmentation du volume de la goutte entraîne une diminution de l'angle de contact macroscopique entre l'eau et le PMMA. Initialement, avec un volume de 10 μl , l'angle de contact est de 72,3° et la goutte a une forme de calotte sphérique. Cependant, au fur et à mesure que nous augmentons le volume, l'angle de contact diminue et atteint environ 67,3°, à ce moment, la goutte a une forme aplatie.

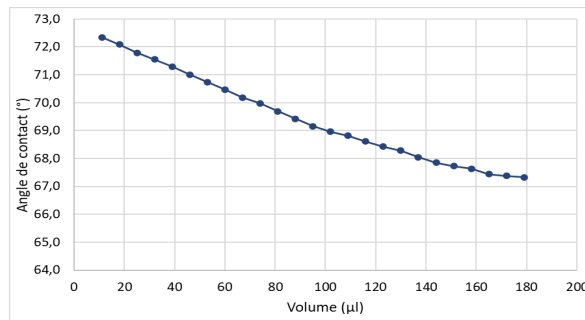


Figure 2: Angle de contact (Eau/PMMA) en fonction du volume

Sous des conditions expérimentales similaires, 11 tests ont été réalisés pour s'assurer de la répétabilité des mesures. Les résultats obtenus, figure 3, confirment notre constatation initiale. L'angle de contact diminue avec l'augmentation du volume de la goutte jusqu'à atteindre une valeur minimale, contrairement au rayon qui augmente monotonement. Quant à la hauteur de la goutte, elle augmente jusqu'à atteindre une valeur asymptotique. La déviation des résultats est attribuée à la mesure initiale de l'angle de contact, qui peut varier légèrement d'une mesure à l'autre.

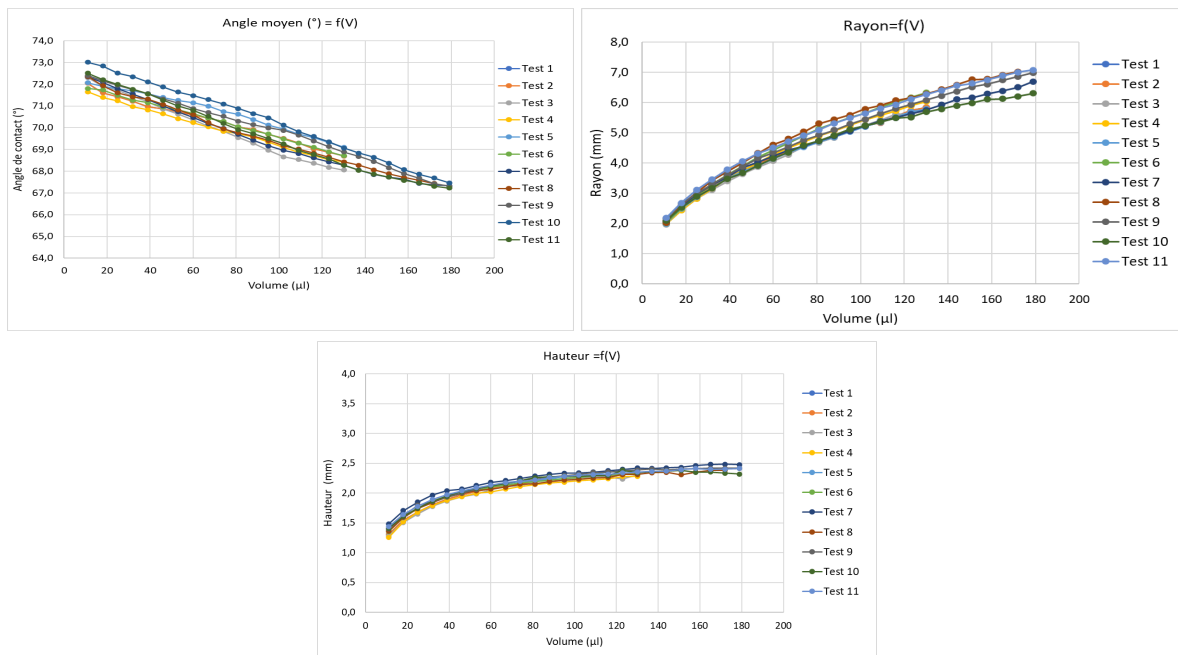


Figure 3: Configuration des résultats expérimentaux, eau/PMMA, en fonction du volume de la goutte : a) angle de contact macroscopique ; b) en fonction du volume sur une plaque de PMMA (11 tests)

Perspectives

Nous envisageons de réaliser des expériences sur différents types de substrats dans des conditions d'avancement et de recul de la ligne de contact afin de consolider les résultats préliminaires présentés ci-dessus.

- 4.5 Ebullition convective sur site isolé en microgravité : Résultats de l'expérience RUBI
Md. Q. Raza, L. Torres, M. Mbaye, J. Sebilliau, S. Tanguy, A. Urbano, **C. Colin**

Ebullition convective sur site isolé en microgravité : Résultats de l'expérience RUBI

Md. Qaisar Raza¹, Loric Torres¹, Modou Mbaye¹, Julien Sebilleau¹, Sébastien Tanguy¹, Annafederica Urbano², Catherine Colin¹

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

² ISAE Supaero, Université de Toulouse, CNRS

Les écoulements diphasiques avec changement de phase (ébullition) sont présents dans de nombreuses applications terrestres et spatiales. L'IMFT mène des études sur ces écoulements depuis de nombreuses années dans le cadre du GDR MFA et d'un programme de l'Agence Spatiale Européenne (MAP project Multiscale Analysis of Boiling). Cette année a été principalement consacrée au post-traitement des données de l'expérience RUBI (Reference mUltiscale Boiling Investigation) dans le cadre du post-doc de Modou Mbaye et à la simulation numérique directe de l'ébullition en microgravité dans la thèse de Loric Torres. RUBI 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 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 [1]. 3440 expériences ont été réalisées en ébullition en vase, en ébullition convective avec un écoulement et en ébullition sous champ électrique sans et avec écoulement. 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. L'IMFT a participé à un benchmark sur le traitement des images avec 5 autres équipes européennes [2].

Résultats

Les images correspondant à la croissance de bulles sous écoulement ont été traitées (figure 1). La figure 2 montre l'évolution temporelle du diamètre des bulles successives. L'évolution des diamètres de bulles suit une loi de la forme $D(t) = 2k\sqrt{\alpha t}$ caractéristique d'une croissance diffusivo de la bulle de vapeur, α étant la diffusivité thermique du liquide. La constante k augmente avec le temps, avec la surchauffe de paroi et diminue avec la vitesse du liquide et le sous refroidissement. La croissance de la bulle est contrôlée par l'évaporation au pied de la bulle dans la zone proche paroi et la recondensation au sommet de la bulle dans le liquide sous refroidi. Peu de mesures de la température liquide ont été effectuées. La température de paroi a été mesurée par thermographie infrarouge et les données sont actuellement en cours de traitement. La dynamique de détachement des bulles a été étudiée à l'aide d'un bilan de forces [3]. Les bulles se détachent en glissant sur la paroi et la coalescence des bulles est responsable de leur détachement [4].

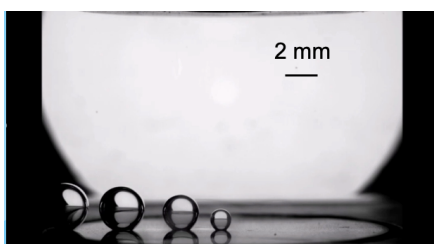


Figure 1 : bulles en écoulement

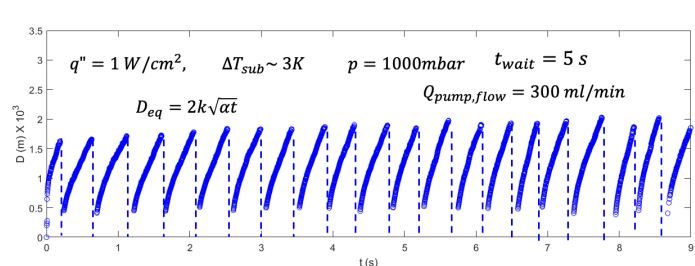


Figure 2 : Evolution temporelle du diamètre des bulles

Parallèlement au traitement des données expérimentales, des simulations numériques directes de l'ébullition ont été réalisées par Loric Torres sur la croissance de bulles isolées sans écoulement. Le code maison DIVA, basé sur une approche Level Set couplée à un solveur Navier-Stokes, a été développé pour prendre en compte le changement de phase liquide-vapeur. Le solveur a été validé par rapport à des données expérimentales pour l'ébullition nucléée dans des conditions de gravité

normale [5]. Des simulations numériques dans des conditions de microgravité ont également été réalisées dans [6]. Dans ces conditions, un diamètre d'équilibre peut être atteint en raison de l'équilibre entre l'évaporation et la condensation. Cependant, cette étude préliminaire ne prend pas en compte le flux de chaleur dans la micro-région à proximité de la ligne de contact. Par conséquent, nos objectifs sont d'étudier l'ébullition nucléée dans des conditions de microgravité pour les fluides mouillants et partiellement mouillants, et d'élucider l'influence du flux de chaleur dans la micro-région sur la croissance globale de la bulle. Un couplage approprié entre le solveur numérique direct et un modèle de micro-région a été réalisé [7]. Les simulations numériques ont été comparées aux résultats de l'expérience RUBI. Les résultats numériques montrent un bon accord avec l'expérience lorsque le flux de chaleur dans la micro-région est pris en compte (figure 3). En revanche, une grande disparité est observée entre les simulations sans modèle de micro-région et les expériences.

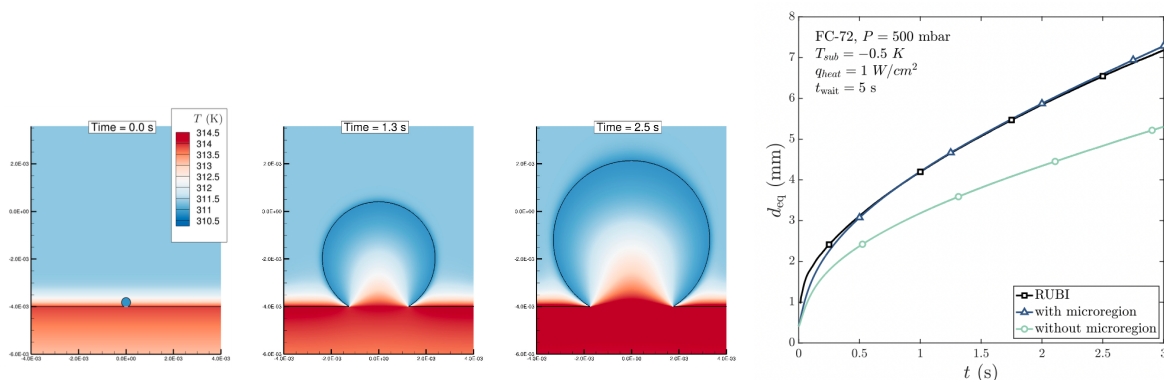


Figure 3 : Evolution du rayon de la bulle et du champ de température – Comparaison avec l'expérience RUBI

Perspectives

Les mesures par thermographie infrarouge sont en cours de traitement et devraient permettre de modéliser la croissance de la bulle. Les simulations numériques ont été réalisées en configuration 2D axisymétriques. L'implémentation du modèle de micro-région devra être étendu en 3D pour permettre des simulations tridimensionnelles de l'ébullition en écoulement.

Publications

- [1] Sielaff et al., The Multiscale Boiling Investigation on-board the International Space Station: An overview, *Applied Thermal Engineering*, 205 ATE 117932, 2022.
- [2] Oikonomidou O. et al, Bubble growth analysis during subcooled boiling experiments on-board the international space station: Benchmark image analysis, *Advances in Colloid and Interface Science* 308, 102751, 2022.
- [3] Raza Q., Mbaye M., Sebilleau J., Colin C., Torres L., Tanguy S., Urbano A., Hydrodynamics and heat transfer around an isolated bubble in a shear flow in microgravity, *50th Birthday of IJMF*, Vienne 29 aout-1 Septembre 2023.
- [4] Raza M.Q., von Kockritz M., Sebilleau J., Colin C., Zupancic M., Bucci M., Troha T., Golobic I., Coalescence-induced jumping of bubbles in shear flow in microgravity, *Phys. Fluids* 35, 023333, 2023.
- [5] Huber G., Tanguy S., Sagan M., et Colin C., Direct numerical simulation of nucleate pool boiling at large microscopic contact angle and moderate Jakob number, *IJHMT*, (113) 662-682, 2017.
- [6] Urbano A., Tanguy S., Colin C., Direct numerical simulation of nucleate boiling in zero gravity conditions, *IJHMT*, (143) 118521, 2019.
- [7] Torres L., Urbano A, Colin C., Tanguy S.,. On the coupling between Direct Numerical Simulation of Nucleate boiling and a Micro-Region model at the contact line, en révision dans *JCP*, 2023.

4.6 *Modèle de films dans le caloduc oscillant*
V. Nikolayev, X. Zhang, M. Abela

Modèle de films dans le caloduc oscillant

Vadim Nikolayev, Xiaolong Zhang et Mauro Abela

Service de Physique de l'Etat Condensé, CEA, CNRS, Université Paris-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 par 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. Lors de l'oscillation les ménisques des bouchons liquides déposent un film liquide de $\sim 50 \mu\text{m}$ d'épaisseur. Les PHP sont de très bons candidats pour le refroidissement de l'électronique de puissance dans des satellites. Airbus DS est intéressé. Conjointement avec G. Boudier (CNES/DTN/TVO/TH) nous avons obtenu un postdoc CNES. Il sera basé au CNES/Toulouse et se portera à la fois aux tests expérimentaux des caloducs développés par Airbus et la simulation numérique avec le code CASCO (Code Avancé de Simulation de Caloduc Oscillant) développé au CEA. Ce travail est prévu de débuter en janvier 2024.

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 minces. Ce modèle est basé sur les études antérieures^{1,2,3} des phénomènes physiques au voisinage de la ligne triple de contact liquide-vapeur-solide en présence de l'évaporation. Nous

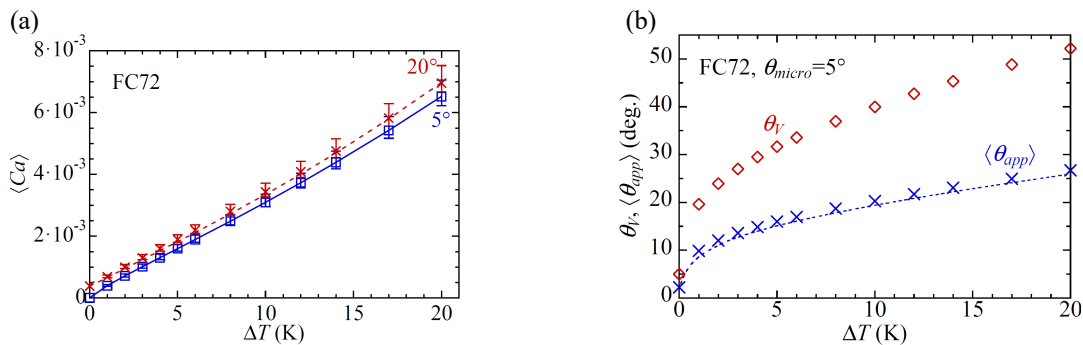


Fig. 1 Comparaisons entre la simulation² 2D (symboles) [3] et la théorie simplifiée multi-échelle (lignes) [1] pour la vitesse adimensionnée (le nombre capillaire $Ca = \mu U_{cl} / \sigma$) du recul de la ligne triple (a) et les angles de contact apparent dynamique θ_{app} et apparent en statique θ_v (b) en fonction de la surchauffe ΔT de la paroi.

avons développé notamment une approche simplifiée [1] permettant de calculer la dynamique de recul de la ligne triple (Fig. 1). Cette approche ne se limite pas au domaine des caloducs oscillants et peut être appliqué également pour la simulation de la croissance des bulles lors de l'ébullition, par exemple.

