



HAL
open science

Actes du colloque annuel du GDR "Micropesanteur Fondamentale et Appliquée" (CNES / CNRS 2799)

Catherine Colin, Guillaume Legros

► **To cite this version:**

Catherine Colin, Guillaume Legros. Actes du colloque annuel du GDR "Micropesanteur Fondamentale et Appliquée" (CNES / CNRS 2799). Colloque annuel du GDR "Micropesanteur Fondamentale et Appliquée" (CNES / CNRS 2799), 2024. hal-04887585

HAL Id: hal-04887585

<https://cnrs.hal.science/hal-04887585v1>

Submitted on 15 Jan 2025

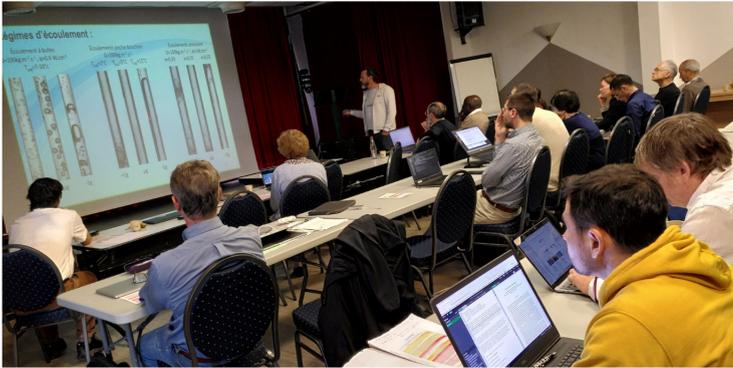
HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



Distributed under a Creative Commons Attribution - NonCommercial - NoDerivatives 4.0
International License

Actes du colloque annuel



Colloque annuel, Hyères, 13 Novembre 2024



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@sorbonne-universite.fr)

Avant-propos

L'année 2023 a vu la finalisation du numéro spécial des Comptes Rendus de l'Académie des Sciences ¹ édité à l'occasion du 30^e anniversaire de notre Groupement de Recherche CNES/CNRS.

L'année 2024 a, elle, été marquée d'un nouvel élan à l'occasion du Séminaire de Prospective Scientifique du CNES, tenu du 8 au 10 Octobre à Saint-Malo. Le conseil scientifique de notre GdR a été sollicité pour largement contribuer au rapport proposant le bilan des Sciences de la Matière en Micropesanteur sur les cinq dernières années. Le Groupe de Travail a ainsi pu s'appuyer sur une vision claire de nos activités pour identifier les priorités de notre domaine pour les cinq années à venir. François Pétrelis, président du Groupe de Travail, a fait des présentations remarquées à Saint-Malo, défendant brillamment nos recherches. Nous remercions tout particulièrement François Pétrelis et Thierry Bret-Dibat du temps qu'ils ont consacré à ces lourds travaux de synthèse. Vous pourrez trouver les rapports ² et présentations ³ qui nous concernent sur le site du SPS 2024.

L'année se termine avec notre colloque annuel à Hyères. Vous trouverez dans ces actes la trace de nos exposés, qui ont à nouveau alimenté de riches discussions, si précieuses pour imaginer nos travaux à venir.



Catherine Colin



Guillaume Legros

1. https://comptes-rendus.academie-sciences.fr/mecanique/item/CRMECA_2023__351_S2/
2. https://sps2024.com/wp-content/uploads/CNES_RapportSPS2024.pdf
3. <https://sps2024.com/presentations/>

Sommaire

Avant-propos	i
Session 1 Solidification et croissance cristalline, nucléation, dissolution	1
1.1 Investigation de la bande de stabilité d'espacement primaire de réseau dendritique en solidification directionnelle d'alliage succinonitrile-camphre en condition de microgravité M. Medjkoune ¹ , T. Lyons, F.L. Mota, K. Ji, L. Littles, A. Karma, N. Bergeon	2
1.2 Caractérisation du champ de température du dispositif XRF - EU1 de solidification dirigée d'alliages métalliques avec observation in-situ par radiographie X pour ISS G. Reinhart, H. Nguyen-Thi	5
1.3 Structures hybrides en solidification eutectique S. Akamatsu , S. Bottin-Rousseau	8
1.4 Théorie et modélisation des fronts de croissance couplée dans les alliages péritectiques M. Plapp	11
1.5 Solidification équiaxe d'alliages transparents massifs dans Transparent Alloys à bord de la Station Spatiale Internationale : campagne CETSOL-2 F.L. Mota, L. Sturz, S. McFadden, N. Bergeon	14
1.6 Dynamique de l'interface solide-liquide facettée du salol pendant la solidification dirigée A. Raad, F.L. Mota, N. Mangelinck-No'el, N. Bergeon	17
1.7 Comparaison des analyses thermodynamiques et des expériences de solidification par radiographie X in situ pour l'alliage Al-Sn-Cu S. De Albuquerque, J.E. Spinelli, G. Reinhart, H. Nguyen-Thi	20
Session 2 Instabilité, Turbulence, convection Bénard - Marangoni	23
2.1 Modélisation de la convection thermique dans l'espace à l'aide de la force diélectrophorétique E.B. Barry, C. Kang, H.N. Yoshikawa, I. Mutabazi	24
2.2 Convection thermoélectrique dans un anneau cylindrique horizontal A. Meyer, M.H. Hamede, J. Roller, V. Heuveline, C. Egbers	27
2.3 Effets dynamiques de champ électriques AC sur des bulles en croissance : Préparation de l'expérience AEBIO S. Siedel , T. Gu	30
2.4 Rising of a bubble below the liquid-vapour critical point : a preliminary study D. Sharma, A. Erriguible, S. Amiroudine	33

2.5	Séparation thermo gravitationnelle pour le dessalement de l'eau de mer A. Elyazidi, M.-C. Charrier-Mojtabi, A. Bergeon, A. Mojtabi	36
2.6	The ESA project Giant Fluctuations H. Bataller, F. Croccolo	39
2.7	Mesures de coefficients Soret et de diffusion de mélanges liquides binaires et ternaires par techniques optiques H. Bataller , F. Croccolo	42
2.8	L'instabilité d'interface lors de l'électrodéposition P. Eribol, S. Argawal, D.S. Venkatesan, A. Talbi, R. Narayanan, K. Ziegler, F. Zoueshtiagh	45
2.9	Aérodynamique du vol de papillons en gravité altérée F. Schweitzer, A. Gayout, N. Plihon, M. Bourgoïn	48
2.10	Transport de chaleur au voisinage du point critique liquide-vapeur V. Mouet, G. Michel, F. Pétrélis, S. Fauve	51
2.11	Effect of atomizer inclination with respect to gravity on spray formation S.K. Sahoo, N. Machicoane	54
Session 3 Combustion, Milieux réactifs		57
3.1	Distribution of phases near the critical temperature of a dilute sodium sulfate- water solution in microgravity with DECLIC HTI-R U.G. Hegde, M.C. Hicks, R.E. Padilla, C. Lecoutre, Y. Garrabos, S. Marre	58
3.2	Development of flame spread models over polymers for microgravity applications J.-L. Consalvi , J.-M. Citerne, Y. Li, G. Legros	61
3.3	Far-field signature of flame spreading in microgravity over cylindrical samples Y. Li, J.-M. Citerne, A. Guibaud, J.-B. Renard, G. Legros	64
3.4	Fire retarded material O ₂ rich environment for spacecraft and space habitat J. Sarazin, S. Bourbigot	67
3.5	Etude expérimentale de la propagation de flammes dans des conditions de microgravité R. Glaznev, F. Halter, J. Beekman, C. Chauveau	70
3.6	Auto-organisation de produits de réactions $A + B \rightarrow C$ en condition de flux CDIC – V V. Pimienta , C. Roux, G. Schuszter, D. Horvath, A. Toth, K. Schwarzenberger, K. Eckert, A. De Wit	73
Session 4 Interfaces fluides, interfaces fluide-solide, ébullition, condensation, bulles, gouttes		77
4.1	Modélisation de la capillarité O. Millet , N. Younes, R. Bouchard	78
4.2	Mouillage partiel d'un liquide sur un solide sous l'influence d'un champ de gravité R. Issa, H. Benabdelhalim, M. Medale, D. Brutin	81
4.3	Ebullition convective en tube en microgravité : expérience COSMO P. Ayegba, P. Chorin, J. Sebilleau, C. Colin	84

4.4	Etudes de caloduc oscillant V. Nikolayev, M. Abela, V. Padilla	87
4.5	Analyse par FT-IR d'aérosols en microgravité C. Graziani, M. Nespoulous, R. Denoyel, N. Martin, S. Fauve, C. Chauveau, M. Antoni	90
4.6	L'effet du champ DC sur les mesures thermiques effectuées sur les échantillons en lévitation électromagnétique A. El Bakali, O. Budenkova, A. Gagnoud, D. Chaussende	93
4.7	Evaporation de goutte sur substrat soluble C. Pirat, J. Colombani	96
4.8	Etude de la cavitation d'une bulle en microgravité M. Defferrez, S. Tanguy, C. Colin, A. Urbano	99
4.9	Floating smectic bubbles under electric fields C. Tosarelli, T. Trittel, C. Klopp, K. Harp, R. Stannarius, E. Lacaze	102
4.10	Transport via ratchet of airborne particles under microgravity P. Beltrame, P. Trontin	105
Session 5 Mousses, émulsions, suspensions, gels		109
5.1	COLIS : An Advanced Light Scattering Apparatus for Investigating the Structure and Dy- namics of Soft Matter Onboard the International Space Station A. Martinelli, N. Segers, E. Leussink, L. Cipelletti	110
5.2	Murissement de suspensions de bulles : du régime dilué aux mousses S. Cohen-Addad , N. Galvani, O. Pitois	113
5.3	Hydrodynamique des mousses humides A. Requier, S. Varade, M. Pasquet, A. Salonen , E. Rio, D. Langevin	116
Session 6 Milieu granulaires, objets biomimétiques		119
6.1	Contrôle par un champ magnétique de l'écoulement de suspensions de particules aux fortes fractions volumiques G. Bossis , Y. Grasselli, P. Khuzir, O. Volkova	120
6.2	Cinétique de l'agrégation et rhéologie sanguine : premiers résultats de l'expérience KRABS M. Puthumana-Melepattu, C. Lassagne, R. Gaudio, G. Maîtrejean, C. Minetti, T. Podgorski	123
6.3	Circulation du Sang et Dysfonction Endothéliale M. Jin, G. Dixit, M. Dynar, A. Farutin, L. Bureau, D. Tsvirkun, C. Misbah	126
6.4	Impact de la microgravité sur la dysfonction endothélial : préparation de l'expérience IME- DYS D. Tsvirkun, C. Misbah, L. Bureau	129
6.5	Margination of artificially stiffened Red Blood Cells M. Abbasi, G. Chen, M. Jaeger, M. Leonetti	132

Session 1

Solidification et croissance cristalline, nucléation, dissolution

- 1.1 Investigation de la bande de stabilité d'espacement primaire de réseau dendritique en solidification directionnelle d'alliage succinonitrile-camphre en condition de microgravité
M. Medjkoune¹, T. Lyons, F.L. Mota, K. Ji, L. Little, A. Karma, **N. Bergeon**

Investigation de la bande de stabilité d'espacement primaire de réseau dendritique en solidification directionnelle d'alliage succinonitrile-camphre en condition de microgravité

Mehdi Medjkoune¹, Trevor Lyons², Fatima L. Mota¹, Kaihua Ji², Louise 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'exploration des microstructures de solidification revêt un double intérêt : d'une part, elle contribue à la compréhension fondamentale des dynamiques non-linéaires d'auto-organisation dans des systèmes hors d'équilibre, et d'autre part, elle présente un intérêt industriel en vue de contrôler et de maîtriser les microstructures de solidification, lesquelles influencent directement les propriétés macroscopiques des matériaux. Le projet scientifique MISOL3D (Microstructures de Solidification en 3D), collaboration entre notre laboratoire IM2NP, le CNES et la NASA, a pour objectif de mener des expériences de solidification directionnelle d'échantillons massifs (cylindres d'un centimètre de diamètre) en conditions de microgravité à bord de la Station spatiale internationale (ISS), afin de réduire les effets des mouvements convectifs dans le liquide. Ces recherches portent sur des alliages organiques transparents, analogues aux alliages métalliques, permettant ainsi l'observation en temps réel de l'interface solide-liquide.

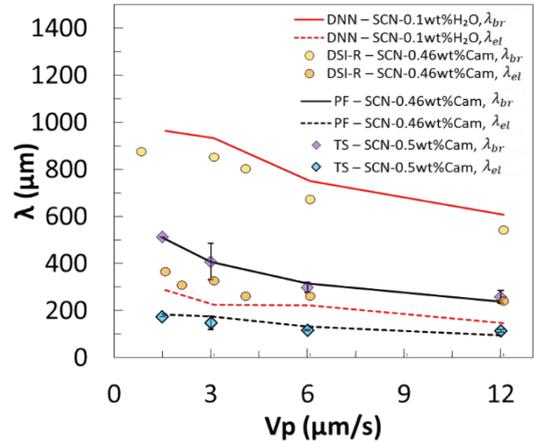
Les résultats présentés ici ont été obtenus grâce à l'analyse des expériences de la campagne spatiale DSI-R, sur un alliage de succinonitrile-0,46% pds camphre. Ces expériences nous ont permis d'étudier la dynamique de croissance dendritique. Il est bien établi que, pour des conditions de croissance données (C , G , V_p), l'espacement primaire présente une large bande accessible où le système est stable. Aux petits espacements, cette bande est limitée par une instabilité d'élimination des dendrites (λ_{el}), tandis qu'aux grands espacements, elle est bornée par un phénomène de branchement tertiaire (λ_{br}), qui correspond à la formation d'une nouvelle dendrite à partir d'un branchement secondaire. L'objectif de ce travail était de caractériser expérimentalement ces limites de stabilité dans un réseau tridimensionnel étendu, et de fournir des données de référence pour une comparaison quantitative avec les simulations de champs de phase.

Résultats

Lors des expériences longues à vitesse de tirage constante, les instabilités d'espacement n'ont pas pu être observées. Par conséquent, nous avons mis en place des expériences de saut de vitesse ascendant et descendant vers une vitesse de référence de $3 \mu\text{m/s}$ qui présente une interface macroscopiquement plane. Le principe de ces expériences est de faire croître le réseau dendritique à une vitesse initiale V_1 (0.75, 1.5, 6 et $12 \mu\text{m/s}$), différente de $3 \mu\text{m/s}$, sur environ 30mm, et de balayer une large gamme d'espacement primaire juste avant le saut de vitesse vers $3 \mu\text{m/s}$.

Les mesures d'espacement primaire λ à dans la phase de tirage à $3 \mu\text{m/s}$ pour l'ensemble de ces expériences montrent l'existence d'un large intervalle de stabilité, s'étalant entre $285 \mu\text{m}$ à $826 \mu\text{m}$ (Fig.1 - $V_p=3 \mu\text{m/s}$). Les instabilités d'espacement (éliminations et branchements tertiaires) ont été observées et leurs seuils caractérisés : ils correspondent sans équivoque au maximum et minimum de l'intervalle de stabilité observé, qui définit donc la gamme de stabilité complète.

Les seuils de branchement tertiaire et d'élimination ont été définitivement établis respectivement dans le grain principal lors des expériences de 0.75 à 3 $\mu\text{m/s}$ et de 12 à 3 $\mu\text{m/s}$. Les analyses comparatives entre les seuils au centre du grain principal et aux sous-joints de grain ont démontré des valeurs similaires, montrant une très bonne concordance. Cette observation nous a permis d'identifier les seuils d'instabilité dans d'autres expériences, sans nécessiter de sauts de vitesse, mais comprenant des grains parasites avec plusieurs branchements ou éliminations au niveau des sous-joints de grains qui sont des sources pour ces instabilités. Ainsi, nous avons pu établir une carte de la stabilité de l'espacement primaire pour des vitesses allant de 0.75 $\mu\text{m/s}$ à 12 $\mu\text{m/s}$, confirmant ainsi les bandes de stabilité pour la majorité de ces vitesses.



Un modèle de champ de phase a d'abord été utilisé pour prédire l'espacement primaire stable dans l'alliage scn-0,46%pds camphre, mais les résultats ne correspondaient pas aux observations (Fig.3). Plusieurs pistes ont été explorées sans succès (champ thermique, concentration...), ce qui a mené à l'hypothèse de la présence d'une impureté, probablement l'eau, potentiellement introduite lors de la préparation de l'échantillon ou via des joints défectueux. Les simulations de champ de phase pour l'alliage ternaire SCN-DC-H₂O étant limitées en raison de la puissance de calcul nécessaire, un modèle DNN (Dendritic Needle Network), plus rapide et permettant de modéliser des tailles de réseau similaires aux échantillons massifs de DSI-R, a été utilisé. Dans l'idée que l'eau est le soluté dominant dans le problème de diffusion ($D_{H_2O} = 1500 \mu\text{m}^2/\text{s} > D_{Camphor} = 270 \mu\text{m}^2/\text{s}$), le modèle a permis de caractériser le seuil de branchement tertiaire et d'élimination de l'alliage binaire SCN-H₂O à différentes vitesses. Les simulations DNN avec 0,1 % en poids d'eau ont montré un bon accord avec les expériences en microgravité (Fig.1).

Fig. 1 : Résumé des résultats sur la bande de stabilité de l'espacement (seuil de branchement et seuil d'élimination) à différentes vitesses issus des simulations (champ de phase et DNN) et des expériences (3D DSI-R) ainsi que des échantillons minces sans eau.

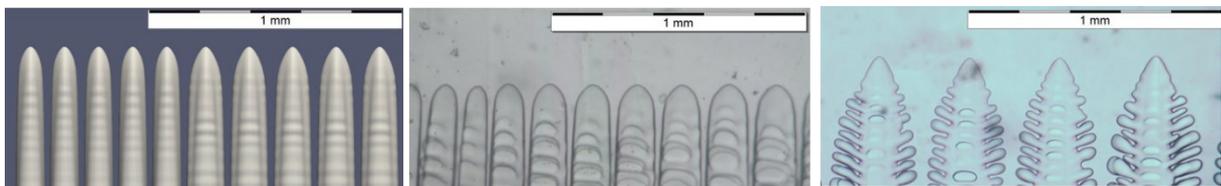


Fig. 2 : a) Simulations de champ de phase sur un échantillon mince de SCN-0,5 % en poids de camphre. b) Alliage binaire de scn-0,5%pds camphre. c) Alliage ternaire de scn-0,5%pds camphre et environ 0,1 % en pds d'eau estimée. Pour les simulations de champ de phase et les expériences, $V = 6 \mu\text{m/s}$, $G = 12 \text{ K/cm}$.

La vérification expérimentale de la présence d'eau et son effet sur l'espacement primaire a été réalisée pour des expériences au sol sur des échantillons minces d'épaisseur 100 μm . L'origine de la présence en eau est liée à la contamination des surfaces des lames minces. La concentration d'eau dans l'alliage ternaire a été déterminée à 0,1 %. Un échantillon de l'alliage binaire succinonitrile-0,5 % camphre non contaminé a été produit et les résultats montrent un bon accord qualitatif avec les simulations PF dans la structure des branches secondaires des dendrites (Fig.2a-b), ainsi qu'un accord précis pour les espacements maximum, minimum et sélectionnés, sur une gamme de vitesses. Ces expériences confirment la possibilité d'une contamination en eau des échantillons DSI-R.

- 1.2 Caractérisation du champ de température du dispositif XRF - EU1 de solidification dirigée d'alliages métalliques avec observation in-situ par radiographie X pour ISS
G. Reinhart, **H. Nguyen-Thi**

Caractérisation du champ de température du dispositif XRF – EU1 de solidification dirigée d'alliages métalliques avec observation in-situ par radiographie X pour ISS

Guillaume Reinhart¹, Henri Nguyen-Thi¹

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

La radiographie X in-situ et en temps réel est un puissant outil d'observation pour analyser les phénomènes complexes mis en jeu lors de la solidification d'alliages métalliques, qui sont par nature dynamiques¹. Les récents développements des sources et 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 de longue durée, qui ne sont pas faisables avec les plateformes précédemment utilisées. Le PDR (Preliminary Design Review) du dispositif XRF s'est tenu les 11 et 12 décembre 2023 avec un avis positif du comité d'évaluation et des tests complémentaires ont eu lieu en octobre 2024 pour valider le EM (*Engineering Model*).

Description du dispositif expérimental

Le dispositif XRF est composé d'un four de solidification dirigée et d'un système de radiographie X. L'ensemble sera inséré dans le rack EPM du laboratoire européen Columbus sur ISS.

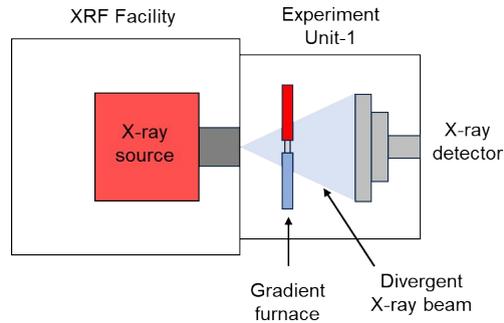
- Le four est constitué de deux éléments chauffants imposant un gradient de température G , très similaire au four XRMON-GF (*Gradient Furnace*) utilisé à bord des fusées sondes MASER et de vols paraboliques³. La solidification d'un échantillon en forme de lamelle parallélépipédiques d'épaisseur $\gg 200 \mu\text{m}$, 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 .
- La source de rayons X est une source micro-focus HAMAMATSU avec une taille de point focal de $2 \mu\text{m}$ et une cible en tungstène fournissant un rayonnement polychromatique. 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 1) et une fréquence d'acquisition de 2 à 3 images par secondes pour une résolution spatiale de $4 \mu\text{m}$.

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)

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



Caractérisation du champ de température par TGZM

Au cours de l'année écoulée, nous avons analysé en détail les *Breadboard Tests* afin de valider la qualité des images obtenues par radiographie X et de caractériser le champ de température dans le champ de vue. Pour cela, l'échantillon a été chauffé jusqu'à observer la fusion de la phase eutectique entre les dendrites dans la partie supérieure du champ de vue. Les températures de consignes ont alors été gardées constantes jusqu'à l'observation de la formation d'une bande blanche d'aluminium solide. Cette bande est induite par la migration des inclusions liquides vers la zone chaude sous l'effet du phénomène de TGZM (*Temperature Gradient Zone Melting*)⁴. La partie inférieure de cette bande blanche marque la position de la température eutectique. L'échantillon a ensuite été chauffé par palier de 5°C avec une phase de stabilisation, ce qui se traduit par une série de bandes blanches (Figure 2a) marquant les positions successives de la température eutectique. A partir des distances entre les bandes successives, il est possible d'en déduire la valeur du gradient de température le long du champ de vue. Les mesures ont été effectuées pour deux valeurs du gradient de température calculées à partir des températures des éléments chauffants (3 K/mm et 10 K/mm, traits pointillés horizontaux dans la figure 2b), et pour deux fours à gradient ayant une forme différente des éléments chauffants (symboles en noirs et en blancs). Les résultats ont mis en évidence une variation progressive du gradient de température de bas en haut du champ de vue. Cette variation peut être due au changement de fraction solide et liquide dans le champ de vue qui modifie les flux de chaleurs, ou bien être inhérente à la géométrie des dispositifs.

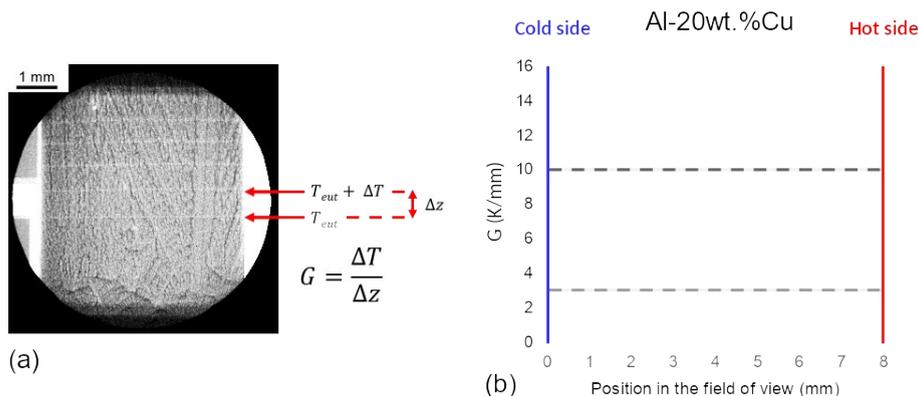


Figure 2 : (a) Exemple de marquage de la position de la température eutectique et (b) variation de la valeur du gradient de température dans le champ de vue.

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 d'analyses ultérieures effectuées au sol.

Publications : Le dispositif étant en phase de développement, aucun article n'a encore été publié.

⁴ H. Nguyen-Thi et al. *J. Cryst. Growth* 225, 539 (2003)

1.3 Structures hybrides en solidification eutectique
S. Akamatsu, S. Bottin-Rousseau

Structures hybrides en solidification eutectique

Silvère Akamatsu¹, Sabine Bottin-Rousseau¹¹Institut des Nanosciences de Paris (INSP), Sorbonne Université, CNRS UMR 7588, 4 place Jussieu, 75005 Paris, France

Dans le but d'étudier la solidification eutectique (programme SEBA), trois campagnes d'expérimentation in situ en micropesanteur (μg) –SEBA1 & SEBA2 en 2018 ; SEBA3 en 2023– ont été menées avec l'instrument Transparent Alloys (TA) de l'ESA dans la Microgravity Science Glovebox (MSG) de la Station Spatiale Internationale (ISS), en collaboration avec U. Hecht (Access e.V., Aachen). Les deux atouts expérimentaux sont : 1-la visualisation in situ des structures du front de croissance dans des alliages modèles transparents (méthode DIRSOL¹ ; Fig. 1a), et 2-la suppression, en μg , de la convection thermosolutale dans le liquide. Les observations expérimentales en temps réel donnent alors accès à des phénomènes complexes de structuration hors équilibre, que l'on analyse en référence à la théorie de la croissance cristalline gouvernée par la diffusion, via la simulation numérique –coll. M. Plapp (Ec. Polytechnique, Palaiseau). On obtient des informations uniques sur la dynamique des instabilités morphologiques, les effets cristallographiques, et des mécanismes de sélection de forme par maîtrise instrumentale. D'importants défis techniques ont été relevés avec succès, et les objectifs scientifiques ont été très largement atteints (cf. le récent article de revue référencé ci-dessous [1]).

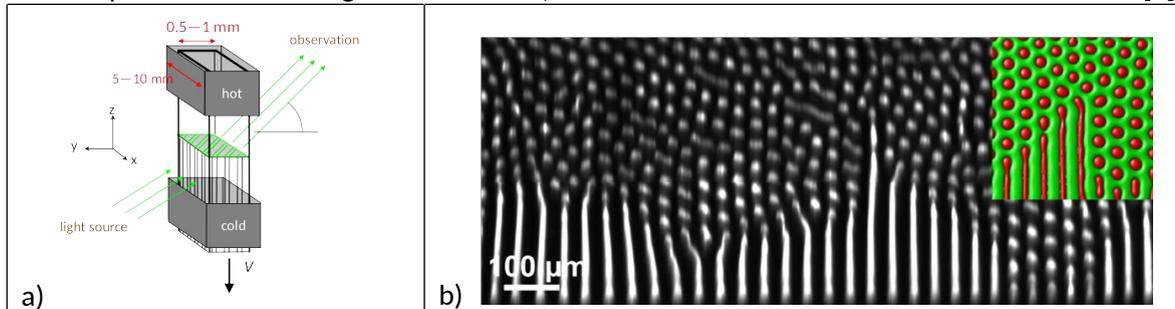


Figure 1 : a) Schéma de la méthode DIRSOL pour l'observation optique in situ par vision externe en incidence oblique des structures de front de croissance eutectique en solidification directionnelle (V : vitesse de solidification). b) Solidification directionnelle ($V_s=7$ nm/s) de l'alliage transparent eutectique SCN-DC. Image expérimentale (détail) montrant, en vue de dessus, la coexistence de grands domaines en fibres et en lamelles (campagne TA/SEBA1 dans l'ISS). Insert : simulation numérique (M. Plapp) d'un système simplifié dans des conditions comparables.

Pour ce projet, la question centrale est celle dite de la « transition lamelles-fibres ». Généralement parlant, un alliage binaire de concentration proche d'un point eutectique se solidifie directement en un matériau biphasé dont les microstructures composites résultent d'une dynamique de croissance couplée des deux phases solides à l'interface solide-liquide. En solidification directionnelle à vitesse V_s imposée dans l'axe d'un gradient de température fixe, un processus d'auto-organisation conduit à la formation d'arrangements réguliers idéalement en bandes ou en hexagones, dans le plan du front de croissance. On forme ainsi des microstructures lamellaires ou en fibres dans le volume solidifié. L'espacement interphase λ peut varier, à V_s donnée, dans un intervalle de stabilité à l'extérieur duquel on observe des instabilités morphologiques par brisure de symétrie. Ces instabilités ont été bien étudiées et sont assez bien comprises, mais la transformation lamelles-fibres fait exception.

Résultats

Une des questions encore en suspens est celle de la sensibilité de la stabilité relative des lamelles et de fibres, dans un système donné, aux différents paramètres de contrôle. La concentration de l'alliage –en fait, à la fraction volumique ϕ_1 et ϕ_2 des deux phases ($\phi_1=1-\phi_2$)– joue un rôle important. Selon un critère basé sur les effets capillaires, un alliage tel que les deux phases sont en proportions semblables solidifiera plutôt sous forme lamellaire, alors que si ϕ_1 est franchement différente de ϕ_2 , alors cela favorise la formation de fibres de la phase minoritaire dispersées en réseau (localement) hexagonal dans la matrice de la phase majoritaire. C'est bien, en gros, ce qui est le plus

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

souvent observé, mais les observations révèlent une plus grande complexité. Lors de la campagne SEBA1, des éléments de réponse décisifs ont été apportés, avec les simulations numériques, en particulier sur la bistabilité et la coexistence de domaines lamellaires et fibreux stables dans un système ordinairement fibreux (Fig. 1b)^{2,3}. On en déduit des informations nouvelles, mais encore partielles, sur l'effet des paramètres κ et V_s . Il reste que, expérimentalement, une étude sélective en fonction de la concentration serait difficile –inaccessible, en pratique, en μg . C'est ce qui a motivé la conception d'une expérience astucieuse, dans une configuration inspirée d'une simulation numérique de Parisi et Plapp⁴, consistant à faire varier continûment la concentration en cours d'expérience –idée simple à formuler mais délicate à mettre en œuvre. Pour la campagne SEBA3 (23 octobre-2 décembre 2023), un échantillon SCN-DC (TAC3) a été préparé de manière à y créer un gradient de concentration longitudinal le long de l'axe long de la cartouche, parallèle à l'axe de solidification. Pour cela, l'entreprise Redwire (Qinetiq) Space a construit (et testé avec notre aide) une nouvelle machine permettant de remplir un éprouvette en deux temps, d'abord avec un alliage quasi eutectique (occupant ainsi la première moitié de l'éprouvette), puis avec un alliage légèrement plus concentré. Une variation spatiale de la concentration s'est établie par mélange dans une région étendue (typiquement 1 cm) autour de la zone de contact entre les deux alliages, pendant les périodes de mise à l'état liquide (Fig. 2a). Ce gradient de concentration a été évalué in situ dans l'instrument TA pendant la fusion directionnelle. Deux solidifications à vitesse constante ont été effectuées sur de longues durées. Au cours de la première ($V_s=15 \text{ nms}^{-1}$), la structure est restée essentiellement fibreuse. Après fusion partielle, une solidification à faible vitesse ($V_s=7 \text{ nms}^{-1}$) a été effectuée pendant 600 heures. Outre des processus transitoires intéressants, l'évolution d'un motif mixte (ou hybride) lamellaire/fibreux a été observée sur des échelles d'espace et de temps remarquablement grandes (Fig. 2b). Nous avons pu télécharger l'ensemble des images courant septembre 2024.

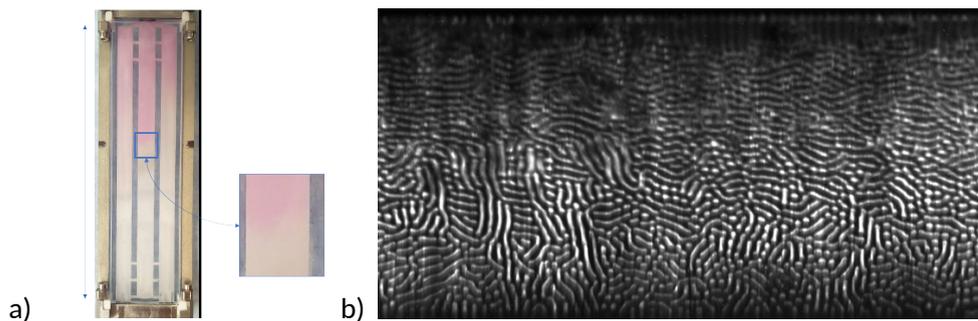


Figure 2 : a) « Proof-of-concept » d'un échantillon à gradient de concentration utilisant un colorant. b) Structure de croissance eutectique couplée hybride ($V_s = 7 \text{ nms}^{-1}$). Campagne TA/SEBA3. Dimension horizontale : 2010 μm .

Perspectives

L'analyse des observations de SEBA nécessitera un effort important d'analyse d'images pour identifier et extraire les bonnes caractéristiques morphologiques, en combinaison avec les simulations numériques. Nous avons déposé une demande de thèse CNES, en co-direction avec M. Plapp. A plus longue échéance, Transparent Alloys devrait être l'un des instruments sélectionné par l'ESA dans le cadre d'une initiative « ready to fly » pour des expériences additionnelles avant le démantèlement de l'ISS (2030). Nous avons proposé: 1-des expériences à gradient, en continuité de SEBA3, mais plus ambitieuses et performantes ; 2-des expériences de fusion dirigée. Les expériences seront sélectionnées après un examen indépendant par des pairs. C'est une perspective enthousiasmante.

Publication

[1] S. Akamatsu, S. Bottin-Rousseau, V. T. Witusiewicz, U. Hecht, M. Plapp, A. Ludwig, J. Mogeritsch, M. Şerefoğlu, N. Bergeon, F. L. Mota, L. Sturz, G. Zimmermann, S. McFadden, W. Sillekens, *Microgravity studies of solidification patterns in model transparent alloys onboard the International Space Station*, npj Microgravity **9**, 83 (2023). DOI: 10.1038/s41526-023-00326-8.

² S. Bottin-Rousseau et al, *Scri. Mater.* **207** (2022) 114314.

³ S. Akamatsu et al, *Compte Rendus Mécanique* **351** (2023) 1.

⁴ A. Parisi, M. Plapp, *EPL* **90** (2010) 26010.

1.4 Théorie et modélisation des fronts de croissance couplée dans les alliages péritectiques
M. Plapp

Théorie et modélisation des fronts de croissance couplée dans les alliages péritectiques

Mathis Plapp

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

Depuis de nombreuses années, je travaille ensemble avec l'équipe de l'INSP (Silvère Akamatsu et Sabine Bottin-Rousseau) sur la solidification en croissance couplée des alliages eutectiques. Dans ce mode de croissance, deux phases solides distinctes avec des compositions différentes se forment simultanément à partir du liquide à un front de solidification commun, et l'agencement spatial des phases à l'interface détermine la géométrie des microstructures dans le solide. Depuis quelques temps j'ai fait un travail supplémentaire sur un problème étroitement lié, la croissance couplée dans des alliages péritectiques. Une nouvelle actualité de ce sujet dans le contexte de la microgravité vient des expériences récentes de l'équipe d'Andreas Ludwig conduites à la station spatiale internationale¹. Ces expériences avec un alliage transparent modèle, TRIS-NPG, montrent que la croissance couplée péritectique existe bien dans cet alliage, mais qu'elle émerge seulement sous certaines conditions et après un transitoire complexe. Simulations et théorie pourraient contribuer à une meilleure interprétation de ces résultats. Des simulations par champ de phase du système TRIS-NPG ont été publiées très récemment par l'équipe de T. Pusztai², mais une théorie précise de la croissance couplée péritectique fait toujours défaut.

Comme pour un eutectique, dans un diagramme de phase d'un alliage péritectique il existe un point triple où deux phases solides coexistent avec le même liquide. Pour un eutectique, les deux lignes de liquidus au point triple ont des pentes de signe opposé, et la composition du liquide se situe entre celles des deux solides ; pour un péritectique, les pentes ont le même signe, et le liquide a une teneur en soluté plus grande que les deux solides. Pour un eutectique, la croissance couplée peut être bien décrite par la célèbre théorie de Jackson et Hunt (JH)³. Dans cette théorie, une approximation pour le champ de diffusion est calculée sous l'hypothèse que le front de croissance est parfaitement plan ; ensuite, la température de croissance de chaque phase est calculée en prenant en compte l'effet de Gibbs-Thomson et la courbure de l'interface. Finalement, on fait l'hypothèse que les deux phases croissent à la même température pour déterminer la température globale du front. Il y a déjà longtemps, la théorie de JH a été adaptée aux péritectiques par Boettinger⁴; mais plusieurs études utilisant des méthodes d'intégrale de frontière ou de champ de phase, dont celle citée ci-dessus sur TRIS-NPG, ont révélé que les prédictions de cette théorie ne sont pas satisfaisantes. Le problème se trouve dans le dernier pas : dans un péritectique, les deux phases ne croissent pas strictement à la même température (voir figure 1). Une théorie JH « améliorée » qui prend ce décalage en compte avait été développée par G. Faivre pour les eutectiques, mais jamais publiée. J'ai repris cette théorie et je l'ai adaptée aux péritectiques.