Suite à ces études, un modèle unidimensionnel des films liquides dans les PHP a été proposé et appliqué au PHP le plus simple (monobranche) qui est un capillaire fermé d'un côté et connecté de l'autre à un réservoir liquide à la température constante (Fig2a). Ce modèle de dimensionnalité réduite est nécessaire pour simuler des dizaines de bulles qui existent simultanément dans le PHP à branches multiples. Le modèle consiste à remplacer le film du profil réel assez complexe (représenté à gauche) par un film plat, dont la longueur et l'épaisseur variables dans le temps sont décrites aux études précédentes. Notamment, l'épaisseur du film déposé par le ménisque reculant est donnée

¹ Zhang, X. & Nikolayev, V. S. *Liquid film dynamics with immobile contact line during meniscus oscillation*, *J. Fluid Mech.*, **2021** vol. 923, A4.

² Zhang, X. & Nikolayev, V. S. *Dewetting acceleration by evaporation*, *J. Fluid Mech.*, **2022** vol. 948, A49.

³ Nikolayev, V. S. *Evaporation effect on the contact angle and contact line dynamics*, In: Marengo, M. & De Coninck, J. (eds.), *The Surface Wettability Effect on Phase Change*, [Chapter 6](#), Springer, **2022**, 133 - 187.

par la formule d'Aussilou-Quéré, tandis que le début de la déposition du film a lieu quand la vitesse de ménisque dépasse une certaine valeur seuil

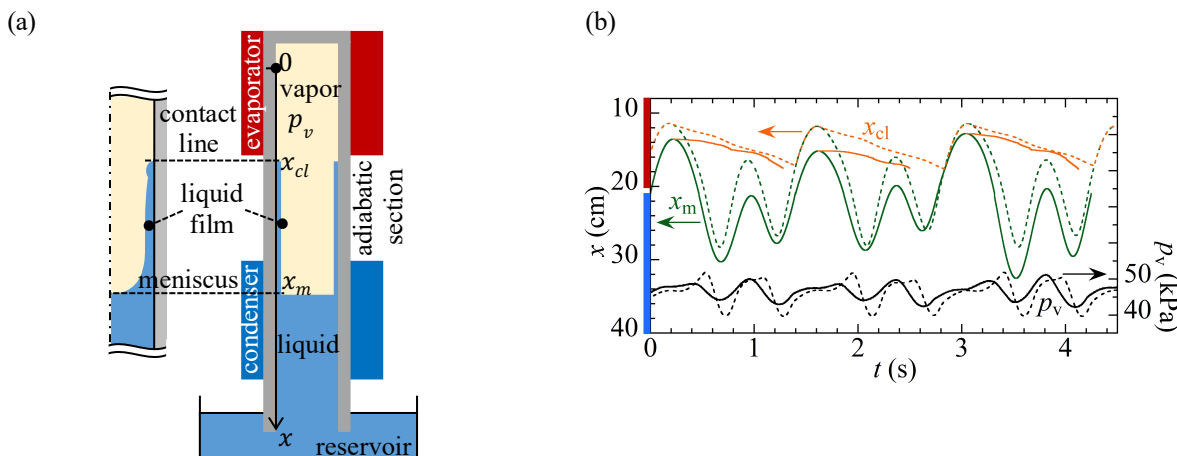


Fig. 2 (a) Chemin du PHP monobranche. (b) Oscillations de ménisque, de ligne triple et de la pression dans la vapeur. Les résultats expérimentaux⁵ sont indiqués avec des lignes solides, tandis que les courbes issues de la modélisation [2] sont en pointillées.

obtenue dans des simulations 2D hydrodynamiques.⁴ Pour valider notre modèle, nous avons simulé l'expérience de Rao et al.⁵ La comparaison montre un bon accord, bien meilleur que des approches précédents.

Notre prochain objectif est de généraliser cette nouvelle approche pour le cas de nombreuses bulles de vapeur pour pouvoir simuler les PHP de la géométrie importante pour des applications industrielles (à branches multiples) dans la nouvelle version du code CASCO encore plus performante.

References 2023

1. Zhang, X. & Nikolayev, V. S. *Time-averaged approach to the dewetting problem at evaporation*, [EPL](#), **2023** vol. 142(3), 33002.
2. Zhang, X. & Nikolayev, V. S. *Physics and modeling of liquid films in pulsating heat pipes*, [Phys. Rev. Fluids](#), **2023** vol. 8(8), 084002. L'article a été sélectionné comme [Editor's suggestion](#) de Phys. Rev. Fluids

⁴ P. Gao, A. Liu, J. J. Feng, H. Ding, and X.-Y. Lu, *Forced dewetting in a capillary tube*, *J. Fluid Mech.* 859, 308 (2019).

⁵ M. Rao, F. Lefèvre, S. Khandekar, and J. Bonjour, *Heat and mass transfer mechanisms of a self-sustained thermally driven oscillating liquid-vapour meniscus*, *Int. J. Heat Mass Transf.* 86, 519 (2015).

4.7 A propos de l'évolution de gouttelettes d'eau en microgravité

C. Graziani, M. Nespoulous, R. Denoyel, S. Fauve, C. Chauveau, L. Deike, **M. Antoni**

A propos de l'évolution de gouttelettes d'eau en microgravité

C. Graziani¹, M. Nespoulous¹, R. Denoyel¹, S. Fauve², C. Chauveau³, L. Deike⁴, M. Antoni¹

¹Aix-Marseille Univ., MADIREL, ²LP ENS-Paris, ³ICARE Univ. Orléans, ⁴MAE/HMEI Princeton Univ., USA

Cette étude a pour objectif principal la description de la dynamique d'évaporation de populations de gouttelettes d'eau de quelques micromètres de rayon évoluant en micro-gravité. Elles sont produites par une compression suivie d'une détente d'un volume d'air confiné, initialement à la pression atmosphérique, et dont l'humidité relative H est contrôlée par un petit réservoir d'eau régulé en température. Le second objectif de cette étude est de décrire l'évolution de ces gouttelettes dans un écoulement de Von Karman. La cellule de mesure est cylindrique (diamètre 3 cm, hauteur 6 cm) et la compression/détente se fait depuis/vers un réservoir (d'environ 170 cm³). Elle est équipée de deux rotors coaxiaux contrarotatifs de diamètre 29 mm et distants de 6 cm. La microscopie par tomographie optique en transmission est utilisée pour identifier les gouttelettes et suivre leur évolution dans le temps. Le champ optique est d'environ 1 mm² et le volume sondé de 2 mm³ pour une résolution de 1 μm² par pixel. Dans les expériences au sol, de tels systèmes se déstabilisent rapidement du fait du drainage gravitaire. Des conditions de microgravité s'avèrent donc indispensables à leur étude.

Résultats

En condition de vol parabolique, les écoulements générés par la détente sont amortis 4 secondes après la formation des gouttelettes. Ces dernières présentent alors toutes des mouvements de faible amplitude résultant uniquement de l'accélération résiduelle des conditions de vol. Ces mouvements ont des temps caractéristiques suffisamment grands pour ne pas altérer la cohérence des images indispensable à la tomographie optique. Les séquences de microscopie tomographiques sont traitées une par une pour identifier chaque gouttelette. Cela permet notamment leur comptage et la détermination du temps d'évaporation (t_{evap}) en fonction de H . Le comportement de t_{evap} en fonction de $1/(1-H)$ est représenté dans la Figure 1. Les points de mesures apparaissent dispersés. L'origine de ce problème vient de l'intervalle de temps trop court entre chaque parabole qui ne permet pas un contrôle précis de la valeur de H dans la cellule de mesure. L'air tend à s'y enrichir en eau alors que celui du réservoir tend à s'assécher du fait des cycles successifs de compression/détente.

La Figure 1 montre toutefois des tendances. Sans surprise, pour les régimes sous-saturés l'évaporation est un phénomène plus rapide que dans les régimes proches de la saturation. Les droites de régression indiquent par exemple que $t_{\text{evap}} \approx 4,5$ s pour $1/(1-H) \approx 5$ ($H \approx 78\%$) alors que $t_{\text{evap}} \approx 20,6$ s pour $1/(1-H) \approx 35$ ($H \approx 97\%$). Les deux tendances qui tendent à se dégager sur cette figure sont, en revanche, plus surprenantes. Elles suggèrent un changement de régime évaporatif pour $H \approx 93\%$. Cela pourrait s'expliquer par le passage d'un régime où la convection est encore présente et les gradients d'humidités sont mal définis, à un régime où les gouttelettes sont quasi immobiles et la diffusion domine. Ces résultats seront prochainement vérifiés et complétés par les expériences de la campagne VP 175 du CNES.

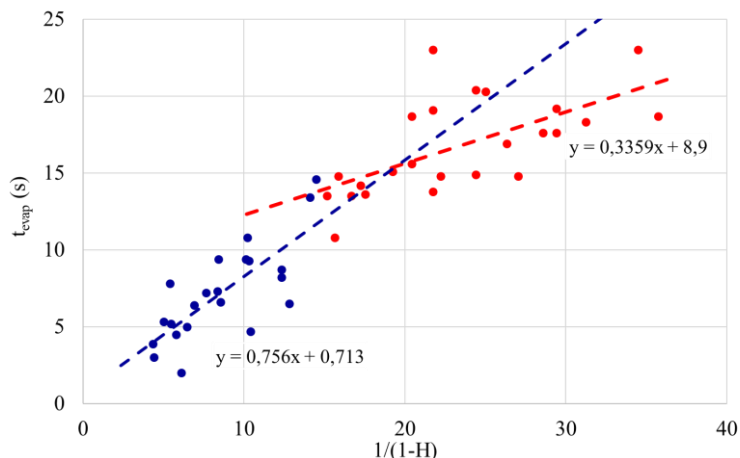


Figure 1 : Évolution du temps d'évaporation en fonction de $1/(1-H)$. La droite pointillée bleue (resp. rouge) correspond à une régression linéaire sur les points bleus (resp. rouges).

Les expériences en vol parabolique se sont également concentrées sur le comportement des gouttelettes en écoulement de Von Karman et la mesure de leur temps d'entraînement (t_{dr}) en fonction de la fréquence de rotation (f) des moteurs. Ce temps est défini ici comme le temps écoulé entre l'activation des rotors et la mise en mouvement des gouttelettes. Le comportement de $1/(t_{dr})$ en fonction de f est représenté sur la Figure 2 et montre une augmentation dans la gamme de fréquences accessible : 6 à 30 Hz. Aucun mouvement autre que celui associé à l'accélération résiduelle n'est observé lorsque $f < 4$ Hz alors que pour $f > 30$ Hz, les capacités de la caméra utilisée, une Optronis CP70-1HS-MC-1900 fonctionnant jusqu'à 2000 fps, deviennent insuffisantes. Pour ces expériences, la cohérence des images est souvent difficile à obtenir. Des développements d'imagerie sont en cours pour une mesure précise de t_{dr} . Dans ce travail, il est estimé par une simple inspection visuelle des vidéos avec une erreur inférieure à 0.1 s.

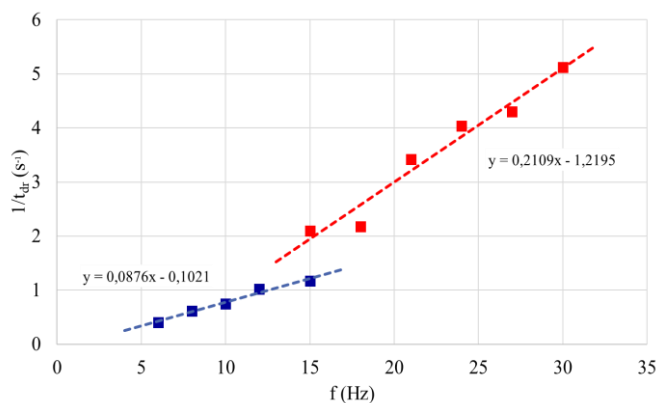


Figure 2 : Comportement de $1/(t_{dr})$ en fonction de la fréquence f de rotation des moteurs. La légende des droites est la même que dans la Figure 1.

La Figure 2 indique une rupture dans le comportement de $1/t_{dr}$ pour $f \approx 15$ Hz. Les études numériques n'indiquent pourtant aucune transition dans la nature des écoulements à cette fréquence. Une transition est attendue pour $f \approx 23$ Hz dans le cas d'un cylindre parfait. Cette différence pourrait s'expliquer par l'influence des irrégularités dans la cellule de mesure créées notamment par les arrivées d'air et les capteurs. Il se peut aussi qu'un décalage, récemment constaté dans le positionnement d'un des deux rotors, vienne modifier les écoulements de manière importante. Des mesures complémentaires sont prévues lors de la campagne VP 175 du CNES. Elles devraient apporter des réponses à ces questionnements.

Ce travail montre que des problèmes fondamentaux comme la cinétique d'évaporation de populations de gouttelettes ou encore leur entraînement dans un écoulement deviennent quantitativement accessibles en microgravité. La tomographie optique, bien que limitée pour des mouvements rapides des gouttes, démontre aussi de bonnes capacités d'analyse (à condition de disposer de caméras suffisamment rapides). Ces résultats montrent également la bonne adaptation des techniques mises en œuvre ainsi que la faisabilité d'études en microgravité sur des périodes plus longues que celles accessibles par les vols paraboliques.

Perspectives

Ces travaux vont demander de nouveaux développements instrumentaux. Des améliorations importantes restent en effet à entreprendre, notamment pour la régulation thermique de tous les éléments contenant l'air utilisé pour la formation des gouttelettes. Des expériences réalisées dans la campagne de vols paraboliques VP175 du CNES (octobre 2023) vont permettre de vérifier la faisabilité d'expériences d'évaporation de populations de gouttes lorsqu'elles se trouvent soumises à du rayonnement infra-rouge proche et lointain. Deux sources IR sont utilisées à cette fin. Ces expériences devraient permettre une évaluation quantitative des temps d'évaporation des gouttelettes en fonction de l'intensité et des temps d'exposition à ces rayonnements.

Publications

Graziani, C., Nespoulous, M., Denoyel, R., Fauve, S., Chauveau, C., Deike, L., Antoni, M., Comptes Rendus. Mécanique, 351, (2023).

- 4.8 Effet d'un champ magnétique DC sur le transport à l'intérieur d'un échantillon liquide en lévitation électromagnétique AC : résultats numériques
R. Pons, A. El Bakali, A. Gagnoud, **D. Chaussende**, O. Budenkova

Effet d'un champ magnétique DC sur le transport à l'intérieur d'un échantillon liquide en lévitation électromagnétique AC : résultats numériques

Romain Pons¹, Abdelmagid El Bakali¹, Annie Gagnoud¹, Didier Chaussende¹, Olga Budenkova¹

¹ Univ. Grenoble Alpes, CNRS, Grenoble INP, SIMaP

La lévitation – électromagnétique (EM), acoustique, hydrodynamique, etc – est un environnement permettant de manipuler un échantillon, solide ou liquide, sans contact. Au sein d'une atmosphère inerte contrôlée, cet environnement permet d'éviter la contamination des échantillons. La méthode de lévitation EM est mise en œuvre pour caractériser les propriétés thermophysiques des métaux liquides ou pour étudier les transitions de phases. Plusieurs projets scientifiques utilisent un léviteur électromagnétique disponible à la Station Spatiale Internationale (ISS) au sein du Material Space Laboratory (NEQUISOL, ThermoProp, PARSEC, etc¹). Cependant, la préparation des études à bord de l'ISS nécessite d'effectuer des tests préliminaires dans les conditions terrestres. Or, la force de pesanteur impose des conditions de lévitation EM différentes de celles observées en microgravité. En effet, le champ EM n'est plus symétrique et l'intensité de la force de Lorentz est beaucoup plus importante. Cela se traduit par une convection forcée assez intense à l'intérieur de l'échantillon, sa déformation et son absence de position d'équilibre stable. On suppose qu'un deuxième champ magnétique, DC, peut être utilisé afin de placer l'échantillon dans des conditions plus proches de la microgravité². Afin de développer cette idée, nous avons conçu et réalisé un dispositif permettant de coupler la lévitation EM avec la superposition du champ magnétique DC (dispositif MAGLEV) ; une instrumentation adaptée a été mise au point avec des moyens d'observation et de mesure à distance. Des mesures ont été effectuées en plaçant cette enceinte MAGLEV DC à l'intérieur d'une bobine de Helmholtz, capable de produire un champ magnétique DC avec une intensité maximale de 5 Tesla. Ce champ magnétique DC a une direction « horizontale » (perpendiculaire à la gravité) contrairement aux autres dispositifs existants³, dans lequel le champ DC est dirigé verticalement. La présente communication est essentiellement consacrée à la modélisation numérique de la lévitation EM avec superposition d'un champ magnétique DC.

Résultats

Les simulations numériques ont été réalisées avec COMSOL® Multiphysics® en prenant en compte la géométrie réelle de l'inducteur utilisé dans les expériences de lévitation. Cela a été possible grâce au fait que l'inducteur a été produit à partir d'un gabarit conçu préalablement numériquement et imprimé en utilisant la fabrication additive. Dans le modèle, l'échantillon a été considéré sphérique, non-déformable et immobile. La position de l'échantillon à l'intérieur de l'inducteur a été choisie en conformité avec les estimations réalisées grâce au traitement des images enregistrées lors des expériences. Le modèle prend en compte :

- le champ EM AC produit par le courant AC qui circule dans l'inducteur,
- la convection forcée, engendrée par la force EM produite grâce au champ AC,
- le chauffage Joule produit par le courant AC induit dans l'échantillon et l'échange de chaleur convectif
- la redistribution du potentiel électrique et l'apparition du courant induit causée par l'interaction du champ magnétique DC avec l'écoulement du liquide dans l'échantillon
- la force EM produite grâce au champ magnétique DC qui a un effet de freinage sur l'écoulement convectif.

Les conditions aux limites sur la surface de l'échantillon interdisent le passage du courant électrique à travers la surface. Elles prévoient également l'absence de contrainte de cisaillement et les pertes de chaleur dues au rayonnement thermique.

¹ Matson, D.M., Battezzati, L., Galenko, P.K. et al. npj Microgravity 9, 65 (2023), 10.1038/s41526-023-00310-2

² M. Watanabe, Y. Takahashi, et al., Thermochemica Acta, 708 (2022), p. 179119, 10.1016/j.tca.2021.179119

L'effet du champ magnétique DC sur l'écoulement et le transport convectif de la chaleur en fonction de la direction du champ DC est montré sur la fig. 1. Un champ de valeur $B=3\text{T}$ dans 2 plans méridionaux de la goutte de Ni de rayon $R=3.5\text{mm}$ a été considéré.

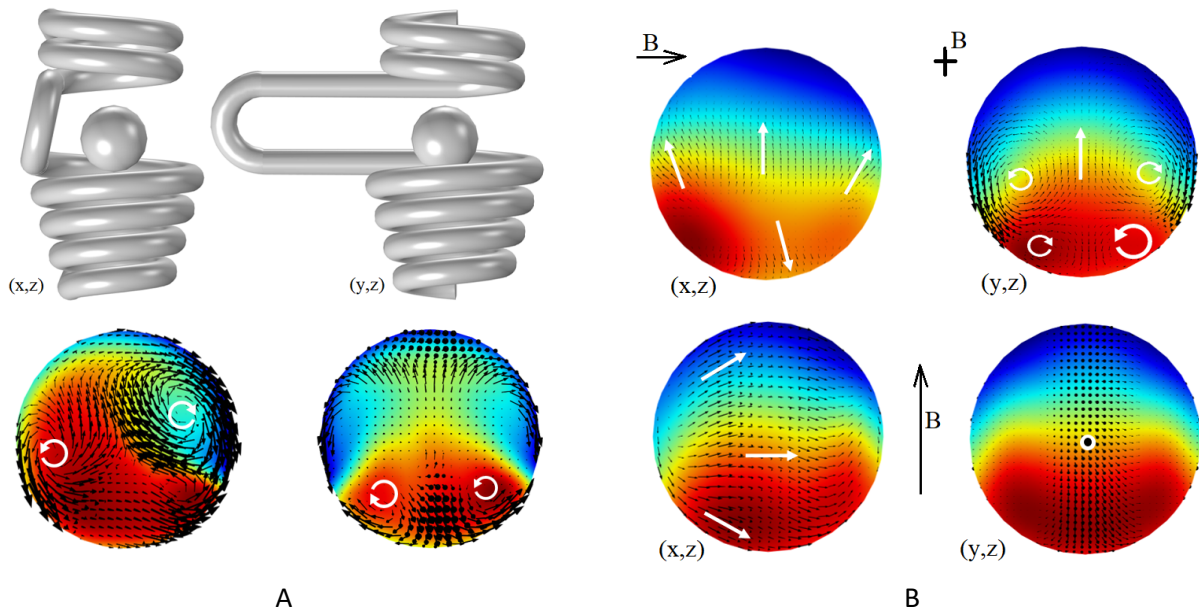


Figure 1 : Effet du champ magnétique DC $B=3\text{T}$ sur le champ de vitesse et le transfert de chaleur à l'intérieur de la goutte de Ni liquide. Sur la partie A en haut : la configuration de l'inducteur EM et la position de la goutte choisie pour la modélisation ; A en bas : champs de vitesse et distribution de température dans 2 sections méridionales en absence du champ magnétique DC ; sur la partie B, le champ de vitesses et la distribution de température pour les 2 sections méridionales dans la goutte sont présentés pour un champ $B=3\text{T}$ et dirigé selon l'axe x (B, en haut) et selon l'axe z (B, en bas)

A notre connaissance, ce type de simulation numérique qui prend en compte les effets tridimensionnels liés à la configuration réelle de l'inducteur est unique. Cette simulation permet ainsi une description plus fiable et réaliste du comportement de l'échantillon liquide en lévitation EM en conditions terrestres.

Le support du CNES sur le projet MAGLEV est très apprécié.

Publications

1. R. Pons, Thèse de Doctorat, soumis à IMEP2 Grenoble INP, date de soutenance 4 Décembre 2023
2. R. Pons, A. Gagnoud, D. Chaussende, O. Budenkova, Study of heat transfer in a nickel droplet in electromagnetic levitation, *Magneto hydrodynamics*, 2022, 58 (4), 483-490
3. R. Pons, A. Gagnoud, D. Chaussende, O. Budenkova, Design of a coil for electromagnetic levitation: comparison of numerical models and coil realization, 2022, 58 (1/2), 55-64 *Magneto hydrodynamics*

4.9 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 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 à l'intérieur de la goutte, (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.

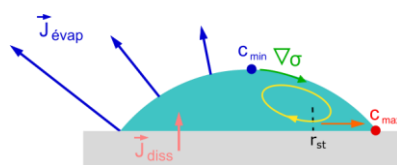
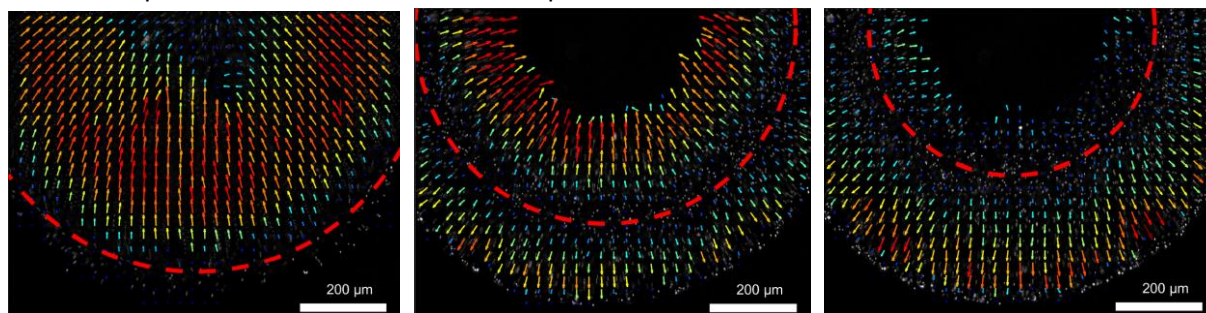


Fig. 1 : Haut : Profil d'écoulement dans le plan du substrat, de gauche à droite à $t=0.5, 0.15$ et $0.20 t_f$. Les pointillés rouges montrent la ligne de stagnation. Bas : Interprétation partielle du profil de vitesse.

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_r , 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 hémisphérique (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_{TL0} et l'angle de contact de celle-ci θ_0 (figure 2, droite)³. Les expériences sur terre et en vols 0g (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.

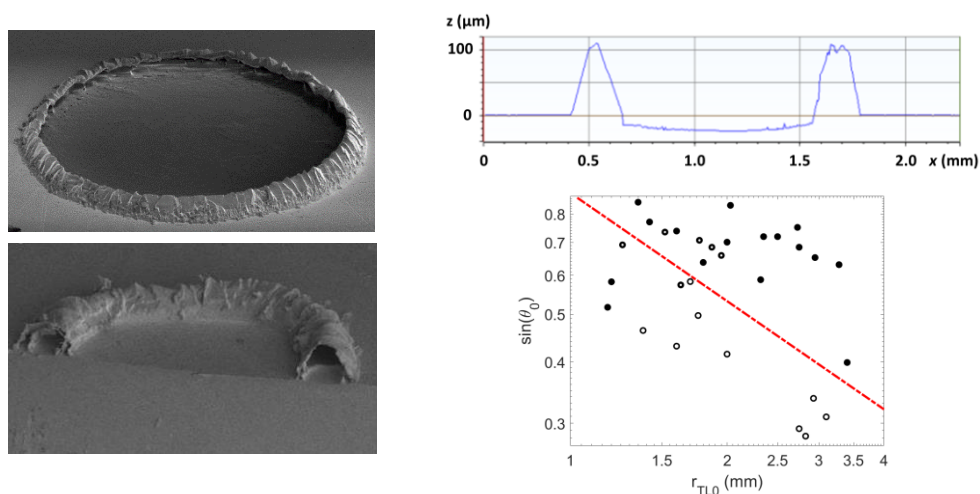


Fig. 2 : Gauche : exemples de clichés MEB après évaporation d'une goutte d'eau pure sur un monocristal de NaCl de types « ouvert », et « fermé » (après clivage). Droite : haut : profil typique de dépôt ; bas : diagramme des morphologies dans le plan (r_{TL0} , θ_0) (cercles vides : ouvert, pleins : fermé).

Remerciements : 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.

4.10 Expérience de Référence et Analyse Multi-échelle de l'Ebullition Nuclée : ERAMEN
L. Tadrif, F. Ronshin, A. Rednikov, I. Martin

Expérience de Référence et Analyse Multi-échelle de l’Ébullition Nucléée : ERAMEN

Lounès Tadriss¹, Fedor Ronshin^{1,2}, Alexey Rednikov³, Irina Martin¹

¹Aix-Marseille Université – IUSTI UMR 7343 – Marseille, France ²Kutateladze Institute of Thermophysics, 630090 Novosibirsk, Russia, ³Université libre de Bruxelles, TIPs, CP 165/67, Av. F.D. Roosevelt 50, 1050 Brussels, Belgium

Le projet Eramen vise à une meilleure compréhension des phénomènes mis en jeu lors de l’ébullition en vase. La démarche consiste à réaliser des expériences pour accéder aux phénomènes physiques mis en jeu aux différentes échelles spatio-temporelles. C’est pourquoi nous étudions l’ébullition dans des conditions canoniques avec une acuité particulière de l’effet de la gravité sur le comportement de la nucléation-croissance des bulles.

Les résultats expérimentaux obtenus associés aux simulations numériques permettront une analyse fine des phénomènes couplés mis en jeu et de développer une analyse théorique pour prédire les lois de transferts de chaleur.

Un dispositif expérimental pour l’étude de l’ébullition a été conçu et réalisé sur la base de l’expérience acquise des travaux antérieurs (Zamoum 2015, Tadriss et al 2020). En parallèle à cette expérimentation, nous avons poursuivi l’exploitation de l’expérience RUBI. Elle concerne les expériences d’ébullition en vase sur un site isolé réalisées dans la station spatiale internationale-ISS. L’analyse des expériences permettent d’interpréter les mécanismes à l’origine de la croissance des bulles et d’évaluer la contribution de chacun des phénomènes aux transferts de chaleur (¹Ronshin et al. 2023, ²Ronshin et al 2023).

Travaux réalisés

Etude de l’ébullition en microgravité – Analyse des données RUBI et modélisation :

Nous rappelons que l’expérience RUBI intègre l’ébullition en vase, l’ébullition convective et l’ébullition en présence d’un champ électrique. Ces trois situations sont étudiées par différentes équipes de recherche européennes associées à ce projet de l’agence spatiale européenne. Pour ce qui nous concerne nous avons poursuivi l’exploitation des données obtenues pour les cas d’ébullition en vase et développé un modèle théorique-numérique pour analyser les phénomènes de changement de phase lors de la nucléation croissance de bulles. Cette double approche permet de mieux aborder les phénomènes physiques mis en jeu.