Resultats

Le calcul procède d'abord comme pour les eutectiques : une approximation du champ de diffusion est calculée pour une structure lamellaire périodique avec un front plan. Ensuite, la forme de l'interface doit être déterminée pour chaque phase. Pour cela, on fait l'hypothèse que la concentration à l'interface est toujours donnée par la solution pour un front plan, même si en réalité le front est courbe. Jackson et Hunt ont déjà utilisé cette méthode pour calculer la forme de l'interface et ont obtenu un excellent accord avec leurs expériences. On obtient une équation différentielle ordinaire pour la forme de l'interface, qu'il faut résoudre numériquement par un algorithme d'essai-erreur (« shooting method »). La condition que les profils des deux phases doivent se rejoindre à la ligne triple fixe la différence de position (et donc de température) entre les deux phases, qui dépend des paramètres thermodynamiques des deux solides, des deux énergies de surface, et de l'espacement

¹ A. Ludwig, J. Mogeritsch, Scripta Materialia 239, 115802 (2024)

² L. Rátaki, T. Pusztai, Acta Materialia 281, 120438 (2024)

³ K. Jackson, J. Hunt, Trans Metal Soc AIME 236, 1129 (1966).

⁴ W. Boettinger, Metall Mater. Trans. 5, 2023 (1974).

entre les lamelles. Les données ainsi obtenues remplacent la condition de surfusion égale dans le calcul de Jackson-Hunt. La théorie résultante n'est pas complètement analytique, mais le calcul d'une intégrale ordinaire est beaucoup plus simple que des simulations complètes en champ de phase.

Pour tester cette nouvelle théorie, j'ai effectué des simulations par champ de phase du système Cu-Sn, que j'avais déjà étudié il y a quelques années⁵. La figure 1 montre la comparaison entre les résultats des simulations (température du front en fonction de l'espacement lamellaire), la théorie JH et la théorie améliorée. On voit que les prédictions de la nouvelle théorie sont de loin meilleures ; en particulier, cette théorie rend compte du comportement très différent des deux phases : tandis que la température de la phase β augmente de façon monotone avec l'espacement, celle pour la phase α passe par un maximum. Il est à noter que pour obtenir ce bon accord il est nécessaire de tenir compte du phénomène de rotation des trijonctions produit par le modèle du champ de phase⁶ ; cet effet change légèrement les conditions à appliquer aux lignes triples.

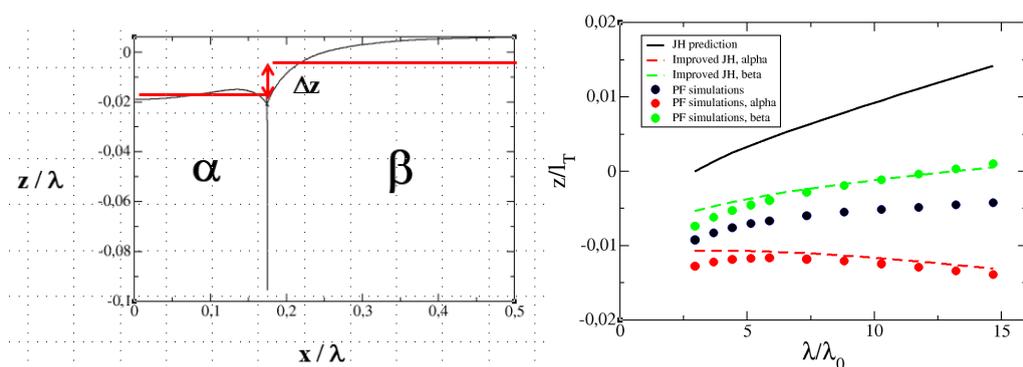


Figure 1 : Simulation par champ de phase de croissance couplée péritectique dans l'alliage Cu-Sn et comparaison à la nouvelle théorie. A gauche : image d'un front lamellaire (entre le milieu d'une lamelle α et le milieu d'une lamelle β). On voit que la position moyenne des deux interfaces est légèrement différente (z est la direction de croissance). A droite : température du front en fonction de l'espacement λ . Ici, l_T est la longueur thermique moyenne des deux phases, et λ_0 est un espacement de référence.

Perspectives

La nouvelle méthodologie sera appliquée au système TRIS-NPG, en collaboration avec les équipes de T. Pusztai et A. Ludwig. Une étude plus systématique permettra de mieux établir sous quelles conditions et pour quels alliages péritectiques la croissance couplée peut être observée.

Publications

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).

S. Akamatsu, S. Bottin-Rousseau, V. T. Witusiewicz, U. Hecht, M. Plapp, A. Ludwig, J. Mogeritsch, M. Şerefoğlu, N. Bergeon, F. L. Mota, L. Sturz, G. Zimmermann, S. McFadden, W. Sillekens: Microgravity studies of solidification patterns in model transparent alloys onboard the International Space Station, *npj microgravity* 9, 83 (2023).

TMS annual meeting, San Diego, USA, mars 2023: *Phase-field simulations of peritectic coupled growth (conference invitee)*.

⁵ J. Valloton, J.A. Dantzig, M. Plapp, M. Rappaz, *Acta Materialia* 61, 5549 (2013).

⁶ R. Folch, M. Plapp, *Phys. Rev. E* 72, 011602 (2005).

- 1.5 Solidification équiaxe d'alliages transparents massifs dans Transparent Alloys à bord de la Station Spatiale Internationale : campagne CETSOL-2
F.L. Mota, L. Sturz, S. McFadden, N. Bergeon

Solidification équiaxe d'alliages transparents massifs dans *Transparent Alloys* à bord de la Station Spatiale Internationale: campagne CETSOL-2

Fatima L. Mota¹, Laszlo Sturz², Shaun McFadden³, Nathalie Bergeon¹

¹Aix Marseille Univ, Université de Toulon, CNRS, IM2NP, Marseille, France. ²Access e.V., Intzestr. 5, 52072 Aachen, Germany. ³Ulster University, Northland Road, Derry/Londonderry, Northern Ireland BT48 7JL, UK.

La microstructure qui se forme à l'interface solide-liquide pendant le processus de solidification des matériaux à partir du bain fondu affecte considérablement ses propriétés macroscopiques. Durant la solidification dirigée d'alliages, deux modes de croissance dendritique peuvent être distingués : la croissance colonnaire, qui permet d'obtenir des matériaux aux propriétés directionnelles ; et la croissance équiaxe, qui donne naissance à des matériaux aux propriétés uniformes et isotropes. La croissance équiaxe intervient dans de nombreuses applications industrielles.

L'étude de la transition entre les deux modes de croissance (CET, Columnar to Equiaxed Transition) est le cœur du projet MAP de l'ESA CETSOL (Columnar Equiaxed Transition in SOLidification processing), initié en 2000. Malgré l'arrêt des projets MAP, les expériences et les développements d'expériences en microgravité planifiés dans le cadre des programmes MAP se poursuivent avec le calendrier prévu initialement. Une partie des travaux porte sur la caractérisation de la croissance équiaxe. C'est à cette thématique que se rattachent les expériences CETSOL-2 dans l'instrument *Transparent Alloys* (TA) de l'ESA, dont notre équipe a repris la responsabilité en 2022. Du point de vue expérimental, ces travaux se font en collaboration avec nos collègues européens L. Sturz (Allemagne) et S. McFadden (Irlande). L'équipe d'A. Karma (Northeastern Univ. Boston, EUA) intervient sur le volet simulation numérique.

Dans ce résumé, nous allons présenter un premier bilan des résultats obtenus dans la campagne spatiale qui s'est déroulée de mai à juillet 2024 à bord de la Station Spatiale Internationale (ISS).

Résultats

Le principe du dispositif TA est dérivé de la technique conventionnelle de solidification directionnelle d'échantillons minces. Des échantillons à paroi plate d'une section $6 \times 6 \text{ mm}^2$ et d'une longueur de 10 cm sont remplis, sous atmosphère contrôlée, d'un alliage fondu. Le four est constitué de deux zones thermalisées qui encadrent une zone non régulée de 7 mm de long (four de type Bridgman). Chacune des zones chauffantes est constituée de deux pièces métalliques qui entourent la cartouche, chaque pièce étant régulée indépendamment. Le champ de vision couvre la totalité de l'espace entre les blocs. Dans nos expériences, la zone centrale de l'échantillon est placée à une température (idéalement) uniforme en utilisant des températures des blocs chauds et froids identiques (configuration refroidissement isotherme), ou un petit gradient de température est appliqué (configuration refroidissement sous gradient) ; les zones thermiques sont ensuite refroidies simultanément à une vitesse de refroidissement constante pour initier la solidification.

Le système néopentylglycol-camphre (NPG-DC), a été utilisé dans une gamme de composition hypoeutectique (20, 25 et 30%pds). Ce matériau a les avantages : d'être transparent dans le visible ce qui permet d'utiliser des techniques optiques pour suivre la solidification ; d'avoir un comportement similaire aux alliages métalliques pendant la solidification ; d'avoir une température de fusion proche de l'ambiante ce qui permet d'exécuter des expériences plus rapidement et à moindre coût ; et d'avoir des propriétés thermophysiques bien étudiées et documentées.

En commençant par un liquide uniforme, le système est refroidi en continu pour induire la croissance de grains dendritiques équiaxes. Le refroidissement isotherme est associé à une pure croissance équiaxe (Fig.1). Par contre, le refroidissement en présence d'un gradient thermique peut être associé à des croissances colonnaire ou équiaxe selon les paramètres.

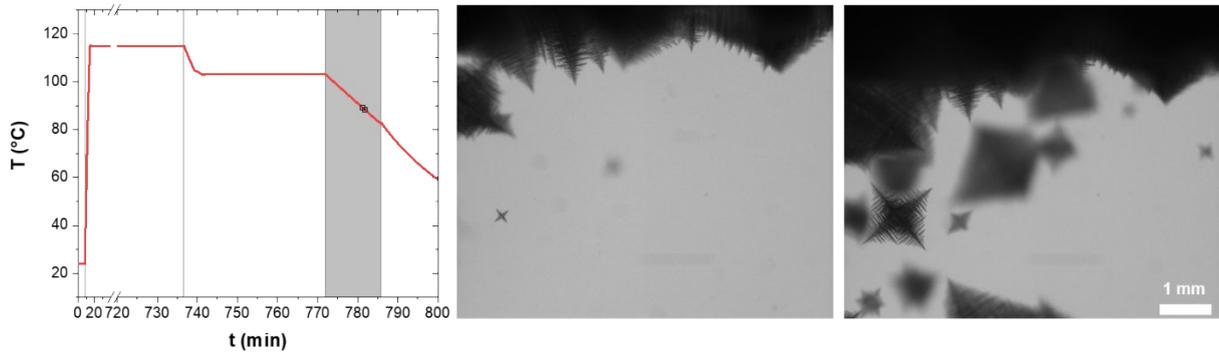


Figure 1 : Profil de température appliqué, où la zone en gris correspond à la période de solidification, et images obtenues pendant la solidification de l'alliage NPG-20%pds DC en refroidissement isotherme à 2 K/min.

Les données partielles descendues au fil de l'eau ont permis de contrôler le bon déroulement des expériences et de valider leur réussite (41 expériences). La Figure 2 illustre les morphologies typiques de grains équiaxes obtenues pour les trois alliages à deux taux de refroidissement différents. Pour le NPG - 20% pds DC, quelle que soit la vitesse de croissance, la morphologie est typique d'une croissance suivant $\langle 001 \rangle$, avec des angles entre les différentes branches de 90° (a et d). Ce n'est pas le cas pour l'alliage à 30% pds DC, dont les morphologies sont typiques d'une croissance suivant $\langle 111 \rangle$ (c et e). Le cas de l'alliage à 25% pds DC est très intéressant puisqu'il révèle un changement de direction de croissance avec la vitesse de refroidissement : $\langle 001 \rangle$ à faible vitesse (e), elle devient $\langle 111 \rangle$ à forte vitesse (b).

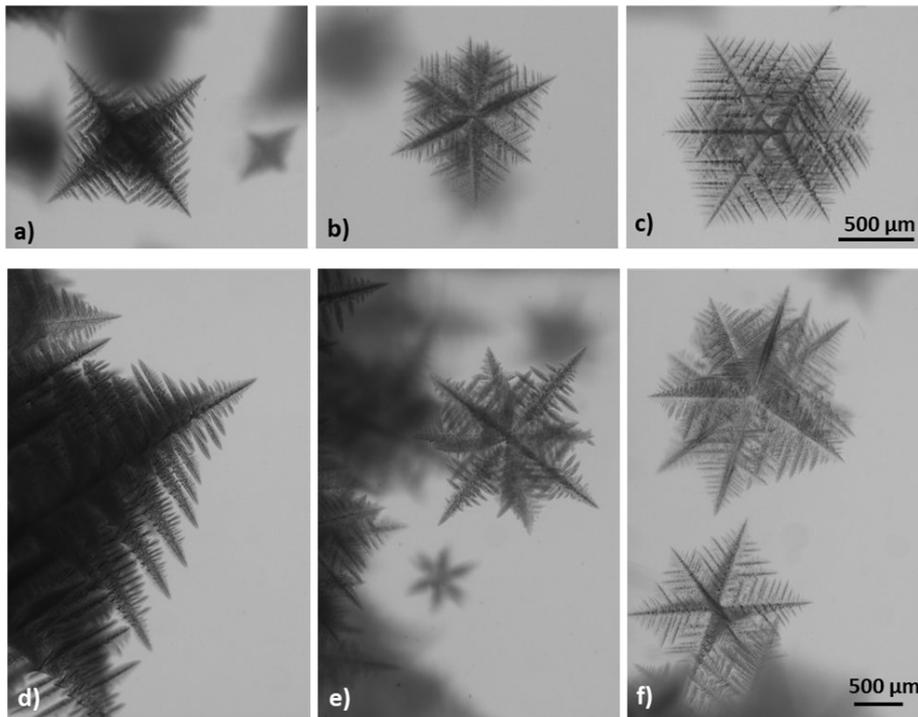


Figure 2 : Images de grains équiaxes en refroidissement continu à un taux de 2 (a-c) et 0.25 K/min (d-f). Les trois colonnes correspondent aux trois compositions d'alliages, respectivement à 20, 25 et 30% pds DC.

Perspectives

L'analyse des données est actuellement en cours et ne pourra être achevée qu'après la récupération des données complètes au retour sur terre des disques durs de stockage des images

Remerciements : Les auteurs expriment leur gratitude à l'ESA et à l'E-USOC pour leur soutien dans le projet CETSOL.

- 1.6 Dynamique de l'interface solide-liquide facettée du salol pendant la solidification dirigée
A. Raad, F.L. Mota, N. Mangelinck-No'el, N. Bergeon

Solidification équiaxe d'alliages transparents massifs dans *Transparent Alloys* à bord de la Station Spatiale Internationale: campagne CETSOL-2

Fatima L. Mota¹, Laszlo Sturz², Shaun McFadden³, Nathalie Bergeon¹

¹Aix Marseille Univ, Université de Toulon, CNRS, IM2NP, Marseille, France. ²Access e.V., Intzestr. 5, 52072 Aachen, Germany. ³Ulster University, Northland Road, Derry/Londonderry, Northern Ireland BT48 7JL, UK.

La microstructure qui se forme à l'interface solide-liquide pendant le processus de solidification des matériaux à partir du bain fondu affecte considérablement ses propriétés macroscopiques. Durant la solidification dirigée d'alliages, deux modes de croissance dendritique peuvent être distingués : la croissance colonnaire, qui permet d'obtenir des matériaux aux propriétés directionnelles ; et la croissance équiaxe, qui donne naissance à des matériaux aux propriétés uniformes et isotropes. La croissance équiaxe intervient dans de nombreuses applications industrielles.

L'étude de la transition entre les deux modes de croissance (CET, Columnar to Equiaxed Transition) est le cœur du projet MAP de l'ESA CETSOL (Columnar Equiaxed Transition in SOLidification processing), initié en 2000. Malgré l'arrêt des projets MAP, les expériences et les développements d'expériences en microgravité planifiés dans le cadre des programmes MAP se poursuivent avec le calendrier prévu initialement. Une partie des travaux porte sur la caractérisation de la croissance équiaxe. C'est à cette thématique que se rattachent les expériences CETSOL-2 dans l'instrument *Transparent Alloys* (TA) de l'ESA, dont notre équipe a repris la responsabilité en 2022. Du point de vue expérimental, ces travaux se font en collaboration avec nos collègues européens L. Sturz (Allemagne) et S. McFadden (Irlande). L'équipe d'A. Karma (Northeastern Univ. Boston, EUA) intervient sur le volet simulation numérique.

Dans ce résumé, nous allons présenter un premier bilan des résultats obtenus dans la campagne spatiale qui s'est déroulée de mai à juillet 2024 à bord de la Station Spatiale Internationale (ISS).

Résultats

Le principe du dispositif TA est dérivé de la technique conventionnelle de solidification directionnelle d'échantillons minces. Des échantillons à paroi plate d'une section $6 \times 6 \text{ mm}^2$ et d'une longueur de 10 cm sont remplis, sous atmosphère contrôlée, d'un alliage fondu. Le four est constitué de deux zones thermalisées qui encadrent une zone non régulée de 7 mm de long (four de type Bridgman). Chacune des zones chauffantes est constituée de deux pièces métalliques qui entourent la cartouche, chaque pièce étant régulée indépendamment. Le champ de vision couvre la totalité de l'espace entre les blocs. Dans nos expériences, la zone centrale de l'échantillon est placée à une température (idéalement) uniforme en utilisant des températures des blocs chauds et froids identiques (configuration refroidissement isotherme), ou un petit gradient de température est appliqué (configuration refroidissement sous gradient) ; les zones thermiques sont ensuite refroidies simultanément à une vitesse de refroidissement constante pour initier la solidification.

Le système néopentylglycol-camphre (NPG-DC), a été utilisé dans une gamme de composition hypoeutectique (20, 25 et 30%pds). Ce matériau a les avantages : d'être transparent dans le visible ce qui permet d'utiliser des techniques optiques pour suivre la solidification ; d'avoir un comportement similaire aux alliages métalliques pendant la solidification ; d'avoir une température de fusion proche de l'ambiante ce qui permet d'exécuter des expériences plus rapidement et à moindre coût ; et d'avoir des propriétés thermophysiques bien étudiées et documentées.

En commençant par un liquide uniforme, le système est refroidi en continu pour induire la croissance de grains dendritiques équiaxes. Le refroidissement isotherme est associé à une pure croissance équiaxe (Fig.1). Par contre, le refroidissement en présence d'un gradient thermique peut être associé à des croissances colonnaire ou équiaxe selon les paramètres.

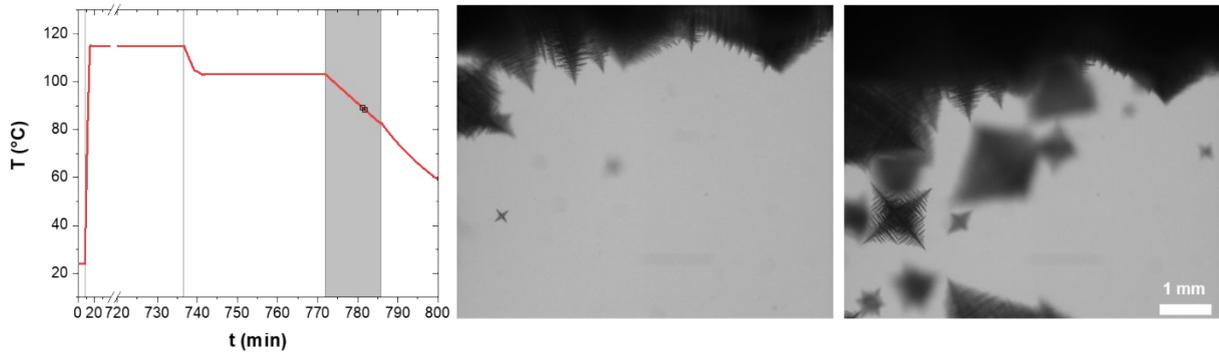


Figure 1 : Profil de température appliqué, où la zone en gris correspond à la période de solidification, et images obtenues pendant la solidification de l'alliage NPG-20%pds DC en refroidissement isotherme à 2 K/min.

Les données partielles descendues au fil de l'eau ont permis de contrôler le bon déroulement des expériences et de valider leur réussite (41 expériences). La Figure 2 illustre les morphologies typiques de grains équiaxes obtenues pour les trois alliages à deux taux de refroidissement différents. Pour le NPG - 20% pds DC, quelle que soit la vitesse de croissance, la morphologie est typique d'une croissance suivant $\langle 001 \rangle$, avec des angles entre les différentes branches de 90° (a et d). Ce n'est pas le cas pour l'alliage à 30% pds DC, dont les morphologies sont typiques d'une croissance suivant $\langle 111 \rangle$ (c et e). Le cas de l'alliage à 25% pds DC est très intéressant puisqu'il révèle un changement de direction de croissance avec la vitesse de refroidissement : $\langle 001 \rangle$ à faible vitesse (e), elle devient $\langle 111 \rangle$ à forte vitesse (b).

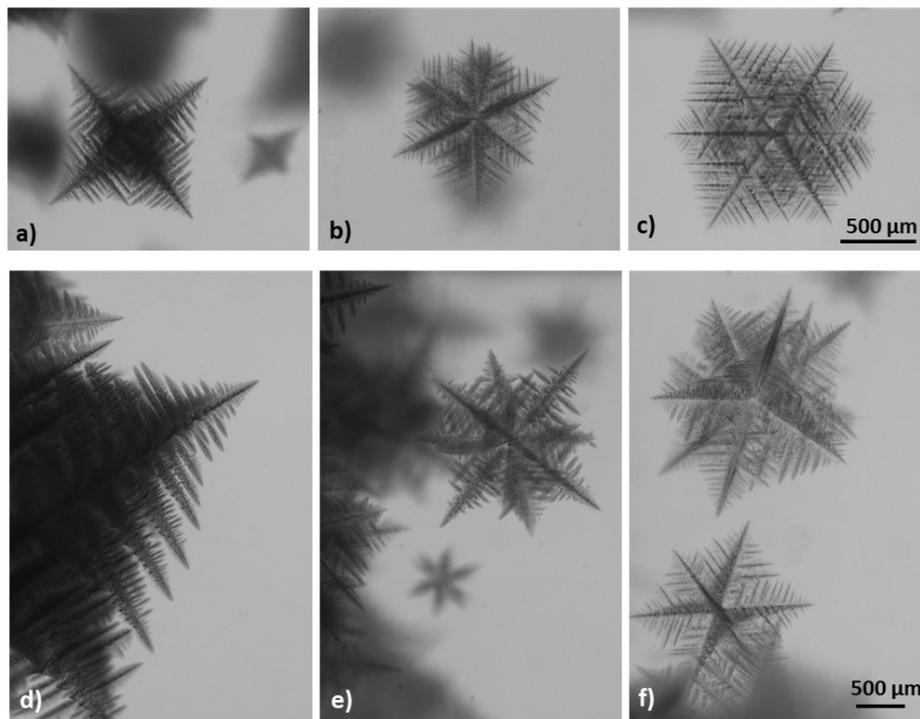


Figure 2 : Images de grains équiaxes en refroidissement continu à un taux de 2 (a-c) et 0.25 K/min (d-f). Les trois colonnes correspondent aux trois compositions d'alliages, respectivement à 20, 25 et 30% pds DC.

Perspectives

L'analyse des données est actuellement en cours et ne pourra être achevée qu'après la récupération des données complètes au retour sur terre des disques durs de stockage des images

Remerciements : Les auteurs expriment leur gratitude à l'ESA et à l'E-USOC pour leur soutien dans le projet CETSOL.

- 1.7 Comparaison des analyses thermodynamiques et des expériences de solidification par radiographie X in situ pour l'alliage Al-Sn-Cu
S. De Albuquerque, J.E. Spinelli, G. Reinhart, H. Nguyen-Thi

Comparaison des analyses thermodynamiques et des expériences de solidification par radiographie X *in situ* pour l'alliage Al-Sn-Cu

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, PPGCEM, 13565-905 São Carlos, SP, Brazil

Les alliages Al-Sn-Cu ont un grand potentiel d'utilisation dans les roulements à contact solide/solide en raison de leurs microstructures, 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 est due au gap de miscibilité dans le diagramme de phases qui conduit à la décomposition de la phase liquide en deux autres phases liquides non miscibles pendant le refroidissement. Lors de la sélection de ces alliages pour des applications tribologiques, il est donc crucial de considérer non seulement la composition mais aussi les différentes microstructures qui se forment lors de la solidification et qui ont une grande influence sur les propriétés mécaniques finales. La présente étude porte sur la caractérisation du chemin de solidification de l'alliage Al - 20 %pds Sn - 10%pds Cu par trois approches différentes : calculs CALPHAD, analyses thermiques par DSC et caractérisation du processus de solidification par radiographie X *in situ*. Ces travaux ont fait l'objet d'une publication en 2024.

1 Description des expériences

Nous avons analysé la solidification de l'alliage considéré dans le dispositif de laboratoire SFINX¹. Des échantillons d'épaisseur 0.2 mm 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 réalisées avec l'échantillon en position horizontale pour minimiser les effets de la gravité (convection, poussée d'Archimède)². Les radiographies ont été obtenues avec un champ de vision de 5×5 mm² et une taille de pixel effective de 4×4 μm². La fréquence d'acquisition des images était de deux images/seconde. Deux traitements d'images ont été effectués : le premier (*flat-field*) pour améliorer le contraste des images et un second (*frame-differencing*) pour permettre de mieux révéler les légères modifications entre images successives et associées aux différentes réactions au cours de la solidification.

2 Résultats

• **Le calcul thermodynamique du chemin de solidification** a été effectué par la méthode CALPHAD, avec Thermo-Calc. Les transformations successives prévues au cours de la solidification sont :

- Une croissance dendritique de α-Al de 597.5 à 550.6 °C,
- Une décomposition du liquide inter-dendritique en deux liquides non - miscibles (germination et croissance de gouttelettes de Sn dans le liquide) de 550.6 to 529.4°C,
- Une réaction monotectique avec la formation de α-Al et θ-Al₂Cu à 529.4 °C
- Une réaction eutectique finale à 229.5 °C

• **Les analyses thermiques par DSC** ont validé ces prédictions qualitativement (Figure 1). Cependant, un décalage important au niveau des valeurs des températures des différentes réactions est observé, que nous attribuons aux incertitudes de chacune des méthodes. En effet, les valeurs de Thermo-Calc sont calculées à l'équilibre alors que les courbes DSC sont mesurées légèrement hors équilibre.

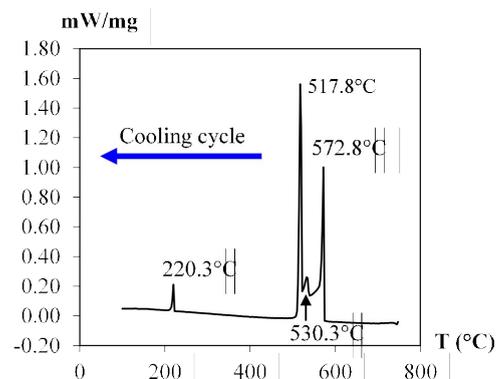


Fig. 1 : Courbe DSC enregistrée pendant la phase de refroidissement pour l'alliage Al - 20 %pds Sn - 10%pds Cu.

¹ SFINX : Solidification Furnace with IN Situ X-radiography

² H. Soltani et al., Journal of Alloys and Compounds, 862 (2021) 158028.

• **Radiographies X in situ des expériences de solidifications**

La solidification dirigée de l'alliage ternaire Al - 20 %pds Sn - 10%pds Cu est effectuée par un refroidissement contrôlé de l'échantillon maintenu fixe. Elle commence par une croissance dendritique classique, avec des dendrites d'aluminium se développant dans la phase liquide qui s'enrichit due au rejet de solutés (Cu et Sn).

Quand le liquide inter-dendritique rentre dans le gap de miscibilité (autour de 543°C), il se décompose en deux liquides non miscibles comme prédit par les calculs thermodynamiques et détecté par DSC. Cependant, de manière inattendue, la décomposition de la phase liquide en deux liquides se produit en deux étapes successives (Figure 2).

Dans un premier temps, quelques gouttes d'étain (L'' en noir) se forment dans un liquide riche en Al (L' en clair). Dans un second temps, à plus basse température, le liquide L' évolue brusquement vers la formation de gouttes plus grosses et en plus grand nombre, donnant naissance à une zone très sombre. Enfin, à une température encore plus basse (~ 535°C), la réaction monotectique est bien visible par la bande de couleur blanche visible par radiographie X.

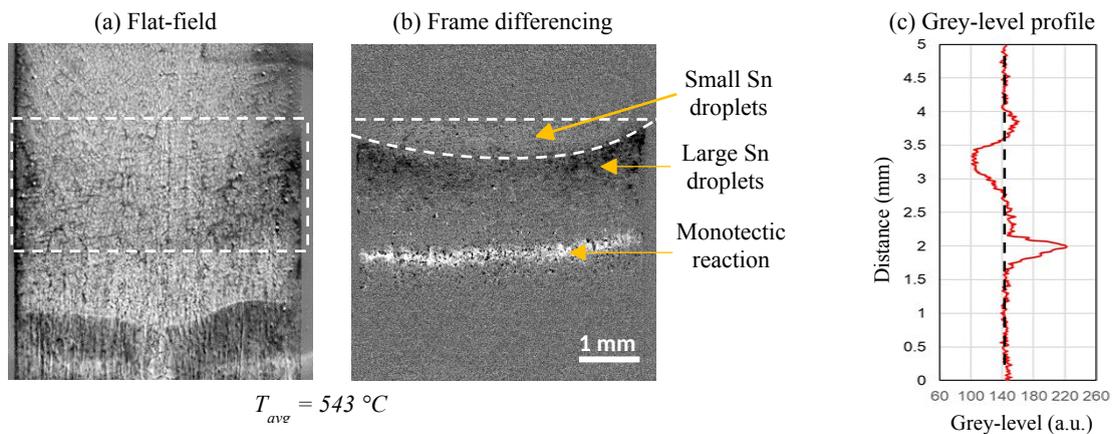


Fig. 2 : Images de la microstructure obtenue après un traitement par (a) Flat-field et (b) Frame-differencing au cours de la solidification de l'alliage Al - 20 wt.% Sn - 10 wt.% Cu sample ($R = 0.15$ K/min, $G_{app} = 5.5$ K/mm), montrant la décomposition de la phase liquide ($L' \rightarrow L' + L''$) suivie de la réaction monotectique ($L' \rightarrow L' + \sqrt[Al]{Al_2Cu}$). T_{avg} est la température au centre du champ de vue (c) Profil vertical moyen du niveau de gris dans le champ de vue.

Les explications avancées pour cette décomposition du liquide en deux étapes sont

- soit une transition des deux liquides non-miscibles vers deux liquides miscibles comme observé par Schaffer et al.³. Ce changement de comportement serait causé par l'enrichissement du liquide en Sn qui modifierait de manière drastique la tension de surface des gouttelettes d'étain.
- soit une transition d'une décomposition binodale ® spinodale dans le gap de miscibilité de l'alliage comme décrite par Ratke et al.⁴.

Des expériences complémentaires doivent être menées pour répondre de manière certaine à cette question.

Publication 2024

- S. De Albuquerque et al., *Solidification paths of Al-Cu-Sn alloys: Comparison of thermodynamic analyses and solidification experiments using in situ X-radiography*, Materials Today Communications 40 (2024) 109545, <https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2024.109545>
- S. De Albuquerque et al., *In-situ observation by X-radiography of two-step liquid decomposition during directional solidification of Al-10wt%Cu-20wt%Sn alloys*, To be submitted

³ Schaffer, P.L., et al., New Journal of Physics, 2008. 10(5): p. 053001.

⁴ Ratke, L. and S. Diefenbach, Materials Science and Engineering: R: Reports, 1995. 15(7-8): p. 263-347

Session 2

Instabilité, Turbulence, convection Bénard - Marangoni

- 2.1 Modélisation de la convection thermique dans l'espace à l'aide de la force diélectrophorétique
E.B. Barry, C. Kang, H.N. Yoshikawa, **I. Mutabazi**

Modélisation de la convection thermique dans l'espace à l'aide de la force diélectrophorétique

Elhadj.B. Barry¹, C. Kang², Harunori N. Yoshikawa³, Innocent Mutabazi¹

¹ Laboratoire Ondes et Milieux Complexes, UMR 6294, CNRS-Université du Havre

² Department of Mechanical Engineering, Jeonbuk National University, Jeongju, South Korea

³ Faculty of Science and Engineering, Doshisha University, Kyoto, Japan

Introduction

Le transfert thermique par convection naturelle dans l'espace constitue un enjeu important pour l'exploration spatiale avec de possibilités de séjour sur la Lune ou sur Mars. En apesanteur, la gravité, la poussée d'Archimède est négligeable devant les forces dissipatives dans un fluide soumis à des gradients de température. Depuis les années 1970, plusieurs équipes ont montré que la force diélectrophorétique due à un champ électrique de haute fréquence appliqué à un liquide diélectrique avait une composante analogue à la poussée d'Archimède et pouvait donc générer la convection thermique et ainsi assurer un transfert thermique efficient^{1,2,3}. La première expérience a été réalisée dans Spacelab 3 à bord de la fusée Challenger en Mai 1985 dans une couronne hémisphérique soumise à des gradients de température radial et latitudinal⁴. Une nouvelle expérience appelée GEOFLOW a été réalisée dans le module Columbus sur l'ISS de 2008 à 2017 par l'équipe du Prof. C. Egbers de l'Université de Technologie de Brandenburg à Cottbus. Cette expérience montée dans une couronne sphérique soumise à un gradient radial de température, à une tension électrique alternative et à une rotation solide a permis de réaliser plusieurs études de convection thermique induite par la force diélectrophorétique⁵. Le projet GEOFLOW avait pour objectif la modélisation de la convection thermique au sein de la Terre. Son succès a donné lieu à un nouveau projet ATMOFLOW qui a pour objectif de modéliser la convection atmosphérique. Pour faciliter la modélisation de la convection, on subdivise la sphère en deux zones : la zone équatoriale pouvant être modélisée par l'anneau formé par deux cylindres tangents et la zone polaire modélisée par un liquide entre deux plans parallèles. Notre étude sert d'appui théorique de cette expérience.

Modèle

On considère un fluide diélectrique de masse volumique ρ , de coefficient de dilatation thermique α , de viscosité cinématique ν , de diffusivité thermique κ , de permittivité ϵ soumis à une tension électrique $V(t) = \sqrt{2}V_0 \sin \omega t$ où est V_0 la tension effective. On admet l'approximation de Boussinesq avec. $\rho(T) = \rho_0(1 - \alpha\theta)$. $\epsilon(T) = \epsilon_{ref}(1 - e\theta)$ et $\theta = T - T_{ref}$. Le fluide est supposé incompressible et sa dynamique est régie par les équations de conservation de la masse, de la quantité de mouvement, de conservation de l'énergie et de la charge électrique.

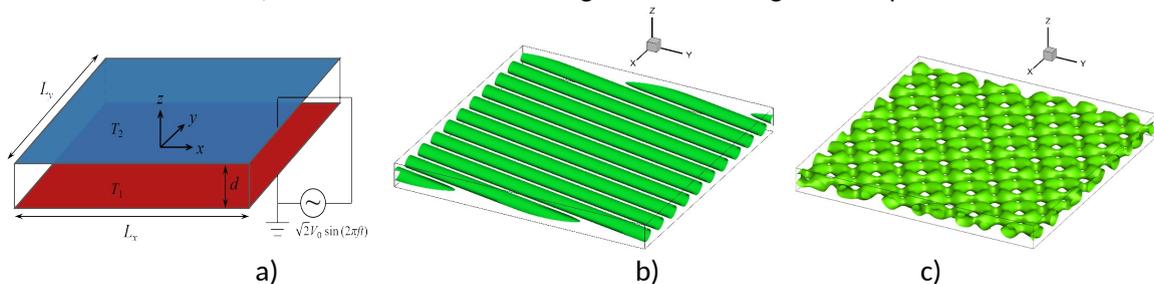


Figure 1: a) Couche de liquide diélectrique entre deux électrodes planes parallèles de températures différentes et soumises à une tension électrique de haute fréquence. Motifs stationnaires de convection thermoélectrique : b) près du seuil ($L = 2200$) ; c) loin du seuil ($L = 9000$).

¹ P.H. Roberts, *Q.J. Mech. Appl. Math.* **22**, 211-220(1969).

² R.J. Turnbull, *Phys. Fluids* **12**, 1809-1815 (1969).

³ I. Mutabazi *et al.*, *Fluid Dyn. Res.* **48**, 061413 (2016).

⁴ J.E. Hart, G.A. Glatzmaier & J. Toomre, *J. Fluid Mech.* **173**, 519-544 (1986).

⁵ B. Futterer *et al.* *J. Fluid Mech.* **735**, 647-683 (2013).