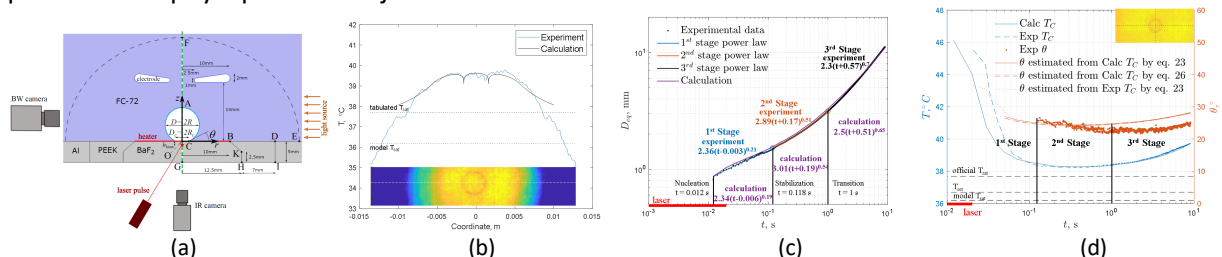


Figure 1: (a) Représentation schématique de la cellule d’ébullition RUBI et des éléments géométriques considérés pour la simulation numérique. La description détaillée de la cellule est présentée par Oikonomidou et al, (b) Profils de température mesurés et calculés à la surface du substrat le long des lignes en pointillé dans les encarts des données infrarouge, (c) Evolution du diamètre de la bulle, (d) évolution de l’angle de contact et de la température de la ligne de contact (b) depuis la nucléation de la bulle jusqu’à atteindre un diamètre supérieur au centimètre.

Pour les expériences, nous avons en plus de l’analyse d’image des films de nucléation-croissance de bulles de vapeur, réalisé l’exploitation des images infrarouges de la paroi chauffante. La figure 1(a) résume les approches mises en œuvre permettant d’exploiter les données obtenues par caméra visible et infrarouge. La figure 1 (b) donne un exemple d’image infrarouge de la paroi chauffée en présence d’une bulle en croissance. Sur cette courbe sont également portés les résultats obtenus par simulation numérique. Cette analyse couplée permet d’accéder aux caractéristiques géométriques et thermiques de la bulle en croissance depuis sa nucléation jusqu’à atteindre des tailles centimétriques. Nous avons mis en évidence quatre phases distinctes schématisées sur la figure 1(c). La phase zéro, explosive, n’est pas accessible par imagerie étant donné la faible fréquence d’acquisition d’images de la caméra (500

images/s). Cette approche couplée permet d'analyser finement le comportement de la bulle au niveau de la ligne de contact et d'évaluer les transferts thermiques responsables de la croissance de la bulle aux différentes échelles, depuis la limite cinétique (nm) à celle de la couche limite (cm) (²Ronshin et al 2023).

Expérience de référence – Mise en œuvre de capteurs d'ébullition :

Au cours de l'année 2022-2023, le nouveau dispositif expérimental a été réalisé et le montage avec l'instrumentation associée est en cours d'achèvement. Il sera opérationnel d'ici fin 2023. La cellule de mesure conçue est entièrement transparente (figure 2(a)). Elle permet une visualisation de la nucléation croissance bulles et des écoulements de convection naturelle. L'ébulliomètre réalisé a été testé sur une ancienne cellule de mesure. La calibration de l'ébulliomètre a été réalisée et les résultats obtenus sont prometteurs figure 2(b). Les conditions d'essai recherchées n'ont cependant pas été réalisées étant donné que la cellule d'essai ne permet pas de travailler en dépression. Cependant le capteur a été testé dans des conditions de nucléation de gaz incondensables. Sa sensibilité permet d'évaluer les transferts thermiques dans différents régimes : convection naturelle avec sans bulles de gaz (figure 2(b)).

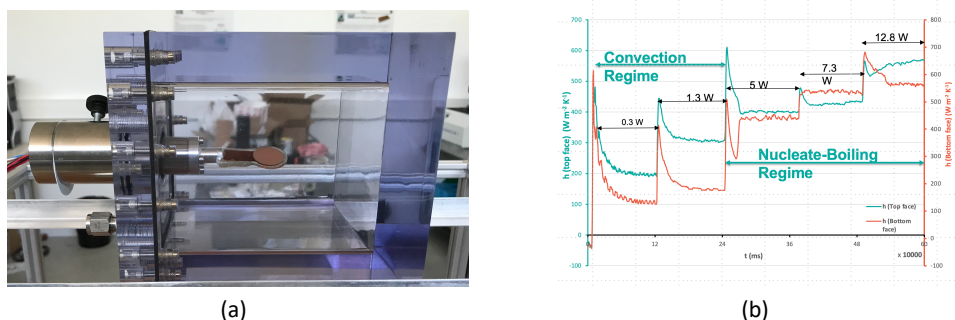


Figure 2 : (a) Vue latérale de la cellule d'expérimentation, (b) Variation du coefficient d'échange sur les faces supérieure et inférieure de l'ébulliomètre en absence et présence de bulles.

Perspectives : Elles seront orientées vers l'exploitation de RUBI (1) et vers l'expérience de référence où nous porterons notre attention sur une bonne maîtrise des conditions de nucléation (2).

1. Le sous refroidissement influence le comportement de la nucléation-croissance de bulles de vapeur. Il s'agira de poursuivre l'exploitation des données RUBI pour comprendre l'influence de la température du liquide en dehors de la zone chauffée sur la croissance de bulles de vapeur. Le modèle numérique sera testé et validé pour être exploité à des fins d'évaluation des transferts de chaleur à l'origine de la croissance de la bulle sur toutes les échelles concernées (du nanomètre au centimètre)
2. Le nouveau dispositif expérimental est en cours de finalisation. Les premières expériences seront entreprises dès la fin 2023. Il s'agira de valider les conditions opératoires et la surface chauffée avec les sites de nucléation réalisés. Les expériences avec une caméra rapide seront également mises en œuvre. Les premières campagnes de mesures débiteront dans le courant du 1^{er} trimestre 2024.

References

- Oikonomidou, O., Evgenidis, S., Argyropoulos, C., Zabulis, X., Karamaounas, P., Raza, M. Q., ... & Karapantsios, T. (2022). Advances in Colloid and Interface Science, 102751. <https://doi.org/10.1016/j.cis.2022.102751>
- Zamoum M. (2014) Etude expérimentale de l'ébullition mono et multi-sites en régime d'ébullition nucléée : Université M'Hamed Bougara, Boumerdes, Algérie.
- Tadrist, L., Combeau, H., Zamoum, M., & Kessal, M. (2020). *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 151, 119388. <https://doi.org/10.1016/j.ijheatmasstransfer.2020.119388>
- ¹Ronshin F¹, Kabov O., Rednikov A., Tadrist L. (2023) Experimental investigation of bubble growth on a single artificial nucleation site in microgravity conditions: influence of the liquid subcooling and non-condensable residuals, Proceedings of the 17th International Heat Transfer Conference, IHTC-17, Cape Town, South Africa
- ²Ronshin F., Kabov O., Rednikov A., Tadrist L. Investigation of bubble growth on a single artificial nucleation site near saturation conditions in microgravity To be submitted to Journal of fluid mechanics (2023)

Remerciements : Les auteurs expriment leur gratitude au CNES pour l'aide apportée à ce projet qui prolonge le projet RUBI réalisé sur la station spatiale internationale financé par l'ESA.

4.11 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 lieu 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.

Nous avons utilisé des microcoques produites dans l'équipe de Twente afin de démontrer l'existence d'un mécanisme à petite échelle, dans le cadre de faibles fréquences (Fig. 1). Ce résultat est la preuve de concept permettant d'envisager la suite de ce projet avec optimisme [1]. En parallèle, les simulations menées dans l'équipe de Freiberg, basées sur une modélisation de la coque inspirée de nos travaux communs antérieurs [2], ont retrouvé pour ces mêmes basses fréquences le déplacement expérimental, mais ont également permis de mettre en valeur des résultats intéressants à fréquences élevées (de l'ordre de 10-100 kHz), qui sont les fréquences visées in fine. En effet, si lorsqu'on augmente la fréquence d'activation la vitesse de déplacement croît d'abord linéairement avec la fréquence, mais au-delà d'un certain seuil (qui dépend des propriétés mécaniques de la coque et de l'amplitude de l'onde acoustique), un couplage complexe entre l'onde et la coque oscillante se met en place, conduisant à une réduction de la vitesse voire à une inversion de la direction de nage de la coque.

Les vitesses maximales mises en valeur dans les simulations sont de nombreux ordres de grandeur supérieurs aux vitesses atteintes par les autres candidats micronageurs proposés dans la littérature.

Nous mettons actuellement en place une expérience permettant de réaliser ces activations hautes-fréquences tout en visualisant le déplacement tri-dimensionnel des coques par détection ultra-sonore.

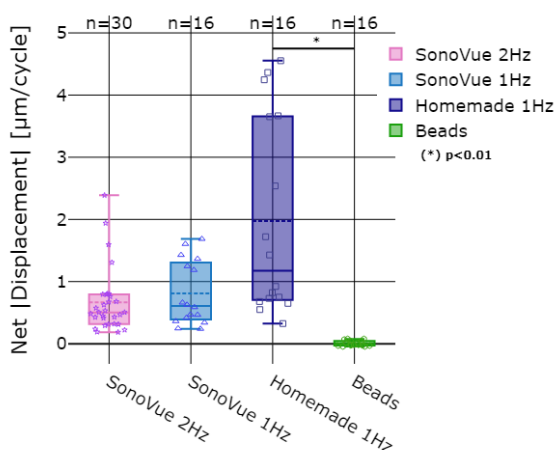


Figure 1 : Déplacements nets moyens sur un cycle de faible fréquence, pour des agents de contraste ultrasonore commerciaux (SonoVue) et pour des coques fabriquées à Twente (« homemade »). [1]

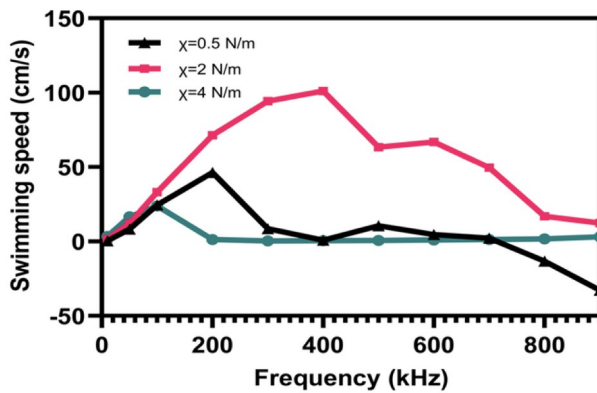


Figure 2 : Simulations : vitesse de nage d'une coque de module de compression dans le plan χ , en fonction de la fréquence d'activation, pour une amplitude d'onde fixe (et au-delà de la pression critique de flambage). Après le régime linéaire, le couplage onde-objet conduit à un comportement complexe [1].

Références

- [1] G. Chabouh, M. Mokbel, B. van Elburg, M. Versluis, T. Segers, S. Aland, C. Quilliet and G. Couplier, « Coated microbubbles swim via shell buckling », *Comm. Eng.* 2, 63 (2023).
- [2] G. Chabouh, B. van Elburg, M. Versluis, T. Segers, C. Quilliet and G. Couplier, « Buckling of lipidic ultrasound contrast agents under quasi-static load », *Phil. Trans. Roy. Soc. A* 381, 20220025 (2023).

Session 5

Mousses, émulsions, suspensions, gels

- 5.1 Glassy dynamics of ultralow cross-linked PNIPAM microgels
R. Elancheliyan, D. Truzzolillo, N. Segers, **L. Cipelletti**

Glassy dynamics of ultralow cross-linked PNIPAM microgelsR. Elancheliyan¹, D. Truzzolillo¹, N. Segers², L. Cipelletti^{1,3}¹ L2C, U. Montpellier, CNRS, Montpellier, France² Redwire Space, Kruibeke, Belgium³ Institut Universitaire de France, Paris, France

We present dynamic light scattering (DLS) ground experiments in preparation to the experiments on colloidal glasses on the COLIS apparatus, which will fly on the International Space Station (ISS) in 2025.

We focus in particular on experiments on colloidal glass formers. Since there will be only one cell per campaign, we need a sample where the relevant control parameter driving the colloidal glass transition, the particle volume fraction ϕ , can be varied through an additional tunable control parameter, rather than by preparing a series of distinct samples with different concentration c of particles (c in mass/mass) and hence different ϕ . Microgels based on poly(Nisopropylacrylamide) (PNIPAM), a thermosensitive polymer, can be used to this end: due to a change of the affinity of the polymer chains with water depending on temperature T , the radius R of microgel particles formed by cross-linked PNIPAM decreases with T , typically up to 50% in the range $18\text{ °C} < T < 30\text{ °C}$. The swelling/deswelling process thus allows for varying the volume fraction of a suspension at fixed c by changing R through a change in T , which is easily achievable in light scattering setups.

In the past, we studied extensively the dynamics of microgels synthesized according to the original recipe of Ref¹. We hoped to use the same system for the experiments onboard the ISS, but preliminary tests on COLIS showed that this system is too turbid to meet the required single scattering conditions in the cells used in COLIS. This year, we initiated a collaboration with the group of W. Richtering, one of the world leaders in the synthesis of microgels, who provided us with a new generation of “ultrasoft”, ultra-low cross-linked (ULC) PNIPAM microgels². These microgels are synthesized with no addition of cross-linking agents during polymerization: a modest amount of crosslinking is still achieved, due to the NIPAM monomers. As a result, the microgels are highly deformable and their scattering cross section is lower than for conventional PNIPAM microgels, making them suitable for single scattering studies in COLIS.

It is generally assumed that varying ϕ by changing T in a sample at fixed c results in the same behavior as varying ϕ by changing c in a sample at fixed T , implying that samples at the same ϕ have the same dynamics, regardless of T and c . This is far from obvious, since microgels in a different swelling state have different deformability and hence, in principle, a different soft-repulsive interaction potential.

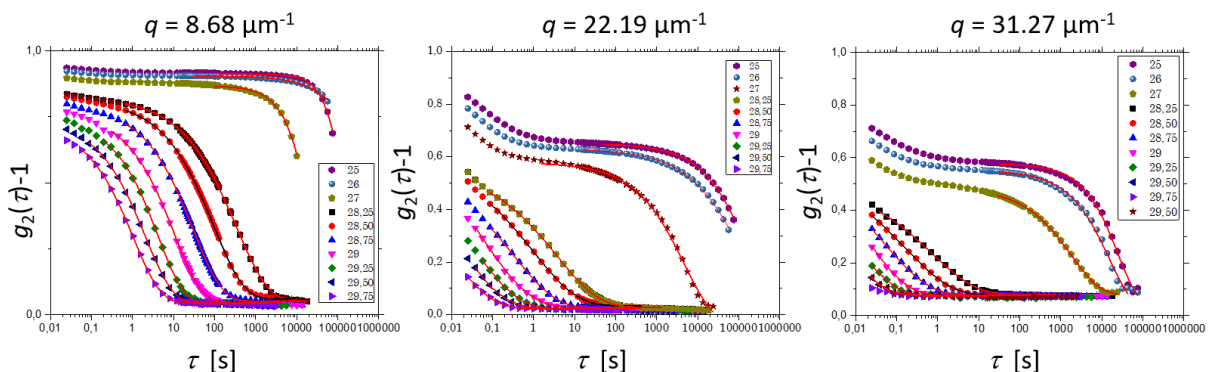


Figure 1: intensity correlation functions measured at three q vectors corresponding to scattering angles of 32.11° , 90° and 166.65° , from left to right. Data have been collected on COLIS at the temperatures ($^\circ\text{C}$) shown by the labels. The lines are fits to the data using a stretched or compressed exponential function, see text.

¹ H. Senff and W. Richtering, The Journal of Chemical Physics 111, 1705 (1999).

² A. Scotti, et al, Phys. Rev. E **102**, 052602 (2020).

To test this hypothesis, we have performed two series of experiments: in the first series, performed on COLIS, we used a single sample at fixed c and varied φ through T . In the second series, performed on our DLS setup at L2C, we prepared a series of samples with different c and measured their φ dependent dynamics. In the two series of experiments we used samples issued from physically distinct batches, but synthesized according to the same protocol. Figure 1 shows typical intensity correlation functions measured with COLIS in the first series of experiments, for the three wide scattering angles available on the setup. Data were collected after waiting enough time for the dynamics to be stationary. The lines are fits to the data of $g_2(\tau)-1 = A\exp[-2(\tau_r/\tau)^\beta]$, where we have used the popular stretched ($\beta < 1$) or compressed ($\beta > 1$) exponential function to model the final decay of the intensity correlation function g_2-1 . The decay time τ_r represents the microscopic relaxation time, *i.e.* the time it takes a microgel to move over a distance $\sim 1/q$, due to thermal fluctuations. For $q \sim 22 \mu\text{m}^{-1}$ (scattering angle $\theta = 90^\circ$), this distance is comparable to R and τ_r is the structural relaxation time.

In the second series of experiments we measured g_2-1 at a fixed $\theta = 90^\circ$, with $T = 20^\circ\text{C}$ and variable c . Figure 2 recaps the φ dependence of τ_r and β . In both series of experiments, φ was first calculated at $T = 20^\circ\text{C}$ using $\varphi = kc$, with $k = 44.8 \pm 0.9$ and $k = 48.4 \pm 2.1$ for COLIS and L2C, respectively, determined as described in Ref². For experiments at $T \neq 20^\circ\text{C}$, φ is then adjusted to account for the change of R with T , as determined by DLS on diluted suspensions² ($\varphi = 0.001\%$). To compare results at different T and q , τ_r is normalized by $\tau_0 = 6\pi\eta(T)R(T)/(k_B T q^2)$, the (T -dependent) DLS relaxation time for a diluted suspension, with η the solvent viscosity and k_B Boltzmann's constant. While there are some differences in the φ dependence of β , we find a remarkable collapse for the relaxation time, to within experimental uncertainties. A possible origin of this surprising behavior might be the spatial distribution of cross-links in the ULC microgels, which have a comparatively highly cross-linked shell². This shell probably is marginally affected by changes in T , which might explain the relative insensitivity of the interaction potential, and hence the suspension dynamics, on T , as implied by Fig. 2a.

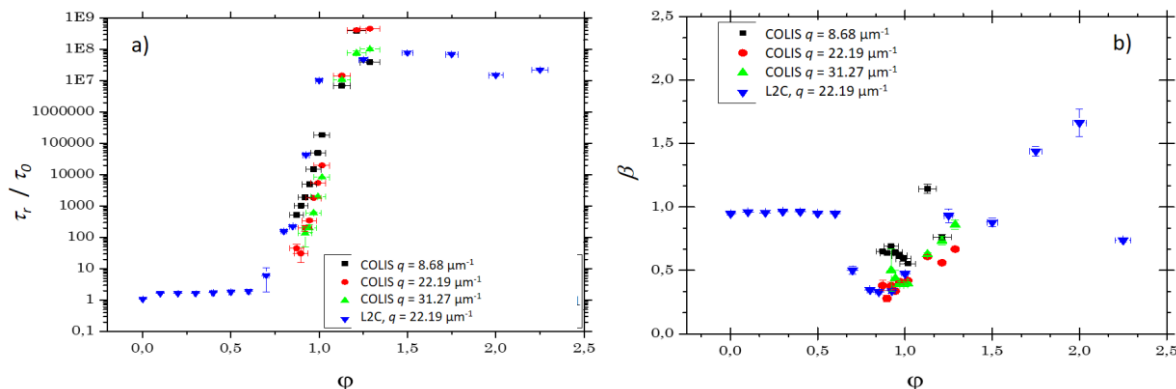


Figure 2. a) relaxation time of dense suspensions of ULS microgels as a function of φ . b): corresponding exponent β . Both parameters are extracted from fits to g_2-1 as measured with COLIS and in a DLS setup at L2C, see text for details.

Perspectives

We plan to analyze data at small angle that were collected during the COLIS campaign simultaneously to the wide angle data. Furthermore, additional measurements at L2C on a sample at fixed c and variable T are in progress, in order to make a direct comparison with the COLIS data.

Acknowledgements. We thank E. Lichaire for help in measurements and 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] S. Aime et al., A Unified State Diagram for the Yielding Transition of Soft Colloids, *Nat. Phys.* **1** (2023).
- [2] 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)
- [3] *Mesogels control volume to explore the glass transition*, AIP highlight, <https://aip.scitation.org/doi/full/10.1063/1.5001012>

5.2 Structure hiérarchique d'une mousse en cours de mûrissement
S. Cohen-Addad, N. Galvani, O. Pitois

Structure hiérarchique d'une mousse en cours de mûrissement

S. Cohen-Addad¹, N. Galvani^{1,2}, O. Pitois²

¹Sorbonne Université – Institut des Nanosciences de Paris, UMR 7588 – Paris

²Université Gustave Eiffel, Laboratoire Navier, UMR 8205 – Champs-sur-Marne

Contexte

L'un des objectifs de notre projet CNES « mousses de fluides complexes » est d'étudier le mûrissement des mousses élaborées à partir d'une émulsion afin de comprendre comment celle-ci peut ralentir voire bloquer ce processus dans une mousse contenant une teneur en liquide élevée. 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. 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 4^{ème} 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, et en collaboration avec l'équipe de D. Langevin, nous nous sommes récemment intéressés à l'évolution de la distribution de tailles de bulles au cours du mûrissement ainsi qu'aux lois de croissance de la taille moyenne des bulles pour des mousses très humides.

Résultats

Le mûrissement des mousses, induit par les différences de pression de Laplace entre bulles voisines, conduit à une augmentation progressive de la taille moyenne des bulles. On s'attend à ce que la croissance atteigne un régime statistiquement autosimilaire (SS), et une loi de croissance du rayon moyen $\langle R \rangle \sim t^{1/2}$ où t est l'âge de l'échantillon. Lorsque la fraction volumique de liquide ϕ excède ϕ^* correspondant à la transition de blocage, les films de contact entre bulles disparaissent, et on s'attend alors à une loi $\langle R \rangle \sim t^{1/3}$, analogue au mûrissement d'Ostwald des systèmes dilués.

Nous avons mesuré la distribution de rayons des bulles observées à la surface de mousses humides ou de liquides bulleux au cours du mûrissement, sur des durées pouvant aller jusqu'à plusieurs jours, ce qui est rendu possible grâce à la microgravité [2]. Nous observons que la distribution normée des rayons de bulles devient indépendante du temps, ce qui est caractéristique du régime SS. La distribution présente alors deux populations de bulles : l'une constituée de bulles bloquées les unes contre les autres et formant le réseau de la mousse, la seconde constituée de petites bulles qui errent dans les interstices liquides entre les premières (fig. 1A). Nous avons prédit la loi d'échelle du rayon caractéristique de la transition à laquelle une bulle devient errante en fonction du rayon moyen des interstices, fixé comme dans un poreux par la perméabilité au transport de liquide et la conductivité électrique [3]. Les deux populations fusionnent à la transition de blocage $\phi^* \approx 39\%$, bien supérieure à $\phi_{rcp,mono} \cong 36\%$ attendue pour un empilement de sphères dures monodisperses et nous attribuons ce décalage à un mécanisme d'adhésion entre les bulles. Dans le même temps, la loi de croissance du rayon moyen des bulles passent abruptement d'un exposant 1/2 à 1/3 quand $\phi > \phi^*$ [4] avec une vitesse de mûrissement qui décroît progressivement jusqu'à devenir comparable à la vitesse de dissolution des bulles errantes (fig. 1B). Cette différence de vitesse permet à la population errante de se maintenir. Nous avons montré que la distribution de tailles de bulles est bien décrite comme la somme de deux distributions log-normales. En comparant l'indice de polydispersité mesuré pour le réseau des bulles bloquées à celui prédit par simulation numérique pour des empilements denses de sphères de même distribution log-normale, nous avons déduit la fraction volumique de l'empilement compact aléatoire caractéristique d'une mousse dans le régime SS : $\phi_{rcp} \approx 31\%$ [3]. La polydispersité induite par le mûrissement diminue donc significativement la valeur de ϕ_{rcp} comparé à ϕ_{rcp} . Dans la

¹ Les trois campagnes précédentes ont eu lieu en 2020, 2021, 2022.

mesure où ϕ_{rcp} et ϕ^* pour une mousse adhésive sont les transitions auxquelles l'aire des films de contact tend vers zéro, ces fractions jouent un grand rôle dans la vitesse de mûrissement d'une mousse [4]. Ces résultats forment le corpus de référence sur lequel notre étude des mousses complexes s'appuie.

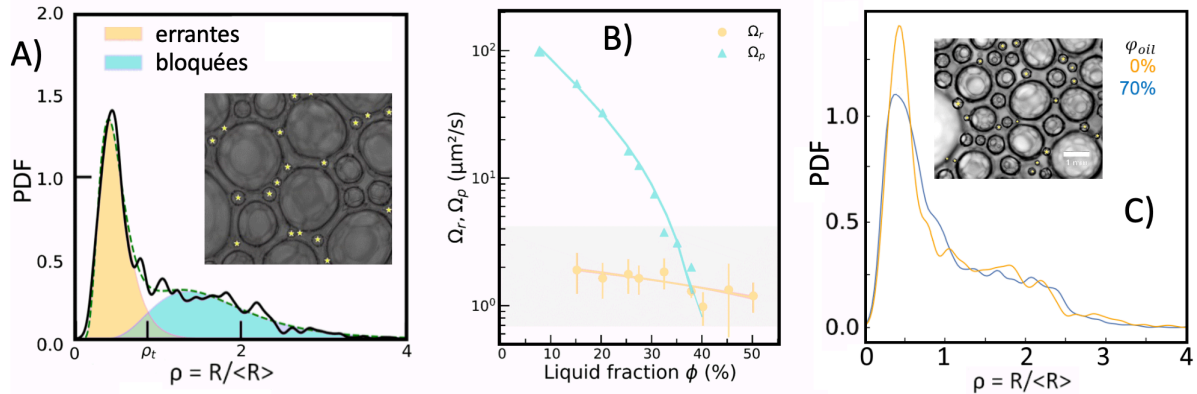


Figure 1 : A) Distribution des rayons de bulles dans le régime SS ($\phi=25\%$). Insert : Bulles errantes (*) dans les interstices entre les bulles bloquées dans la mousse ($\phi=15\%$). B) Vitesse de mûrissement de la mousse Ω_p et vitesse de dissolution des bulles errantes Ω_r . C) Distribution des rayons de bulles pour deux mousses de même fraction liquide $\phi=25\%$ avec : $\phi_{oil} = 0\%$ (i.e. mousse liquide simple) ; $\phi_{oil} = 70\%$ mousse d'émulsion. Insert : Petites bulles constituant les pics respectivement à $\rho = 0.43$ and $\rho = 0.37$. Les indices de la phase aqueuse et de l'huile sont accordés, ce qui rend l'émulsion transparente et permet d'observer la surface de ces mousses par vidéomicroscopie, comme dans l'ISS.

En parallèle à ces analyses, 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 ϕ (eau + huile) dans la mousse. Nous avons mis au point un dispositif rotatif, de type « clinostat », qui compense les effets gravitaires résiduels et permet d'étudier au sol ces mousses très humides. Nos premiers résultats montrent que ces mousses d'émulsion atteignent un régime de croissance SS, dans lequel on distingue une population de petites bulles (mais qui ne sont plus errantes, du fait de la contrainte seuil de l'émulsion qui les entoure) et une population de grosses bulles bloquées dans la mousse (fig. 1C). Cependant la forme de la distribution des petites bulles semble différente de celle de la mousse simple correspondante. Nous cherchons à comprendre l'effet de la contrainte seuil de l'émulsion interstitielle sur la distribution de tailles de bulles, et sur la loi de croissance de leur taille moyenne.

Publications

- [1] 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).
- [2] 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, "Aqueous foams in microgravity, measuring bubble size", *Comptes Rendus Mécanique* **351**, 1-23 (2023).
- [3] N. Galvani, M. Pasquet, A. Mukherjee, A. Requier, S. Cohen-Addad, O. Pitois, R. Höhler, E. Rio, A. Salonen, D. J. Durian, and D. Langevin, "Hierarchical bubble size distributions in coarsening wet liquid foams", *Proc. Natl. Acad. Sci. U.S.A.* **120** (38) e2306551120 (2023).
- [4] M. Pasquet, N. Galvani, A. Requier, S. Cohen-Addad, R. Höhler, O. Pitois, E. Rio, A. Salonen, and D. Langevin, "Coarsening transitions of wet liquid foams under microgravity conditions", *Soft Matter* **19**, 6267-6279 (2023).

5.3 Hydrodynamique des mousses humides

A. 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

Nous étudions les mousses à différentes échelles, en associant diverses expériences afin de mieux comprendre leur stabilité et de déterminer la contribution de la gravité.

1. Etude de mousses en microgravité

Les mousses dites « humides », ont une fraction liquide ϕ importante, typiquement supérieure à 10 %. Elles 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 $R = A t^\beta$, 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 entre mousses sèches et 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. Un premier batch de 20 échantillons contenait des solutions aqueuses stabilisées par un tensioactif (TTAB) avec ou sans co-tensioactif (dodécanol).

Nous avons d'abord montré que la taille des bulles, mesurée avec des images de surface et la transmission de lumière par le volume, est la même. Il a fallu pour ce faire revoir la théorie de la transmission qui ne s'appliquait pas à la géométrie des cellules et au type d'illumination. Nous avons également montré que les distributions de taille en surface et en volume sont les mêmes. Ces résultats ont été publiés en collaboration avec l'équipe de l'INSP et avec Douglas Durian (University of Pennsylvania) dans l'édition spéciale de CRAS pour les 30 ans du GDR MFA.