La poussée d'Archimède est remplacée par la partie non-conservative de la force diélectrophorétique $\vec{f}_{DEP} = -\alpha\rho_0\theta\vec{g}_e$ avec la gravité électrique $\vec{g}_e = \frac{e}{\alpha\rho_0} \nabla \left(\frac{\epsilon_{ref}\vec{E}^2}{2} \right)$ où \vec{E} est le champ électrique effectif.

On néglige les dissipations visqueuses et diélectriques. Les paramètres de contrôle sont le nombre de Prandtl $Pr = -$, le nombre de Rayleigh $Ra = \frac{\gamma_a g d^3}{\nu\kappa}$ et le nombre de Rayleigh-Robertson $L = \frac{\gamma_a g e d^3}{\nu\kappa}$ avec $g_e = \frac{\epsilon_1 e \phi_0^2 \gamma_e^3}{\alpha \rho d^3} \left[\ln \left(\frac{1 - \gamma_e/2}{1 + \gamma_e/2} \right) \right]^{-2}$. On suppose que $\gamma_a = \alpha \Delta T \ll 1$ et $\gamma_e = e \Delta T \ll 1$ pour que l'approximation de Boussinesq soit valide. On considère trois cas : i) microgravité ($Ra = 0$), ii) cavité avec une stratification thermique stable ($Ra < 0$) et iii) cavité avec une stratification thermique instable ($0 < Ra < Ra_c = 1708$).

Résultats

La stabilité linéaire a montré que les modes critiques de convection thermique induite par la force diélectrophorétique sont des rouleaux stationnaires dont le seuil est indépendant de Pr . Les paramètres critiques (L_c, k_c) décroissent avec Ra . La transition entre l'état conductif vers l'état convectif est une bifurcation supercritique. Le nombre de Nusselt croît avec $L' = \frac{\alpha \Delta T d^3 g_{eff}}{\nu\kappa}$, $g_{eff} = \alpha g_e + g \Theta(Ra)$ où $\Theta(Ra) = 1$ si $Ra > 0$, $\Theta(Ra) = 0$ si $Ra = 0$, $\Theta(Ra) = -1$ si $Ra < 0$. Cependant, les valeurs de L et L' sont limitées par le potentiel de claquage des liquides diélectriques.

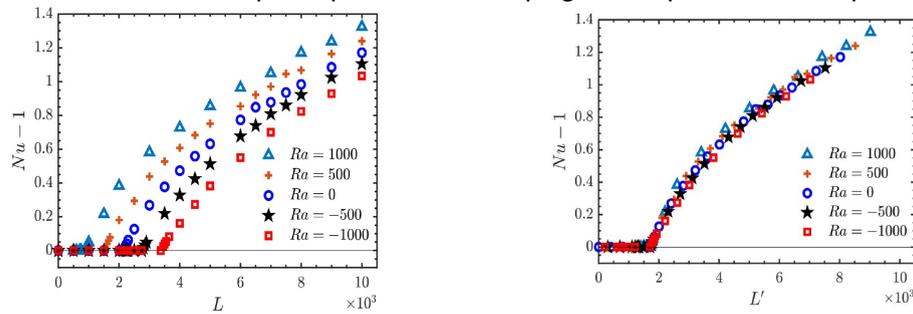


Figure 2 : Variation du nombre de Nusselt avec : a) le nombre de Rayleigh électrique L , b) le nombre de Rayleigh électrique normalisé L' .

La gravité effective g_{eff} contient la tension électrique appliquée que l'on peut choisir pour obtenir une valeur voulue de la gravité sur un objet planétaire donné. Ainsi si l'on utilise AK5 comme liquide diélectrique, on peut appliquer la tension effective $V_0 = 38.52 \text{ kV}$ pour avoir la gravité $g_{eff} = g/6$ sur la Lune et $V_0 = 58.30 \text{ kV}$ pour avoir la gravité $g_{eff} = g/3$ sur la planète Mars.

Perspectives

Un nouveau code est en cours de développement pour remplacer les conditions aux limites périodiques par des conditions aux limites fixes aux extrémités horizontales ($x = L_x, y = L_y$). Une autre étude est en cours pour la convection thermoélectrique dans une cavité verticale.

Publications

1. E.B. Barry, H.N. Yoshikawa, C. Kang & I. Mutabazi, Electric buoyancy-driven convection in stable and unstable thermal stratifications, *Phys. Fluids* **36**, 084121 (2024). doi:10.1063/5.02416148
2. C. Kang, I. Mutabazi & H.N. Yoshikawa, Thermo-electro-hydrodynamic (TEHD) convection in a finite cylindrical annulus under microgravity, *J. Fluid Mech.* **991**, A7 (2024). <https://doi.org/10.1017/jfm.2024.538>
3. E.B. Barry, H.N. Yoshikawa, C. Kang & I. Mutabazi, Flow patterns and heat transfer in a dielectric liquid inside a planar capacitor under microgravity conditions, *Appl. Phys. Lett.* **122**, 182903 (2023). doi:10.1063/5.0144535
4. E.B. Barry, H.N. Yoshikawa, C. Kang, A. Meyer, M. Meier, O. Crumeyrolle, C. Egbers & I. Mutabazi, Thermo-electric convection in a planar capacitor : theoretical studies and experiments in parabolic flights, *Comptes-Rendus Mécanique* **351**(S2), 273-287 (2023). <https://doi.org/10.5802/crmeca.143>
5. A. Meyer, H.N. Yoshikawa, P.S.B. Szabo, M. Meier, C. Egbers & I. Mutabazi, Thermo-electric instabilities in a circular Couette flow, *Phil. Trans. R. Soc. A* 2023, DOI: 10.1098/rsta.2022.0139

2.2 Convection thermoélectrique dans un anneau cylindrique horizontal
A. Meyer, M.H. Hamede, J. Roller, V. Heuveline, C. Egbers

Convection thermoélectrique dans un anneau cylindrique horizontal

Antoine Meyer¹, Mohammed H. Hamede², Jonas Roller³, Vincent Heuveline³, Christoph Egbers²

¹ Laboratoire Ondes et Milieux Complexes, CNRS-UMR 6294, Université Le Havre Normandie

² Department of Aerodynamics and Fluid Mechanics, BTU Cottbus-Senftenberg, Germany

³ Engineering Mathematics and Computing Lab, Heidelberg University, Germany

L'utilisation de la force diélectrophorétique (DEP) pour le transport de masse a de nombreuses applications dans le domaine de l'industrie. Il est par exemple possible de séparer des particules selon leur permittivité électrique dans un circuit, ou bien de pomper ces particules dans un fluide inerte¹. Il est également possible d'utiliser la force DEP sur un fluide en présence d'une stratification de la masse volumique, issue par exemple d'un gradient de température. La poussée thermique résultante est générée par une gravité artificielle appelée gravité électrique. En particulier, cette gravité est typiquement centripète dans une cavité courbée ce qui offre la possibilité d'utiliser ce type de configuration comme modèle de convection géophysique ou atmosphérique².

Pour étudier la poussée thermoélectrique, on étudie l'écoulement d'une huile de silicone confinée entre deux électrodes cylindriques concentriques auxquelles est appliquée une différence de température ΔT . De plus, le cylindre intérieur est connecté à un générateur de haute tension alternative d'amplitude V_p , tandis que le cylindre extérieur est connecté à la terre. L'anneau cylindrique est orienté horizontalement pour que la convection naturelle dans l'huile soit bidimensionnelle (dans le plan radial (r), azimutal (φ)). La gravité électrique agit alors sur un gradient de température qui a une contribution dans la direction azimutale. On montre alors que la force DEP contient un terme non conservatif qui peut générer de la vorticit   donnant lieu    la convection thermo  lectrique. Pour mesurer l'  coulement du fluide, une m  thode de v  locim  trie par images de particules est utilis  e en illuminant un plan (r, φ)    une certaine position axiale. De plus, les variations de la masse volumique du fluide sont captur  es par une m  thode d'ombroscopie en utilisant une lumi  re collimat  e dont l'axe optique est parall  le    l'axe de l'anneau cylindrique. La figure 1 montre une repr  sentation sch  matique de l'exp  rience ainsi qu'un exemple de visualisation de l'  coulement de l'  tat de base.

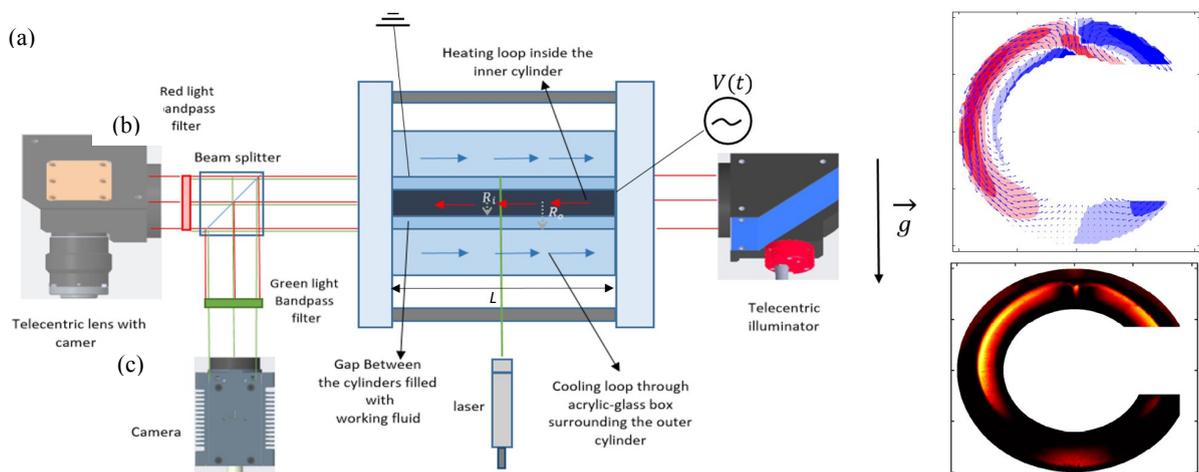


Figure 1 : Repr  sentation sch  matique de l'exp  rience (a) avec la cellule exp  rimentale et les m  thodes de mesures, et   tat de base de l'  coulement pour $\Delta T = 7K$ (champ de vitesse (a) et ombrosocopie (b)).

¹ Lin & Jones, Journal of electrostatics, 15(1) (1984),

² Zaussinger et al., Microgravity Science and Technology, 31(5) (2019),

Résultats

Quand seul l'écart de température est appliqué entre les deux cylindre, l'état de base présente deux cellules convectives symétrique par rapport au plan vertical passant par l'axe de l'anneau. L'huile circule vers le haut près de la paroi chaude et circule vers le bas du côté de la paroi froide³. Lorsque le champ électrique est appliqué, on observe le renforcement de l'état de base à travers l'augmentation de la vitesse de l'écoulement convectif, et l'intensification du motif de l'ombroscopie. De plus, au-delà d'une certaine valeur du potentiel électrique, l'écoulement transite vers un nouvel état formé de vortex de part et d'autre du jet vertical au sommet de l'entrefer. Ces vortex générés périodiquement sur les cotés de l'entrefer sont transportés vers le haut. La figure 2 montre des diagrammes spatio-temporels de cet état thermo-convectif obtenus numériquement (a) et expérimentalement (b).

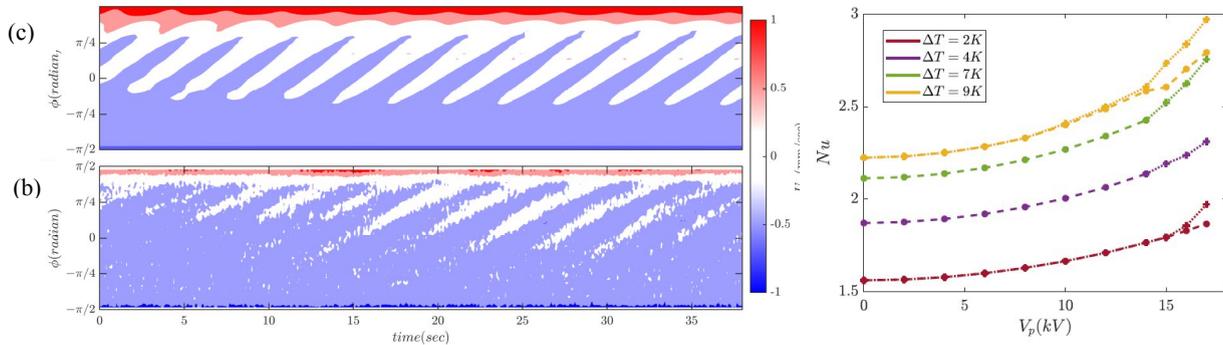


Figure 2 : Diagramme spatio-temporel de la composante radiale de la vitesse mesurée au milieu de l'entrefer (a : numérique et b : expérimentale) pour $\Delta T = 5K$ et $V_p = 15kV$ et (c) nombre de Nusselt en fonction de V_p pour plusieurs ΔT .

La convection thermo-électrique augmente le taux de transfert thermique entre les deux surfaces cylindriques. Le nombre de Nusselt Nu correspond au rapport entre le flux thermique total mesuré ici au cylindre extérieur et le flux thermique conductif. Ce nombre permet de caractériser l'efficacité du transfert thermique et son évolution en fonction de la tension effective appliquée V_p pour quelques valeurs de ΔT est présentée en figure 2 (c) à partir de simulations numériques. La particularité de l'orientation horizontale par rapport au cas vertical est l'augmentation du taux de transfert thermique pour toutes valeurs du potentiel électrique. Cette augmentation est due au renforcement de la convection à l'état de base due au couple DEP. L'apparition de l'instabilité à de grandes valeurs de V_p (> 14 kV) est accompagné d'une légère augmentation de la variation de Nu avec la tension électrique appliquée.

Perspectives

Cette expérience a montré la capacité qu'a la force DEP de générer ou d'amplifier la convection thermique dans la cavité cylindrique. Une expérience d'ores et déjà montée au département d'Aérodynamique et de Mécanique des Fluides à Cottbus (Allemagne) permet d'appliquer la poussée thermoélectrique dans un anneau cylindrique vertical où le cylindre intérieur est en rotation. Cette expérience, de taille plus importante que celle présentée dans ce rapport, présente un fort couplage avec la gravité terrestre. En particulier le gradient de température génère un gradient axial de température qui donne lieu à un couple DEP pouvant, comme dans la présente expérience, modifier l'état de base du système. Une étude de l'effet du couplage entre l'effet de la gravité terrestre et la convection thermoélectrique pourrait aider l'analyse de résultats expérimentaux.

Publications

Mohammed H. Hamede et al., *Dielectrophoretic force enhanced-thermal convection within a horizontal cylindrical annulus*. En phase de révision pour Physics of Fluids.

³ Kuehn & Goldstein, Journal of Fluid mechanics 74(4) (1976),

- 2.3 Effets dynamiques de champ électriques AC sur des bulles en croissance : Préparation de l'expérience AEBIO
S. Siedel, T. Gu

Effets dynamiques de champ électriques AC sur des bulles en croissance : Préparation de l'expérience AEBIO

Samuel Siedel¹, Tianle Gu¹

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

Les écoulements diphasiques, et en particulier ceux avec changement de phase (ébullition) sont présents dans de nombreuses applications terrestres et spatiales. L'application de champs électriques imposés par des électrodes externes (électrohydrodynamique ou EHD) a été identifiée depuis plusieurs décennies comme un candidat potentiel afin d'agir activement sur des écoulements diphasiques par l'introduction de nouvelles forces volumiques et aux interfaces d'origine électrique. Ces modifications de l'écoulement peuvent alors avoir pour objet d'intensifier des transferts thermiques diphasiques, d'apporter un moyen de contrôle sur les écoulements ou encore de palier à l'absence de forces de flottabilité pour les applications microgravitaires.

Plusieurs études ont eu pour objet lors des 20 dernières années d'évaluer la possibilité pour des champs électriques continus d'impacter la croissance et surtout le détachement de bulles en apesanteur. Parmi les études récentes d'envergure, on peut notamment citer l'expérience RUBI (Reference mUltiscale Boiling Investigation) qui a été lancée sur l'ISS en juillet 2019 et opérée jusqu'à début 2021. Un des objectifs de cette expérience concernait précisément de caractériser l'impact de tels champs sur des bulles croissant par ébullition dans un fluide diélectrique (FC 72) sur une paroi normale au champ électrique, avec ou sans écoulement cisailé.

Dans la continuité des études précitées, le projet présenté vise à tirer parti de champs électriques non pas continu mais présentant différentes fréquences et formes d'ondes. Les objectifs visés par cette évolution sont d'une part de favoriser des réponses dynamiques de l'écoulement diphasique à ces sollicitations et d'autre part de bénéficier d'effets liés aux transitoires électriques. Le premier axe permettra par exemple de rechercher à solliciter les interfaces à des fréquences mécaniques particulières pouvant amplifier des oscillations par résonance, à l'échelle d'une bulle entière ou par exemple à l'échelle d'une ligne de contact. Le second axe mettra en valeur les effets transitoires liés aux charges électriques libres lors des transitoires de champ qui s'additionneront aux effets plus classiques liés à la polarisation du fluide diélectrique.

Ce projet s'articule en plusieurs étapes. Une expérience développée depuis 2023 en conditions terrestres en laboratoire apporte déjà de nombreux résultats originaux encourageant quant aux objectifs visés. Une nouvelle expérience appelée AEBIO (AC Electrohydrodynamic Bubble Interface Oscillation) destinée à l'expérimentation en vols paraboliques est en cours de développement. Une première campagne de vol en mars 2025 aura pour but l'expérimentation sur des bulles de gaz injectées, et des évolutions ultérieures de cette expérience afin de générer ces bulles par ébullition sont déjà envisagées.

Résultats obtenus en conditions terrestres

De nombreuses observations ont pu être observées en conditions terrestres et en voici certaines. Tout d'abord, comme illustré sur l'évolution du rapport d'aspect en figure 1, l'application d'un champ électrique AC (ici sinusoïdal à une fréquence de 100 Hz) permet effectivement de générer d'importantes oscillations verticales des bulles. Cet effet était attendu dans cette gamme de fréquence proche des fréquences naturelles d'oscillation. Cette figure met en valeur un autre effet qui était lui inattendu : deux modes d'oscillation distincts sont clairement identifiables, et sont observés en alternance sur des bulles successives. Il est actuellement suspecté que ces modes sont déclenchés par des polarités opposées lors de l'initiation de ces bulles, mais les mécanismes sous-jacents nécessitent des investigations supplémentaires. Néanmoins, ils participent avec d'autres observations sur ces expériences terrestres à justifier d'un impact important lié aux transitoires électriques lors de l'utilisation de champs non continus.

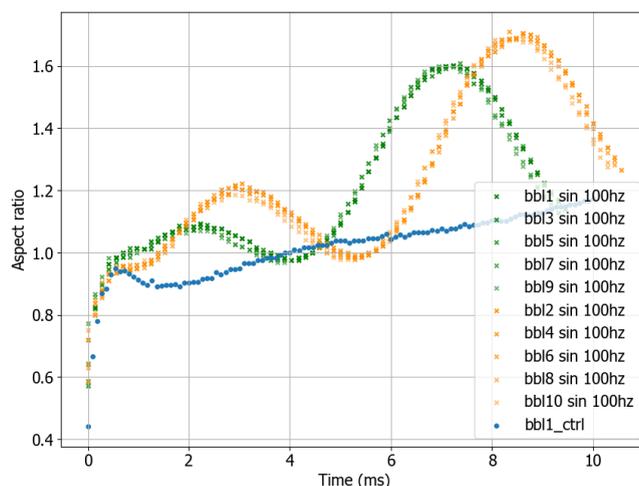


Figure 1 : Evolution du rapport d'aspect (hauteur/largeur) de bulles pendant leur croissance, en absence de champs électriques (groupe de contrôle) et pour 10 bulles successives soumises à un champ électrique sinusoïdal de 100 Hz et de ± 12 kV/cm

Développement de l'expérience AEBIO pour vols paraboliques

Une nouvelle installation expérimentale destinée aux tests en micro-pesanteur lors de vols paraboliques est actuellement en cours de développement. D'importantes étapes de développement du dispositif prenant en compte les contraintes spécifiques des tests en vol ont eu lieu dès le printemps 2024. Cette expérience a été sélectionnée en septembre pour la campagne de vol 183 prévue en mars 2025. Elle est actuellement en finalisation de développement. La figure 2 présente une illustration du rack principal contenant la cellule d'essai et le système de visualisation dans son rack étanche.

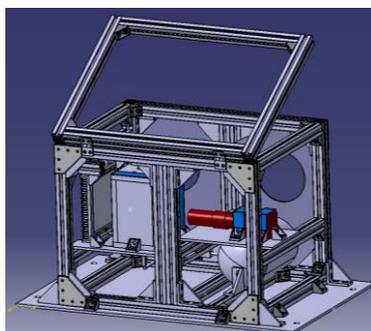


Figure 2 : Illustration du rack principal d'AEBIO

Perspectives

Le développement d'AEBIO se poursuivra jusqu'à la campagne de vol prévue, et évoluera ensuite afin de générer des bulles par ébullition sur site isolé. En parallèle de l'expérience embarquée, l'expérimentation en conditions terrestres de laboratoire se poursuivra.

Publications

S. Siedel and T. Gu, Toward a complete understanding of quasi-static bubble growth and departure, *Proceedings of the National Academy of Science* 121 (16), e2317202121, 2024.

T. Gu and S. Siedel, DC electric field impact on bubble dynamics, European Two-Phase Flow Group Meeting, Dublin, Ireland, 2024.

T. Gu and S. Siedel, AC electric field impact on bubble dynamics, European Two-Phase Flow Group Meeting, Dublin, Ireland, 2024.

2.4 Rising of a bubble below the liquid-vapour critical point : a preliminary study
D. Sharma, A. Erriguible, **S. Amiroudine**

Rising of a bubble below the liquid-vapour critical point: a preliminary study

Deewakar Sharma¹, Arnaud Erriguible^{1,2}, Sakir Amiroudine¹

¹Univ. Bordeaux, I2M, CNRS UMR 5295, F-33405, Talence

²Univ. Bordeaux, CNRS, ICMCB, UMR 5026, F-33600, Pessac

Two phase flows are an integral part of our day-to-day life – finding their utility in various industrial applications to natural phenomenon. With the advancement of technology in several key areas such as, efficient energy processes for climate change, search for alternate fuels etc., several processes operating at high pressure and/or temperature have gained attention. The operating conditions in these processes render the thermodynamic state of the fluid being close to the liquid-vapor critical point where the thermophysical properties tend to singularity [1]. Among the several unusual behaviors arising in these fluid systems, the compressibility of both the phases (liquid and vapor) becomes very high and comparable to each other. Thus, in order to understand the behavior of these systems, it is essential to have models which account for the compressibility of both the phases.

We propose a model based on phase-field modeling approach which addresses this issue. The literature is abundant with studies using phase-field method for incompressible fluids while for compressible fluids, several studies have used diffuse interface method (similar to phase-field method but using density as a parameter to distinguish between the two phases). In this work, we develop the phase-field method based on the scalar phase field parameter φ denoting mass fraction of phase 2 to distinguish between the two phases, unlike in diffuse interface method. This approach facilitates the definition of the interface thickness which is computationally realistic. Some works have demonstrated these models, primarily from mathematical aspects, and no attempt has been proposed to make practical demonstration of the physical test cases [2]. In this work, in addition to the model description, we test it for various canonical cases – rise of lighter fluid bubble in a heavier fluid for density ratio of 10 and 1000 and present a comparison with the experimental studies [6] for the rise of oxygen bubbles in the liquid oxygen at the thermodynamic conditions where the compressibility of both the phases cannot be neglected.

The phase field model for the conserved parameter comprises of solving the Cahn-Hilliard form of equation. Here, we derive the same form of equation considering mass fraction as the parameter as described in [2] in conjunction with the compressible model as described in [3,4] and with the mobility parameter evaluated based in adaptive thickness approach [5].

RESULTS

The model has been tested for several test cases as mentioned previously. Here, we present results for two cases: a) rise of lighter incompressible fluid in heavier medium with density ratio 10 and 1000 and, b) experimental comparison with bubble of oxygen rising in liquid oxygen [6]. In the former case, to account for incompressibility of both phases, their compressibility was set to be very small ($\chi_T = 10^{-14} \text{ Pa}^{-1}$) rendering their behavior to be incompressible to the numerical precision. Figure 1a-b compares the results obtained with the current model with those obtained from fully incompressible model [5]. The results match perfectly and confirms the validity of our model.

Figure 1c shows the results for the rise of a compressible oxygen bubble in its compressible liquid at 90.1 K and pressure of 1 bar with gravity of 0.4g as described in [6]. At these conditions, the compressibility of liquid and gas phases are 0.00196 MPa^{-1} and 10.179 M Pa^{-1} , respectively. The compressibility of the liquid phase is nearly 20 times as that of water, the one for the gas phase is nearly 100 times that of air at ambient conditions, thereby rendering the system to be compressible in both phases. An interesting behavior observed in experiments is the rise and fall of velocity, which is also captured in the current model. This could be attributed to non-negligible compressibility of both the phases thereby providing initial insights into interesting physics that could arise with both the phases becoming highly compressible, such as near the liquid-vapor critical point. Figure 2 shows the

bubble rise velocity for 2 proximities to the critical point $\varepsilon = \frac{T-T_c}{T_c}$: $\varepsilon = 10^{-4}$ and $\varepsilon = 5 \cdot 10^{-2}$. Far from the critical point ($\varepsilon = 5 \cdot 10^{-2}$), the classical rise and fall scenario is seen while closer to the critical point ($\varepsilon = 10^{-4}$), some periodic oscillation is observed which is now under further investigation.

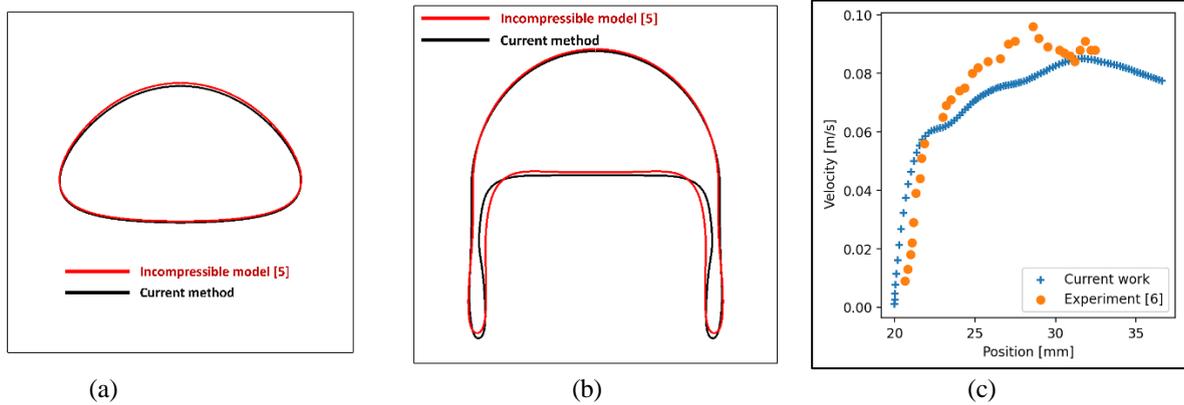


Figure 1: Three test cases comparing the compressible model of bubble rise dynamics for fully incompressible cases, (a) density ratio 10 at $t = 3s$, (b) density ratio 1000 at $t = 3s$, and (c) comparison with experimental work for rise of oxygen bubble in liquid oxygen at 90.1K where compressibility of liquid phase is ~ 10 times that of water.

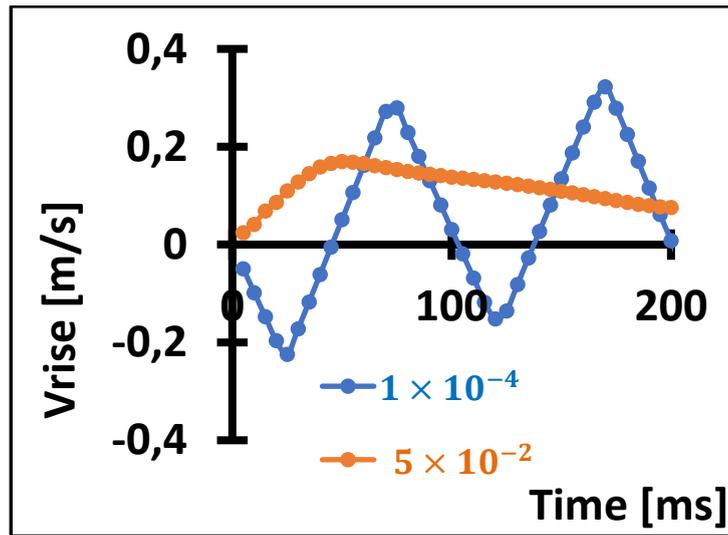


Figure 2 : Bubble rise velocity as a function of time for two proximities to the critical point : $\varepsilon=10^{-4}$ and $\varepsilon=5 \times 10^{-2}$.

References

- [1] B. Zappoli, D. Beysens, and Y. Garrabos, *Heat Transfers and Related Effects in Supercritical Fluids*, 1st ed., Vol. 108 (Springer Netherlands, 2014).
- [2] Z. Guo and P. Lin, *A Thermodynamically Consistent Phase-Field Model for Two-Phase Flows with Thermocapillary Effects*, *Journal of Fluid Mechanics* **766**, 226 (2015).
- [3] S. Amiroudine, J. P. Caltagirone, and A. Erriguible, *A Lagrangian–Eulerian Compressible Model for the Trans-Critical Path of near-Critical Fluids*, *International Journal of Multiphase Flow* **59**, 15 (2AD).
- [4] D. Sharma, A. Erriguible, and S. Amiroudine, *Numerical Modeling of the Impact Pressure in a Compressible Liquid Medium: Application to the Slap Phase of the Locomotion of a Basilisk Lizard*, *Theoretical and Computational Fluid Dynamics* **31**, 281 (2017).
- [5] D. Sharma, M. Coquerelle, A. Erriguible, and S. Amiroudine, *Adaptive Interface Thickness Based Mobility—Phase-Field Method for Incompressible Fluids*, *International Journal of Multiphase Flow* **142**, 103687 (2021).
- [6] A. Mongruel, G. Gandikota, D. Chatain, A. Mailfert, P. Andriamananjaona, and D. Beysens, *Transient Rising of Oxygen Bubbles in a Fast Varying Gravity*, *International Journal of Multiphase Flow* **168**, 104560 (2023).

- 2.5 Séparation thermo gravitationnelle pour le dessalement de l'eau de mer
A. Elyazidi, M.-C. Charrier-Mojtabi, A. Bergeon, **A. Mojtabi**

Séparation thermo gravitationnelle pour le dessalement de l'eau de mer

Ali Elyazidi¹, M. Catherine Charrier-Mojtabi¹, Alain Bergeon¹, AbdelKader Mojtabi¹

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

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 1er Juin 2023. Le prochain, IMT16, aura lieu en Italie au mois de mai 2025. Ces recherches sont dans la continuité de la collaboration initiée dans le cadre du Projet DCMIX qui a été soutenu par l'Agence spatiale européenne (ESA).

La recherche en cours fait suite aux résultats obtenus lors de la thèse de M. SIOUD Khairi soutenue en Novembre 2022. Il a été convenu lors de la soutenance de cette thèse entre notre équipe et les deux équipes : celle du professeur Bou Ali Mounir, de l'Université de Mondragon Espagne et celle du professeur Shevstova Valentina, Université Libre de Bruxelles, de mener des expériences en vue de mesurer les coefficients de thermodiffusion de fluides binaires et ternaires en milieu poreux.

Ce travail a donné lieu à une première communication en 2023 aux IMT15 et une deuxième communication présentée au Congrès International de Mécanique à Marrakech 21-24 mai 2024, [1]. Nos travaux concernant la séparation des espèces de mélanges binaires de façon continue, dans les colonnes fluides ou poreuses verticales ont été soumis dernièrement pour publication. L'étude de la séparation des espèces d'un mélange binaire en cavité entraînée a donné lieu à une communication présentée au Congrès International de Mécanique à Marrakech en 2024 [2] qui sera suivie d'un article dont la rédaction est très avancée.

Travaux en cours :

En présence ou en l'absence du champ de gravité, un gradient thermique appliqué à une cavité remplie d'une solution binaire, de fraction massique initialement homogène, conduit à une modification de la stratification massique de cette dernière, appelée la thermodiffusion ou effet Soret. La séparation des espèces d'un mélange induit par la seule thermodiffusion pure est très faible. Ainsi dans une cavité parallélépipédique horizontale (a), chauffée par le haut et/ou verticale (b) différenciellement chauffée, poreuse ou non, et remplie par un fluide binaire, on obtient à l'équilibre une stratification massique verticale linéaire dans les deux cavités (a) et (b). Pour une fraction massique initiale $C_0 = 0.6088$ on obtient à l'équilibre pour la cavité (a) au niveau de la surface du haut $C_h = 0.6081$ et pour la surface du bas $C_b = 0.6096$ soit une séparation $\Delta C = 0.0015$. Par contre pour la cavité (b) de dimensions identiques, la séparation conduit à une séparation des espèces bien plus importante, $C_b = 0.6108$ et $C_h = 0.6068$ soit un $C = 0.004$. En prenant une cellule verticale de longueur 1m, on aura une séparation $\Delta C = 0.04$, soit une séparation de l'ordre de 27 fois plus importante que la séparation obtenue par thermodiffusion pure.

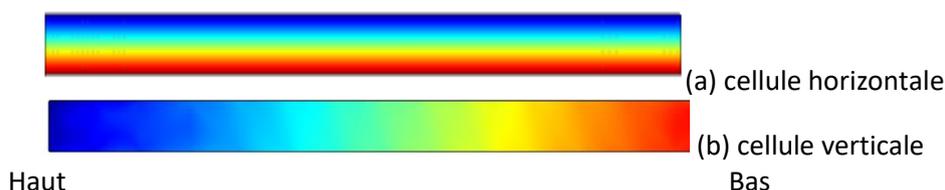


Figure 1: Séparation des espèces par thermodiffusion pure (a) et par thermogravitation (b)

Dans le cadre d'un stage de recherche de Master2 effectué par Ali Elyazidi et d'un stage d'initiation à la recherche de 3 élèves ingénieurs de l'N7, nous avons étudié la faisabilité du dessalement l'eau de mer par le procédé de diffusion thermogravitationnelle. Cette technique de séparation ne nécessite qu'une très faible quantité d'énergie comparée à tous les procédés utilisés dans les usines de dessalement. De plus cette faible énergie est totalement disponible dans la nature puisqu'il suffit

d'imposer à la colonne de thermogravitation une différence de température de l'ordre d'une dizaine de degrés. La température froide pourra donc être obtenue par une circulation de l'eau de mer froide et la température la plus élevée par l'absorption du flux solaire incident sur la paroi supérieure de la colonne :

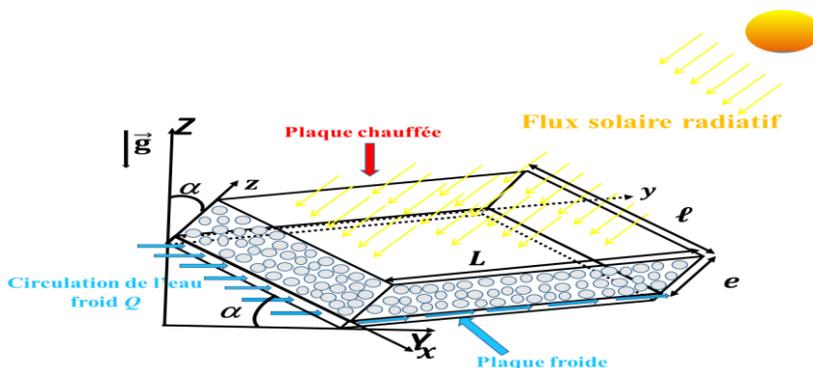


Figure 2: Schéma d'une colonne de thermogravitation ouverte pour le dessalement solaire de l'eau de mer de façon continue

Tout récemment Shuqi Xu et al.[3] ont proposé de recourir à la thermodiffusion pure pour le dessalement de l'eau de mer. L'énergie électrique nécessaire pour le dessalement par ce procédé reste de l'ordre de moins de 1% de l'énergie nécessaire pour le dessalement quel que soit le procédé industriel utilisé (osmose inverse, l'électrodialyse...). D'autre part cette faible énergie peut être apportée par l'énergie solaire. La procédure présentée par cette équipe est connue depuis les travaux de l'équipe du Pr. E. Prigogine. Ils ont montré numériquement qu'une structure évolutive en cascade peut amplifier davantage la séparation des espèces. Il nous reste encore à montrer quel est de ces deux procédés analysés (fig.2 et fig.3) celui qui pourrait conduire au processus industriel le plus performant. Le procédé basé sur la thermogravitation (fig.2) pourrait conduire à un dessalement complet en utilisant une seule colonne alors que pour obtenir ce résultat en thermodiffusion pure il faudrait plus de 2 dizaines de cellules en cascades. Il resterait à vérifier que le temps nécessaire pour atteindre la séparation complète en thermogravitation soit inférieur à la somme des temps nécessaires à l'équilibre massique dans chacune des cavités en cascade.

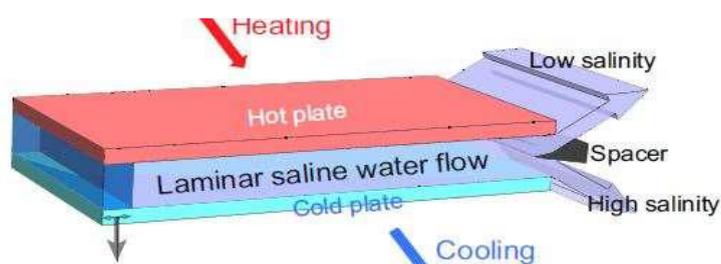


Figure 3: Schéma de la colonne utilisant la thermodiffusion pour le dessalement solaire de l'eau de mer de façon continue (Shuqi Xu et al.)

Publications

- 1- Pérez de Luco I.C., Errarte A. Arroiabé P.F., Shevtsova V., Mojtabi A., Costeseque P., Bou-Ali M.M., Measurement of thermophysical properties of water-lithium bromide system, 16-ème Congrès de Mécanique 21-24 mai 2024, Marrakech Maroc.
- 2-Mojtabi A., Sioud K., Charrier Mojtabi M-C, Séparation des espèces d'un mélange binaire en cavité entraînée par ses deux parois horizontales, 16-ème Congrès de Mécanique 21-24 mai 2024, Marrakech Maroc.
- 3-Shuqi Xu, Alice J. Hutchinson, Mahdiar Taher, Ben Corry and Juan F. Torres, Thermodiffusive desalination, Nature Communications, 2024.
- 4-Mojtabi M., Charrier-Mojtabi MC. Mojtabi A., On species separation in n-component mixture under microgravity, Comptes Rendu Mécanique V.351 pp. 263-272, 2023.

2.6 The ESA project Giant Fluctuations
H. Bataller, **F. Croccolo**

The ESA project Giant Fluctuations

Henri Bataller¹, Fabrizio Croccolo¹

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

Le projet ESA international **Giant Fluctuations** (précédemment NEUF-DIX) vise à étudier les fluctuations de non équilibre en absence de la force de pesanteur qui limite les fluctuations de plus grande taille, connues sous le nom de fluctuations 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 statistique sur les séries d'images enregistrées. Ce calcul demande des ressources informatiques de plus en plus importantes 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 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 obtenues 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, devrait voir son **premier vol sur l'ISS en début 2026 pour un totale de 5 vols jusqu'au démantèlement de l'ISS**, actuellement prévu fin 2029. Le but du projet est 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 codirection 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 prolongée jusqu'à mars 2025.

Résultats

L'année 2024 a été marquée par l'exécution d'une **campagne de calibration de la fonction de transfert du Shadowgraph** effectuée dans les locaux de la société RedWire in Anverse (BE) sur l'Engineering Model de l'expérience. L'analyse des données relatives pour obtenir la fonction de calibration est actuellement en cours et sera complété courant 2025. Un exemple de signale obtenu en appliquant une différence de température de 20 K à une couche de toluène de 1 mm, chauffant par le haut est représenté en Fig. 1.

Nous avons participé à la Qualification Acceptance Review (QAR) du projet pour donner l'avis de l'équipe scientifique sur les questions ouvertes (Fig. 2). La mise à jour de l'**ESR** (Experiment Scientific Requirements document) a été complété début 2024 après nombre de 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.

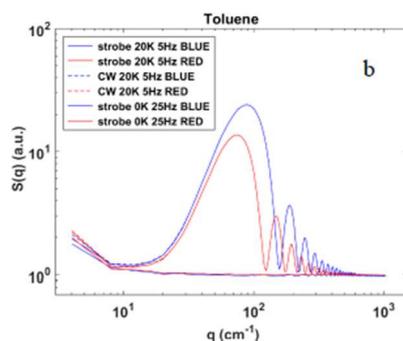


Fig. 1 Spectre de puissance des fluctuations thermiques de non-équilibre pour un échantillon de toluène pur soumis à un gradient thermique de 10 K sous 1 mm

Les **opérations de vol** ont été cristallisées aussi bien que la liste des échantillons pour les vols 1-4. La liste des échantillons pour le vol 5 reste à finaliser après analyse des résultats de la campagne 1. Finalement en septembre 2024 nous avons fourni les 17 échantillons nécessaires pour la campagne de compatibilité chimique des échantillons des vols 2-5.

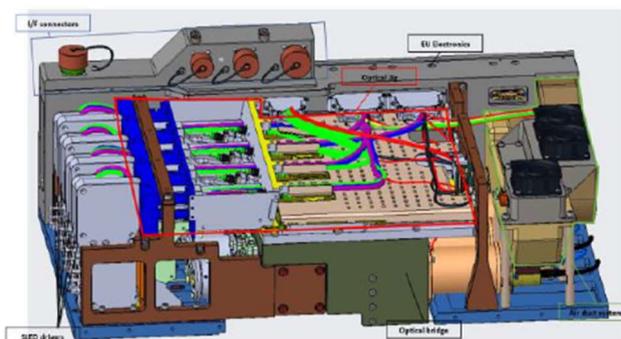


Fig. 2 Vue d'ensemble du setup de l'expérience Giant Fluctuations avec les 4 shadowgraph en parallèle pour mesurer les fluctuations dans les 4 cellule de façon séquentielle

Perspectives

Les perspectives pour l'année prochaine sont liées à plusieurs campagnes de mesure, visant surtout à finaliser la calibration de la technique bichromatique. Côté ESA, nous attendons la date définitive du lancement de l'instrument, aussi bien que du carrousel du vol 1, contenant les 4 premiers échantillons. 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 vol 1.

Publications

- M. Carpineti, *et al.*, Eur. J. Phys. **45**, 045803 (2024)
- S. Castellini, *et al.*, Eur. Phys. J. E **47**, 25 (2024)
- S. Castellini, *et al.*, J. Chem. Phys. **158**, 244201 (2023)
- A. Vailati, *et al.*, npj Microgravity **9**, 1 (2023)

Remerciements : Les auteurs expriment leur gratitude au CNES pour son soutien financier ainsi qu'aux partenaires de la Chaire Industrielle CO2ES: E2S-UPPA, TotalEnergies, le CNES et le BRGM.

- 2.7 Mesures de coefficients Soret et de diffusion de mélanges liquides binaires et ternaires par techniques optiques
H. Bataller, F. Croccolo

Mesures de coefficients Soret et de diffusion de mélanges liquides binaires et ternaires par techniques optiques

Fabrizio Croccolo¹, Henri Bataller¹

¹Université de Pau et des Pays de l'Adour, E2S UPPA, CNRS, 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.* Aussi, dès notre implication dans ce projet, notre équipe avait proposé pour les mesures au sol le développement de la technique de *shadowgraphie* bi-chromatique pour l'étude des mélanges ternaires par analyse de la diffusion de la lumière par les fluctuations de non-équilibre, avec le soutien du CNES. Plus récemment des expériences au laboratoire de superposition de solutions salines contrastées ont été analysées par *interférométrie* optique.

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. 4

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

expériences sur les mélanges polystyrène/toluène/cyclohexane et polystyrène/toluène 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). Les expériences à 25°C ont pu être répétées.⁴ L'ajustement en fonction du temps du profil vertical de l'indice de réfraction normalisé (obtenus par application sur les images de la technique du temporal phase shifting mais aussi par analyse spectrale dans l'espace de Fourier) nous a permis d'obtenir le coefficient de diffusion du mélange binaire et les valeurs propres de la matrice de diffusion du mélange ternaire. Avec les séparations optiques enregistrées (différence d'indice de réfraction entre le haut et le bas de la cellule) et les mesures (au laboratoire) des facteurs de contrastes optiques, il a été possible de déterminer les coefficients Soret des mélanges. Les résultats sont actuellement en discussion avec l'ensemble des coordinateurs de la mission DCMIX4.

Dans le cadre de la thèse de Dan Esli Bouyou Bouyou⁵ les fondements théoriques et les équations de travail de la méthode bi-chromatique pour la shadowgraphie ont été établis. Sur la base d'expériences de thermodiffusion sur le mélange équimassique toluène/n-hexane bien connu de la littérature, avec des séries d'images enregistrées dans le rouge (675 nm) et dans le bleu (405 nm), nous sommes parvenus à séparer les facteurs de structure statiques et les fonctions de corrélations temporelles des champs fluctuants de la température et de la concentration. Une analyse des grandeurs séparées permet de remonter aux valeurs des coefficients Soret et de diffusion du mélange binaire, en bon accord avec la littérature. Nos résultats constituent donc une première validation de la méthode bichromatique pour la shadowgraphie.

Perspectives

Pour les mélanges ternaires la séparation du champ des fluctuations de la température et des deux champs fluctuants de la concentration ne peut pas se faire dans le temps pour des mélange moléculaires voire à base de polymère. Ils nécessitent une technique à minima bi-chromatique. Nous projetons d'appliquer la méthode de séparation optique développée sur des expériences de shadowgraphie à deux longueurs d'onde faites avec des mélanges ternaires. Les expériences de superposition de solutions salines contrastées par interférométrie optique sont en cours d'analyse.

Publications

- C.O. Oko, A.T. Ndjaka, R. Minhas, AL Lassin, M. Azaroual, F. Croccolo, H. Bataller, Study of salt free-diffusion by 1D transport numerical simulations and shadowgraph experiments, *J. Hydrol.* 639 (2024) 131643
- P. Fruton, A. Nauruzbaeva, H. Bataller, C. Giraudet, A. Vailati, F. Croccolo, Convective dissolution of carbon dioxide into brine in a three-dimensional free medium, *Phys. Rev. Fluids* 8 (2023) 023503
- A. Vailati, H. Bataller, M. M. Bou-Ali, M. Carpineti, R. Cerbino, F. Croccolo, S. U. Egelhaaf, F. Giavazzi, C. Giraudet, G. Guevara-Carrion, D. Horváth, W. Köhler, A. Mialdun, J. Porter, K. Schwarzenberger, V. Shevtsova, A. De Wit, Diffusion in liquid mixtures, *npj Microgravity* 9 (2023) 1.

⁴ A. Mialdun et al., Data quality assessment of Diffusion Coefficient Measurements in ternary mixtures 4 (DCMIX4) experiment, *Acta Astronautica*, 176 (2020) 204-215

⁵ D.E. Bouyou Bouyou, Ombroscopie à deux longueurs d'onde : développement théorique et validation expérimentale sur un mélange binaire, Université de Pau et des Pays de l'Adour, thèse soutenue le 6/12/2023.

2.8 L'instabilité d'interface lors de l'électrodéposition

P. Eribol, S. Argawal, D.S. Venkatesan, A. Talbi, R. Narayanan, K. Ziegler, **F. Zoueshtiagh**

L'Instabilité d'Interface lors de l'électrodéposition

Pinar Eribol¹, Shreyanshu Argawal^{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

L'effet de la convection induite par la gravité sur l'électrodéposition et la formation de motifs suscite un intérêt considérable en recherche scientifique. Lors de l'électrodéposition réalisée sur Terre, la gravité génère un gradient de concentration près de la surface de l'électrode, qui crée des courants de convection. Ces courants de convection influencent de façon notable le processus d'électrodéposition ainsi que les motifs qui en résultent. En particulier, la convection induite par la gravité favorise souvent la formation de motifs dendritiques caractéristiques¹, où des structures ramifiées apparaissent sur la surface de l'électrode. Ces motifs dendritiques sont dus au flux convectif d'ions et à la croissance différentielle des cristaux aux différents points de l'électrode.

En microgravité, où la convection est quasiment absente, la gestion de la chaleur produite pendant l'électrodéposition revêt des caractéristiques distinctes. Sans les forces de flottabilité qui induisent habituellement des courants de convection sur Terre, la dissipation de chaleur devient plus difficile. Lors de l'électrodéposition, l'échauffement ohmique de l'électrode peut provoquer des hausses de température localisées. Dans un tel environnement, ces gradients de température ne sont pas facilement atténués par des courants de convection naturels, entraînant potentiellement une surchauffe locale. L'absence de convection affecte également la répartition des ions et des réactifs à la surface de l'électrode, ce qui peut entraîner des variations dans les taux de dépôt et modifier les motifs formés. La gestion de la chaleur devient ainsi un enjeu majeur en microgravité, nécessitant des techniques de refroidissement innovantes ou des stratégies de gestion thermique contrôlée pour garantir des conditions de dépôt optimales et des motifs spécifiques. Il est donc essentiel de bien comprendre les mécanismes de génération de chaleur lors de l'électrodéposition.

Dans notre étude précédente, nous avons utilisé la thermométrie infrarouge et la microscopie pour observer et étudier la dynamique des profils de températures et des morphologies de dépôts au cours du processus d'électrodéposition. Nous avons montré que la dynamique et le développement des morphologies de croissance compactes ou dendritiques étaient étroitement associés à la concentration initiale de l'électrolyte. Nous avons également mis en évidence un échauffement ohmique lors de l'électrolyse, qui influence les convections thermiques et pourrait ainsi modifier les morphologies de dépôts. L'étude présentée ci-après se concentre sur la conception d'une cellule expérimentale visant à créer des conditions optimales pour générer des données pouvant être confrontées à celles issues d'une analyse de stabilité linéaire.

Résultats

Nous avons mené une série d'études sur la dynamique de l'interface en fonction des paramètres expérimentaux, en mettant l'accent sur la conservation de la masse durant le processus d'électrodéposition. Les résultats ont révélé une croissance fortement tridimensionnelle, malgré une conception de la cellule visant à obtenir des motifs en 2D (avec des électrodes de 1 µm d'épaisseur et de plusieurs millimètres de longueur, placées face à face dans un plan horizontal). Les mesures réalisées à l'aide d'un profilomètre optique 3D montrent effectivement une croissance perpendiculaire à ce plan, avec des amplitudes dépassant de plus de 10 fois l'épaisseur des électrodes.

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.

Cette observation a compliqué la comparaison entre nos résultats expérimentaux et les prédictions théoriques. En effet, la croissance tridimensionnelle a été attribuée à une déviation des champs électriques à proximité des électrodes, mise en évidence par des simulations numériques réalisées sous COMSOL (Fig. 1a). Pour résoudre ce problème, nous avons effectué une série de simulations visant à identifier les conditions expérimentales permettant de réaliser des dépôts exclusivement 2D sur le flanc de la cathode orienté vers l'anode. Les résultats ont montré qu'une couverture des électrodes par des "surplombs" permettait de corriger ce problème en alignant les champs électriques de manière parallèle à proximité des électrodes (Fig. 1b). Les calculs de l'étendue de ces surplombs ont permis de déterminer la taille optimale pour observer les premiers dépôts, et donc les premières longueurs d'onde, facilitant ainsi la comparaison avec la théorie basée sur une analyse d'instabilités linéaires.

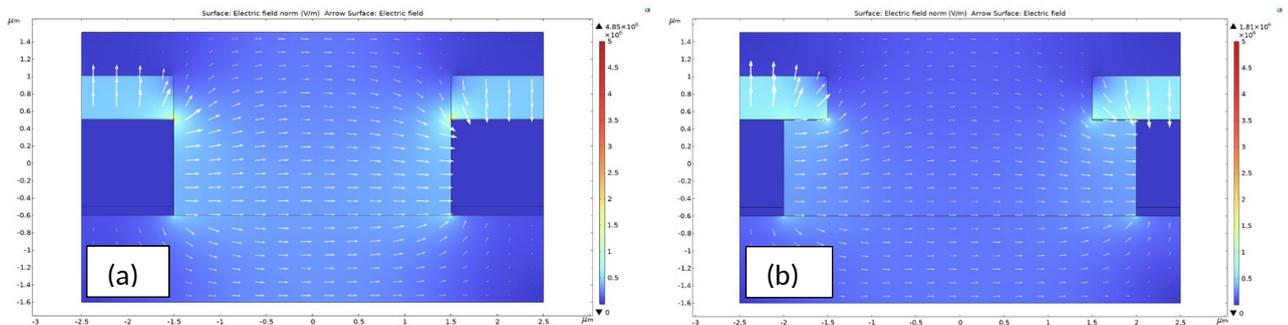


Fig. 1 : résultats de simulations sous COMSOL pour les champs électriques sans (a) et avec (b) un surplomb d'oxydes sur les électrodes.

Suite à ces résultats de simulations, nous avons modifié notre conception ainsi que le processus de fabrication de notre cellule expérimentale. Nous sommes actuellement dans la phase de fabrication de nos nouvelles cellules d'électrodéposition en utilisant la centrale de microtechnologie de l'IEMN-CNRS 8520 en parallèle avec celle de l'Université de Floride.

Perspectives

La cellule expérimentale, dans sa future version, devrait présenter les conditions optimales pour observer les premières longueurs d'ondes issues des dépôts d'électrolyse. Ces données permettront de valider ou fournir les informations nécessaires pour améliorer le modèle théorique.

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.

Diwakar, S. V., Moussa, M. S., Al Najjar, A., Gopalakrishnan, S., Ziegler, K. J., Talbi, A., Narayanan, R., Zoueshtiagh, F. (2024). A digital image processing tool for characterizing dendritic trunks. *Signal, Image and Video Processing*, 18(5), 4267-4273.

2.9 Aérodynamique du vol de papillons en gravité altérée
F. Schweitzer, A. Gayout, N. Plihon, **M. Bourgoin**

Aérodynamique du vol de papillons en gravité altérée

F. Schweitzer¹, A. Gayout², N. Plihon¹, M. Bourgoin¹

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

² Biomimetics, Energy and Sustainability Research Institute Groningen, Faculty of Science and Engineering, University of Groningen, Groningen, Netherlands

Le vol des papillons est un exemple fascinant de maîtrise aérienne. En battant des ailes, ces insectes génèrent des vortex qui produisent la portance et la poussée nécessaires pour leur déplacement. Comprendre ces mécanismes est essentiel pour approfondir la connaissance du vol des insectes et explorer leur potentiel biomimétique, notamment pour des innovations robotiques et aéronautiques.

Dans des environnements de gravité modifiée, les forces aérodynamiques telles que la portance et la poussée sont perturbées, compliquant la manœuvrabilité. Cette étude explore comment les papillons s'adaptent à ces conditions, qu'il s'agisse de gravité réduite ou accrue. L'objectif est de mieux comprendre les mécanismes aérodynamiques en jeu et d'évaluer les réponses comportementales et physiologiques des papillons dans des environnements à gravité modifiée, ouvrant la voie à des applications technologiques bio-inspirées.

Dispositif expérimental

Le dispositif expérimental consiste en un cube de 60 cm de côté, équipé de panneaux LED et de servomoteurs pour déclencher le vol. Cinq espèces de papillons sont étudiées (Figure 1). Le vol est suivi à l'aide de caméras neuromorphiques calibrées et synchronisées qui capturent les variations de luminosité en temps réel. Le logiciel **DeepLabCut** est utilisé pour suivre des points en 2D sur le motif des papillons, et les trajectoires 3D sont ensuite reconstruites via le code **4D-PTV**. Cela permet de reconstruire précisément les mouvements tridimensionnels des papillons en vol.

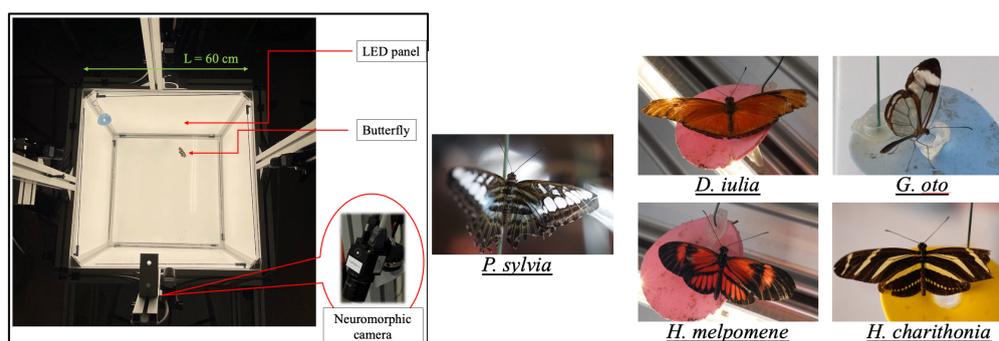


Figure 1 : Dispositif expérimental et espèces de papillon étudiées

Résultats

L'un des résultats clés de l'expérience est la reconstruction tridimensionnelle précise du vol des papillons. A partir des flux d'évènements obtenus avec les caméras neuromorphiques, nous avons pu reconstruire en 3D l'évolution temporelle du squelette des papillons, offrant une vue détaillée de leur dynamique de vol dans l'espace (Figure 2).

Voici quelques exemples de squelettes 3D capturés à des instants différents pendant le cycle de vol :

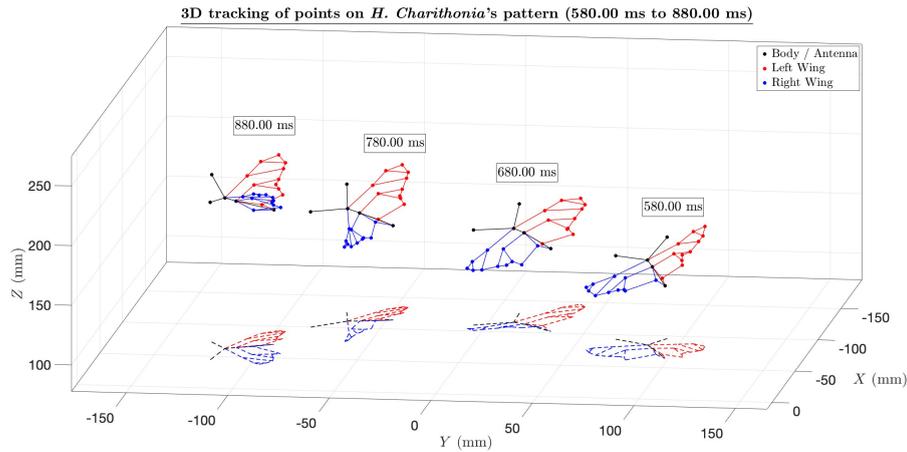


Figure 2 : Reconstruction 3D du squelette d'un *H. charithonia* à différents instants du vol

Ces reconstructions constituent une clé essentielle pour comprendre en détail comment les papillons ajustent la position de leurs ailes et de leur corps afin de générer les forces aérodynamiques nécessaires (portance et poussée) durant le vol.

Grâce à ces reconstructions 3D, les angles de battement des ailes ont été mesurés :

- **Angle positionnel (φ)** : trajectoire de la pointe de l'aile dans le plan de battement.
- **Angle de plumage (α)** : rotation de l'aile autour de son axe longitudinal.
- **Angle d'élévation (θ)** : déviation de la pointe de l'aile par rapport au plan de battement.

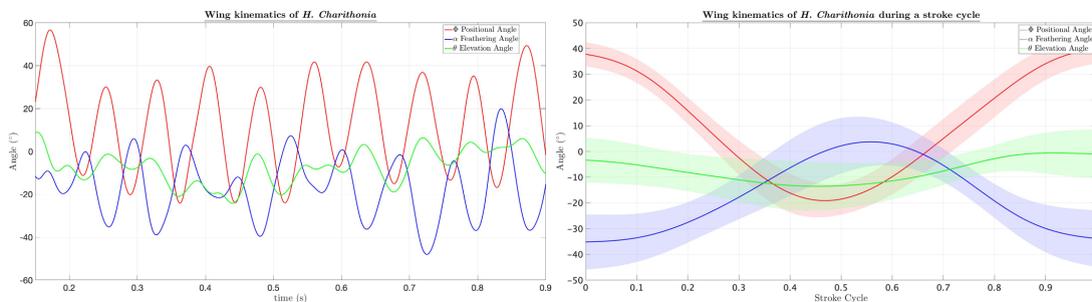


Figure 3 : Évolution des angles de battement d'un *H. charithonia* au cours du vol

Ces mesures offrent une vision détaillée des mouvements des papillons et permettent de comparer les stratégies de vol entre différentes espèces en gravité terrestre, ainsi que lors des futures expériences en gravité modifiée. Ces informations sont également indispensables pour les simulations CFD, permettant de modéliser les écoulements d'air générés par le battement des ailes et d'analyser l'impact des forces aérodynamiques sous différentes conditions gravitationnelles.

Perspectives

- **Modèles 3D complets** : Création de modèles 3D denses couvrant à la fois les ailes et le corps pour analyser la dynamique complète des papillons.
- **Simulations CFD** : Visualisation des écoulements d'air et des forces aérodynamiques.
- **Expériences en gravité altérée** : Les futures expériences en hypergravité (table tournante) et en microgravité (vols paraboliques) permettront d'explorer l'adaptation des papillons à des conditions extrêmes et de comparer ces données avec celles obtenues en gravité terrestre.

2.10 Transport de chaleur au voisinage du point critique liquide-vapeur
V. Mouet, G. Michel, F. Pétrélis, **S. Fauve**

Transport de chaleur au voisinage du point critique liquide-vapeur

Valentin Mouet¹, Guillaume Michel², François Pétrélis¹, Stephan Fauve¹

¹ Laboratoire de physique de l'Ecole normale supérieure, ENS, Université PSL, CNRS, Sorbonne Université, Université de Paris-Cité, F75005, Paris

² Institut Jean le Rond d'Alembert, Sorbonne Université, CNRS, F75005, Paris

Les changements de phase liquide-vapeur sont couramment mis à profit pour la régulation thermique dans de nombreux dispositifs industriels depuis l'échelle de la micro-électronique jusqu'à celle des réacteurs nucléaires. Cependant, les lois donnant le flux de chaleur en fonction des contraintes imposées telles que la différence de température par exemple, sont phénoménologiques et il existe peu d'études expérimentales précises réalisées dans des configurations simples. Nous avons effectué une telle étude en géométrie de convection de Rayleigh-Bénard, c'est-à-dire pour une couche horizontale de fluide soumise à un gradient de température vertical, en travaillant au voisinage du point critique liquide-vapeur, ce qui permet de modifier continûment des paramètres importants tels que la chaleur latente de vaporisation ou la tension de surface. Nous avons mesuré le flux de chaleur en fonction de la différence de température, d'une part dans la phase supercritique où la convection est monophasique et où les résultats peuvent donc être comparés aux nombreuses études existantes, et d'autre part, en dessous du point critique, où l'on a coexistence liquide-vapeur. Nous avons ainsi obtenu des lois donnant le flux de chaleur en fonction de la différence de température et de la distance au point critique.

Dispositif expérimental

Le schéma du dispositif expérimental est représenté figure 1. Une cellule cylindrique de rayon interne 80 mm et de hauteur 31 mm est remplie de SF₆ au voisinage de la densité critique ρ_c de sorte que les volumes de liquide et de vapeur en dessous de la température critique sont approximativement égaux. Le gradient de température est imposé entre les parois inférieure et supérieure en cuivre à l'aide de circulation d'eau provenant de deux bains thermostatés. Le volume de mesure central a une section horizontale de 30 x 30 mm délimitée par des parois verticales de 3 mm en PMMA et une hauteur de 20 mm. Les flux de chaleur Q_b (respectivement Q_t) traversant la paroi inférieure (respectivement supérieure) sont mesurés à l'aide de capteurs Omega HFS-5 et les températures à l'aide de thermistances Omega 44033. Les parois externes en inox de la cellule sont régulées à l'aide d'un troisième bain thermique dont la température est ajustée de façon à compenser en moyenne temporelle les pertes latérales de chaleur du fluide en convection en imposant $\langle Q_b \rangle = \langle Q_t \rangle$. Une caméra Basler acA2500-60uc permet de visualiser l'écoulement à travers des fenêtres latérales.

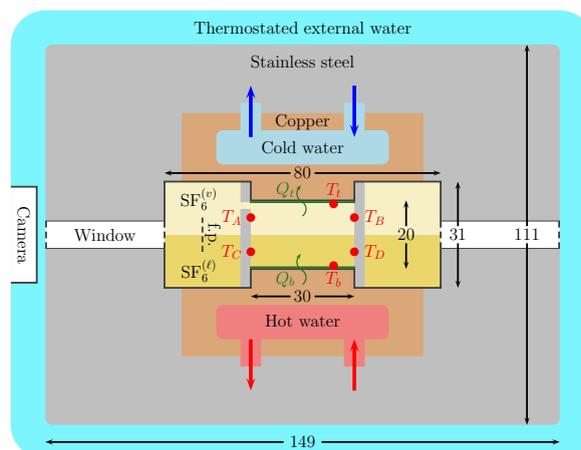


Figure 1 : Schéma du dispositif expérimental

Resultats

Le flux de chaleur en fonction de la différence de température dans le domaine supercritique est représenté sur la figure 2 (gauche) pour différentes valeurs de la température moyenne T_m . La distance au point critique liquide-vapeur est définie par $\varepsilon = |T_m - T_c|/T_c$ avec $T_c = 318.7$ K. Nos mesures peuvent être ajustées par $Q_c = A_c \varepsilon^{-\alpha} \Delta T^{1+\beta}$ avec $A_c = 39$ W/m², $\alpha = 0.76 \pm 0.08$, $\beta = 0.43 \pm 0.13$. Compte tenu de l'incertitude, la valeur de β est en accord avec celles mesurées en convection monophasique. Le flux de chaleur en fonction de la différence de température dans le domaine diphasique est représenté sur la figure 2 (droite) pour différentes valeurs de la température moyenne T_m . Nos mesures peuvent être ajustées par $Q_{lv} = A_{lv} \varepsilon^{-\alpha} \Delta T^{1+\beta}$ avec $A_{lv} = 53$ W/m², $\alpha = 1.00 \pm 0.09$, $\beta = 1.00 \pm 0.13$. On observe dans les deux cas que le flux de chaleur diverge lorsque l'on s'approche du point critique.

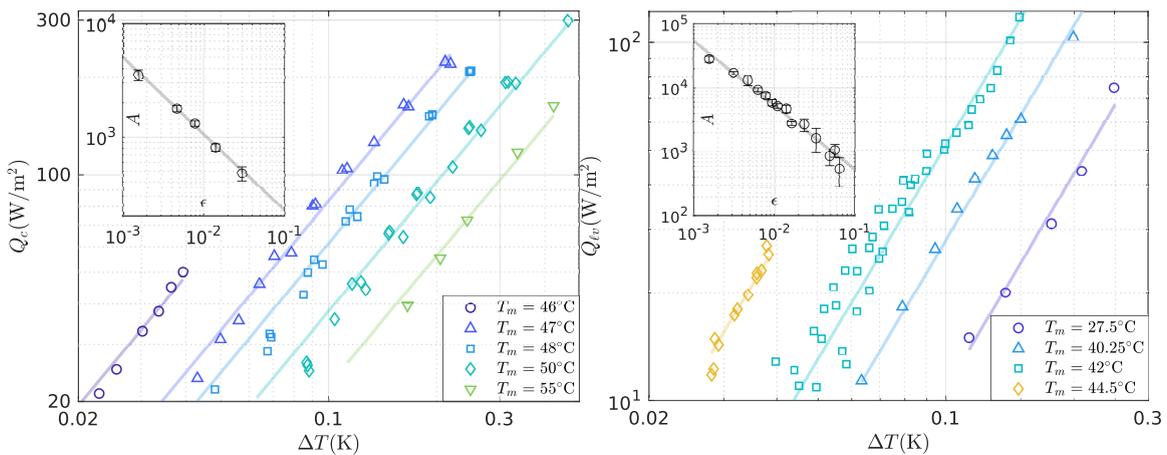


Figure 2 : (Gauche) flux de chaleur en fonction de la différence de température pour différentes températures moyennes dans la région supercritique. Ajustements $Q_c = A(\varepsilon) \Delta T^{1.43}$, avec $A(\varepsilon)$ représenté dans l'insert. (Droite) flux de chaleur en fonction de la différence de température pour différentes températures moyennes dans la région diphasique liquide-vapeur. Ajustements $Q_{lv} = A(\varepsilon) \Delta T^2$, avec $A(\varepsilon)$ représenté dans l'insert. Dans les deux cas, $A(\varepsilon)$ diverge au point critique.

La visualisation des écoulements montre qu'en régime diphasique, des bulles de vapeur sont engendrées sur la paroi inférieure et montent dans le liquide, alors que des gouttes liquides sont créées par condensation sur la paroi supérieure et sédimentent dans la phase gazeuse. La chaleur latente associée à la transition liquide-vapeur permet donc de transporter efficacement de la chaleur de la paroi inférieure à la paroi supérieure. C'est en fait une partie dominante de la chaleur qui est transportée ainsi. En effet, nous avons mesuré le rayon moyen des bulles de vapeur et leur vitesse moyenne et en avons déduit le flux volumétrique de vapeur Φ_v . En comparant son comportement en fonction de la différence de température et l'écart au point critique avec celui de Q_{lv} , on observe que $Q_{lv} \propto L_{lv} \Phi_v$, où L_{lv} est la chaleur latente de transition liquide-vapeur. Pour une différence de température fixée, la vitesse moyenne des bulles est constante lorsque $\varepsilon \rightarrow 0$ alors que $L_{lv} \propto \varepsilon^{0.325}$. Le flux de chaleur diverge au voisinage du point critique en raison de l'augmentation rapide du nombre de bulles et de leur rayon moyen.

Publication

V. Mouet, G. Michel, F. Pétrélis, S. Fauve, Phase change heat transfer close to the critical point, soumis à Phys. Rev. Lett. (2024).

- 2.11 Effect of atomizer inclination with respect to gravity on spray formation
S.K. Sahoo, **N. Machicoane**

Effect of atomizer inclination with respect to gravity on spray formation

Santanu Kumar Sahoo¹, 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.

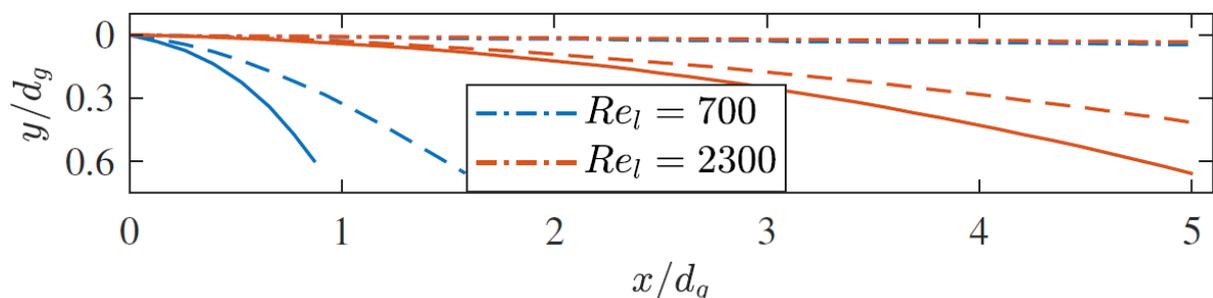
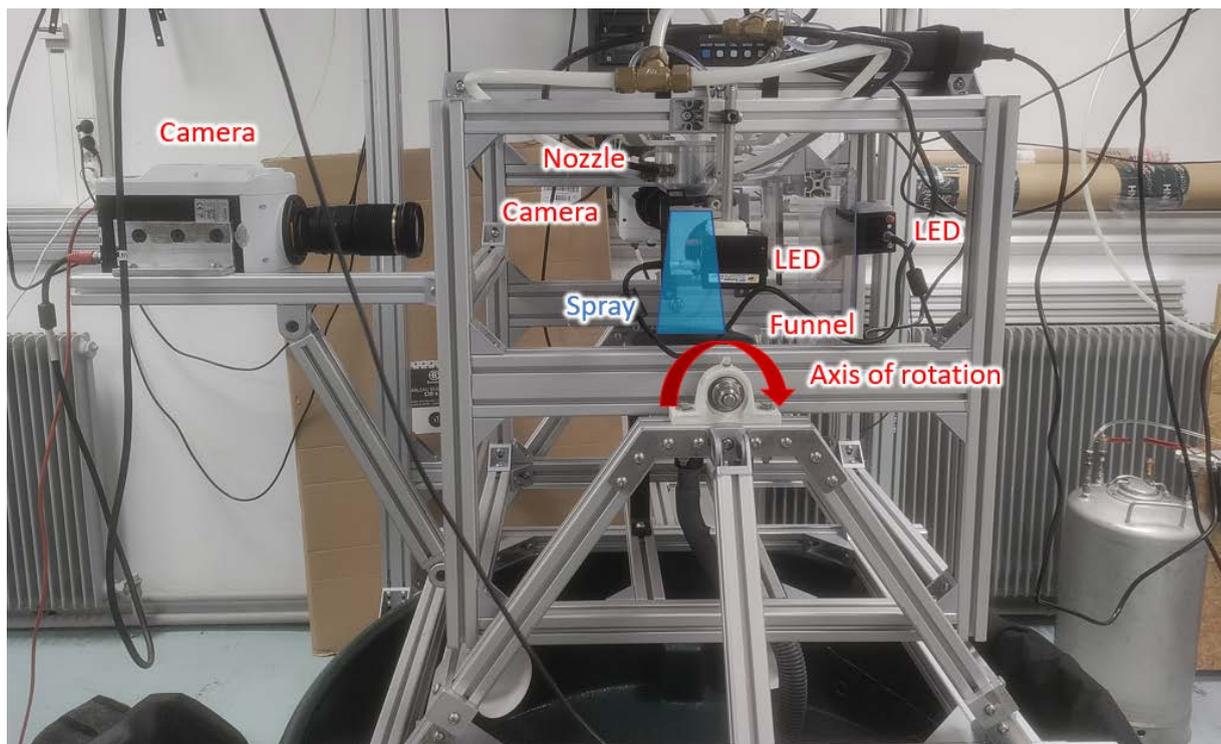


Figure 1: Experimental setup and deflection of the liquid jet away from the spray axis ($y = 0$) as the spray angle with respect to gravity varies: 0° (·-·), 45° (- - -) and 90° (—), for two liquid flowrates (no gas).