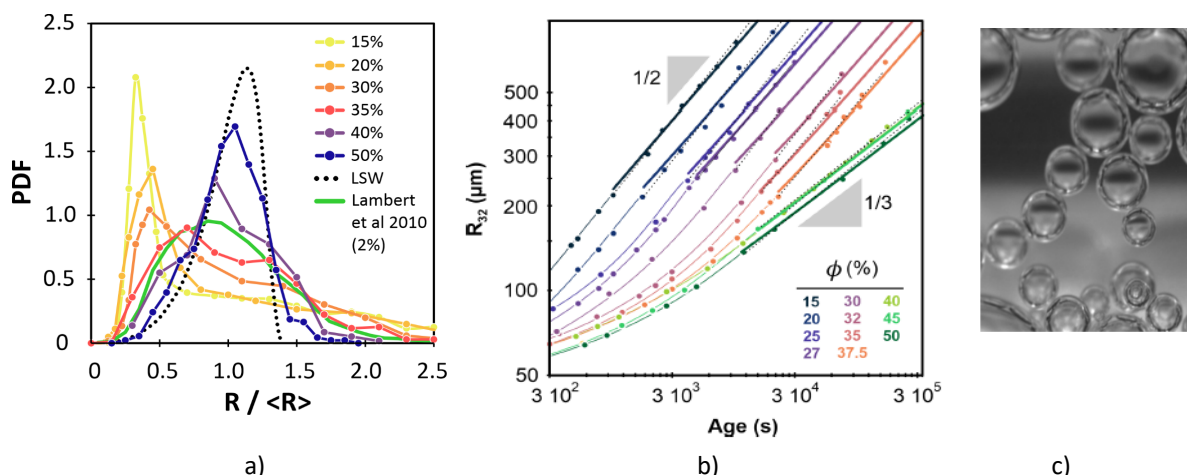


Fig 1. A) Distribution asymptotique de taille de bulle pour les différentes fractions liquides étudiées dans l'ISS $\phi = 15-50\%$; courbe verte $\phi = 6\%$, expérience sur terre; courbe pointillée, distribution théorique, $\phi \sim 100\%$. . B) rayon des bulles en fonction du temps à différentes fractions liquides. C) image montrant l'adhésion entre bulles

Nous avons ensuite observé que les distributions de tailles de bulle évoluent vers un régime stationnaire de type hiérarchique dans lequel les petites bulles sont sur-représentées par rapport aux observations sur terre (Figure 1A). Nous expliquons ce phénomène par le fait que les bulles en dessous d'une certaine taille se retrouvent dans les interstices entre les grosses bulles sans les toucher, donc perdent leur gaz très lentement. Le phénomène n'a pas été détecté sur terre car l'espace entre bulles est très petit. Ce résultat vient d'être publié dans PNAS toujours avec les mêmes collaborateurs.

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. L'accord est assez bon jusqu'à la fraction d'empilement compact de bulles ϕ_{rcp} (31%) que nous avons calculé pour la polydispersité mesurée ($\phi^* < 36\%$ si les bulles sont polydisperses). De manière surprenante, le changement d'exposant est très rapide et se produit à un ϕ plus élevé ($\phi \sim 39\%$). Nous expliquons ce phénomène par une adhésion entre les bulles (Figure 1C). Au-delà du *jamming*, le mûrissement observé pour les liquides bulleux est plus important qu'attendu. Ces résultats viennent d'être publiés dans *Soft Matter*.

L'étude d'un deuxième batch de 24 échantillons a commencé en 2021, mais a été interrompu en raison de pannes. Un nouveau module a été installé en 2022 et l'étude des échantillons restés sur place ainsi que 12 nouveaux a pu être terminée. Un dernier batch de 12 échantillons est en cours d'étude cette année. Le changement de composition des liquides (changement de viscosité, de type de film, de rhéologie superficielle) devrait nous aider à mieux comprendre les nouveaux phénomènes que nous observons. L'analyse des réarrangements entre bulles est en cours.

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 des films entre bulles. Nous réalisons en particulier 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.

Nous avons étudié le mûrissement 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.

Publications (2023)

- M. Pasquet, N. Galvani, O. Pitois, S. Cohen-Addad, R. Hohler, A. T. Chieco, S. Dillavou, J. M. Hanlan, D. J. Durian, E. Rio, A. Salonen and D. Langevin, (2023) "Aqueous foams in microgravity, measuring bubble sizes". *Comptes Rendus de l'Académie des Sciences. Mécanique*, **351**, 1-23.
- M. Pasquet, N. Galvani, A. Requier, S. Cohen-Addad, O. Pitois, R. Hohler, E. Rio, A. Salonen and D. Langevin. (2023) "Coarsening transitions of wet liquid foams under microgravity conditions". *Soft Matter* **19**, 6267-6279
- N. Galvani, M. Pasquet, M. Mukherjee, A. Requier, S. Cohen-Addad, O. Pitois, R. Hohler, E. Rio, A. Salonen, D. Durian and D. Langevin, (2023) "Hierarchical bubble size distributions in coarsening wet liquid foams" *Proceedings of the National Academies of Sciences*, **120**, e2306551120,
- Guidolin, C., MacIntyre, J., Rio, E., Puisto, A., Salonen, A. (2023), "Viscoelastic coarsening of quasi-2D foam". *Nature Communications*, **14**: 1125.

Remerciements : Nous remercions Sylvie Cohen-Addad et Reinhard Höhler (INSP, Paris), Florence 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 Rôle du fluidifiant et de la géométrie sur la rhéologie de suspensions magnétiques concentrées en écoulement continu ou oscillant
G. Bossis, Y. Grasselli, A. Ciffo, O. Volkova

Rôle du fluidifiant et de la géométrie sur la rhéologie de suspensions magnétiques concentrées en écoulement continu ou oscillant

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 porté 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 générer de grandes variations de viscosité à l'aide d'un faible champ magnétique. Depuis la mise en évidence de cette possibilité, nous avons d'une part progressé dans la compréhension générale du phénomène et d'autre part montré qu'il s'observait également dans des écoulements capillaires. Un obstacle à l'utilisation de ces suspensions dans des dispositifs industriels est la forte densité des particules magnétiques de fer carbonyle ($\rho=7.7 \text{ g/cm}^3$) 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 sans dégrader le changement de viscosité par application d'un champ magnétique. Pour éviter cette agrégation irréversible le rôle de la couche de polymère adsorbée à la surface des particules est primordial. En outre la géométrie utilisée pour appliquer le champ joue aussi un rôle important. Nous avons récemment étudié l'incidence de ces facteurs et également la réponse de ces suspensions lors d'un écoulement oscillant qui est toujours présent dans les dispositifs antivibratoires

Resultats

Le fluidifiant utilisé est une molécule formée de deux groupes phosphonates PO_3H attachés par un azote à une chaîne polyoxyéthylène de 44 unités $\text{O-CH}_2\text{-CH}_2$ (nom commercial Optima). Les groupements phosphonates chargés négativement s'adsorbent sur les atomes de fer ou de calcium chargés positivement alors que les chaînes hydrophiles restent dans le liquide suspendant (mélange d'eau et d'éthylène glycol). C'est la répulsion entre ces couches de polymère qui évite l'agrégation.

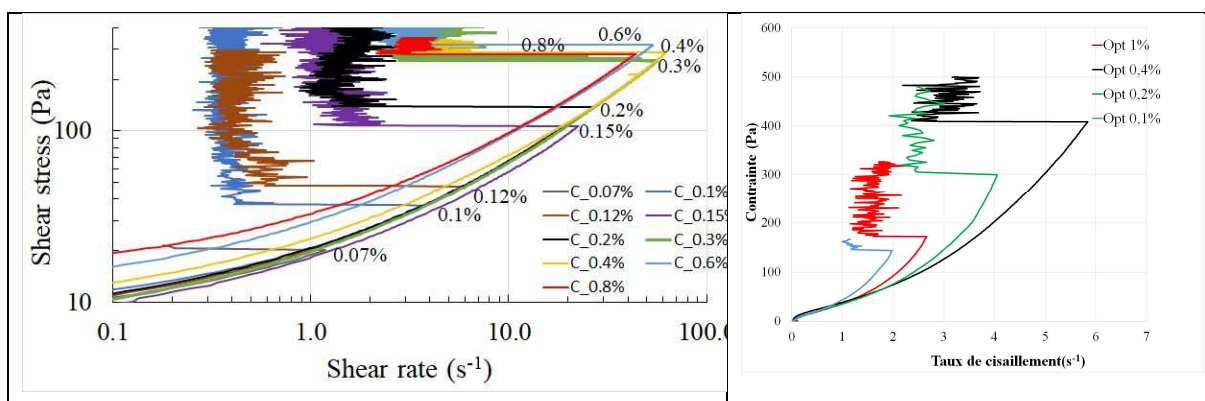


Figure 1 : Evolution du point de blocage d'une suspension de fer à 64% en volume en fonction de la concentration (masse de fluidifiant/masse de particules) de fluidifiant

Figure 2 : Evolution du blocage d'une suspension bidisperse (70% en volume dont 5% de fer par rapport à CaCO_3) en fonction de la concentration de fluidifiant

On voit que dans les deux cas : fer seul ou fer + carbonate de calcium le point de blocage recule vers les plus hauts taux de cisaillement pour une concentration de l'ordre de 0.4%. Une concentration

supérieure n'apporte rien comme on le voit sur la figure 1 et peut au contraire réduire le taux de cisaillement critique(cf figure 2 à 1%). Par la suite on utilisera ce taux de 0.4%.

L'effet du champ magnétique sur la modulation du point de blocage-et donc de la viscosité-, qui est l'objectif de cette étude, dépend aussi de la géométrie du dispositif comme on peut le voir sur la figure 3. Sur cette figure on a reporté les rhéogrammes de la même suspension de fer à une concentration de 64% avec 0.4% de fluidifiant dans deux géométries : dans la première la suspension est contenue entre 2 disques parallèles et dans la deuxième entre 2 cylindres. Dans les deux cas le champ est dirigé suivant l'axe vertical de symétrie . On voit que l'effet du champ est très supérieur dans la géométrie cylindrique. Ceci s'explique par le fait que, pour un même champ externe appliqué par les bobines, le champ interne dans la suspension est égal au champ externe dans le cas cylindrique mais est divisé par la perméabilité magnétique dans le cas des disques.

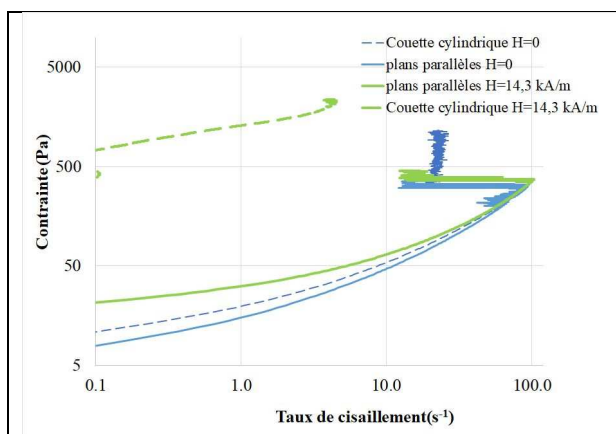


Figure 3 : Comparaison pour un champ H=0 et H= 14.3kA/m des rhéogrammes dans la configuration disques parallèles et dans la configuration cylindres concentriques.

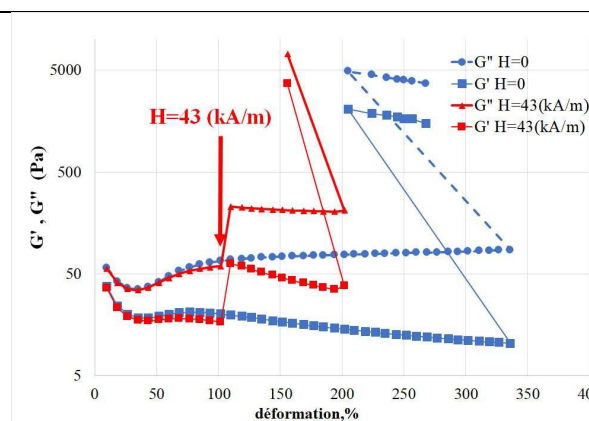


Figure 4 Evolution des modules viscoélastiques a champ nul (en bleu) et lors de l'application du champ H=43kA/m(en rouge)

Sur la figure 4 on a reporté les modules viscoélastiques G' et G'' correspondant respectivement aux parties en phase et en quadrature de phase de la contrainte en fonction de la déformation en régime oscillatoire à une fréquence de 5 Hz . On observe, comme pour le cas d'un écoulement stationnaire, un saut des modules à champ nul pour une déformation (amplitude de l'oscillation sur gap) de 3.4 et également une décroissance de cette déformation critique à une valeur de 2 pour un champ de 43kA/m. La discontinuité des modules lors de l'application du champ est bien connue par contre le saut discontinu de viscoélasticité lors d'une transition de blocage n'avait jamais été observé.

Perspectives

On s'est intéressé jusqu'ici à la rhéologie d'une suspension contenue entre 2 disques , 2 cylindres ou dans un capillaire mais pour certaines applications (extrusion de pâtes, imprimante 3D, jet d'abrasion, projection de ciment etc...) le comportement du fluide en sortie de conduite a une importance décisive sur le résultat du procédé. Nous allons par conséquent étendre notre étude aux comportements de jets en sortie de capillaires

Publications 2023

G.Bossis, O.Volkova, M.Dobler, Y.Grasselli , A.Cifreio "Discontinuous shear thickening with suspensions of magnetic particles" Chapter 12 in Soft Matter series: Magnetically Responsive Soft Matter ;Royal Society of Chemistry• ISBN-13: 9781839162275 (2023)
<https://doi.org/10.1039/BK9781839169755-00312>

G.Bossis, A.Cifreio,Y.Grasselli, O.Volkova Analysis of the rheology of magnetic bidisperse suspensions in the regime of discontinuous shear thickening, Rheologica Acta,62,205-223(2023) [hal-04016146v1](https://doi.org/10.1007/s00167-023-00416-1)

6.2 Dynamique de l'agrégation des globules rouges et rhéologie
M. Puthumana-Melepattu, G. Maîtrejean, C. Minetti, C. Wagner, **T. Podgorski**

Dynamique de l'agrégation des globules rouges et rhéologie

M. Puthumana-Melepattu¹, G. Maîtrejean¹, C. Minetti², C. Wagner³ et T. Podgorski¹

¹ Université Grenoble Alpes, CNRS, Grenoble INP, LRP, F-38000 Grenoble, France

² CREST, Université libre de Bruxelles, Brussels, Belgique

³ Universität des Saarlandes, Experimentalphysik, 66041 Saarbrücken, Allemagne

Les protéines du plasma sanguin sont responsables d'une agrégation réversible des globules rouges (GR) connue pour augmenter la viscosité du sang de plusieurs ordres de grandeur. Lors des vols spatiaux, les écoulements et la rhéologie du sang sont perturbés à l'échelle globale de l'organisme par la redistribution des volumes liquides. Il a été montré que ces bouleversements pouvaient conduire à l'apparition de zones stagnantes¹ où l'on peut soupçonner que des couplages entre agrégation des globules rouges, rhéologie et vitesse d'écoulement interviennent. Sous l'influence des changements hématologiques associés au vol spatial, ces mécanismes peuvent créer des conditions favorables à la coagulation et à la formation de thrombus. La taille, la forme et la structure de ces agrégats, qui déterminent la rhéologie du sang, sont régies par un équilibre entre les forces hydrodynamiques et les forces d'agrégation qui peuvent varier considérablement dans des conditions affectant la composition et les propriétés du sang telles que les vols spatiaux à long terme et diverses pathologies sur Terre.