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

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

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

Figure 1 presents the experimental setup that was designed and implemented at LEGI to study the effect of the orientation of the spray's axis with respect to the gravity vector's direction. It consists of a rigid frame holding the atomizer as well as two high-speed cameras and their illumination (back-lit imaging is used here). The cameras are orthogonal to each other, so the 3D motion of the liquid jet can be reconstructed through a simple calibration³. The whole frame can be rotated around one axis, to impose an angle between gravity and the spray's axis, which is measured with an inclinometer. When no gas flow is used, the liquid jet is highly deflected by gravity (in balance with the liquid momentum, see Fig. 1 for illustration). In the presence of the gas jet, the deflection is less noticeable but remains measurable up to gas Weber number of 58 (gas velocity of 42 m/s) here.

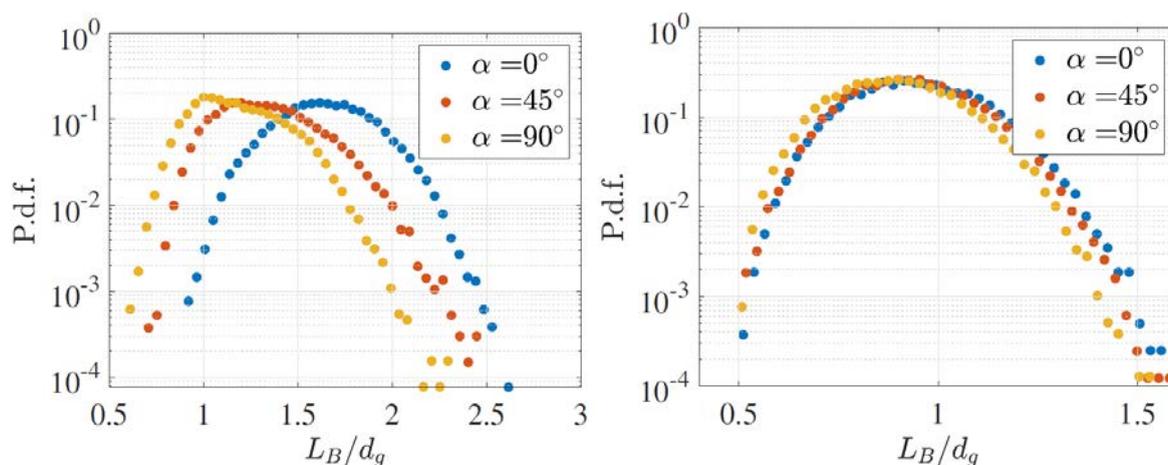


Figure 2: Probability density functions of the liquid core length for various spray angles at a gas Weber number of 15 (left) and 30 (right), showing a diminishing effect of angle as the gas velocity increases.

The deflection of the liquid jet, and the break of axisymmetry imposed by gravity, lead to changes in the interaction between the gas and liquid jets, resulting in an increase in breakup. Figure 2 for instance shows how at low gas velocity, the distributions of the liquid core length are shifted to lower values.

Perspectives

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.

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

³ 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 Distribution of phases near the critical temperature of a dilute sodium sulfate- water solution in microgravity with DECLIC HTI-R
U.G. Hegde, M.C. Hicks, R.E. Padilla, C. Lecoutre, Y. Garrabos, **S. Marre**

Distribution of phases near the critical temperature of a dilute sodium sulfate- water solution in microgravity with DECLIC HTI-R

Uday G. Hegde¹, Michael C. Hicks², Rosa E. Padilla³, Carole Lecoutre⁴, Yves Garrabos⁴, Samuel Marre⁴

¹ Case Western Reserve University, 2100 Aerospace Parkway, Brookpark 44142, Ohio, USA

² NASA John H. Glenn Research Center, 21000 Brookpark Road, Cleveland, 44135, Ohio, USA

³ Universities Space Research Association, 21000 Brookpark Road, Cleveland, 44135, Ohio, USA

⁴ Univ. Bordeaux, CNRS, Bordeaux INP, ICMCB, UMR 5026, F-33600 Pessac, France

We propose a study of phase distribution and transport in a dilute sodium sulfate-water solution in the vicinity of its critical temperature under microgravity conditions. The experiments were conducted on board the International Space Station (ISS) using the DECLIC (Device for the study of Condensed Matter) facility. The overall goal of the project is to develop a better understanding of the effects of inorganic salt on the fluid environment during supercritical water oxidation (SCWO) processes, for the eventual application of this technology for waste management and resource reclamation for long duration space and extraterrestrial missions. The primary objective of the study described here is to assess the liquid and vapor phase distribution in the fluid as it approaches critical transition. The experiment employs a test cell filled with a dilute solution of sodium sulfate, nominally 0.5% -w, at the critical density of water. Images of the fluid in the cell are recorded and correlated with temperature measurements to identify regimes of fluid phase behavior. This behavior in the fluid depends on the temperature ramp rate as critical conditions are approached. Possible mechanisms are discussed.

Results

The High Temperature Insert (HTI) has been briefly described in¹. It contains a fluid cell holder that houses a fluid cell, consisting of an Inconel 718 housing fitted with opposed sapphire windows, for 8mm diameter direct observation. The fluid cell is rated to a maximum temperature of 723 K and a maximum design pressure of 40 MPa, and has an internal volume of 0.25 cm³ of the main cylindrical disk. It is filled prior to launch, via an inlet port, with the solution to an average density of approximately 319 kg/m³, within 1% of the critical density of water. The ISS experiments were run as a series of sequences each of which was approximately 3 weeks in duration. In a majority of sequences, the maximum cell temperature reached was higher than that needed to observe critical transition. We have identified three regimes relative to the critical temperature T_c .

(a) Subcritical regime for temperatures $T \leq T_c - 3.5$ K

The phase distribution in the subcritical regime is characterized by the liquid saltwater solution surrounding a central vapor bubble. Smaller “macro” bubbles of typical size 1mm intermittently appear near the wall, detach and move towards the central one (see Fig.1a).

(b) Near-critical regime for temperatures approximately between $T_c - 3.5$ K to $T_c - 350$ mK

As the fluid temperature approaches the near-critical domain, sub-millimeter size vapor bubbles are generated at the wall. Trains of bubbles are observed moving towards the central one (see Fig.1b). Salinity of the remaining solution near the wall thus locally increases, creating a radial salinity gradient.

(c) Trans-critical regime for $T_c \pm 350$ mK

In this temperature range, the phase distribution is dependent on the heating or cooling rate, varied experimentally between 0.5mK/min to 100mK/min. First, as temperature increases, the large bubble with trains of microbubbles starts spreading on the entire surface of the windows. At high heating rate, the fluid crosses the critical temperature and becomes monophasic, with a local darker density region (crescent-like), linked to the former area with higher salinity liquid solution. At lower heating rate, a first intermediate regime with rapid fluid movements appears, leading to a central stable vapor bubble surrounded by liquid solution. Approaching T_c , new small micro bubbles appear in the bulk liquid

¹ V.S. Nikolayev, Y. Garrabos, C. Lecoutre, G. Pichavant, D. Chatain, D. Beysens. *Comptes Rendus Mécanique* 345(1), 35–46 (2017)

surrounding the main central vapor bubble, which ultimately dries on a window ((Fig.2a and Fig.2b), leading to a second intermediate regime with rapid motion, before reaching the monophasic domain (Fig.2c).

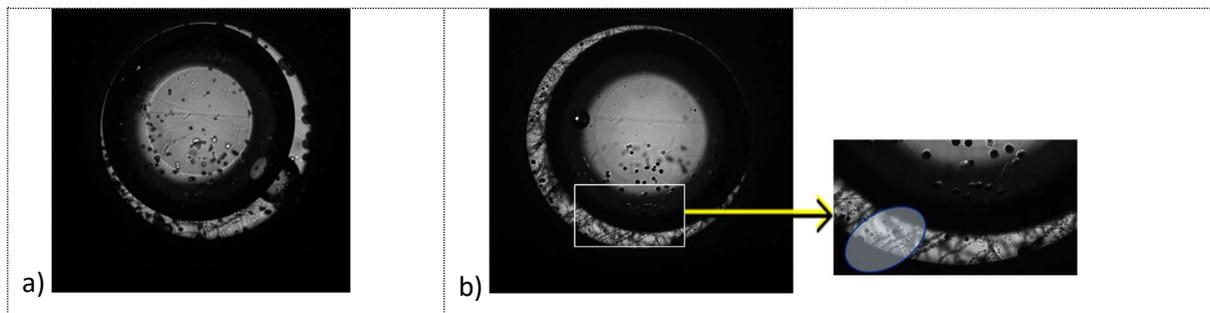


Figure 1: a) Main vapor bubble, and a macro-bubble detaching from the wall in subcritical regime. b) Trains of vapor microbubbles, evidenced in zoom part on the right, moving towards the central one, in the near-critical regime.

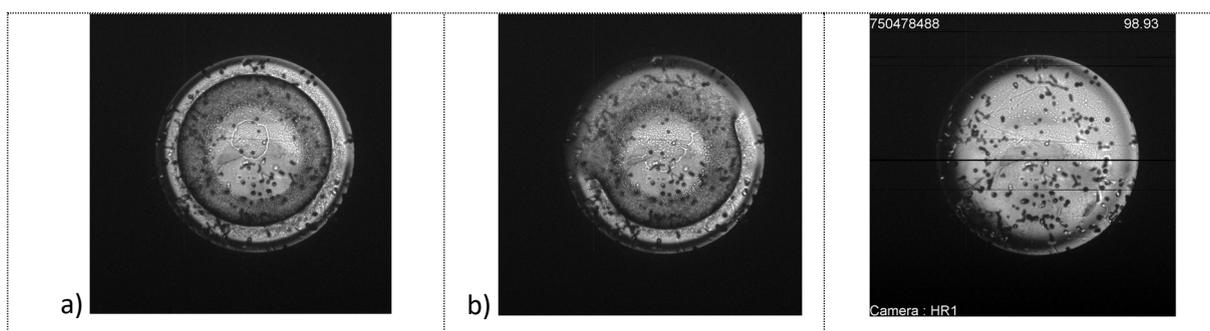


Figure 2: With the increase of temperature close to T_c , the central vapor bubble a) dries at one window interface, leading to 2nd chaotic motion intermediate regime b), before reaching the monophasic domain c) with remaining local density gradients near the wall.

An explanation of the dark crescent in the monophasic domain could be linked to a combined effect of residual temperature gradient across the fluid cell and electrostriction enhanced by the vicinity of the critical point, and the high compressibility of the fluid. Indeed, the dark crescent disappears at higher temperature.

Conclusions and Perspectives

The phase behavior of a water-0.5% w sodium sulfate solution in the near critical region under isochoric conditions was studied on the ISS under microgravity conditions. The near critical phase behavior was found to depend upon the heating rate. A dark region like a ring is formed as the critical temperature is passed. The slower temperature ramp appears to improve the liquid-vapor partitioning of the fluid and salt. Additional experiments with an initial different concentration were prepared using HTI-R2 but have been cancelled. However, ground experiments using DECLIC fine regulation could be of interest.

Publications

Y. Garrabos, C. Lecoutre, S. Marre, I. Hahn, Crossover Master Model of the Equation-of-State for a Simple Fluid: Critical Universality, *International Journal of Thermophysics*, (2024) 45:78, <https://doi.org/10.1007/s10765-024-03359-7>

U.G. Hegde, M.C. Hicks, R.E. Padilla, C. Lecoutre, Y. Garrabos, S. Marre, Separation of phases near the critical temperature of a dilute sodium sulfate- water solution in microgravity, *submitted to Journal of Supercritical Fluids (in revision)*, 2024

D. Sharma, O. Nguyen, F. Palencia, C. Lecoutre, Y. Garrabos, S. Glockner, S. Marre, A. Erriguible - Supercritical water oxidation using hydrothermal flames at microscale as a potential solution for organic waste treatment in space applications – A practical demonstration and numerical study, *Chemical Engineering Journal* 488 (2024), 150856, <https://doi.org/10.1016/j.cej.2024.150856>

3.2 Development of flame spread models over polymers for microgravity applications
J.-L. Consalvi, J.-M. Citerne, Y. Li, G. Legros

Development of flame spread models over polymers for microgravity applications

Jean-Louis Consalvi¹, Jean-Marie Citerne², Yutao Li² and Guillaume Legros²

¹ Aix-Marseille Université – IUSTI | UMR CNRS 7343 – Marseille, France

² Institut Jean Le Rond d'Alembert/UMR CNRS 7190, Sorbonne Université, Paris F-75005, France

The global objective of this project is to develop a numerical model to interpret the experiments of flame spread over solid materials, performed in DIAMONDS at both micro or reduced gravity, in presence or not of fire retardants.

The first part in these developments was made during the PhD thesis of Augustin Guibaud and concerned the production soot and related radiative heat transfer that drives the heat feedback from the flame towards the pyrolyzing solid fuel in microgravity flames. For the first time, a “smoke-point”-based soot production model was developed to model the soot produced from the combustion of polymers [1,2]. This model was validated against the measurements performed in DIAMONDS in the configuration of microgravity opposed-flow flame spread over idealized electrical wires composed of low-density polyethylene and a metallic core of Nickel-Chrome. The pressure and the oxygen content in the oxidizer, that significantly affect the production of soot, were varied and the model was found to be able to reproduce accurately the effects induced by variation of these parameters.

The second step 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. These developments were performed during the PhD thesis of Alain Coimbra [3, 4]. 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 [3]. 2) In the second step, the semi-empirical pyrolysis model was developed and validated in cone calorimeter experiments [4]. This model was based on the semi-global reaction mechanism 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.

The coupling between the gas-phase reacting part and the pyrolysis model developed in the second step is a work in progress that will be accelerated by the expected arrival of a new PhD student at the fall of 2025.

Another focus was on the physical interpretation of the “cyclic” flame spread behavior observed in DIAMONDS during parabolic flights at partial gravity [5]. This process is illustrated in Fig. 1. This figure shows that, in micro-gravity, the flame spreads steadily. A different spread mechanism is observed at intermediate gravity levels: while the flame front spreads at a steady rate, a molten droplet of the LDPE coating exhibits a cyclic motion ahead of the flame front. This process was found to be driven by the balance among the gravitational, viscous, and adhesion forces. Gravity primarily powers the force driving the droplet away from the flame front, while the adhesion force ensures the droplet's attachment to the wire. The viscous force critically influences the droplet's velocity, which shows an inverse relationship with viscosity. As the droplet flows away from the flame, it undergoes a cooling down process accompanied by an increase in viscosity that slows down the droplet. This latter is then caught up by the flame front that leads to an increase in temperature, a reduction in viscosity and, then, to the reacceleration of the droplet away from the flame front. This specific cycle can then be

decomposed into two stages where the aforementioned balance can be evaluated to clarify the conditions of the cycle's existence. Experimental results show that increasing the oxygen content tends to shorten the cycle by increasing the velocity of the flame front, while increasing the pressure also shortens the cycle by increasing the cooling rate of the droplet. This cyclic behavior can trigger flame extinction at Martian gravity levels, even in scenarios where flames propagate under normal and microgravity conditions. These findings can significantly impact fire safety strategies in environments with intermediate gravity levels.

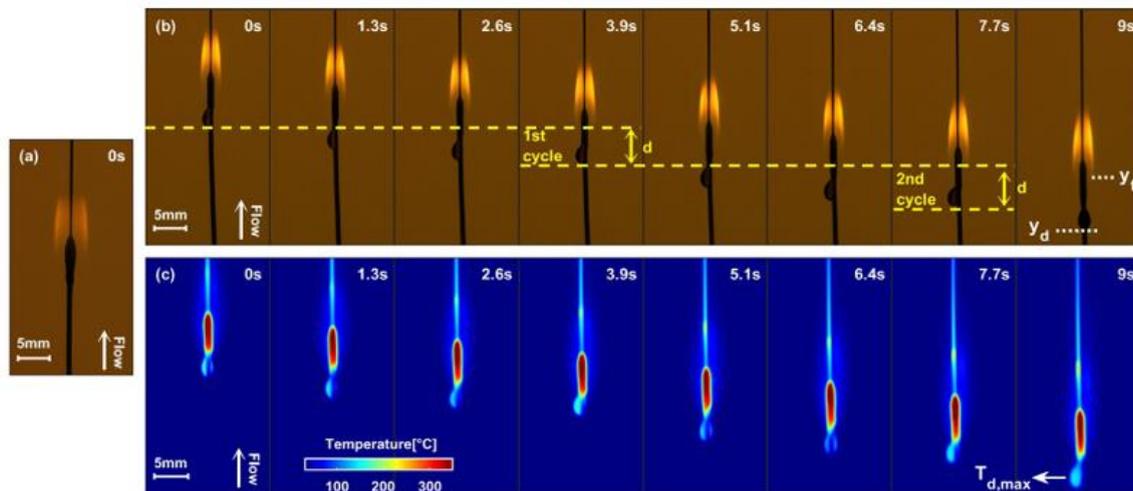


Figure 1. Opposed-flow flame spread over laboratory wire samples at low gravity, for $u_\infty = 60$ mm/s, $x_{O_2} = 21\%$, $P = 121.6$ kPa. The blue portion downstream the pyrolyzing coating reveals the bare nickel-chrome surface. (a) backlighted frames show a steady rate spread mechanism in microgravity while (b) backlighted and (c) infrared frames evidence a cyclic behavior of the spread in Martian gravity.

References

- [1] A. Guibaud, J.L. Consalvi, J.M. Citerne, G. Legros, Pressure effects on the soot production and radiative heat transfer of non-buoyant laminar diffusion flames spreading in opposed flow over insulated wires, *Combustion and Flame*, Volume 222, pp. 383-391, 2020.
- [2] J.L. Consalvi, A. Guibaud, A. Coimbra, J.M. Citerne, G. Legros, Effects of oxygen depletion on soot production, emission and radiative heat transfer in opposed-flow flame spreading over insulated wire in microgravity, *Combustion and Flame*, Volume 230, pp. 111447, 2021.
- [3] 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.
- [4] 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*, Volume 139, pp. 103813, 2023.
- [5] Y. Li, A. Guibaud, J. M. Citerne, T. Seon, J.L. Consalvi, G. Legros, Cyclic pattern along the downward flame spread over cylindrical samples in partial gravity, *Proceedings of the Combustion Institute*, Volume 40, pp. 105255, 2024.

- 3.3 Far-field signature of flame spreading in microgravity over cylindrical samples
Y. Li, J.-M. Citerne, A. Guibaud, J.-B. Renard, **G. Legros**

Far-field signature of flame spreading in microgravity over cylindrical samples

Y. Li ^{1,2}, J.-M. Citerne ¹, A. Guibaud ³, J.-B. Renard ⁴, G. Legros ¹

¹ Sorbonne Université, CNRS, Inst. d'Alembert, F-75005 Paris, France.

² University College London, London, UK

³ Dept. of Mechanical Engineering, New York University, New York City, USA

⁴ CNRS-LPC2E, Univ. Orléans, F-45000 Orléans, France

In this report is outlined our contribution to the international topical team SAFE COSMOS. This group of experts have collaborated for a decade to improve fire safety in manned spacecraft. Among other achievements, the topical team was associated to experiments designed by NASA to investigate fire spread in real conditions (SAFFIRE project). Recently, we have then been able to characterize the effect of confinement on flame spread over small scale samples [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 2025, i.e. a flame spreading over a cylindrical sample in an oxidizer flow parallel to the sample's axis at reduced gravity [2,3].

Within the context of Y. Li's Ph.D. works (2019-2022), some of the efforts have been devoted to the far-field signature of flame spreading in microgravity [4]. These efforts address the issue of detection that is the preliminary step when active mitigation is to be imagined. This 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. While the data obtained with UNBURNIT are currently processed, the analysis of soot far-field detection, i.e. at the exhaust of DIAMONDS, unveiled peculiarities that can be attributed to non-buoyant flame spread [5].

Results

Through an original collaboration with J.-B. Renard, the Light Optical Aerosol Counter (LOAC) detector was integrated at the exhaust of DIAMONDS. The LOAC then measured the distribution in size of the soot particles released by the flame together with the soot optical characteristics. The present results were extracted from flames spreading in a laminar opposed flow over the polyethylene (PE) coating of electrical wires. The works aimed here at monitoring the spread and contrasting this far-field signature of the flame with near-field ones, i.e. morphological observations of soot sampled within the flame, following a technique previously developed by Y. Li.

Figure 1 displays the results obtained for 3 identical experiments (A) in microgravity and (B) at normal gravity. As expected from the darker tips of the flames in microgravity (see the inserts), the level of released soot concentration is higher for any particle size in microgravity. This is in agreement with the observations by Transmission Electronic Microscop (TEM), showing a higher density, together with a higher level of agglomeration, of soot sampled in microgravity. These trends are both in agreement with the larger residence times of particles in non-buoyant flames. In addition, the distribution in size tends to get stable with time in microgravity, unlike those measured at normal gravity. This is aligned with the steady spread rate evidenced in microgravity that cannot be observed at normal gravity.

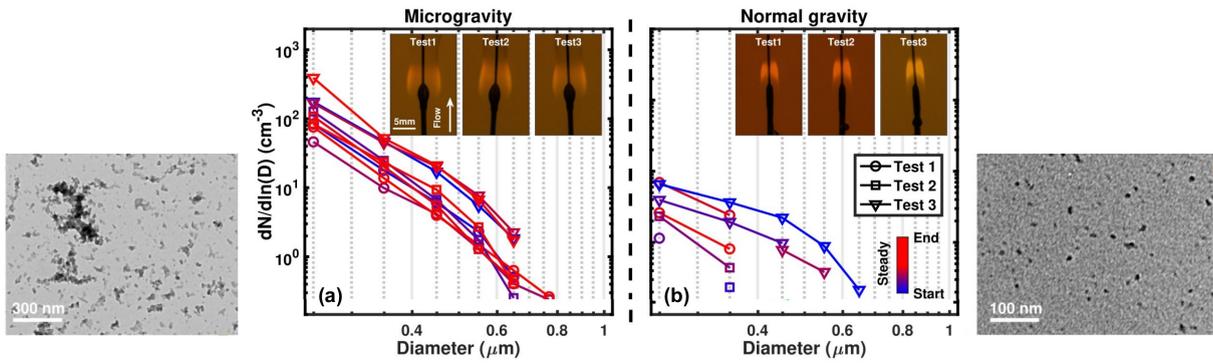


Figure 1: distributions in size of soot as detected by the LOAC located at the exhaust of DIAMONDS. Every flame releasing the soot detected is shown in the insert over the distributions. These flames spread over the polyethylene coating of an electrical wire : (A) in microgravity ; (B) at normal gravity. Typical observations by TEM of soot sampled in microgravity and at normal gravity are shown in the leftmost and rightmost inserts, respectively.

Following the above methodology, the influence of the ambient pressure and the free stream oxygen content could also be assessed [4]. In microgravity, varying pressure and oxygen content significantly affected soot formation, maturation, and oxidation in the flame, leading to different far-field signatures. Higher pressure increases soot formation rate, allowing more time for particle growth and leading to higher particle concentrations. Soot particles formed in microgravity display more polydispersity and chain-like structures. Additionally, the increase in oxygen content accelerates the flame spread rate, resulting in a higher pyrolysis mass flow rate and flame temperature, further promoting soot growth and release, and thus elevating particle concentration.

The results obtained under varying pressures and oxygen contents in microgravity still provide crucial insights for fire detection systems in future manned space habitats, where the ambient conditions are designing variables.

Perspectives

In the absence of any Ph.D. student, our investigations in the coming year will focus specifically on active mitigations of the flame spread with UNBURNIT.

Publications

- [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. 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.
- [3] Y. Li, A. Guibaud, J.-M. Citerne, T. Seon, J.-L. Consalvi, G. Legros, Cyclic pattern along the downward flame spread over cylindrical samples in partial gravity, *Proc. Combust. Inst.* **40**, 105255, 2024.
- [4] Y. Li, A. Guibaud, J.-M. Citerne, J.-B. Renard, G. Legros, Far-field signature of fire in low gravity: Influence of ambient oxygen content and pressure on size distribution of smoke particles, *Proc. Combust. Inst.* **40**, 105288, 2024.
- [5] R. Jalain, J. Bonnetty, A. Matynia, J.-M. Citerne, H. Dutilleul, A. Jocher, J.-L. Consalvi, G. Legros. Influence of sub-atmospheric pressure on flame shape and sooting propensity in ethylene laminar coflow non-premixed flame, *Comb. Flame* **259**, 113173, 2024.

3.4 Fire retarded material O₂ rich environment for spacecraft and space habitat
J. Sarazin, **S. Bourbigot**

Fire retarded material O2 rich environment for spacecraft and space habitat

J. Sarazin¹, S. Bourbigot^{1,2}

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.

Currently, spacecraft, such as those used by NASA and other space agencies, including the ISS, maintain an atmospheric pressure similar to that of Earth (around 101 kPa) with an oxygen concentration of 21%. However, for future missions to the Moon, Mars, and lunar or Martian habitats, it is planned to reduce the internal pressure of the spacecraft while increasing the oxygen concentration to maintain normoxic conditions.

This approach aims to optimize structures and reduce costs: a lower pressure allows for the design of lighter habitats, while maintaining sufficient normoxia for respiration. For example, future lunar habitats could operate at pressures of 55 to 70 kPa, with an increased oxygen concentration of 27-35%. However, these changes increase the risk of fire, highlighting the importance of developing fire-resistant materials suited to these new conditions.

Polypropylene is gaining popularity in the aerospace sector for its advantages, including its light weight, corrosion resistance, and ease of fabrication. It is commonly used for non-structural applications in spacecraft, such as containers, pipes, connectors, and coatings, thus contributing to weight reduction and lower launch costs. Nevertheless, its flammable nature presents significant fire safety challenges, especially in a space environment where safety is critical.

To improve the fire resistance of polypropylene, flame-retardant treatments, such as intumescent systems, can be applied. These systems form an expanded protective barrier in the event of a fire. However, tests conducted on Earth, under normal gravity and with an oxygen concentration of 21%, do not accurately replicate the conditions of future space missions. In microgravity, with oxygen-enriched atmospheres, materials become more flammable. Reproducing these conditions in the laboratory is complex, but advances, such as microgravity flights and test benches simulating enriched atmospheres, now allow materials to be evaluated in environments similar to space. These developments pave the way for the design of flame-resistant materials specifically adapted to space missions.

Experimental

To address various challenges, several laboratory tests have been developed to simulate fire scenarios in the aerospace sector and evaluate material behavior in specific environments, such as microgravity and normoxic conditions.

In accordance with ISO 4589-4, the HOI (High Oxygen Index) test measures the minimum oxygen concentration required to sustain combustion in a high-velocity gas flow. This test evaluates the behavior of materials without the influence of buoyancy forces, thereby simulating microgravity conditions[1].

Additionally, a cone calorimeter has been developed in the laboratory to test materials in various fire scenarios under different oxygen concentrations, ranging from low-intensity fires to more severe ones (fig.1). This test measures the heat release rate (HRR) based on oxygen consumption using a paramagnetic analyzer, along with the peak heat release rate (pHRR), total heat release (THR), mass loss, and smoke opacity.

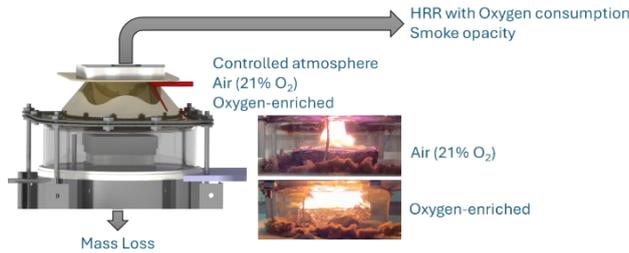


Figure 1: schematic diagram of a cone calorimeter test under an oxygen-enriched atmosphere.

Results and Discussion

A polypropylene (PP)-based intumescent system, composed of ammonium polyphosphate (APP) and pentaerythritol (PER) in a 3:1 weight ratio, was evaluated with the addition of the synergist Zeolite 4A(Z4A). The objective of this study is to analyze the impact of oxygen on the fire behavior of the tested systems and assess the performance improvement under normoxic conditions.

The comparison of heat release rate (HRR) curves for PP shows that the peak heat release rate (pHRR) is significantly higher at 35% O₂ than at 21% O₂ (1500 kW/m² vs 972 kW/m²). This phenomenon is also observed for the intumescent system alone (850 kW/m² vs 440 kW/m²) and with the addition of 1% Z4A (702 kW/m² vs 390 kW/m²) (fig 2).

These results reveal a decrease in the efficiency of intumescent systems in oxygen-enriched atmospheres, with a pHRR reduction of -57.8% at 21% O₂ compared to -43.2% at 35% O₂ for the intumescent formulation (PP + 30% APP/PER).

In conclusion, the results highlight a significant increase in the maximum heat released under high oxygen level, as well as the effectiveness of intumescent systems in forming a protective layer that limits the heat released during combustion, whether at 21% or 35% O₂. The formation of an intumescent layer, whose morphology varies depending on the test conditions, protects the polymer regardless of the oxygen level. These findings are supported by a thermal decomposition study of the formulations under different atmospheres, conducted using thermogravimetric analysis (TGA), which emphasizes the impact of oxygen concentration on the thermal decomposition of the studied formulations.

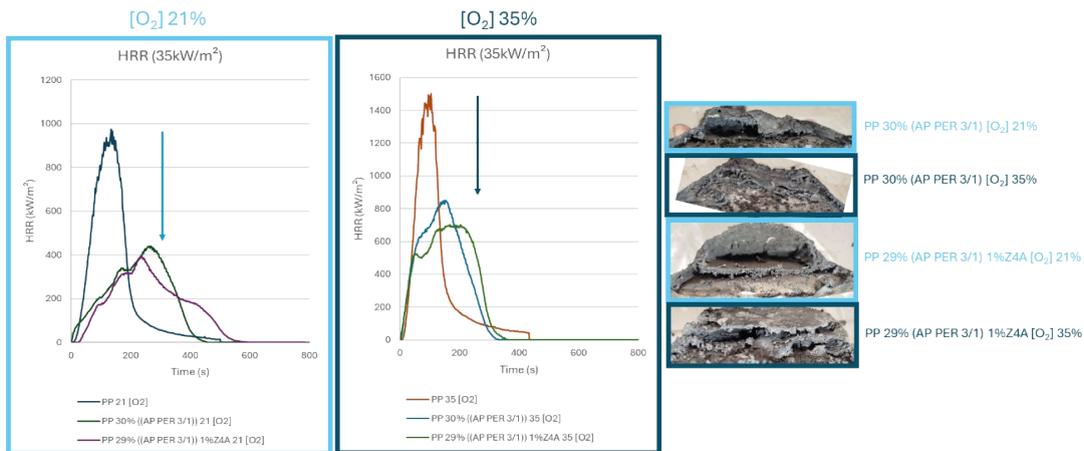


Figure 2 : HRR curves of PP and PP-APP/PER with ou without Z4A as a function of time at 21% and 35% O₂ and morphology residue after fire test.

[1]. ISO 4589-4 :2021 Plastics — Determination of burning behaviour by oxygen index — Part 4: High gas velocity test . International standards.

[2]. Julie Robinson, Ph.D. Chief Scientist, Human Exploration and Operations NASA Headquarters. HEOMD Utilization and Strategy Overview: From ISS to Moon to Mars. 16 August 2021 *National Academies BPS Decadal Committee*.

- 3.5 Etude expérimentale de la propagation de flammes dans des conditions de microgravité
R. Glaznev, F. Halter, J. Beeckman, **C. Chauveau**

Etude expérimentale de la propagation de flammes dans des conditions de microgravité

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

Ce travail s'inscrit dans la thématique générale de la sécurité à bord de systèmes soumis à des conditions de gravité réduite (martienne, lunaire, ou impesanteur). L'utilisation généralisée de batteries électriques et de systèmes de refroidissement fonctionnant avec des fluides frigorigènes peut mener à des situations accidentelles dramatiques. La fuite de gaz faiblement inflammables, mélangés avec l'oxygène de l'air, peut induire une explosion. Les limites d'inflammabilité de tels mélanges dans des conditions de gravité normale sont le sujet de nombreuses études. Ces études permettent d'identifier les conditions à éviter, quantifient les conséquences d'explosions inopinées et guident à la mise en place de normes de sécurité, en particulier en termes de tenue mécanique minimale des structures concernées. Aucune équivalence n'existe pour des systèmes soumis à des conditions de gravité réduite alors que les conséquences de telles explosions seraient dramatiques.

Ce travail ambitionne d'apporter des éléments de caractérisation des conditions d'inflammation de mélanges faiblement réactifs dans des conditions de gravité réduite. L'objectif ultime de cette étude est de produire des données de référence qui permettront d'élaborer des normes de sécurité, indépendamment des conditions de gravité rencontrées. Ce projet collaboratif entre CNRS-ICARE et ITV-RWTH Aachen University inclut des expériences en gravité réduite à la fois dans le cadre des vols paraboliques et dans la tour de chute libre de Brème. Le travail présenté ici est centré sur des campagnes 'avion' qui ont permis de progresser sur les limites d'inflammabilités de l'éthanol et du diéthoxyméthane ($\text{CH}_2(\text{OC}_2\text{H}_5)_2$).

Résultats

Une synthèse des résultats obtenus pour l'éthanol (à gauche) et le DEM (à droite) est présentée sur la Figure 1. Chaque point correspond à une expérience réalisée, pour une pression et une richesse données. Les points verts ont été obtenus en condition de gravité normale, les bleus en condition de microgravité. Les croix rouges indiquent les conditions pour lesquelles la flamme ne s'est pas propagée et permettent d'identifier la limite en richesse permettant la propagation du front de flamme. En d'autres termes, au-delà de cette richesse, à la pression considérée, le mélange n'est plus inflammable. On constate que les limites d'inflammabilité en gravité normale sont plus larges (atteintes pour des richesses plus grandes) pour l'éthanol et le diéthoxyméthane. On constate également que le mélange contenant du diéthoxyméthane reste inflammable pour des richesses importance (supérieures à 4). Des simulations numériques utilisant des schémas cinétiques détaillés nous ont permis de d'attribuer cela au fait que le DEM possède une chimie basse température : en amont de la zone de réaction, les gaz sont préchauffés par diffusion thermique et le DEM peut se décomposer et commencer à réagir à plus basse température en comparaison avec l'éthanol.

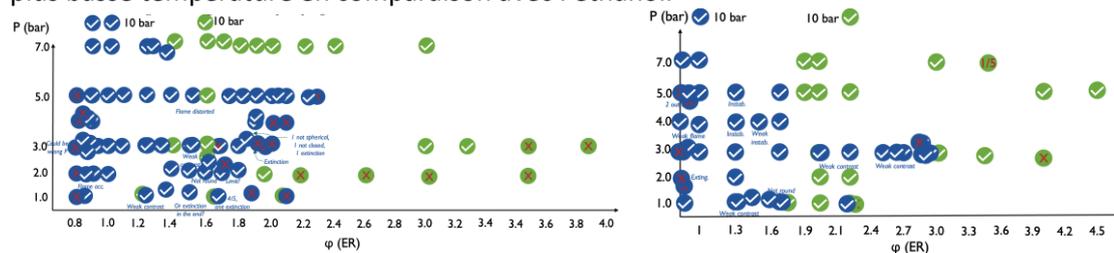


Figure 1 : Illustration des limites d'inflammabilité observées expérimentalement pour l'éthanol (à gauche) et le diéthoxyméthane (à droite).

Un autre volet de la recherche menée dans le cadre de ce projet concerne l'influence des effets radiatifs sur la réactivité du mélange (phénomène de réabsorption par les gaz frais). Les temps caractéristiques de propagation étant très lents, les échanges par rayonnement peuvent jouer un rôle important. Pour répondre à cette problématique scientifique, nous avons décidé de développer un ensemble de diagnostics couplés, permettant simultanément d'obtenir l'évolution temporelle de la

flamme (propagation sphérique à partir du point d'allumage) et le profil de température dans les gaz brûlés ainsi que dans les gaz frais devant le front de flamme. On peut ainsi obtenir l'évolution temporelle de la température dans la zone de flamme (à l'intérieur de la boule de feu) et dans les gaz frais (à l'extérieur de la boule de feu). Une baisse significative de la température des gaz brûlés correspond à des pertes radiatives intenses, qui peuvent ainsi être caractérisées. De plus, tout phénomène de réabsorption par les gaz frais en amont du front de flamme se traduit par une augmentation de leur température. Un exemple de profil de température obtenu pour un mélange pauvre ($\phi=0.89$) utilisant l'éthanol comme carburant est proposé sur la Figure 2. Cet essai a été réalisé à une pression initiale de 10 bar lors de la campagne DLR de l'automne 2023. Le mélange est allumé au centre de la chambre ($r = 0 \text{ cm}$) puis la flamme se propage de façon centrifuge. On a représenté sur la Figure 2 le profil de température instantané correspondant au moment où le front de flamme a parcouru un peu moins de 2 cm de part et d'autre du point d'allumage. On a donc des gaz frais à l'extérieur du front de flamme ($|r| > 1.8 \text{ cm}$) et des gaz brûlés à l'intérieur de la zone de réaction ($|r| < 1.8 \text{ cm}$). Ce profil de température expérimental (trait continu noir) est assez bruité. Suivons la courbe de température expérimentale de la droite de la figure ($r = 2 \text{ cm}$) vers le point d'allumage ($r = 0 \text{ cm}$). La température des gaz frais ($r = 2 \text{ cm}$) est de 373 K. Ensuite, la température augmente fortement pour atteindre une valeur d'environ 1600 K, comparable à la température adiabatique de flamme calculée pour ce mélange (trait bleu continu). Ce saut de température correspond à la zone de réaction fortement exothermique. La température baisse ensuite légèrement pour atteindre une valeur d'environ 1500 K au centre de la chambre ($r = 0 \text{ cm}$). Cette baisse de température illustre parfaitement les pertes radiatives mises en jeu et constitue une cible indispensable à la validation de modèles de rayonnement (courbe violette : rayonnement pris en compte avec émission mais sans réabsorption). Les différences observées ne sont pas discutées ici et feront l'objet d'études ultérieures.

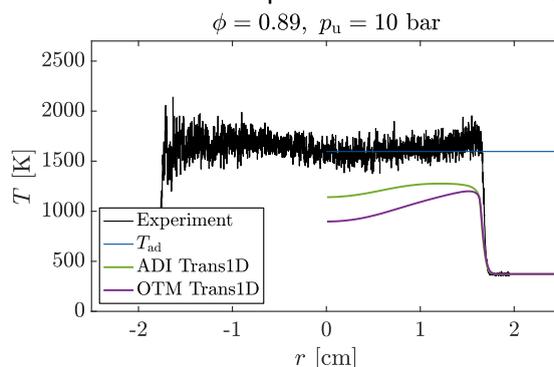


Figure 2 : Profil de température instantané (en noir) pour une flamme de rayon de moins de 2 cm.

Perspectives

Un travail spécifique concernera l'amélioration du rapport signal/bruit lors des prochaines campagnes de vols paraboliques. L'utilisation de ce diagnostic fournira des données uniques qui seront utilisées pour proposer des modèles théoriques de rayonnement et de réabsorption des flammes sphériques en expansion.

Publications

Glaznev R. et al. Ultra-slow ammonia flame speeds — A microgravity study on radiation, Proceedings of the Combustion Institute 2024 Vol. 40 Issue 1-4

Kaya Eyice D. et al. Effect of flame characteristics on an isolated ethanol droplet evaporating through stagnation methane/air flames: An experimental and numerical study, Combustion and Flame 2024 Vol. 265, pp.113465

Glaznev R. et al. Experimental Laminar Flame Speed Study of Nitrogen-diluted Diethoxymethane/Oxidizer Mixtures under Microgravity, 11th European Combustion Meeting (ECM 2023) Rouen, France

Bariki C., Halter F., Hesse R., Chauveau C., Pitsch H., Beeckmann J. Experimental measurements of laminar flame speeds for highly N₂-diluted ethanol flames under microgravity conditions. Proceedings of the Combustion Institute 2022 Vol 39 Issue 9

- 3.6 Auto-organisation de produits de réactions $A + B \longrightarrow C$ en condition de flux CDIC – V
V. Pimienta, C. Roux, G. Schuszter, D. Horvath, A. Toth, K. Schwarzenberger, K. Eckert, A. De Wit

**Auto-organisation de produits de réactions de précipitation $A + B \rightarrow C$ en condition de flux
CDIC – V**

V. Pimienta¹, C. Roux¹, G. Schuszter², D. Horvath², A. Toth², K. Schwarzenberg³, K. Eckert³, A. De Wit⁴

¹ Laboratoire des IMRCP, UMR 5623 CNRS, Université Paul Sabatier, Toulouse

² Department of Physical Chemistry and materials Science, University of Szeged

³ Institute of Process Engineering and Environmental Technology, Universität Dresden

⁴ Service de Chimie Physique et Biologie Théorique, Université Libre de Bruxelles

Les travaux prévus dans le cadre de la mission CDIC-V font suite à la mission précédente CDIC-IV. L'objectif est l'étude de la dynamique de fronts réactifs $A+B \rightarrow C$ dans les écoulements radiaux (fronts de Réaction-Diffusion-Advection). Pour CDIC IV, les travaux réalisés au cours du vol parabolique CHYPI (73rd ESA PF Campaign) et de la mission Texas 57 mettaient en jeu un système réactif homogène¹. Les résultats ont montré que les conditions de microgravité sont essentielles pour séparer la dispersion de Taylor des effets de flottabilité². Sur Terre, la dynamique de dispersion n'est pas accessible pour des épaisseurs de fluide importantes³.

La préparation de la mission CDIC-V est maintenant engagée. L'objectif est de mettre en évidence, en utilisant les conditions de microgravité, le rôle relatif des changements de flottabilité, de viscosité et de perméabilité sur les fronts de réaction **lors de réactions de précipitation**. La réaction choisie est la réaction de précipitation du carbonate de calcium. Les premières expériences en microgravité ont été effectuées au cours de la « **43rd DLR parabolic flight campaign** » qui s'est déroulée au centre Novespace à Bordeaux du 8 au 20 septembre 2024.

La connaissance fondamentale des phénomènes de précipitation induits en écoulement est essentielle pour diverses applications telles que le transfert de matière induit par précipitation en milieu poreux, utilisé dans les technologies de séquestration du CO₂ ou d'assainissement des sols. La dynamique de précipitation induite par l'écoulement peut également être utilisée pour la production sélective de polymorphes minéraux, non accessibles en réacteur fermé, pour des applications spécifiques telles que l'obtention de composés pharmaceutiques ou de conduits micro fluidiques autoorganisés.

Résultats

Dans le cadre de cette mission, la réaction mise en œuvre est la précipitation du carbonate de calcium. Pour cela le réactif A injecté dans la cellule est le carbonate de sodium (Na₂CO₃) et le composé B, initialement présent dans la cellule est le chlorure de calcium (CaCl₂).

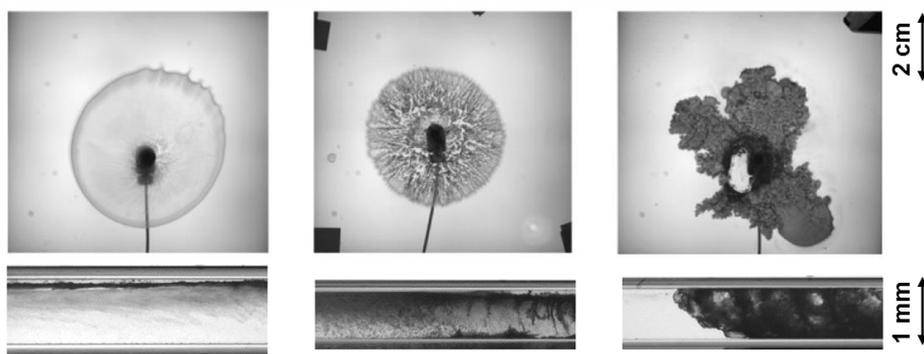


Figure 1 : régimes obtenus en cellule de Hele-shaw et dans des capillaires rectangulaires pour différentes conditions expérimentales

¹ Vailati, A et al. , npj Microgravity, 9(1), (2022).

² Stergiou, Y. et al., Physical Review Fluids, 7(11), (2022).

³ Comolli, A., De Wit, A., Brau, F., Physical Review E, 104, 044206 (2021).

Lorsque la concentration du réactif augmente, trois régimes sont observés dans les expériences préliminaires effectuées sur terre (Figure 1) : (i) advection : la quantité de phase solide générée est faible et les particules solides individuelles sont entraînées par l'écoulement ; (ii) colmatage : des agglomérats précipités se forment et modifient la perméabilité et (iii) gélification : précipité de type gel colloïdal qui à la formation de motifs analogues aux digitations visqueuses.

Le dispositif utilisé pour le vol parabolique CDIC-V est une version modifiée de celui utilisé pour le vol parabolique CDIC-IV : un carrousel muni de 3 cellules de Hele-Shaw et de 3 réacteurs capillaires rectangulaires. Ces capillaires sont la nouveauté de notre dispositif afin de d'analyser la formation de polymorphes d'intérêts par spectroscopie RAMAN. L'utilisation du carrousel permet de tester plusieurs conditions expérimentales (épaisseur de fluide, vitesse d'injection, rapport des concentrations initiales) au cours d'un même vol. Il demande cependant une intervention manuelle entre les paraboles. La détection en cellule de Hele-Shaw est effectuée par ombroscopie. Nous avons, dans une étude précédente montré que le suivi par ombroscopie, permet d'évaluer les variations de la quantité de précipité formé pour différentes conditions.

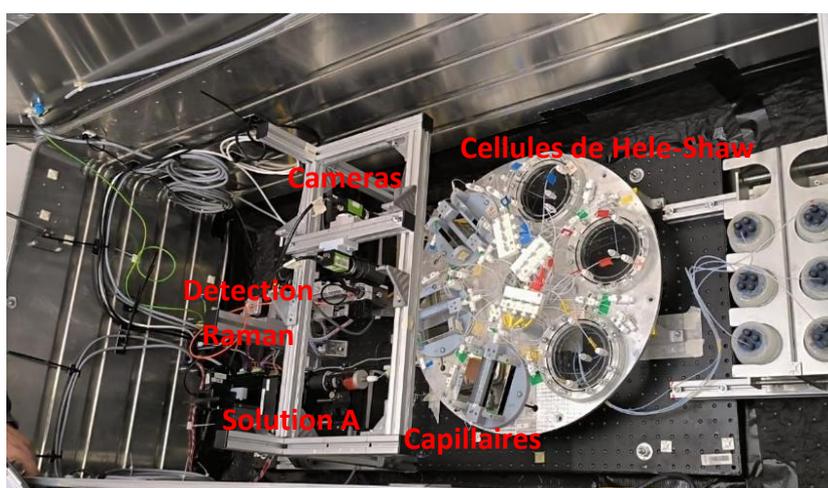


Figure 2 : Dispositif expérimental utilisé au cours du vol parabolique préparatoire à CDIC-V. Le carrousel permet de tester différentes conditions au cours du vol : 3 cellules de Hele-Shaw et 3 capillaires.

Le travail préparatoire en vol parabolique est indispensable afin de tester les phases de remplissage des deux types de réacteurs. De plus, la répétition des phases micro-g nous permettent de tester un nombre important de situations et de sélectionner les débits et les dimensions du système pour une réponse optimale lors de la mission en fusée-sonde.

Perspectives

Notre consortium a répondu à l'AO-2022-SoundingRocket de l'ESA pour lequel nous avons reçu une réponse positive et l'engagement d'une possibilité de vol en fusée sonde courant 2026 (sur MASER ou TEXUS). Les résultats obtenus lors du vol parabolique orienteront nos choix pour les conditions expérimentales.

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.

Session 4

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

4.1 Modélisation de la capillarité

O. Millet, N. Younes, R. Bouchard

Modélisation de la capillarité

Olivier Millet, Nabil Younes, Raphaël Bouchard

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

1. Simulation numérique d'essais triaxiaux d'assemblages granulaires partiellement saturés

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 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 (Fig. 1). Les résultats obtenus 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. 1c). L'optimisation du couplage entre les deux codes LBM et DEM permet de simuler des essais triaxiaux d'assemblages granulaires partiellement saturés en moins d'une minute en GPU (Fig. 2), en allant jusqu'à des déformations de 20%. Les résultats obtenus mettent clairement en évidence les effets de la capillarité sur la contrainte déviatorique pour de faibles contraintes de confinement de 5kPa (Fig. 2b). Pour des contraintes de confinement plus importantes (de 100 kPa), les effets de la capillarité sont très faibles.

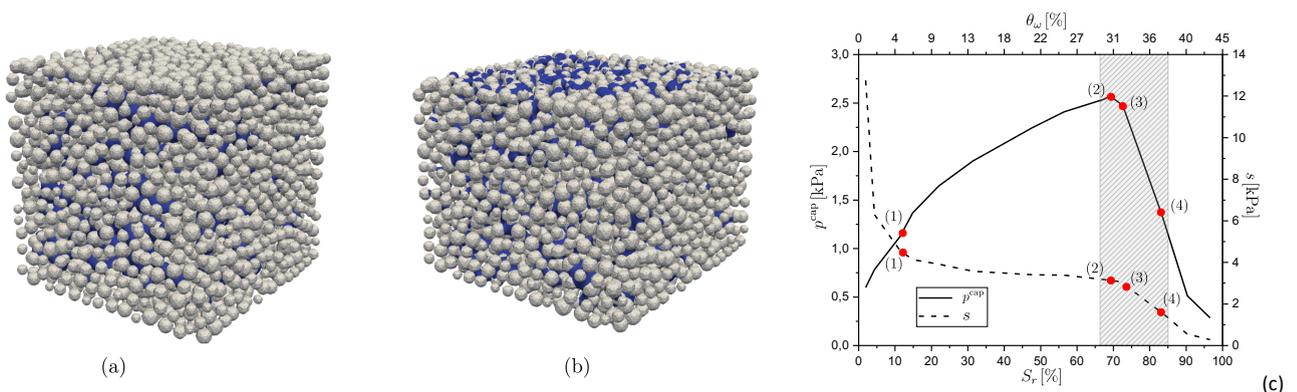


Figure 1: État initial (a) et final (b) d'un échantillon lors d'un essai triaxial. c) Contrainte capillaire moyenne P^{cap} [kPa] et succion s [kPa] en fonction du degré de saturation S_r [%] et de la teneur en eau volumétrique θ_w [%] en bas et en haut de l'axe des x, respectivement.

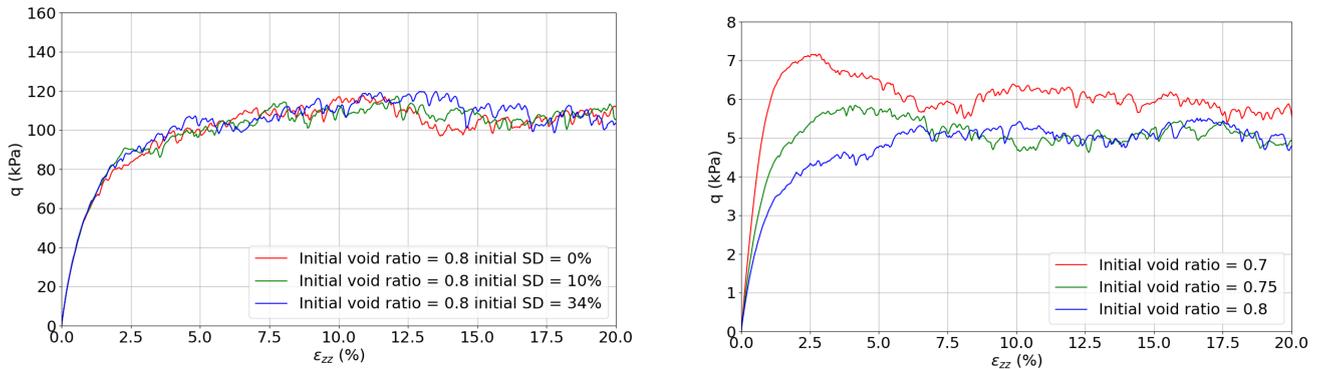


Figure 2: Évolution de la contrainte déviatorique q pour des assemblages granulaires secs et une pression de confinement a) $\sigma_c = 100\text{kPa}$ et b) 5kPa .

2. Problème de minimisation associé à l'équation de Young et de Young Laplace

En parallèle, un travail théorique amont a consisté à proposer un cadre mathématique général pour retrouver les équations de Young-Laplace et de Young à partir de la minimisation de l'énergie d'un système eau/air de géométrie quelconque. On peut montrer de façon intrinsèque très générale que l'équation de Young constitue une condition aux limites associée au problème de minimisation, qui conduit à l'équation générale de Young-Laplace. La prise en compte d'une énergie de ligne, en général négligée, conduit à une équation de Young généralisée, où les angles de contact ne sont plus constants pour un même couple matériau/liquide. Cette équation de Young généralisée permet de modéliser l'hystérésis généralement rencontré sur les angles de contacts (advancing/receding).

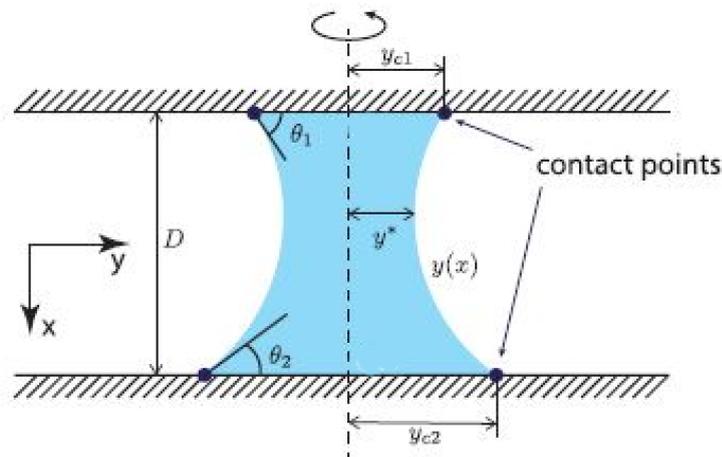


Figure 3: Représentation cartésienne d'un pont capillaire axisymétrique à méridienne convexe entre deux plans parallèles.

3. Perspectives

Parmi les perspectives, il est envisagé de continuer l'étude des propriétés de résistance mécanique d'un échantillon granulaire partiellement saturé soumis à des cycles de saturation/désaturation en utilisant le code couplé qui a été développé. Cela nous permettra d'étudier in fine la stabilité mécanique d'un sol granulaire partiellement saturé. D'autre part, il est également prévu de continuer à développer l'approche théorique de minimisation qui permet de discuter le domaine de validité de l'équation de Young pour un fluide en contact avec un substrat solide de n'importe quelle géométrie. Des expériences en microgravité sont également prévues, en collaboration avec l'équipe de l'IUSTI du GDR MFA, pour tester la validité des modèles théoriques en l'absence de gravité.

Publications

N. Younes, Z. Benseghier, O. Millet,, A. Wautier, F. Nicot, R. Wan (2022): Phase-field Lattice Boltzmann model for liquid bridges and coalescence, Powder Technology, Volume 411. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2022.117942>.

4.2 Mouillage partiel d'un liquide sur un solide sous l'influence d'un champ de gravité
R. Issa, H. Benabdelhalim, M. Medale, **D. Brutin**

Mouillage partiel d'un liquide sur un solide sous l'influence d'un champ de gravité

Roudy Issa, Houssine Benabdelhalim, Marc Medale, David Brutin

Université d'Aix Marseille, CNRS, IUSTI UMR 7343, Marseille.

Résumé

Lorsqu'on dépose un volume de liquide (L) sur un substrat (S) dans un environnement constitué d'une phase fluide non miscible avec le liquide (V), et que le liquide ne s'étale pas complètement, alors il forme une goutte qui forme un angle θ_0 avec le substrat, qui caractérise un état de mouillage partiel (cf. Figure1). Ce comportement est d'une importance fondamentale dans divers domaines scientifiques et industriels.

Le travail que nous présentons dans cette communication porte sur la caractérisation du mouillage partiel lorsque l'effet de la gravité n'est plus négligeable, c'est-à-dire pour des tailles de goutte supérieures à leur longueur capillaire. Deux types de configurations sont étudiées : la première concerne des expériences sur substrat horizontal, conduisant à une géométrie de gouttes préservant une symétrie de révolution. Le second type d'expériences porte sur les conditions de mouillage sur substrat incliné par rapport à l'horizontale, qui induit une géométrie de gouttes qui ne possède plus de symétrie de révolution.

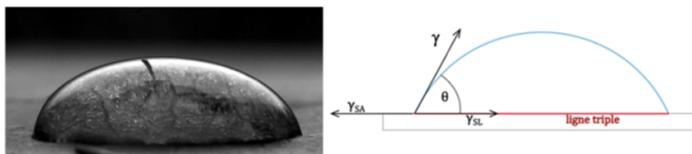


Figure 1 : Goutte sessile. (a) Photo d'une expérience ; (b) modèle de Young pour les forces à la ligne de contact [1].

Résultats

Pour la configuration sur une surface solide horizontale homogène, deux méthodes de création de la goutte sessile ont été explorées : (1) l'injection à travers d'un trou percé dans le substrat (Figure.2(a)) ; (2) l'éjection de micro-gouttelettes depuis une seringue positionnée au-dessus de la goutte (avec un matériel de la marque KRUSS) (Figure.2(b)). Les expériences ont été réalisées sur un substrat en Plexiglas avec des volumes de gouttes allant de 5 à 800 μl , sous une humidité contrôlée de 70 % et avec un temps de relaxation de 30 secondes. Les images ont été post-traitées par un code Python, permettant de déterminer plusieurs paramètres observables, notamment l'angle macroscopique de contact, le diamètre et la hauteur des gouttes (Figure.3(b) et 3(c)). Les résultats de la (Figure.3(a)) montrent une évolution de ces paramètres en fonction du volume de la goutte sessile, quelle que soit la méthode de remplissage de la goutte sessile. Une diminution de l'angle de contact, allant jusqu'à 10 degrés a été observée pour les deux méthodes. Le remplissage par gouttelettes depuis une seringue (matériel KRUSS) induit une énergie cinétique lors de l'impact de chaque gouttelette, et conduit à des diamètres plus larges et des hauteurs plus petites. En revanche, pour les grands volumes, l'effet de la gravité devient prédominant, induisant un aplatissement de la goutte.

Pour les expériences sur surface inclinée (Figure.2(c)), une micro-pipette a été utilisée pour déposer une goutte de liquide à volume contrôlé sur le substrat. Ensuite, ce dernier a été progressivement

incliné jusqu'à une valeur inférieure à la limite de mise en mouvement de la goutte. L'angle d'inclinaison critique dépend du volume de la goutte : plus le volume de la goutte est grand, plus l'angle nécessaire pour provoquer le mouvement est faible. Au cours de ces expériences, l'hystérésis de l'angle macroscopique de contact a été mesuré (différence entre l'angle d'avancé et l'angle de recul).



Figure 2 : Goutte sessile d'eau sur un substrat en PMMA. (a) Profil d'une goutte de 800 µL injectée au travers d'un trou dans le substrat ; (b) Profil d'une goutte de 800 µL injectée par le dessus depuis une seringue ; (c) : profil d'une goutte de 100 µl sur une plaque inclinée (8°).

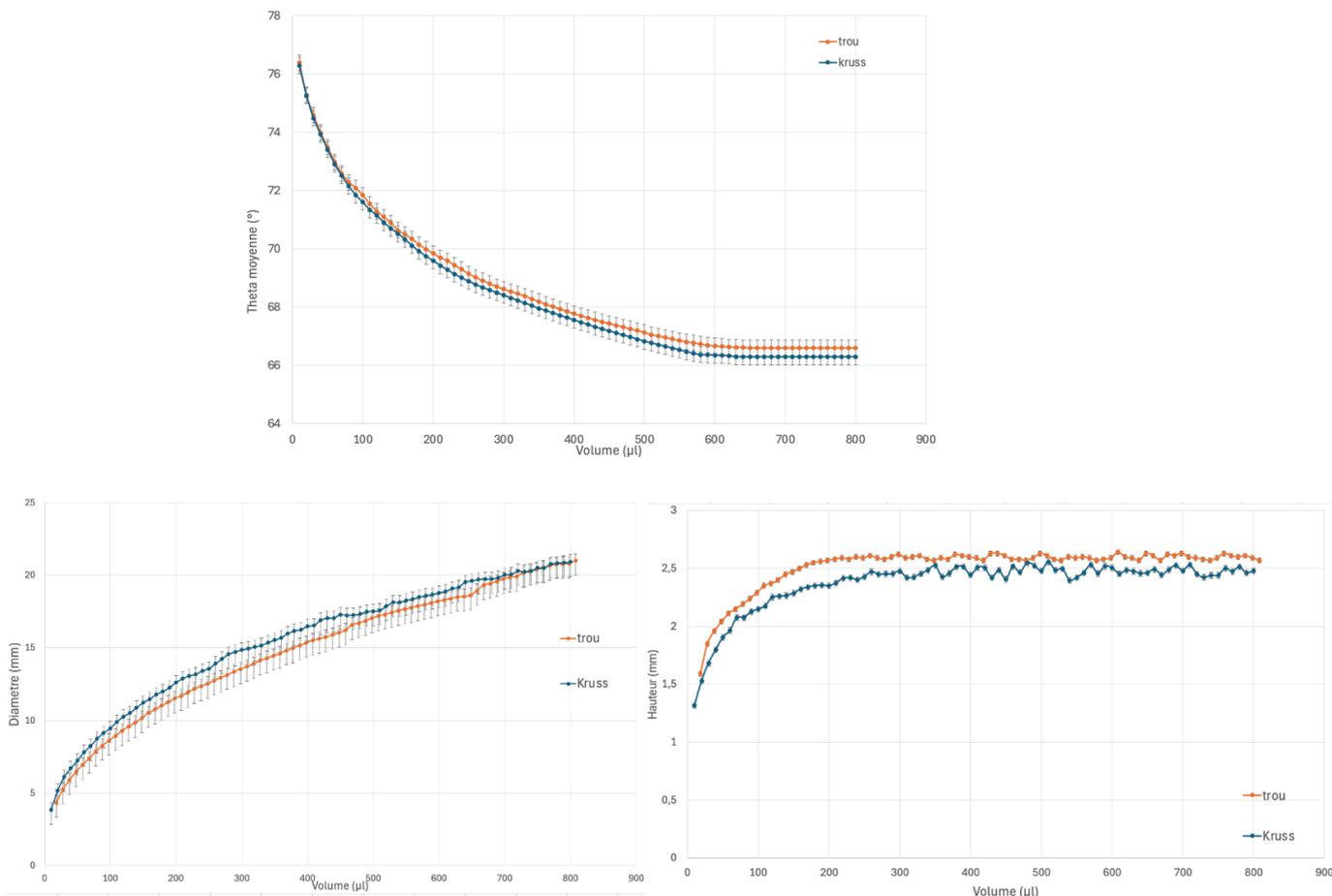


Figure 3 : Évolution des grandeurs macroscopiques d'une goutte sessile (eau/PMMA) en fonction du volume. (a) angle macroscopique de contact ; (b) diamètre de la goutte ; (c) hauteur de la goutte.

Perspectives

Dans la suite de ce travail, nous allons explorer comment évoluent ces variations d'angle macroscopique de contact en fonction du volume de la goutte pour différents liquides et différents substrats.

Référence

[1] <https://www.plantes-et-eau.fr/documentation/outils-et-concepts-de-base/15-l-eau-aux-interfaces-phenomenes-capillaires/61-quelques-notions-de-base-et-exemples-clefs>

4.3 Ebullition convective en tube en microgravité : expérience COSMO
P. Ayegba, P. Chorin, J. Sebilliau, **C. Colin**

Ebullition convective en tube en microgravité : expérience COSMO

Paul Ayegba¹, Paul Chorin¹, Julien Sebilleau¹, Catherine Colin¹

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

L'étude des écoulements diphasiques en microgravité est menée à l'IMFT 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). Une partie des études porte sur l'exploitation des données de l'expérience RUBI Multiscale Boiling qui a fait l'objet de la thèse de Loric Torres [1] sur la partie mise en place de simulations numériques et du post-doc de Modou Mbaye sur le post traitement des données [2].

Une autre partie des travaux de l'équipe concerne l'étude des écoulements bouillants en tube de 6mm de diamètre. Un nouveau dispositif expérimental a été construit sur les bases de l'expérience BRASIL mais avec une réduction de taille significative le rendant compatible avec une future implémentation dans l'ISS. Ce nouveau dispositif COSMO [3] a fait l'objet de 2 campagnes de vols paraboliques en 2021. Les écoulements ascendants et descendants avaient été étudiés à l'aide du dispositif Brasil et avaient permis de développer et de valider des modèles hydrodynamiques et thermiques pour la prédiction des régimes d'écoulement, du taux de vide, du frottement pariétal et du transfert de chaleur [4], [5].

Résultats

Le travail de cette année a porté sur l'analyse des transferts de chaleur en microgravité et à la comparaison des résultats avec les écoulements ascendants et descendants [6].

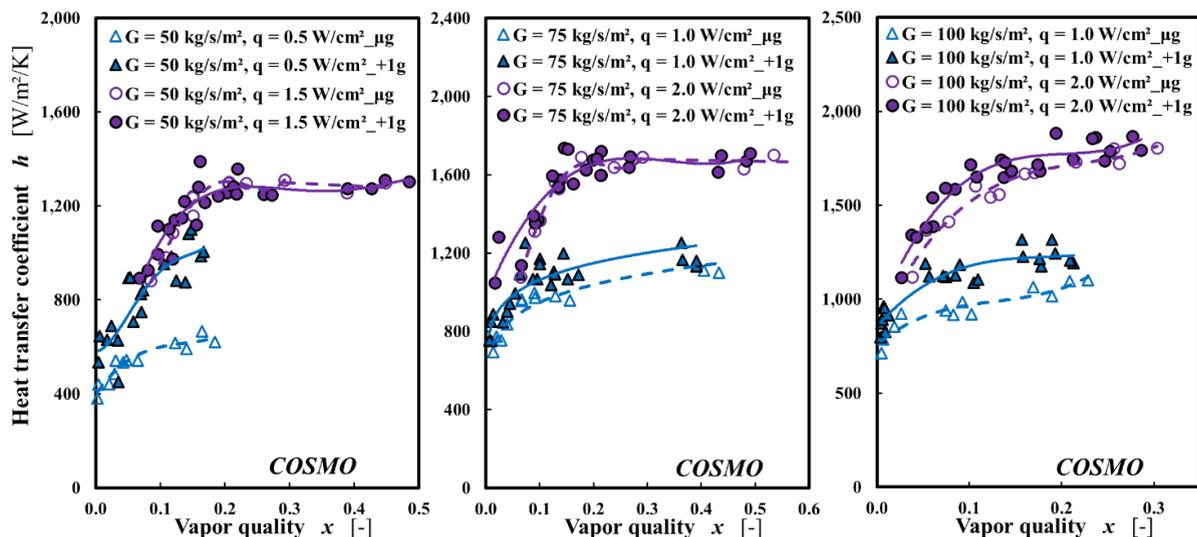


Figure 1 : Comparaison des transferts de chaleur en écoulement vertical ascendant (+1g) et en microgravité (μ -g).

Sur la Figure 1, les coefficients d'échange de chaleur en écoulement vertical ascendant sont comparés aux écoulements en microgravité. Pour les faibles flux de chaleur les coefficients d'échange en 1g sont bien supérieurs à ceux observés en 0g. Il s'agit d'un régime d'ébullition nucléée où la taille et la dynamique des bulles sont fortement impactées par la flottabilité (Figure 2, haut). A plus fort flux, le régime est plutôt convectif avec la prédominance d'un écoulement annulaire où l'échange de chaleur se fait préférentiellement par évaporation du film de liquide à la paroi (Figure 2, bas).

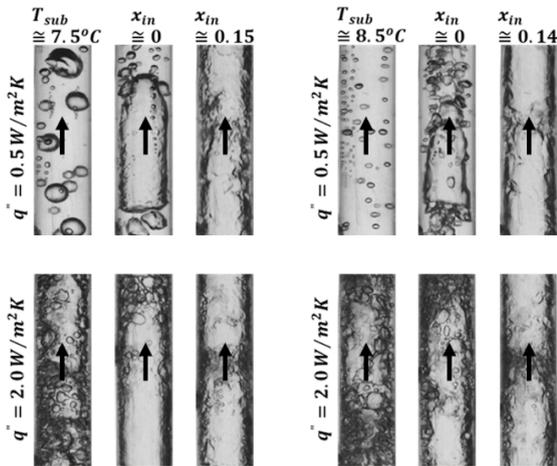


Figure 2 : visualisations d'écoulement pour $G=100\text{kg/m}^2/\text{s}$ pour 2 flux de chaleur - à gauche écoulements en microgravité, à droite en écoulement vertical ascendant

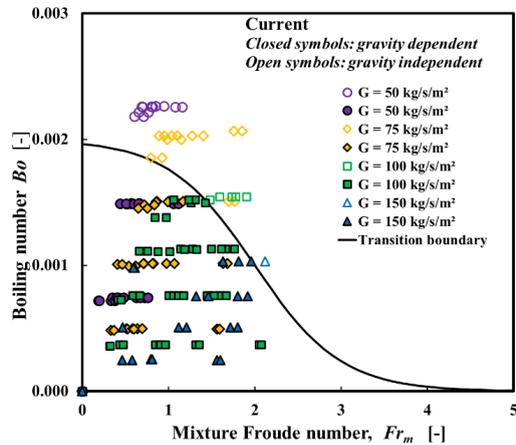


Figure 3 : transition de régimes influencés par g

Nous avons également proposé un critère permettant d'indiquer si l'écoulement est influencé ou pas par la gravité. Ce critère est basé sur 2 nombres adimensionnels, un nombre Froude du mélange et un nombre d'ébullition. Cette analyse a permis de proposer une modélisation de transfert de chaleur en microgravité se basant sur les précédents résultats obtenus en gravité terrestre.

Perspectives

Des premières expériences ont été réalisées en gravité partielle. Des expériences complémentaires permettront d'affiner le critère de transition entre régimes influencés ou non par la gravité.. L'exploitation des données de RUBI seront poursuivies dans le cadre du postdoc CNES de Luc Favre en 2025. Il est prévu de faire des simulations numériques tridimensionnelles de la croissance des bulles en écoulement cisailé.

Publications

- [1] 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, *Journal of Computational Physics* 497, 112602, 2024.
- [2] MbayeM., Raza Md. Q. , Sebilleau J. and Colin C., Flow Boiling in Microgravity, 9th European Thermal Sciences Conference Eurotherm, Bled June 10-13, 2024.
- [3] Paul Chorin , Antoine Boned, Julien Sebilleau, Catherine Colin, Olaf Schoele-Schulz, Nicola Picchi, Christian Schwarz, Balazs Toth, Sebastien Vincent Bonniou and Daniele Mangini, Conception of a compact flow boiling loop for the International Space Station- First results in parabolic flights, *CR Mécanique*, 2023.
- [4] Ayegba P., Sebilleau J., Colin C., Hydrodynamics of vertical upward and downward flow boiling in a millimetric tube, *Int. Journal of Multiphase Flow* 153, 104120 , 2022.
- [5] Ayegba P., Sebilleau J., Colin C., Theoretical Modelling of Heat Transfer in Vertical Upward and Downward Annular Flow Boiling, *Heat transfer Engineering*, 2023.
- [6] Ayegba P., Sebilleau J., Colin C., Experimental investigation and modelling of hydrodynamics and heat transfer in flow boiling in normal and microgravity conditions, *International Journal of Multiphase Flow*, 181, 104991, 2024.

4.4 Etudes de caloduc oscillant
V. Nikolayev, M. Abela, V. Padilla

Etudes de caloduc oscillant

Vadim Nikolayev, Mauro Abela, Vincent Padilla

Service de Physique de l'Etat Condensé, CEA, CNRS, Université Paris-Saclay, 91191 Gif-sur-Yvette Cedex

Le code CASCO (Code Avancé de Simulation de Caloduc Oscillant) développé au CEA peut être à présent utilisé pour les études du fonctionnement du caloduc oscillant (pulsating het pipe, PHP). Ces études se sont articulées en plusieurs volets. Tout d'abord, il s'agit de la collaboration directe avec le CNES (DTN/TVO/TH, G. Boudier) dans le cadre de postdoc de Slaven Bajić qui est basé à CNES/Toulouse. Il s'agit à la fois des tests expérimentaux des caloducs et leur simulation numérique avec CASCO avec la comparaison des résultats [1]. En ce qui concerne la simulation, on

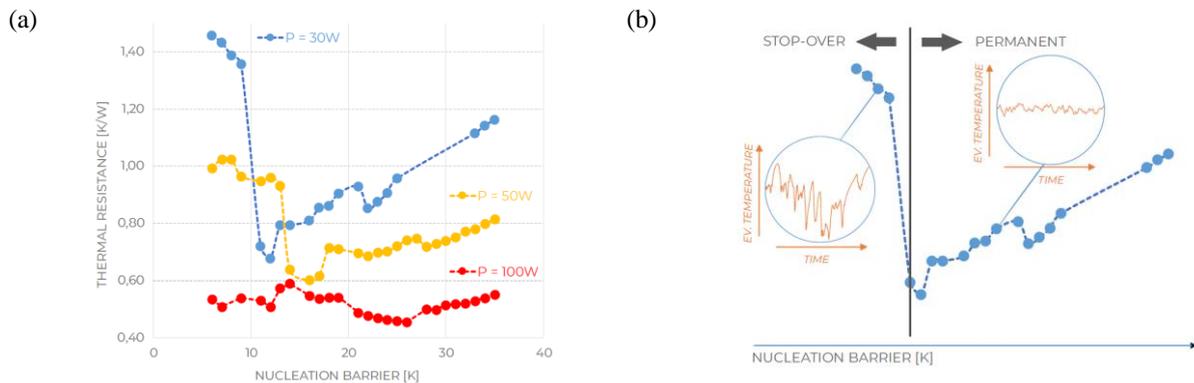


Fig. 1 Simulations CASCO d'un caloduc : (a) étude de performance d'un caloduc oscillant en fonction de la barrière de nucléation pour plusieurs niveaux de puissance P de l'évaporateur et Tcond=20°C. (b) Variation de la température de l'évaporateur dans les régimes des oscillations intermittentes (stop-over) et permanentes.

s'intéresse, en particulier, à l'effet de la barrière de nucléation (ONB, onset of nucleate boiling), la surchauffe de la paroi minimum pour créer des bulles de vapeur dans le liquide. C'est un paramètre qui influence fortement (notamment à faible puissance, cf. Fig. 1a) la résistance thermique qui est l'indicateur de performance d'un caloduc. Une valeur optimum a été mise en évidence. Elle correspond à la frontière entre deux régimes de l'oscillation : l'oscillation permanente et intermittente (Fig. 1b).