Resultats

Désagrégation de globules rouges en écoulement élongationnel

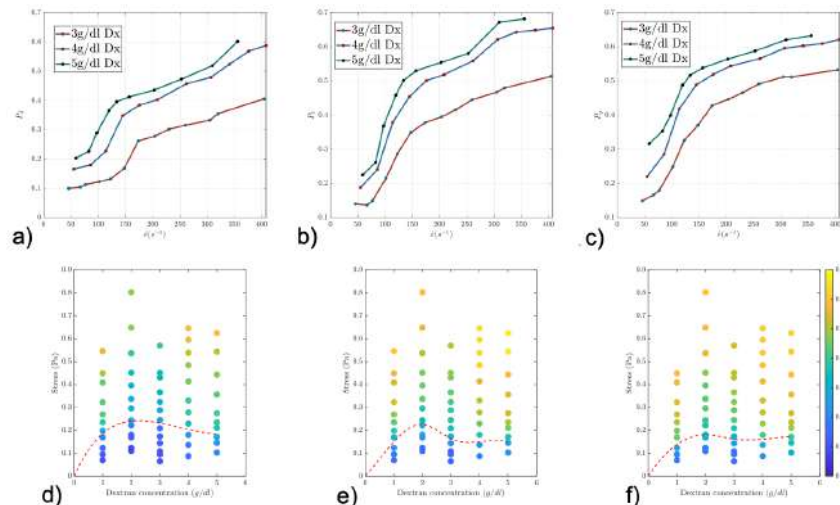


Fig. 1 : taux de dissociation d'agrégats de globules rouges en écoulement extensionnel en fonction du taux d'élongation ou de la contrainte d'élongation imposée (a,d : doublets, b, e : triplets, c, f : quadruplets)

Dans le cadre de la thèse de doctorat de Midhun Puthumana-Melepattu, nous avons réalisé une étude expérimentale de la dissociation d'agrégats de globules rouges sous contrainte hydrodynamique extensionnelle. La réponse des agrégats à ce type de sollicitation est pertinente pour la compréhension de leur stabilité dans les bifurcations d'un réseau de capillaire qui engendrent des contraintes extensionnelles transitoires. En combinant expériences en microfluidique dans des constriction hyperboliques et analyse de données basée sur une technique de réseau de neurones (CNN), nous avons pu pour la première fois déterminer les probabilités ou taux de dissociation des agrégats de

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

différentes tailles. Une publication est en cours de finalisation sur ces premiers résultats². En collaboration avec l'équipe de C. Wagner (Université de la Sarre), cette technique a été appliquée à la caractérisation de l'agrégabilité des globules rouges en fonction de leur âge, démontrant que les fractions les plus denses des globules rouges au sein d'un même échantillon, qui sont aussi les plus âgés (un globule rouge vit en moyenne 120 jours) formaient des agrégats significativement plus stables que les globules les plus jeunes et plus déformables. Ce deuxième volet fera l'objet d'une deuxième publication en préparation³.

Projet KRABS (Kinetics of Red cell Aggregation and Blood Structure-rheology link)

Le projet d'expérience KRABS que nous avons proposé en collaboration avec le CREST (ULB) a été sélectionné par l'ESA pour une expérience en fusée sonde MASER, probablement au premier semestre 2025. Il consiste à étudier le couplage entre agrégation et écoulement sanguin par des mesures simultanées de viscosité effective et des diagnostics optiques de l'agrégation (microscopie, diffusion de lumière, microscopie holographique. Notre première place dans le classement des projets retenus a entraîné une avancée rapide de sa mise en œuvre et la rédaction de l'ARD avant l'été. Afin de tester les concepts et techniques expérimentales proposées, nous avons réalisé une première campagne de vols paraboliques (CNES VP65) à l'automne 2023 sur un premier prototype de l'expérience (Fig. 2). Ces travaux se poursuivront par une deuxième campagne de vols paraboliques au printemps prochain, et la suite du processus de développement du module de fusée sonde.



Fig. 2 : Expérience KRABS développée pour la campagne de vols paraboliques VP 65 d'octobre 2023

Publications

S. Losserand, G. Coupier, T. Podgorski, Axial dispersion of Red Blood Cells in microchannels, *Physical Review Fluids*, 8, 043102 (2023).

A. Merlo, S. Losserand, F. Yaya, P. Connes, M. Faivre, S. Lorthois, C. Minetti, E. Nader, T. Podgorski, C. Renoux, G. Coupier, E. Franceschini, Influence of storage and buffer composition on the mechanical behavior of flowing red blood cells, *Biophysical Journal* **122**, 360-373 (2023)

T. Podgorski, Develop a gravity related experiment, *ESA-ELGRA Gravity-Related Research Summer School*, June 19-30, 2023.

M. Puthumana-Melepattu, G. Maîtrejean, T. Podgorski, Red blood cell disaggregation dynamics under Extension stress, ICR2023, Athens, Greece, July 29th-August 4th, 2023)

F. Yaya, S. Losserand, G. Coupier, C. Minetti, T. Podgorski, Red Blood Cell dynamics and aggregation in flow: Microgravity and microgravity-related experiments, MAP WHISKIES Final Meeting, ESTEC, Noordwijk, NL, 31 Aug.-1 Sep. 2023

² M. Puthumana, G. Maîtrejean, T. Podgorski, Disaggregation of red blood cell clusters in extensional flows, preprint (2023)

³ M. Puthumana, G. Maîtrejean, T. John, C. Wagner, T. Podgorski, Influence of red blood cell age on aggregate stability, in preparation (2023)

6.3 Circulation du Sang et Signalisation Biochimique

M. Abbasi, Z. Gou, G. Dixit, M. Dynar, A. Nayak, A. Farutin, **C. Misbah**

Circulation du Sang et Signalisation Biochimique

Mehdi Abbasi¹, Zhe Gou¹, Min Jin¹, Gopal Dixit¹, Mariam Dynar¹, Ananta Nayak¹, Alexander Farutin¹, Chaouqi Misbah¹

¹ Laboratoire Interdisciplinaire de Physique (Liphy), Université Grenoble Alpes et CNRS

La circulation du sang et son interaction avec l'endothélium, met en jeu des aspects fluidiques et biochimiques complexes. Une altération d'un de ces aspects peut conduire à des problèmes cardiovasculaires, la première cause de mortalité dans le monde. Les missions spatiales peuvent être également associées à de nombreuses altérations de ces aspects, telle la réduction du stress sanguin, un déséquilibre enzymatique (telle une surproduction d'amylase¹), qui sont à l'origine d'une dysfonction endothéliale, mais aussi d'une dégradation du glycocalyx des globules rouges. Une mission en fusée sonde est programmée avec l'ESA pour analyser l'impact de la gravité sur la dysfonction endothéliale. En parallèle, des études théoriques et expérimentales sont menées au laboratoire afin de comprendre les mécanismes subtils entre circulation du sang, signalisation biochimiques et l'altération du glycocalyx des cellules endothéliales (CE) et des globules rouges (GR). Cette altération conduit à la formation d'agrégats de GR, mais aussi à des adhésions indésirables entre GR et CE, résultant en des occlusions vasculaires, source de privation des tissus et organes en oxygènes et d'autres métabolites.

Résultats

(i) Expériences

Nous avons analysé expérimentalement la formation d'agrégats de GR après dégradation du glycocalyx des GR à l'aide de l'amylase. Une telle enzyme est surproduite lors de longs séjours spatiaux, et dans des pathologies comme la pancréatite. L'analyse par microscopie confocale montre une nette dégradation du glycocalyx (figure 1). Les GR traités par l'amylase montre une forte augmentation de la taille et la stabilité des agrégats (figure 2). L'amylase dégrade de manière non spécifique le glycocalyx. Nous avons également utilisé une autre enzyme (la neuraminidase) qui dégrade une molécule spécifique, l'acide sialique. Une telle molécule assure une répulsion électrique en GR et tend à réduire les agrégats de GR. Cette molécule se trouve aussi en déficit chez les patients diabétiques, ce qui peut expliquer la prévalence d'agrégats et d'occlusion chez ces patients. Le traitement des GR par cette enzyme montre également une forte augmentation des agrégats de GR.

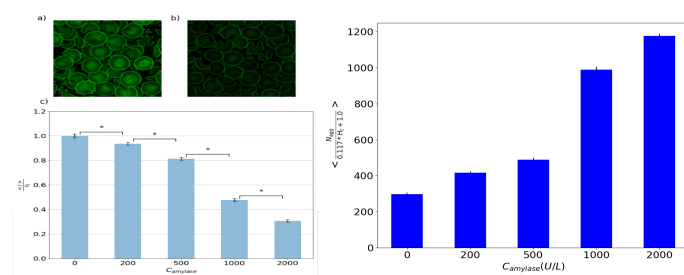


Figure 1: en haut à gauche microscopie. Confocale de GR non traités, et à droite des GR traités par amylase (2000 U/L). En bas l'intensité de fluorescence en fonction de l'activité de l'amylase

Figure 2 : taille des agrégats en fonction de l'activité d'amylase

(ii) Simulation

Sur le plan de la simulation nous avons développé plusieurs simulations

- Analyse de l'agrégation dans un canal en présence d'adhésion entre GR. Cette étude nous a permis de se coupler aux expériences décrites plus haut et déduire en particulier la relation entre l'activité de l'amylase et la valeur de l'énergie de l'adhésion.
- Analyse de la signalisation biochimiques : nous avons poursuivi notre analyse de la libération de l'ATP par les GR (initialement réalisée dans une géométrie simple) au cas d'un réseau

vasculaire. Un résultat remarquable est le fait que la libération de l'ATP est boostée au niveau des bifurcations du réseau (figure 3). Cette ATP sert, essentiellement, à générer du calcium (ion essentiel pour de nombreuses fonctions biologiques, et en particulier pour la vasodilatation, requise en cas d'hypoxie). Cette découverte montre que le calcium pourrait prendre naissance aux bifurcations et se propager ensuite aux autres régions du réseau vasculaire.

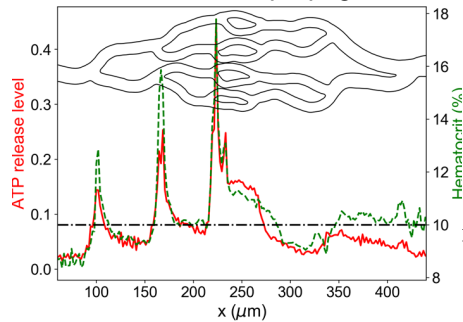


Figure 3: Distribution de l'ATP et de l'hématocrite dans un réseau vasculaire

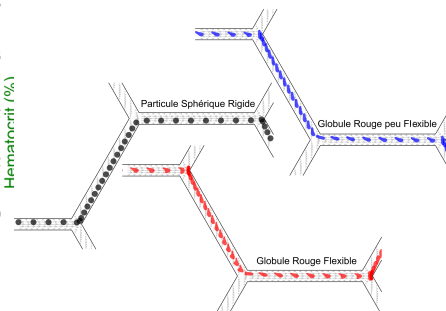


Figure 4 : un GR déformable (rouge) effectue un mouvement erratique. Une RG peu déformable (bleu) suit presque une trajectoire déterministe

- (c) Génération de calcium : nous avons ensuite analysé l'effet de l'ATP sur l'endothélium pour générer du calcium dans un canal droit. Nous avons également analysé la propagation du calcium le long de l'endothélium, avec une vitesse de propagation compatible avec les observations expérimentales.
- (d) Diffusion anormale des GR : on a montré que la déformabilité des globules rouges est un ingrédient essentiel pour assurer leur diffusion (de type interaction hydrodynamique) homogène dans le réseau terminal des vaisseaux sanguins, quand le diamètre de ceux-ci est à peine plus grand que la taille des globules. Quand la déformabilité de GR est affectée (par cause de maladie, ou lors de missions spatiales), la diffusion devient anormale et peut être inefficace pour irriguer de manière homogène les réseaux vasculaires (figure 4).

Perspectives

Nous étudierons sur le plan expérimental l'interaction entre GR et l'endothélium dans des situations où les GR et les CE seront traités par des enzymes. On préparera la mission en fusion sonde pour l'étude de la fonction endothéliales. Sur le plan de la simulation on analysera les écoulements sanguins dans des réseaux complexes, et en particulier dans le cas où la formation des agrégats est persistante.

Publications

Gou, Zhang, Misbah, Heterogeneous ATP patterns in microvascular networks, J. Roy. Soc. Int., Vol. 20, p., Juillet 19, 2023.

Lyu et al. Swirling of vesicles: Shapes and dynamics in Poiseuille flow as a model of RBC microcirculation, Phys. Rev. Fluids, Vol. 8 (Février 2023)

Shen et al. Anomalous Diffusion of Deformable Particles in a Honeycomb Network, Phys. Rev. Lett. Vol. 130 (Janvier 2023)

Gou et al. Symmetry breaking of vesicles in confined Poiseuille flow, soumis à Soft Matter

Farutin et al. Motility and Swimming: Universal Description and Generic Trajectories, soumis à EPJE.

Dynar et al. Platelet Margination Dynamics in blood flow: The Role of Lift Forces and RBCs aggregation, soumis à Soft Matter.

Abbasi et al. Glycocalyx Cleavage Boosts Erythrocytes Aggregation, soumis à Scientific Reports

- 6.4 Design of a parabolic flight experiment to characterize evaporative fluxes similar to plant transpiration ones
J. Kuzman, L. Poulet, J.-P. Fontaine, C.-G. Dussap

**Design of a parabolic flight experiment to characterize evaporative fluxes
similar to plant transpiration ones**

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

The cultivation of plants in space is a key focus when considering the prospects of extended human habitations in space and on other planets. This brings a mutual beneficial link between plants and humans, as plants recycle human waste and supply vital nutrients, while humans recycle plant waste and provide the necessary nutrients for plants. Consequently, integrating plants into sustainable life support systems becomes crucial, not only for space missions but also for establishing self-sustaining ecosystems on extraterrestrial surfaces.