Le deuxième axe est une étude préliminaire avec CASCO des prototypes de caloduc oscillant pour l'appareil HTH-1 de l'ESA qui est pressenti pour fonctionner à bord de Space Rider. Cette étude est réalisée dans le cadre de Topical Team sur le caloduc oscillant. L'objectif de l'étude est de tester le caloduc avec des canaux de grand diamètre, plus grand que la longueur capillaire terrestre. Un tel

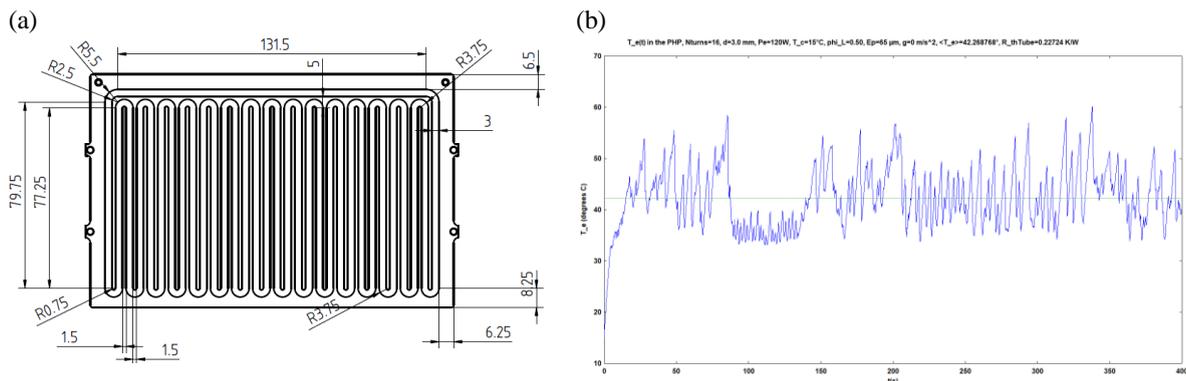


Fig. 2 Simulations CASCO de caloduc oscillant plat prévu pour Space Rider. (a) Une des géométries considérées. (b) Variation de la température de l'évaporateur T_{evap} pour le cas de SF33 à $P_{evap}=120W$ et la température de condenseur $T_{cond}=15°C$ mettant en évidence la transition spontanée vers l'état de circulation autour de $t=100s$.

caloduc ne peut pas osciller sur Terre mais promet d'être efficace dans l'apesanteur (Fig. 2a). Ces études ont démontré la brisure spontanée de symétrie dans ce système. Lors des oscillations, la vitesse de fluide moyenne est zéro. Pendant une période de temps, un état de circulation apparaît, où la vitesse moyenne est différente de zéro, ce qui augmente l'efficacité du caloduc (Tevap moyenne baisse, cf. Fig. 2b).

Le troisième axe de travail concerne le dimensionnement de caloduc oscillant dans le cadre d'un projet ESA (AO/1-12129/24/NL/KML, Advanced structure with embedded Pulsating Heat Pipes for planar active antenna), en collaboration avec Airbus DS et toujours en utilisant CASCO comme outil.

Un grand volume de travail a été réalisé dans le cadre de la thèse de M. Abela [2] codirigée par V. Nikolayev. Il s'agissait de modéliser numériquement une boucle (Fig. 3a) simulant le méandre de caloduc oscillant grâce aux sections chauffées avec un film ITO et refroidissantes périodiquement posées tout le long du tube en verre. La simulation avec CASCO reproduit fidèlement les résultats

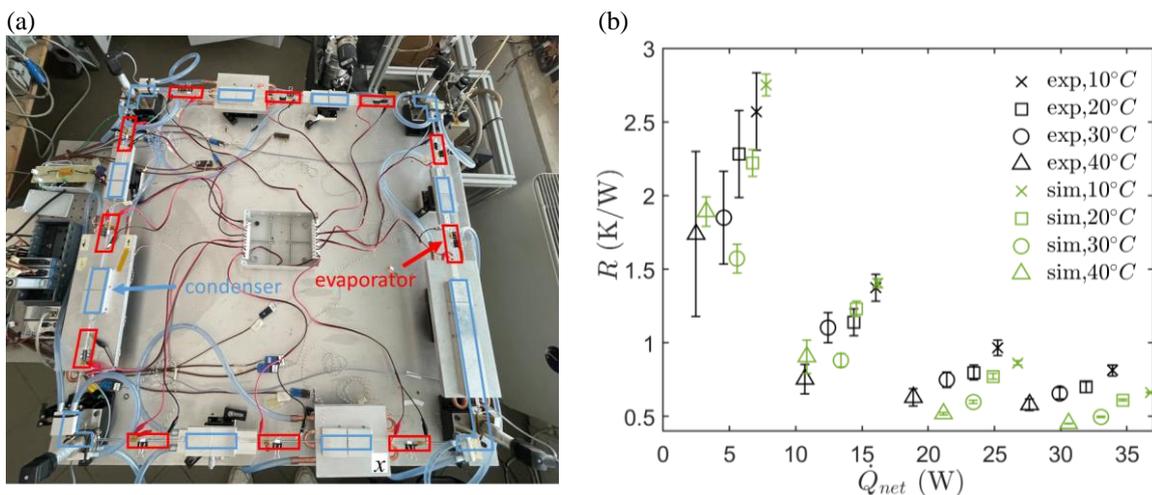


Fig. 3 (a) Photo de la boucle PHP construite à l'université de Pise et remplie de l'éthanol. (b) Résistance thermique de PHP en fonction de la puissance nette (qui prends en compte les pertes thermiques) injectée à l'évaporateur pour de différentes températures de condenseur. Comparaison de l'expérience et de la simulation par CASCO.

expérimentaux (Fig. 3b). Un article est en cours de rédaction.

Un autre volet de travail concerne le développement de l'expérience de caloduc oscillant dont la partie adiabatique est entièrement transparente. Comme il s'agit de 20 tubes en verre connectés des deux côtés aux tubes métalliques, il nous fallait trouver une solution de connexion étanche résistante aux forts gradients de température et des sauts de pression apparaissant lors des oscillations. Une solution de liaison chimique verre-métal a été sélectionnée. Durant cette année, et en collaboration avec un industriel, nous avons finalisé à la fois la conception des embouts en alliage et la technologie de sa soudure aux tubes métalliques permettant de garder intact le liaison verre-métal. Les tests réussis de l'étanchéité ont été effectués avec un détecteur d'hélium.

La nouvelle version 5 du code CASCO intégrant les derniers modèles [3] développés dans le cadre de la thèse de X. Zhang cofinancée par le CNES est en stade de débogage.

References 2024

1. S. Bajić, G. Boudier, E. Blondé, T. Coquard, V. Nikolayev, Nucleation barrier effect on pulsating heat pipe performance, 12th Int. Conf. Multiph. Flow, Toulouse, France, May 12-16, 2025.
2. M. Abela, Innovative Experimental and Numerical Analysis of Pulsating Heat Pipes Phenomena and Operation, PhD thesis, University of Pisa, defended 21/02/2024.
3. V. Nikolayev, X. Zhang, Contact line dynamics in 1D PHP modeling, European Workshop on Pulsating Heat Pipes, Pisa, Italy, 22-23/02/2024.

4.5 Analyse par FT-IR d'aérosols en microgravité

C. Graziani, M. Nespoulous, R. Denoyel, N. Martin, S. Fauve, C. Chauveau, **M. Antoni**

Analyse par FT-IR d'aérosols en microgravité

C. Graziani¹, M. Nespoulous¹, R. Denoyel¹, N. Martin¹, S. Fauve², C. Chauveau³, M. Antoni¹¹MADIREL Aix-Marseille Université, ²LP ENS-Paris, ³ICARE Université Orléans

La description de l'évolution des aérosols est un défi important en climatologie. Plusieurs questions restent à ce jour sans réponse, notamment en ce qui concerne la microphysique des nuages. Les aérosols étudiés ci-après sont composés de gouttes d'eau micrométriques (d'un diamètre initial d'environ 5 μm) formées à partir d'un mélange d'air saturé en eau et de HFE7100. Ils sont étudiés à l'aide d'un montage associant un diagnostic de microtomographie optique et de la spectrophotométrie infra rouge à transformée de Fourier (FT-IR). Un schéma du montage est donné dans la Figure 1. Des expériences en vol paraboliques ont été réalisées avec différentes concentrations de HFE. Pendant la phase de microgravité, les gouttes se déplaçant lentement, un degré élevé de cohérence entre les images tomographiques successives est obtenu. Une reconstruction en 3D est donc possible ce qui permet de suivre l'évolution des gouttes dans le temps. L'analyse par FT-IR permet, elle, de suivre l'évolution de la composition chimique de la phase gazeuse.

Le protocole de formation des aérosols utilise un jeu d'électrovannes et ne prend que quelques secondes et présente l'avantage important de limiter les transferts thermiques [1]. La solution suivie consiste à utiliser une détente dans un dispositif impliquant deux enceintes (cf. schéma de principe Figure 1): Une cellule d'expérimentation cylindrique (CE : 3 cm de diamètre, 6 cm de hauteur) dans laquelle l'aérosol est créé puis étudié et une enceinte de compression/détente (ECD : d'environ 100 cm^3) pour le contrôle des modifications de pression nécessaires à la détente. Une pompe à membrane permet de réaliser cette détente. Le contrôle de l'humidité relative est opéré par un réservoir d'humidité relative (RRH) couplé à un dispositif Peltier et un échangeur. Ce dispositif à l'avantage de permettre la production de gouttes uniformément réparties dans le volume expérimental et de limiter les zones de condensation. Il permet aussi de produire des gouttes monodisperses et un contrôle satisfaisant de l'humidité relative.

Un spectrophotomètre (modèle ARCOptix OEM010) est utilisé pour des analyses chimiques par FT-IR (cf. Figure 1). Il est compact, conçu pour une intégration facile tout en permettant des analyses précises même à faibles concentrations et utilisable avec une cadence d'acquisition de 1 Hz lorsque toute la gamme spectrale est utilisée (700 à 5000 cm^{-1}). Le faisceau IR à un diamètre d'environ 2 cm et analyse l'aérosol le long de l'axe de symétrie de la CE après réflexion sur un coin cube (soit 12 cm de parcours optique). Le dispositif de microtomographie optique (non présenté sur la Figure 1) utilise une caméra rapide (Optronis CP70-1HS-MC-1900) montée sur une platine de translation motorisée (zaber X-LDM-AE). L'injection du HFE7100 est réalisé par une microseringue montée sur un pousse seringue.

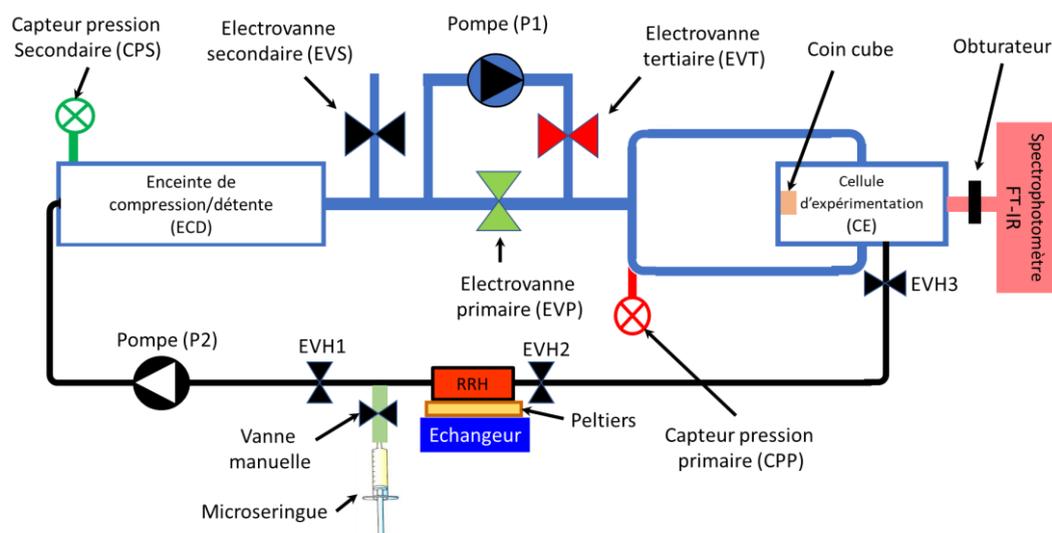


Figure 1 : Vue schématique du dispositif expérimental. Le microscope tomographique optique n'est pas représenté sur ce schéma.

Les expériences ont été réalisées avec de l'Éthyle Perfluorobutyle Ether (HFE-7100) dont le spectre FT-IR est présenté dans la Figure 2. Ce composé est utilisé dans les procédés industriels en remplacement des CFCs depuis plusieurs décennies. Il a toutefois l'inconvénient important de produire un effet de serre non négligeable. Les spectres obtenus présentent un excellent rapport signal sur bruit et permettent une bonne identification des bandes fonctionnelles typiques de ce composé (Figure 2). Cela a permis des analyses de l'ensemble de la cinétique de la composition chimique des gaz dans la CE en vols paraboliques.

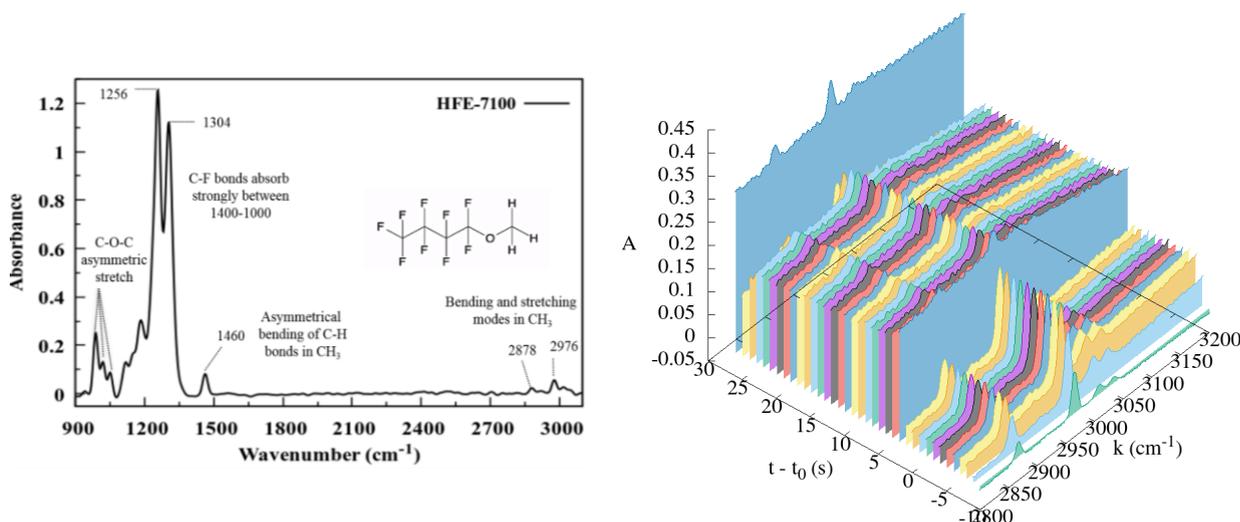


Figure 2 : Gauche : Spectre FT-IR du HFE7100. Droite : Spectre FT-IR obtenu lors d'une parabole dans la gamme 2800,3200 cm⁻¹ (parabole P26, résolution 4 cm⁻¹, 1 Hz). t₀ est le temps auquel survient la détente créant l'aérosol. La ligne de base est obtenue à partir d'un spectre de référence d'air propre.

La représentation 3D de la Figure 2 donne un exemple d'évolution de spectre FT-IR. Le temps t₀ est le temps auquel survient la détente créant l'aérosol. La gamme spectrale choisie est 2800 cm⁻¹ à 3200 cm⁻¹, c'est-à-dire dans la gamme où les modes de vibration d'élongation des liaisons de valence C-H du HFE7100 absorbent le rayonnement IR. Trois phases peuvent être identifiées sur ce graphe : La première, pour les valeurs t < t₀, indique une absorbance croissante puis une stabilisation des pics du fait du protocole utilisé pour la création de l'aérosol (une compression rapide du gaz jusqu'à 2 bar). La deuxième débute au moment de la détente (t=t₀), la ligne de base montre une soudaine augmentation traduisant la présence des gouttes dans l'aérosol et d'eau en phase liquide, connue pour sa forte absorption de l'infrarouge dans cette gamme. La troisième commence à t > 22 s, la ligne de base diminue à nouveau. La parabole se termine par une phase d'hyper-gravité. Cette dernière sédimente les gouttes qui disparaissent du champ du spectrophotomètre. Il ne reste alors plus que du gaz sur le trajet du faisceau IR.

Conclusions et perspectives

Ce travail démontre la possibilité d'une analyse des aérosols dans des conditions de microgravité couplant la tomographie optique et l'analyse FT-IR. La tomographie optique permet de suivre diamètre et vitesse des gouttes alors que la spectroscopie FT-IR produit des informations sur la composition chimique de la phase gaz. L'association de ces deux diagnostics devrait permettre, à moyen terme, d'accéder à la composition des gouttes formée en présence d'une concentration variable de HF7100 et une description des phénomènes de nucléation mis en jeu pour leur formation.

Publications

- [1] Graziani, C., Nespoulous, M., Denoyel, R., Fauve, S., Chauveau, C., Deike, L., Antoni, M. (2023). *Comptes Rendus de Mécanique*, 351(S2), 1-15.

- 4.6 L'effet du champ DC sur les mesures thermiques effectuées sur les échantillons en lévitation électromagnétique
A. El Bakali, O. Budenkova, A. Gagnoud, **D. Chaussende**

L'effet du champ DC sur les mesures thermiques effectuées sur les échantillons en lévitation électromagnétique

Abdalmagid El Bakali¹, Olga Budenkova¹, Annie Gagnoud¹, Didier Chaussende¹

SIMAP, Université Grenoble Alpes, Grenoble INP, CNRS

Le couplage de la lévitation électromagnétique avec l'application d'un champ magnétique continu (un champ DC) pourrait être une solution attractive pour chauffer et manipuler sans contact une échantillon conducteur d'électricité tout en amortissant ses instabilités mécaniques ainsi que l'écoulement convective quand l'échantillon devient liquide. Ce couplage a été réalisé dans le dispositif MagLev-2, et les expériences avec des échantillons de Ni, Cu et Fe ont été effectuées par Romain Pons dans le cadre de sa Thèse en 2020-2023¹. Le traitement des données est en cours, ci-dessous l'exemple des résultats concernant des réponses thermiques des échantillons de Ni et Cu à une perturbation du chauffage par l'induction sans et avec le champ magnétique DC imposé sont présentés.

Resultats

Au début de l'expérience, aucun courant électrique AC ne circule dans le système, le champ magnétique DC est aussi désactivé. L'échantillon solide est mis sur un support et est placé près de la position d'équilibre que l'échantillon doit prendre en état de la lévitation. L'enceinte est fermée, mise sous un vide primaire, puis remplie avec l'Ar, soit avec un mélange de l'Ar et du He. Puis, le générateur du courant AC est allumé, et l'expérience est pilotée par la variation de l'intensité du courant électrique AC qui circule dans l'inducteur – « lévitateur ». D'abord l'intensité du courant AC est augmentée rapidement afin que l'échantillon commence à léviter et être chauffé, il est souhaitable de passer au plus vite de l'état solide du matériau vers l'état liquide pour que la lévitation devienne plus stable.

Dès que l'échantillon est liquide, l'intensité du courant AC est fixe, et on active aussi le champ magnétique DC. L'intensité de ce dernier est augmentée de façon progressive du zéro jusqu'à la valeur maximale de 4.5 T. Des pauses dans l'augmentation du champs DC sont prévues pour réaliser la modulation de l'intensité du courant AC afin d'observer la réponse mécanique et thermique des gouttes à ces perturbations. Un schéma de la variation de l'intensité du courant électrique AC et de l'intensité du champ magnétique DC est présenté sur la fig. 1.

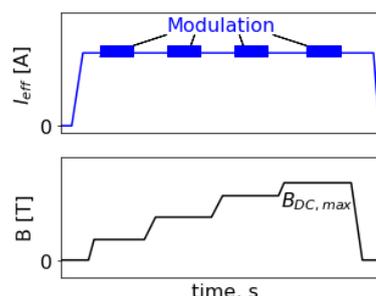


Figure 1. Schéma de la variation de l'intensité du courant AC et de champ magnétique DC lors de l'expérience.

Parmi de différents types de modulation du courant AC (autour d'une valeur moyenne fixe), nous utilisons une modulation de très basse fréquence pendant laquelle l'échantillon change son état thermique quasi-stationnaire vers une autre état quasi-stationnaire, puis revient vers l'état initiale. La variation de la température de l'échantillon entre les deux états thermiques varie selon la loi exponentielle : $C \cdot A \cdot \exp(-B \cdot t)$, avec $B = S(4\epsilon\sigma_B T^3 + h)/(m \cdot c_p)$, où S est la surface de l'échantillon, σ_B est la constante de Stefan-Boltzmann, T est la température moyenne (en Kelvin) à laquelle les mesures sont effectuées, h est un coefficient de transfert thermique convectif, m et c_p présentent la masse et la chaleur spécifique de l'échantillon. Ainsi, à condition que le coefficient h soit négligeable, soit peut être estimé, il est possible d'utiliser la valeur de la coefficient B pour extraire l'information sur la capacité thermique ou sur l'émissivité totale de matériau.

Sur la fig.2, les courbes obtenues lors de mesures effectués sur l'échantillon de Ni ($m_{Ni}=1.775g$) et un échantillon de Cu ($m_{Cu}=1.718g$) sans et avec le champ magnétique DC sont présentés. Pour le Ni et pour le Cu, l'effet du champ DC se traduit par une forme exponentielle de la variation des températures

¹ R. PONS, Procédure de lévitation électromagnétique sur terre pour déterminer les propriétés thermophysiques de métaux liquides. Thèse de doctorat, UGA, 2023. <https://theses.fr/2023GRALI119>

beaucoup plus nette. Pour le Ni, la valeur du coefficient $B_{Ni}=(6,61\pm 0,26)\cdot 10^{-2}\text{ s}^{-1}$ est estimée lors de l'augmentation de la température équatoriale et polaire. En supposant la forme sphérique de la goutte (confirmé par l'observation optique), et sachant que l'échange convective est négligeable devant les pertes radiatives avec $\varepsilon_{Ni}=0.33$, on obtient la valeur $C_{p,Ni}=692\text{ J}/(\text{kg}\cdot\text{K})$ qui correspond bien aux valeurs connus pour Ni dans ce plage de températures.

Pour l'échantillon de Cu, l'estimation de la coefficient exponentiel est $B_{Cu}=(3,50\pm 0,12)\cdot 10^{-2}\text{ s}^{-1}$. Cependant, l'échange convective entre la goutte et l'atmosphère de l'enceinte caractérisé par le coefficient h est comparable, voir prépondérant des pertes radiatives car l'émissivité de Cu est très bas, $\varepsilon_{Cu}\approx 0.15$. Ainsi, une autre procédure de l'extrait des données doit être élaborée.

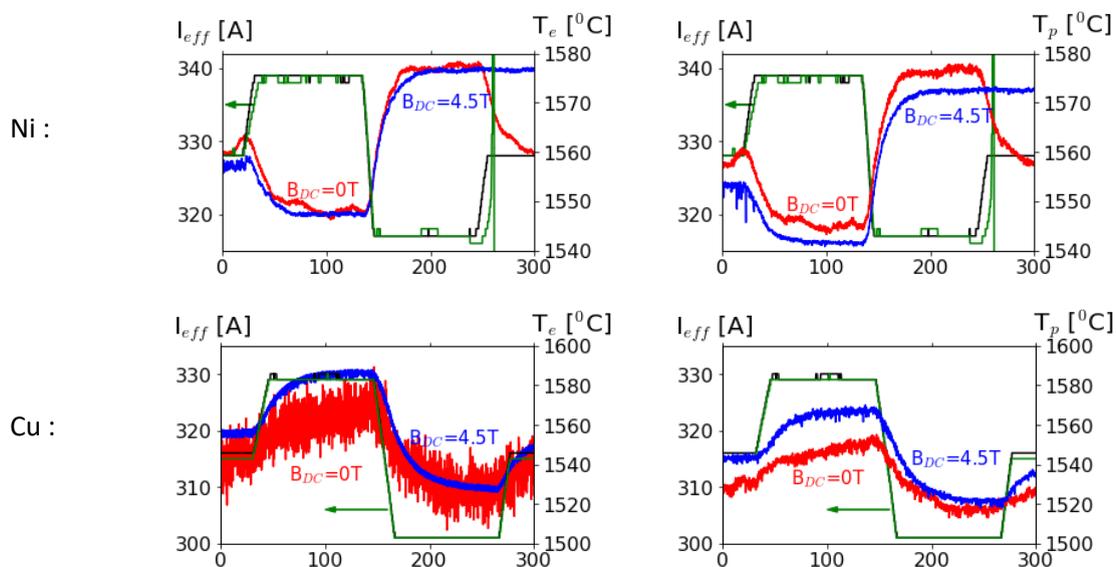


Figure 2 : Variation de l'intensité effective I_{eff} du courant AC (vert, noire), et réponses de la température équatoriale T_e (gauche) et de la température polaire T_p enregistrées avec $B_{DC}=0\text{ T}$ (courbe rouge) et $B_{DC}=4,5\text{ T}$ (courbe bleue)

Perspectives

En collaboration avec le laboratoire de traitement des signaux et des images, GIPSA-lab, une procédure de traitement des données thermiques a été proposée et serait testée prochainement sur les données disponibles. Cette procédure doit nous permettre à extraire les données sur la capacité calorifique est le coefficient h à condition que l'émissivité du matériau est connue.

Actuellement, avec un PostDoc financé par Tec21, nous sommes en train de mettre en place une système d'observation de l'échantillon en 2 directions. Cela doit nous permettre de mieux identifier les modes d'oscillation des gouttes. De plus, le travail porte sur l'élaboration de la procédure de la solidification dirigée des échantillons en lévitation.

Publications

R. Pons, A. El Bakali, P.Chometon, A. Gagnoud, D. Chaussende, O. Budenkova, Heat transfer in an electromagnetically levitated droplet of liquid metal under a superposed horizontal magnetic DC field, *Magnetohydrodynamics*, submitted.

R. Pons, A. El Bakali, P.Chometon, A. Gagnoud, D. Chaussende, O. Budenkova, Experimental study of an electromagnetically levitated droplet of liquid metal under a superposed horizontal magnetic DC field, *Proc. 13th PAMIR - Fundamental and Applied MHD*, September 16 – 19, 2024

R. Pons, A. Gagnoud, D. Chaussende, O. Budenkova, Study of heat transfer in a nickel droplet in electromagnetic levitation, *Magnetohydrodynamics*, 58/4, 2022, 483-490

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

Evaporation de goutte sur substrat soluble

Christophe Pirat et Jean Colombani

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

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'. 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 aussi à un dépôt de type 'tâche de café'. Celui-ci est la conséquence de l'interaction entre la réaction chimique à l'interface solide-liquide, l'évaporation du solvant à l'interface liquide-gaz, la diffusion-convection de ses molécules loin de la goutte, le transport des ions dissous à l'intérieur de la goutte et la 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.

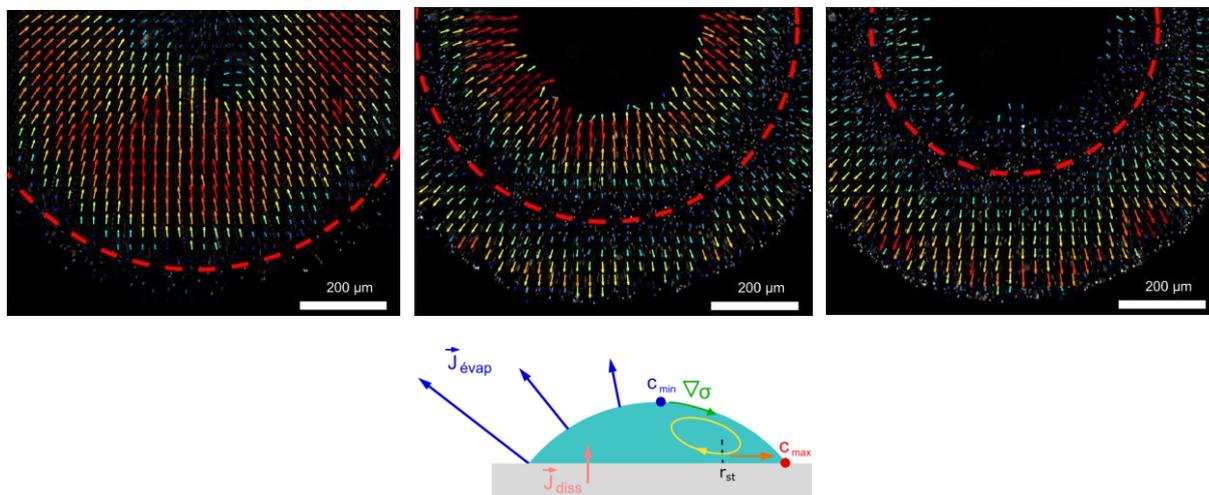


Fig. 1 : Haut : Profil d'écoulement dans le plan du substrat, de gauche à droite à $t=0.5, 0.15$ et $0.20 t_f$. Les pointillés rouges montrent la ligne de stagnation. Bas : Interprétation partielle du profil de vitesse.

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 dirigé radialement du bord vers le centre au tout début de l'évaporation. Puis l'écoulement, toujours radial, s'inverse et, après moins d'1/4 du temps total

d'évaporation t_f , quelle que soit la température du substrat, l'écoulement est entièrement dirigé du centre vers le bord. Nous attribuons cette inversion de l'écoulement à la présence d'un gradient de concentration dû à la dissolution du substrat qui, par effet Marangoni solutal, conduit initialement à un transport de fluide centripète au niveau de l'interface solide-liquide. Une fois la concentration homogénéisée, cet écoulement Marangoni disparaît et on observe un écoulement 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 conduisant à l'apparition d'un dépôt périphérique, systématiquement présent après évaporation. A la différence de ce qui est observé lors de l'évaporation de solutions salines sur substrat inerte, le dépôt, conséquence d'un creusement parabolique sous la goutte (figure 2, gauche), se forme 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 héli-toroïdale. Un modèle analytique incluant tous les paramètres des expériences (évaporation, dissolution diffusion, précipitation) permet de comprendre pourquoi les paramètres de contrôle de la morphologie sont le rayon initial de la goutte déposé r_{TLO} et l'angle de contact de celle-ci θ_0 (figure 2, gauche)³. Les expériences sur terre et en vols 0g (campagnes Novespace VP 115-118-123-125) nous ont amené à 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. Nous avons aussi montré récemment l'universalité de ces morphologies, observées dans une large gamme de de température et d'humidité (cf. figure 2, droite)⁴ et nous avons obtenu de premiers résultats d'évaporation de gouttes de suspension colloïdale sur un cristal de sel, dont la morphologie des dépôts est actuellement en cours d'analyse.

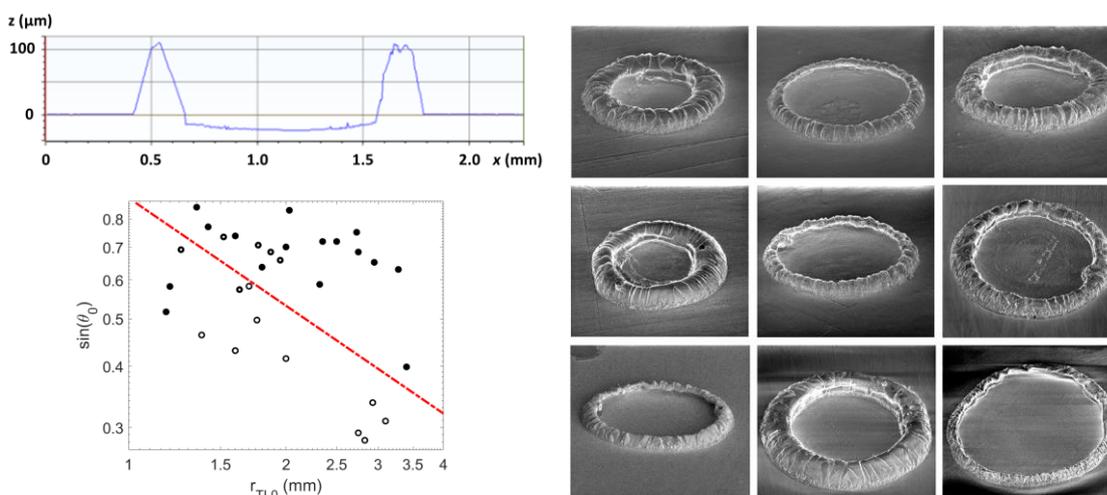


Fig. 2 : Gauche : haut : profil typique de dépôt ; bas : diagramme des morphologies dans le plan (r_{TLO} , θ_0) (cercles vides : ouvert, pleins : fermé). Droite : Dépôts après évaporation d'une goutte d'eau pure sur un monocristal de NaCl de types soit « ouvert », soit « fermé », pour des rayons 1,25 à 3,2 mm, des angles de contact de 27 à 58°, des températures de 41 à 72°C et des humidités de 11 à 36%.

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 Mailleur, Pirat, Rivière, Vodolazskaya and Colombani, *Eur. Phys. J. Special Topic*, **233**, 1551-1559 (2024).

4.8 Etude de la cavitation d'une bulle en microgravité
M. Defferrez, S. Tanguy, C. Colin, **A. Urbano**

Étude de la cavitation d'une bulle en microgravité

Maxence Defferrez¹, Sébastien Tanguy², Catherine Colin² et Annafederica Urbano¹

¹ ISAE-SUPAERO, Université de Toulouse

² Institut de mécanique des fluides de Toulouse

Lors de longues phases en vol balistique pour les étages supérieurs des lanceurs, ou dans le cas de futur stockage d'ergols cryogéniques dans des dépôts de carburant en orbite, des conditions de saturation sont atteintes dans les réservoirs¹. Pour refroidir l'ergol avant allumage ou transfert d'ergols, des cycles de pression peuvent être utilisés ce qui engendre de la cavitation de bulles en proche paroi. C'est une des motivations de l'étude du phénomène de cavitation induit par dépressurisation dans un fluide cryogénique statique en microgravité. Par ailleurs la caractérisation de la cavitation au niveau d'une bulle est d'intérêt pour un grand nombre d'applications, allant de la conception de pompes pour les sous-marins aux biomédical.

Le cas d'étude auquel on s'intéresse est celui d'une dépressurisation dans un réservoir contenant un liquide en équilibre avec sa vapeur saturante. La pression diminue de Δp en un temps Δt puis est maintenue constante et cela entraîne le liquide à se retrouver réchauffé. Si une bulle est nucléée à la paroi elle devrait donc grossir pour deux raisons : la détente de la vapeur et le changement de phase. Nous tentons de répondre à trois questions scientifiques principales. La première est de comprendre comment évolue le diamètre de la bulle en fonction du temps dans les différentes phases de dépressurisation et pression constante. La deuxième est de comprendre quel est l'effet des effets compressibles sur cette croissance. La troisième est de caractériser l'importance que pourrait avoir l'existence d'une microrégion² que l'on sait être très importante dans les cas d'ébullition.

Pour répondre à ces questions la présente étude numérique s'est basée en premier lieu sur la reproduction de données expérimentales de cavitation d'une bulle de méthane en tour de chute obtenues par Weber et Dreyer³. Le solveur numérique développé est adapté à la simulation numérique directe d'écoulement diphasiques compressibles⁴. Il permet de prendre en compte les lignes de contact et la résolution de la thermique dans la paroi solide. L'étude de l'impact de la micro-région sur cette configuration a pu être conduite. Enfin, une large étude paramétrique a permis d'étudier l'impact de l'amplitude et de la durée de la dépressurisation sur la croissance de la bulle et le transfert thermique à la paroi.