Plants possess the capacity to adapt their behaviour in response to variations in resource availability and environmental parameters. Therefore, a thorough understanding of fundamental processes is needed, including heat and mass exchange, which are intricately linked to biomass and oxygen production. These processes are strongly influenced by the environmental conditions and airflow movements, which depend on forced and free convection, where free convection is the force driven by density gradients, and therefore do not appear in microgravity conditions.

ESA has been developing the MELISSA (Micro-Ecological Life-Support System Alternative) project for more than 35 years, which concerns the growth of higher plants for a bio regenerative life-support system. The current study is directly related to the development of a mechanistic plant growth model for MELISSA.

The aim is to develop a mechanistic physical model to predict the effects of microgravity or of a reduced gravity environment on plant growth at its morphological, physicochemical and biochemical levels. The model consists of (i) simulating different growth phases by stoichiometric equations ensuring structural conservation of elements, (ii) assessing the main metabolic routes responsible for biomass synthesis as a building block for deriving the stoichiometric approach, (iii) predicting all the heat and mass transfer from the environment (air, light, soil) which are based on heat and mass balance. This will allow the development of safe and controllable life-support systems based on living organisms.

The proposed experiment aims to study heat and mass exchanges between the environment and the surface of a leaf replica to assess how heat and mass transfer exchange rates are affected by non-terrestrial gravity conditions. The set-up uses a leaf replica to eliminate all concomitant biological effects (like CO₂ absorption, O₂ production or stomatal activities). The experiment is devoted to test different values of airflow (0-1m/s), and different inclinations of the leaf replica (-30 to 30 deg), to determine their effect on the heat and mass diffusion process in microgravity conditions. This is directly related to the boundary layer (or diffusion layer) that develops on any solid substrate facing an air flow, which in turn impairs the diffusion process.

Results

An experimental set-up has been designed and validated at 1-g. This set-up is supposed to be tested on parabolic flights in October 2023 (65^{ème} campagne CNES - VP175 - Octobre 2023).

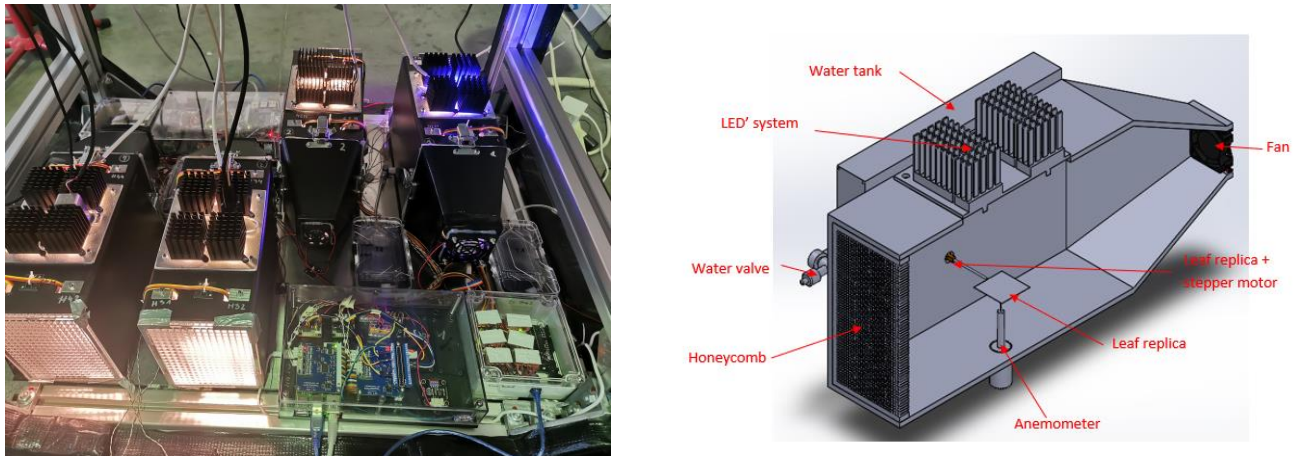


Fig. 1: Experimental set-up

It consists of 4 modules mounted on a rack (Fig. 1). Each module comprises one leaf replica, a dedicated light source placed above the leaf replica surface, a controllable fan to allow airflow variations, an IR camera for measurements of the surface temperature, sensors to monitor environmental parameters (thermocouple, anemometer, hygrometer), and a 20 mL soft water tank connected to the leaf replica. The leaf replica (Fig. 2) is affixed to a frame connected to a stepper motor, and a thermocouple is placed on its surface. The IR camera is precisely situated above the leaf replica to record the evolution of surface temperatures. The size of the replica is 55 x 50 mm² (exchange surface, 45 x 45 mm²).

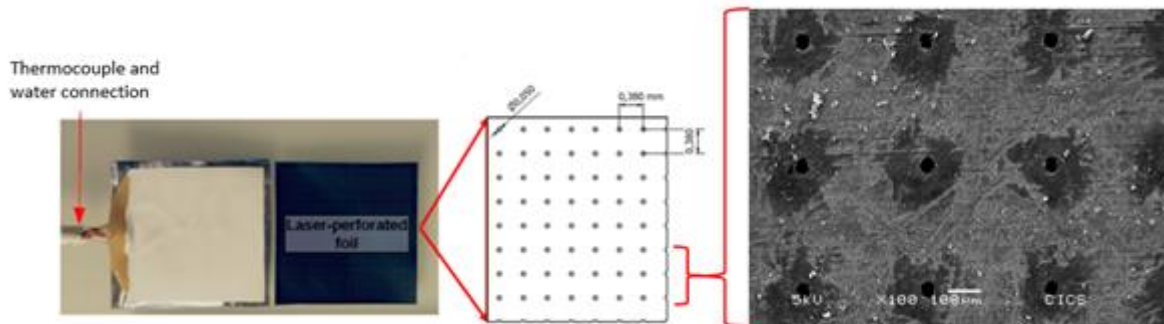


Fig. 2: Leaf replica

The structure of the replica consists of a black aluminium tape, an aluminium foil, a double side tape, a thermocouple, a water filter, and an aluminium foil with laser perforated pores (50 μm diameter) to allow evaporation.

During the flight, we aim to measure various positions of the leaf replica relative to the wind and different airflow settings. By analyzing the collected data, we seek to gain a deeper understanding of the physical factors that influence transfer rates, and subsequently model them. Our goal is to achieve control and predictive capabilities for plant growth in space.

Perspectives

The analysis of the flight data will allow the validation of the model of the evaporative fluxes under transient stages under the influence of various gravity levels. 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, *Comptes Rendus – Mécanique*, Online first (2023), pp. 1-17. doi : 10.5802/crmeca.152.
 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.
Remerciements : Les auteurs expriment leur gratitude au CNES, à la Fondation MELISSA et à l'ESA.

- 6.5 Capsules, Polymersomes, Vésicules et Globules Rouges en écoulement : des propriétés interfaciales au comportement collectif
M. Abbasi, L. Corral, P. Regazzi, G. Chen, H. Klein, M. Jaeger, **M. Leonetti**

Capsules, Polymersomes, Vésicules et Globules Rouges en écoulement : des propriétés interfaciales au comportement collectif

M. Abbasi¹, L. Corral¹, P. Regazzi¹, P.G. Chen², H. Klein¹, M. Jaeger², M. Leonetti¹

¹Centre Interdisciplinaire de Nanosciences de Marseille (CINaM), Aix Marseille Université, CNRS UMR7325

²Laboratoire de Modélisation, Mécanique et Procédés Propres (M2P2), Aix Marseille Université, CNRS UMR7340, Centrale Marseille

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

La matière divisée représente l'une des organisations de la matière les plus communes de la vie de tous les jours. Un organe est formé d'unités, les cellules limitées par une membrane assurant un contrôle des conditions physico-chimiques et biologiques dans un espace clos et de ses échanges avec son environnement. L'une des étapes clés de nombreux produits ou matériaux destinés soit à l'agroalimentaire, soit au bâtiment par exemple sont formés à la base d'une émulsion dont les propriétés sont régies par ses interfaces. C'est aussi une source d'inspiration pour la conception de nouveaux matériaux destinés à la santé conduisant à une compartimentation utile pour protéger, transporter et délivrer des principes actifs (médicaments) ou plus simplement pour conserver des sondes (molécules thermochromiques) ou des molécules d'intérêt (piège à UV) dans un milieu fermé.

Le consortium CINaM-M2P2 s'intéresse tout particulièrement aux systèmes fluides limités par une interface molle, c'est-à-dire déformable sous l'action d'une contrainte. Une vésicule (polymersome) est une goutte limitée par une bicouche fluide de lipides (copolymères) de quelques nanomètres d'épaisseur. Pour une capsule, on préfère le terme de membrane ou coque ou peau suivant la communauté scientifique à laquelle on appartient. L'épaisseur est très variable de quelques dizaines de nanomètres à quelques dizaines de micromètres. Un globule rouge est une particule déformable aux propriétés intermédiaires associant une bicouche lipidique (vésicule) et un fin cortex de spectrine (capsule). Le consortium CINaM-M2P2 limite son étude aux systèmes dont l'épaisseur de l'interface est petite devant les autres longueurs du système (rayon de la particule par exemple) permettant de négliger les effets tridimensionnels de la couche interfaciale. La dernière campagne de trois vols paraboliques a eu lieu au printemps 2021.

Le consortium CINaM-M2P2 a une méthodologie triple avec des couplages forts : expérimentale (CINaM), numérique et théorique (M2P2). Les études que mène de front le consortium progressent à des vitesses très différentes donnant souvent lieu à des recouvrements temporels entre les AAP et les rapports. La mobilité du porteur a aussi ralenti la partie expérimentale.

Résultats

Dans un cisaillement en présence d'une paroi, la déformation de la capsule rompt la symétrie avant-arrière. La capsule a alors une vitesse transverse, i.e orthogonale à la direction de l'écoulement. 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. Le nouveau dispositif expérimental à *gradient forcé* proposée dans l'AAP a été testé avec succès par analyse PTV. C'est-à-dire que le gradient de vitesses est construit au préalable dans la chambre par de multiples canaux en arborescence, chacun avec son propre débit qui résulte de la même arborescence. Ainsi, le gradient de vitesse est établi très tôt en sortie dans la chambre principale. Il peut donc être transféré en vol avec des capsules pesantes. Nous avons aussi rencontré des difficultés lors de la campagne 2021 par la trop grande rigidité de nos capsules. Une nouvelle recette a commencé à être mise en place en collaboration avec Anne Juel, Professeure à l'université de Manchester pour fabriquer des microcapsules à membrane de PDMS. Un postdoc doit arriver le 17 octobre 2023 en soutien de cette opération.

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-gauche. 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. Un diagramme de phase a été établi (figure 1-droite) qui identifie trois zones caractéristiques et notamment une rupture fluide viscoélastique et une rupture solide.

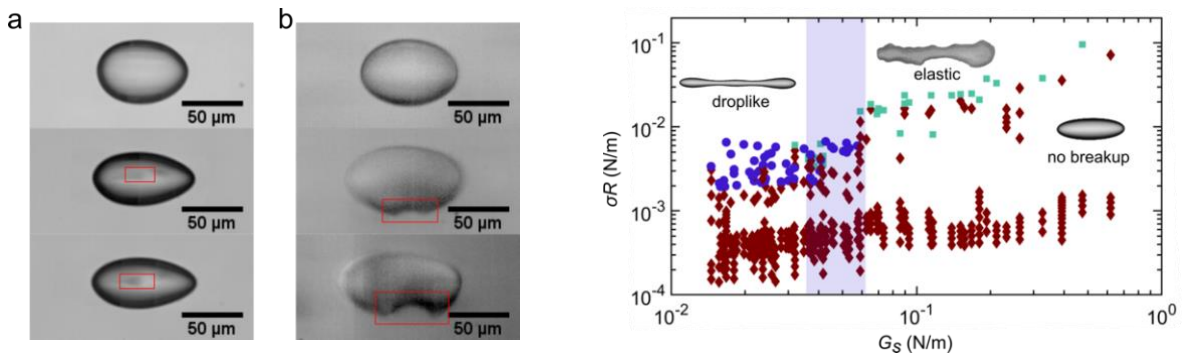


Figure 1 : gauche — identification de la rupture dans un écoulement élongationnel plan. Droite – diagramme de phase de la rupture d'une capsule dans l'espace des paramètres module élastique de cisaillement G_S / contrainte hydrodynamique σ_R .

L'AAP 2024 porte sur la margination, un phénomène collectif piloté par les interactions élasto-hydrodynamique entre les globules rouges, les globules blancs en écoulement dans un tube. La mise en place a débuté en étudiant le phénomène dans une géométrie bi-dimensionnelle non réaliste mais pratique pour définir les protocoles.

Perspectives

Une campagne en vol parabolique serait un plus maintenant que la chambre est opérationnelle : automne 2024 ? Il serait bon de disposer de plusieurs types de capsules. Nous planifions trois types : chitosan/acide phosphatidique, albumine/Tetrachlorure de téréphtaloyle et PDMS. Bien évidemment, étudier la rupture sous écoulement dans ces deux derniers cas serait un plus important. Cette étude est non prioritaire.

Comme indiqué, nous avons commencé en avance, l'étude du phénomène de margination en chambre de Hele-Shaw. Les premiers résultats sont encourageants, i.e ségrégation visible et seront présentés lors du GdR.

Publications

J. Wailliez, P. Regazzi, A. Salonen, P. G. Chen, M. Jaeger, M. Leonetti and E. Rio, *Drop deformation in a planar Elongational Flow - Impact of Surfactant dynamics*, in preparation for *Soft Matter* (2023)

V. Puthumana, P.G. Chen, M. Leonetti, R. Lasserre and M. Jaeger, *Is red blood cell a simple capsule?*, submitted (ARXIV 2023)

J. Lyu J., P.G. Chen, A. Farutin, M. Jaeger, C. Misbah and M. Leonetti, Lyu, J., Chen, P. G., Farutin, A., Jaeger, M., Misbah, C., and Leonetti, M. (2023). *Swirling of vesicles: Shapes and dynamics in Poiseuille flow as a model of RBC microcirculation*. *Physical Review Fluids*, 8 (2023) L021602

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, *Structural characterization of the interfacial self-assembly of chitosan with oppositely charged surfactant*, *Journal of Colloid and Interface science* 616 (2022) 911-920

K. Xie and M. Leonetti, *Mechanical characterization of core-shell microcapsules*, *Comptes Rendus. Mécanique*, 2023, vol. 351, no S2, p. 1-20

Remerciements : les auteurs remercient le CNES et l'équipe du CADMOS, pour son soutien lors de la campagne de vol parabolique du 23 mars au 2 avril 2021. ML remercie R. Chachanidze, C. de Loubens, T. Podgorski et C. Minetti pour leur aide lors du vol. ML remercie J. Lyu et K. Xie pour leurs contributions aux résultats du consortium. Le GdR MFA a aussi permis une collaboration avec l'équipe MMOI du LPS (E. Rio, A. Salonen) soutenue par un financement ANR (fin, oct 2024).