Résultats

Dans la Figure 1 sont reportés des images de la croissance d'une bulle de CH₄ en microgravité dans les conditions de l'expérience de Weber et Dreyer. Initialement le système est en conditions de saturation. La dépressurisation entraîne une chute de la température de saturation qui cause la diminution de la température de la vapeur dans la bulle. La bulle se trouvant dans un liquide surchauffé grossit. Dans l'image de droite est reportée une comparaison entre une simulation obtenue en imposant en plus une fine couche thermique à la paroi, et le données expérimentales. Enfin, l'impact de la micro-région

¹ A. Simonini, M. Dreyer, A. Urbano, F. Sanfedino, T. Himeno, P. Behruzi, M. Avila, J. Pinho, L. Peveroni and J.-B. Gouriet, "Cryogenic propellant management in space : open challenges and perspectives", NPJ microgravity - Nature, 10 :34 (2024) <https://doi.org/10.1038/s41526-024-00377-5>

² L. Torres, A. Urbano, S. Tanguy and C. Colin, "On the coupling between Direct Numerical Simulation of Nucleate boiling and a Micro-Region model at the contact line". Journal of computational physics, 497 (2024), 112602, <https://doi.org/10.1016/j.jcp.2023.112602>,

³ Niklas H. Weber and Michael E. Dreyer Depressurization induced vapor bubble growth in liquid methane during microgravity, Cryogenics 134 (2023) 103716

⁴ M. Bibal, M. Defferrez, S. Tanguy and A. Urbano, "A compressible solver for two phase-flows with phase change for bubble cavitation." Journal of computational physics 500 (2024), 112750, <https://doi.org/10.1016/j.jcp.2023.112750>,

et du choix du facteur d'accommodation f , n'est que moindre au niveau du diamètre mais s'avère être très important au niveau de l'angle apparent.

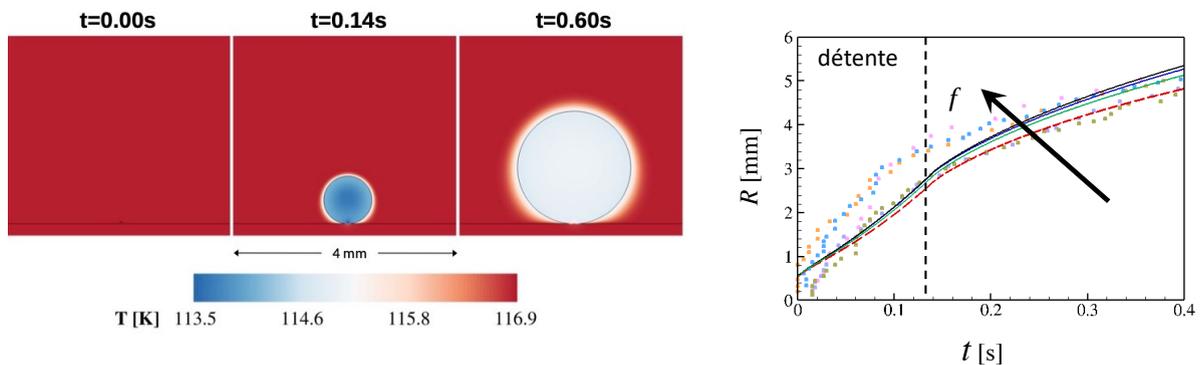


Figure 1: Gauche : bulle de méthane qui grossit en microgravité suite à une dépressurisation. Droite : évolution du diamètre en fonction du temps comparé aux données expérimentales en symboles et étude de l'impact du facteur d'accommodation f pour les modèles de micro-région, $f=0$ étant le cas sans micro-région (courbe rouge).

L'étude paramétrique a été conduite en considérant deux paramètres : le nombre de Ja associé à la dépressurisation et le temps de la détente Δt non dimensionnalisé par rapport à un temps diffusif. Au total 20 simulations ont été effectuées. Il a pu être estimé l'importance des effets compressibles selon les conditions et les résultats ont montré que dans tous les cas les effets compressibles (détente et impact de la variation de masse volumique sur le changement de phase) impactent de 10 à 20 % la croissance en volume de la bulle et ne peuvent donc pas être négligés. Enfin les résultats ont permis de caractériser le diamètre de croissance de la bulle avec un modèle qui dans la phase de dépressurisation suit une loi exponentielle après la dépressurisation rejoint un modèle de croissance diffusive proportionnelle à $\sqrt{\alpha t}$ avec α diffusivité du liquide. Un modèle analogue est obtenu pour le débit de changement de phase.

Perspectives

La suite de l'étude abordera deux points principaux. Le premier est l'impact de la nature du fluide sur les résultats observés et l'application des modèles pour l'étude de la cavitation de bulles de H₂. Le deuxième est l'utilisation de ces modèles pour établir des modèles de sous-maillages permettant la simulation tridimensionnelle de plusieurs bulles dans un réservoir de H₂.

Les deux objectifs sont importants pour un projet nommé SCREAMH₂ (Sounding roCket expeRimEnt At Microgravity with H₂) pour le développement d'une expérience sur le changement de phase induit par variation de pression et température en micro-gravité dans de l'H₂ pur, financée par l'ESA.

Publications

M. Bibal, M. Defferrez, S. Tanguy and A. Urbano, "A compressible solver for two phase-flows with phase change for bubble cavitation." Journal of computational physics 500 (2024), 112750, <https://doi.org/10.1016/j.jcp.2023.112750>

M. Defferrez, S. Tanguy, C. Colin and A. Urbano, "Bubble cavitation in a cryogenic tank in micro-gravity conditions", Space Propulsion Conference SP2024 317, Glasgow, May 2024.

M. Defferrez, M. Bibal, S. Tanguy and A. Urbano. "Numerical simulation of bubble growth induced by pressure and temperature variations under micro-gravity conditions", 75th IAC, Baku, Azerbaijan, October 2023.

M. Defferrez, M. Bibal, S. Tanguy and A. Urbano. "Micro-gravity numerical simulations of phase change in cryogenic fluids", 10th EUCASS - 9th CEAS, Lausanne, Switzerland, July 2023.

4.9 Floating smectic bubbles under electric fields

C. Tosarelli, T. Trittel, C. Klopp, K. Harp, R. Stannarius, **E. Lacaze**

FLOATING SMECTIC BUBBLES UNDER ELECTRIC FIELDS

*Caterina Tosarelli¹, Torsten Trittel², Christoph Klopp³, Kirsten Harp², Ralf Stannarius²,
Emmanuelle Lacaze¹,*

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

² Fachbereich Technik, Technische Hochschule Brandenburg, Germany.

³ Otto von Guericke University Magdeburg, Inst. of Physics, ANP, Magdeburg, Germany.

Smectic liquid crystals have been extensively investigated since several decades, by means of electro-optical, magneto-optical, and other methods, with focus on electro-magnetically induced switching of orientation [1]. Most of these experiments were performed in sandwich cells with transparent electrodes at the cell plates. Few years ago, a technique has been developed to prepare closed smectic films (smectic bubbles) that float freely in the surrounding air, allowing to avoid any influence of enclosing plates [2,3]. Experiments with freely floating bubbles must be mostly performed under microgravity conditions, so that the bubbles can be kept in the field of view of the microscope camera. Such bubbles are characterized by novel properties, much different from cells or from films that are

suspended in a support frame. One of the most important consequences is that the films cannot easily change their surface area. Any change of the surface area is connected to the formation or extinction of islands (regions with excess smectic layers - see figure 1) or holes (regions with a reduced number of molecular layers). These processes are slow, and for all shape changes that occur on shorter time scales the film behaves very similar to an elastic solid sheet. In the last two CNES-parabolic flight experiments that we have performed in October 2019 and in October 2020 we have studied freely floating bubbles with a focus on the islands that grow during out-of equilibrium bubble oscillations (Figure 2). We had concentrated on the observation of wrinkles and bulges specifically localized in the islands that appear during fast compression events [4].

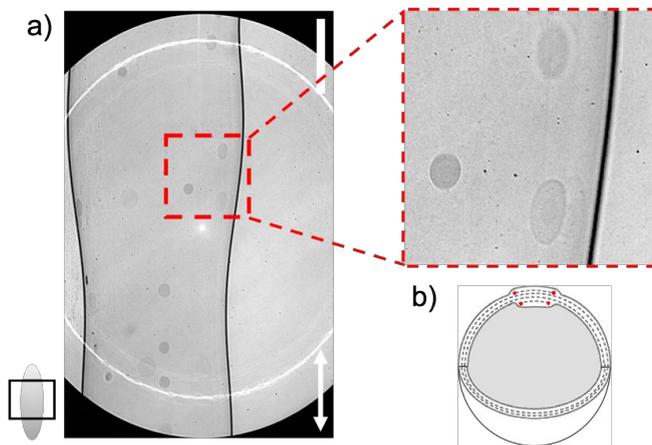


Figure 1 : (a) Islands (dark regions) on a freely floating smectic bubble. The equilibrium radius of the bubble is $R = 2.7\text{mm}$. The black square on the sketch of the bubble in the bottom-left corner indicates the field of view of the camera. The white bar represents 1 mm. (b) Sketch of a cut through a smectic bubble. The smectic layers are indicated by dashed lines. In the upper part, the cut through an island is shown, with the layer dislocations marked by red dots.

Here, we are interested in using electric fields to influence bubble dynamics, to direct or

trap bubbles in space, and to manipulate islands on the bubble surfaces. The interactions of liquid crystalline materials with electric fields are among the most extensively investigated characteristics of these materials. These interactions form the basis of almost all contemporary applications of liquid crystals in display devices. The local orientation of the optical axis, and thereby the optical transmission and reflection properties of thin liquid-crystal layers can be controlled with external electric fields. However, the complexity of electric field effects in LC phases is by far not restricted to these electro-optical phenomena. The conductivity of liquid crystalline phases is an anisotropic quantity, based upon the anisotropy of charge carrier mobilities in these materials. In addition, positive and negative charges in liquid-crystalline phases themselves may have very different mobilities. These features are only superficially investigated, for example by time-of-flight experiments in cells.

So far, the influence of electric fields on smectic free-standing films has been mainly studied with electrodes in direct contact with the film, where among other applications the induction of spontaneous dissipative patterns was one of the focuses [5, 6]. Novel unexpected effects have been observed in the past when electric field is created by plate electrodes that are not in contact with the

smectic material. Smectic islands move in the electric field, they are attracted by the anode [6]. The reason for the effective negative charging of islands after sudden application of an electric field has been explained by different charge carrier mobilities. These observations were made in sessile bubbles supported by a capillary at the bottom and in the Earth gravitational field. A balance between electric and gravitational forces in large islands was thus occurring [6]. However, this balance shifted after some time because the islands lose their effective charges. While these observations were made already some time ago, these phenomena have not been explored further in the past. In an investigation of two-dimensional emulsions created by droplets on a sessile smectic bubble in an ISS experiment [7], it was hypothesized that the repulsive forces between the droplets that led to the formation of regular lattices were of electrical nature. The micrometer-sized droplets were made of molten smectic material, which seems to indicate that the droplets can spontaneously charge after their formation.

Results : In October 2022, we have performed a first experiment on smectic C bubbles during CNES

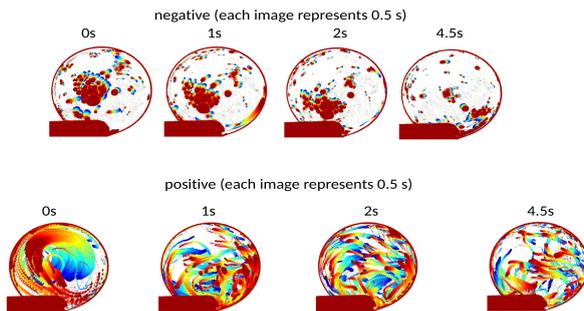


Figure 2: Evolution over 0.5 s (shown in colour) of the islands present on the floating smectic bubble after activation of an electric field presented over time (a) for a negative electric field. (b) for a positive electric field.

parabolic flights. Using flat electrodes with maximum electric field of 1000V, we did not observe any specific feature. This may be connected with the different nature of our smectic C material with respect to the one of ref [7]. However, using needle electrodes in contact with the smectic bubbles, a number of unexpected features have been observed for both salted and unsalted smectic C bubbles. Strong differences in the dynamics of the islands have been revealed in particular as a function of the polarity of the experiment (Figure 2). A slow dynamics of the islands with a negative polarity has

been demonstrated that leads to a localization of the majority of the islands close to the electrode. A fast dynamics, similar to a fast convection, has been shown in contrast for positive polarity. This suggests a given charge of the smectic islands on the surface of the bubbles in the presence of salt, which conditions their dynamics in the presence of an electric field (Figure 2).

Perspectives : It will thus be particularly interesting now to study this electric field induced dynamics in detail. This requires a detailed systematic study of the influence of the two crucial parameters that are the salt concentration and the electric field polarity. In the previous campaign, the intensity of the effect, necessary field strengths and other parameters were not known in advance, and we had to perform the experiment and select parameters on the basis of rough estimates. After the evaluation of the data obtained there, it is now possible to select the optimum control parameters and observation conditions. We will gain a reliable statistics on the induced phenomena by varying vary the electric control parameters as well as the salt concentration from 0.5 to 5 wt%. While the electric field parameters can be varied during one flight, the exchange of the materials with different conductivities can only occur between the flights on ground. Three flight days offer the opportunity to fly with three different salt concentrations.

Publications

Shape instabilities of islands in smectic films under lateral compression, Amine Missaoui, Kirsten Harth, Torsten Trittel, Christoph Klopp, Ralf Stannarius and Emmanuelle Lacaze, *Soft Matter* **18** (2022) 3193-3205

[1] Oswald, Pieranski, *Smectic and Columnar Liquid Crystals Concepts and Physical Properties* 2005

[2] May et al., *EPL*, **100** 16003 (2012).

[3] May et al., *ChemPhysChem*, **15**, 1508 (2014).

[4] Missaoui et al., *Soft Matter*, (2022).

[5] Langer and Stannarius, *Phys. Rev. E* **58**, 650 (1998).

[6] Stannarius, Cramer, *EPL* **42** 43 (1998)

[7] Klopp et al., *Soft Matter*, **15**, 8156 (2019)

4.10 Transport via ratchet of airborne particles under microgravity
P. Beltrame, **P. Trontin**

Transport via ratchet of airborne particles under microgravity

Philippe Beltrame¹, Pierre Trontin²

¹ EMMAH - INRAE - Avignon Université

² LMFA – Université Claude Bernard Lyon 1

Le tri de particules en suspension dans des fluides est essentiel dans des secteurs comme l'industrie alimentaire, les analyses médicales ou le traitement des eaux usées, et il devient particulièrement crucial en microgravité où les microparticules ne se déposent pas. À bord de l'ISS, par exemple, des particules métalliques libérées lors de coupes pourraient rester en suspension, créant des risques. Les procédés traditionnels de microfiltration par membrane sont peu sélectifs, laissant passer toutes les particules sous une certaine taille, et leur efficacité diminue rapidement à cause de l'accumulation de résidus sur la membrane (Kulrattanak et al., 2008).

Depuis deux décennies, des méthodes alternatives utilisant des microstructures ont émergé pour remplacer les membranes. Ces systèmes, fondés sur des forces oscillantes, produisent un effet dit "ratchet" (ou cliquet), permettant aux particules de se déplacer sans retourner à leur point d'origine. Ce phénomène est expliqué essentiellement par deux phénomènes, à savoir l'inertie de la particule ou les fluctuations browniennes. On parle alors respectivement de ratchet déterministe et de ratchet brownien. Expérimentalement, seuls les ratchets déterministes ont démontré leur efficacité, souvent grâce à des forces extérieures (diélectrophorétique ou magnétique), ou sous l'effet des oscillations du fluide. Ces derniers sont tous basés sur l'effet de lift où la particule est déviée de manière transverse par rapport aux mouvements du fluide (Fig. 1). Ainsi, le flux de particules transportées pour ces systèmes microfluidiques est limité par l'épaisseur du système microfluidique.

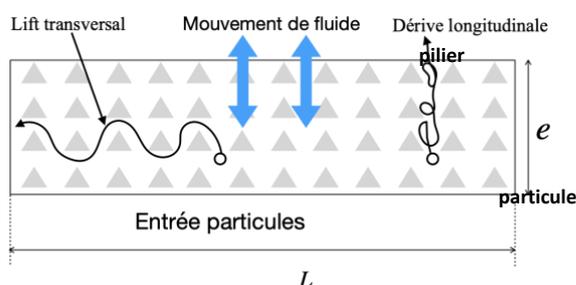


Figure 1 : Schéma de la dérive transverse ou longitudinale dans le système microfluidique. Le lift transversal est celui réalisé dans la littérature (Loutherback et al., 2009) tandis que la dérive longitudinale prévue par la simulation (e.g. Kettner et al., 2000 ; Beltrame, 2016) n'a pas montré son efficacité d'un point de vue expérimental. Les particules sont représentées par les cercles vides. Les triangles pleins grisés représentent les piliers composant la microstructure.

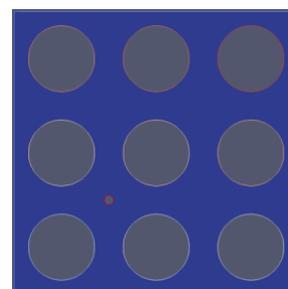


Figure 2 : Particule dans une microstructure constituée de 3x3 piliers.

Des recherches théoriques et numériques prévoient la possibilité d'aligner le flux de particules avec le mouvement du fluide, soit par un effet déterministe (appelé ratchet flow dans Beltrame et al., 2016), soit par les fluctuations (appelé drift ratchet dans Kettner et al., 2000). Néanmoins, ces effets restent non prouvés en laboratoire, et leur mise en évidence se heurte aux difficultés posées par la viscosité élevée des fluides et la faible inertie des microparticules. Pour dépasser ces limites, une étude récente (Makhoul et Beltrame, 2021) propose d'observer ce phénomène en microgravité, où l'effet ratchet pourrait être expérimentalement observé à travers un système d'une épaisseur de 1mm pour une structure formée de micro-canaux ondulés. Cette étude est réalisée dans le cadre d'hypothèses simplificatrices sur l'écoulement du fluide et la trajectoire de la particule. Elle permet cependant de définir des premiers ordres de grandeur sur la définition du moyen expérimental. Afin d'éviter la formation de possibles *clusters* de particules bouchant les canaux de la microstructure, cette dernière peut être améliorée en utilisant une distribution de piliers pour la microstructure autorisant plus de degrés de libertés pour le déplacement des particules (Figure 1).

C'est dans ce contexte que s'inscrit cette proposition d'étude préparatoire qui a pour but, à terme, la mise en œuvre d'un tel dispositif expérimental. Des études numériques préliminaires permettront de définir avec précision la géométrie de la microstructure à réaliser. De plus, des études précédentes sur des modèles simples montrent que le transport sélectif n'a lieu que pour des plages de paramètres très étroites. Les simulations numériques permettront de relier la forme du motif de la structure périodique et l'efficacité de l'effet cliquet (vitesse de transport, sélectivité...).

Résultats préliminaires

Dans le cadre du stage M2 de Hachem Mortada, l'effet ratchet a été étudié numériquement (FreeFem++ et code de continuation) pour une configuration géométrique constituée d'une microstructure périodique de piliers (Fig. 2). La particule est soumise à un mouvement de pompage à partir d'une variation temporelle périodique du gradient de pression entre l'entrée et la sortie de la microstructure. L'inertie du fluide est négligée et le mouvement de la particule s'effectue selon une seule direction. Un des enjeux est le calcul 3D de la résultante des contraintes du fluide sur la particule. Le rapport d'échelle entre particule et structure de piliers nécessite un raffinement de maillage pour obtenir avec précision la résultante des contraintes. De ces calculs sont déduites les équations différentielles gouvernant la trajectoire de la particule. Deux situations ont été étudiées, une particule isolée ou une distribution périodique de particules. Dans les deux cas, l'intégration temporelle en combinaison avec l'étude de continuation (logiciel AUTO07p) montre qu'il est possible d'obtenir un transport de particules sélectif selon les caractéristiques des particules et du pompage malgré une force moyenne nulle. De plus, on retrouve les deux types de ratchet mis en évidence dans Beltrame et al. (2016). Les trajectoires 1D des particules sont représentées Figs. 3 et 4 montrant qu'il est possible choisir la direction du transport selon les paramètres. Ces résultats préliminaires sont prometteurs.

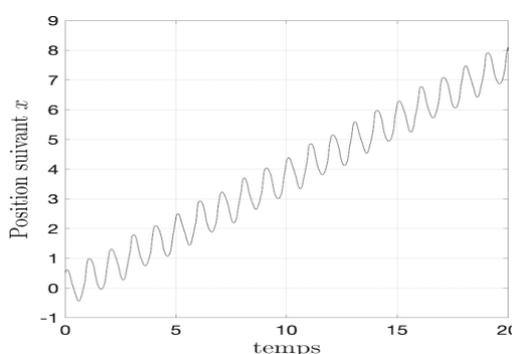


Fig. 3 : Transport de particule via un effet ratchet de synchronisation (Fig. 2)

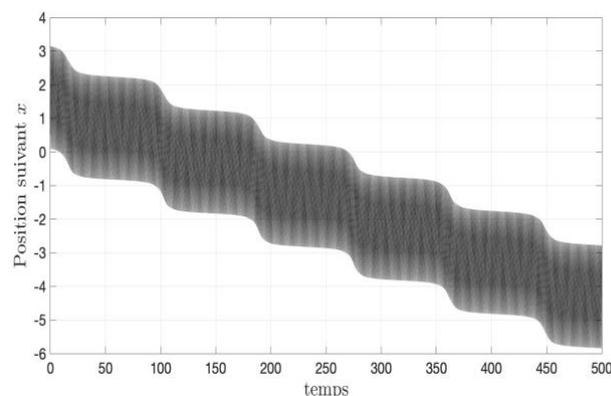


Fig.4 : Transport de particule vers les x négatifs via un effet ratchet de glissement de phase.

Perspectives

L'étude paramétrique va être approfondie avec d'autres géométries de la microstructure et types de forçage. Dans un second temps, nous étudierons les trajectoires 2D de la particule. La principale difficulté étant le calcul des contraintes lorsque la particule est au voisinage des piliers. L'étude numérique sera effectuée avec l'outil FreeFem++ et le code de continuation AUTO07p.

Bibliographie

Kulrattanarak et al. (2008), "Classification and evaluation of microfluidic devices for continuous suspension fractionation," *Adv. Colloid Interface Sci.* **142**(1).

Beltrame et al. (2016), "Deterministic particle transport in a ratchet flow," *Phys. Rev. E* **93**:12208.

Beltrame (2016), "Absolute Negative Mobility in a Ratchet Flow," *Understanding Complex Systems*, Springer, pp 249–261.

Kettner et al. (2000), "Drift ratchet," *Phys. Rev. E* **61**, 312

Makhoul and Beltrame (2021), "Selective Transport of Airborne Microparticles Through Microchannels Under Microgravity," *Microgravity Sci. Tech.* **33**:4.

Session 5

Mousses, émulsions, suspensions, gels

- 5.1 COLIS : An Advanced Light Scattering Apparatus for Investigating the Structure and Dynamics of Soft Matter Onboard the International Space Station
A. Martinelli, N. Segers, E. Leussink, **L. Cipelletti**

COLIS: An Advanced Light Scattering Apparatus for Investigating the Structure and Dynamics of Soft Matter Onboard the International Space Station

A. Martinelli¹, N. Segers², E. Leussink², L. Cipelletti^{1,3}

¹L2C, U. Montpellier, CNRS, Montpellier, France

²Redwire Space, Kruibeke, Belgium

³Institut Universitaire de France, Paris, France

Colloidal Solids (COLIS) is a state-of-the-art light scattering setup developed for experiments in microgravity: it is currently onboard the International Space Station (ISS) and will be fully operational for a series of science campaigns to start in spring 2025. COLIS allows for probing the structure and dynamics of soft matter systems (e.g., protein solutions, colloidal glasses and gels) on a wide range of length scales, from a few nm to tens of microns, and on time scales from 100 ns to tens of hours. In addition to conventional static and dynamic light scattering, COLIS includes depolarized dynamic light scattering, a small-angle camera, photon correlation imaging, and optical manipulation of thermosensitive samples through an auxiliary near-infrared laser beam [1]. We present here some of the capabilities of COLIS through ground experiments on thermo-sensitive colloidal glasses, similar to those to be used in the ISS experiments.

Colloidal suspensions are a dispersion of sub-micron solid particles in a background solvent. When the colloidal particles occupy a fraction ϕ of the total volume that is sufficiently high, the system forms a colloidal glass. Colloidal glasses mimic atomic glasses, in that their viscosity and microscopic relaxation time increase sharply upon a modest variation of ϕ , the relevant control parameter. Here we utilize 'microgels' nanoparticles ($R = 130$ nm @ 25°C) based on PNIPAM, a thermo-sensitive polymer: the radius of the microgels decreases with temperature T due to a change in the affinity of the polymer chains with water. This process can be exploited for varying the volume fraction ϕ and inducing the glass transition in the suspensions.

The data discussed hereafter have been collected using the COLIS advanced scattering technique known as Photon Correlation Imaging (PCI), blending dynamic light scattering (DLS) and imaging, which allows for both spatially and

temporally-resolved characterization of the sample dynamics. In PCI, scattered light is collected over the imaged field of view: this separates the microscopic dynamical length-scale of DLS (controlled by the exchanged wave-vector) from the macroscopic one of imaging, allowing for preserving spatial resolution. In fact, the PCI images correspond to low-magnification ($M=1.35$) images of the scattering volume. Since the colloidal glass scattered intensity depends on T (i.e., the scattering cross section is temperature dependent), we can exploit PCI images to measure locally the temperature inside the sample. Fig.1 shows an example of our samples' temperature maps. The sample has been heated exploiting the COLIS Near Infrared laser (NIR): this laser is collinear to the visible one used for the scattering measurements and allows for locally heating-up the scattering volume. The walls of the sample cell are thermalized to $T = 25.5^\circ\text{C}$ with the Peltier elements and the NIR laser is switched on during the measurement, with a power of 60 mW (Fig.1a). A temperature gradient is clearly visible, with a hotter region in the middle of the sample due to the boundary conditions imposed by the Peltier

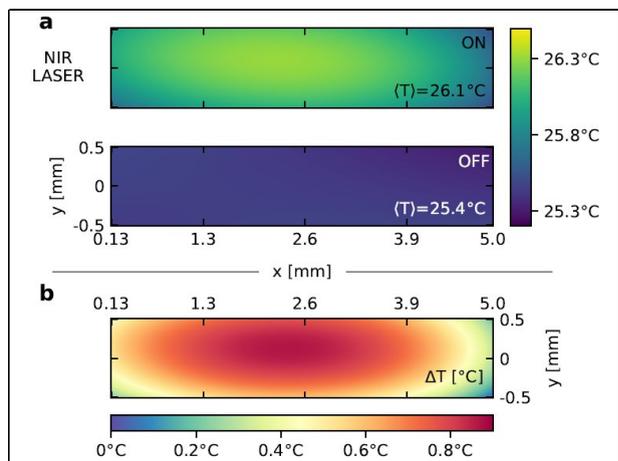


Fig.1: Map of the local temperature while illuminating the colloidal glass with the NIR laser. The laser enters the cell from the left-side of the maps (a): Local temperature during the NIR 'ON' and 'OFF' status, respectively. (b): Local change of T , calculated as the difference of the maps shown in panel (a). Figure adapted from [1].

elements. This is better recognized considering the difference of temperature with respect to the situation with no NIR laser (Fig.1a bottom), as shown in Fig.1b.

The capability of controlling locally the sample temperature can be exploited to drive the microscopic dynamics of the colloidal glass, in analogy to what is usually done mechanically in rheology experiments. Here, we use the NIR laser is used to impose a cyclic change of T , and thus of α , to a glassy suspension of thermosensitive microgels, as shown in Fig.2a. In the ON state, the NIR laser power is set to 300mW, with a duty cycle of 12.5% to reduce the overall heat injected in the sample

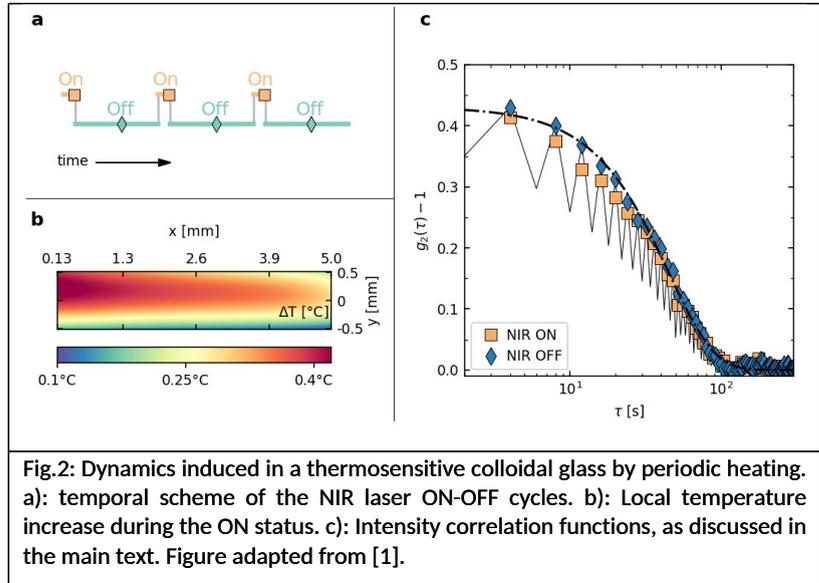


Fig.2: Dynamics induced in a thermosensitive colloidal glass by periodic heating. a): temporal scheme of the NIR laser ON-OFF cycles. b): Local temperature increase during the ON status. c): Intensity correlation functions, as discussed in the main text. Figure adapted from [1].

while allowing for a significant T increase during the ON state. Fig.2b shows the local temperature increase during the ON status with respect to the OFF status. Interestingly, the temperature map is qualitatively different from the one shown in Fig.1. This difference stems from the heat diffusion timescale, whose order of magnitude is 10s. Since the duration of the ON status is much shorter than the time needed for heat to be dissipated, we observe here an almost 'instantaneous' temperature profile which is marginally influenced by the boundary conditions imposed by the thermalized cell walls. Scattering images are acquired in a stroboscopic fashion (symbols in Fig.2a correspond to image acquisition), allowing for calculating correlations of the sample configurations between the 'hot' and 'cold' glassy states. In Fig.2c, we show $g_2(\tau) - 1$ functions (density-density correlations) computed correlating images taken during only the ON or OFF status (yellow squares and blue diamonds, respectively): the two functions are very similar. By contrast, if the correlation function is calculated for all the acquired images (both ON and OFF, black solid line), the curve shows an oscillating pattern, with lower values when correlating configurations taken at different temperatures. This behavior is reminiscent of that of soft solids under oscillating shear [2]. In fact, for a small number of imposed cycles ($t < 10s$), the cycles of swelling and de-swelling of the PNIPAM microgels play a role similar to that of small-amplitude periodic shear, with the sample almost returning to its previous microscopic state after each cycle. For larger number of applied cycles, microscopic rearrangements add up, eventually leading to the full decay of the correlation function.

Perspectives

The next months will be devoted to i) completing the data analysis of the summer 2023 ground reference tests and the subsequent lab experiments performed in 2024 to understand the dynamics of pnipam microgels as a function of T and concentration; ii) prepare and characterize on ground the flight samples; iii) test and adjust all protocols to be used for the flight experiments; iv) start the analysis of flight data.

Acknowledgements. We thank 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] A. Martinelli et al., COLIS: An Advanced Light Scattering Apparatus for Investigating the Structure and Dynamics of Soft Matter Onboard the International Space Station, soumis, arXiv:2409.01189 (2024).
- [2] S. Aime, D. Truzzolillo, D. J. Pine, L. Ramos, and L. Cipelletti, A Unified State Diagram for the Yielding Transition of Soft Colloids, Nat. Phys. 1 (2023).

5.2 Murissement de suspensions de bulles : du régime dilué aux mousses
S. Cohen-Addad, N. Galvani, O. Pitois

Murissement de suspensions de bulles : du régime dilué aux mousses

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 d'assemblées de bulles d'air en suspension dans une émulsion concentrée afin de comprendre comment cette dernière peut ralentir, voire bloquer, ce processus. Nos travaux se fondent sur un ensemble d'expériences réalisées au sol et dans l'ISS dans le cadre du projet MAP de l'ESA « Hydrodynamics of wet foams »¹. Nous présentons ici des résultats issus des travaux réalisés dans le cadre de la thèse (CNES/ESA) de N. Galvani. En agrégeant les nouveaux résultats obtenus au sol à ceux obtenus précédemment dans l'ISS [1,2], nous présentons pour la première fois un diagramme complet de la vitesse de mûrissement de bulles qui s'étend du régime des dispersions diluées aux mousses.

Résultats

Les résultats obtenus au sol proviennent d'une étude menée à l'aide d'un clinostat. Deux types de suspension ont été étudiés : l'un avec une solution aqueuse de TTAB (5g/L) identique à celle utilisée dans l'ISS, pour les systèmes les plus concentrés en bulles (avec une fraction volumique de liquide variant de 2,6 à 8% de liquide) ; le second avec une émulsion transparente huile - solution eau/glycérol (48/52 wt%) + TTAB (18g/L), pour les systèmes dilués (45 à 96% de liquide). La fraction volumique d'huile dans l'émulsion est 72,5%, ce qui correspond à une contrainte seuil (mise en écoulement) de 16,5 Pa. C'est grâce à cette relativement faible contrainte seuil que l'assemblée de bulles peut être immobilisée dans la cellule du clinostat sans modifier le phénomène de mûrissement étudié, du fait du très faible nombre de Bingham associé (valeur typique 0.05).

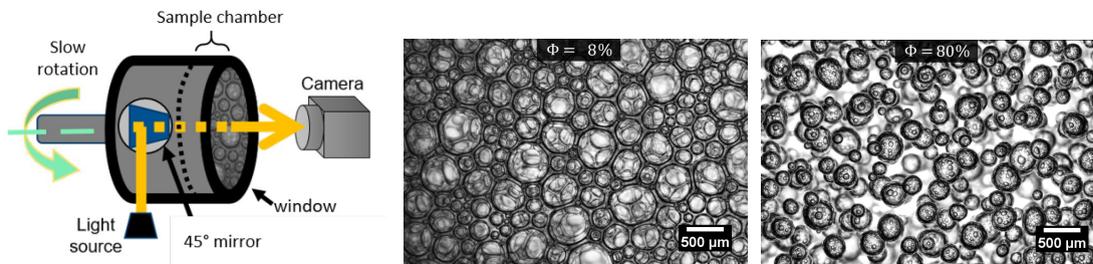


Figure 1 : Cellule du clinostat, en rotation lente autour de son axe horizontal, utilisée pour les expériences au sol. Images des suspensions de bulles observées pendant l'étude : Une mousse et une dispersion diluée.

Les résultats obtenus sont présentés sur la Figure 2, pour chaque régime étudié (concentré vs dilué). On observe que le rayon moyen des bulles suit les lois de croissances classiques attendues pour chaque régime, i.e. loi parabolique dans le régime concentré (mousse) et loi cubique pour le régime dilué. En ajustant ces lois, nous déterminons les vitesses de mûrissement associées (Ω_p et Ω_c respectivement) :

$$\Omega_p(\phi) = C_p \Omega_0 f_2(\phi) \quad \text{et} \quad \Omega_c(\phi) = C_c K_0 f_3(\phi) \quad (\text{éq. 1})$$

Les constantes $\Omega_0 = \gamma D H_e v_m / h_{eff}$ (γ est la tension de surface, D le coefficient de diffusion moléculaire du gaz dans la solution, H_e la constante de Henry, v_m le volume molaire du gaz et h_{eff} l'épaisseur effective des films) et $K_0 = (8/9) \gamma D H_e v_m$ décrivent la vitesse de murissement, respectivement lorsque $\phi \rightarrow 0$ et lorsque $\phi \rightarrow 1$; C_p et C_c sont des constantes. Notons que la fonction

¹ Coordonné par D. Langevin.

$f_2(\phi)$ représente la proportion de l'aire des bulles qui est couverte par les films. $f_3(\phi)$ décrit l'augmentation de la vitesse de mûrissement avec la fraction volumique de bulles.

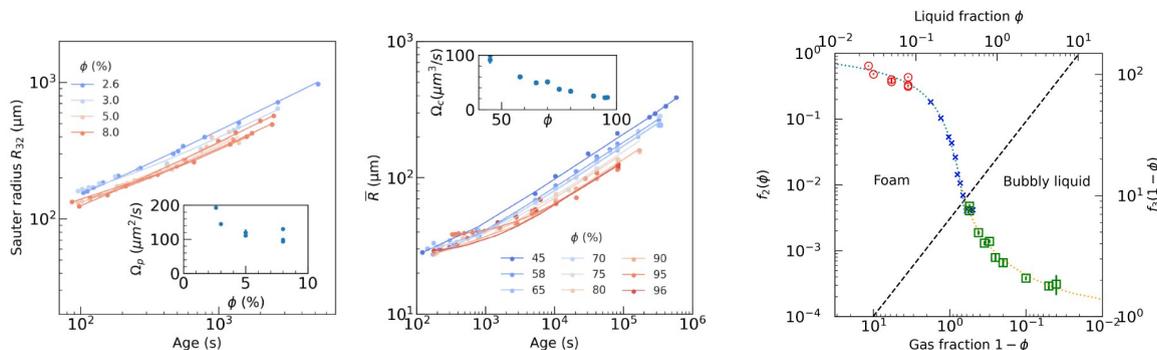


Figure 2 : (Gauche et Centre) Rayon moyen des bulles mesuré dans le clinostat en fonction du temps, pour différentes fractions liquides ϕ pour : les mousses (gauche) et les systèmes dilués (centre). Les courbes théoriques attendues, $R_{32}(t) = [R_{32}^2(t_0) + \Omega_p(t - t_0)]^{1/2}$ pour les systèmes concentrés (gauche) et $\bar{R}(t) = [\bar{R}^3(t_0) + \Omega_c(t - t_0)]^{1/3}$ pour les systèmes dilués (droite) sont ajustées sur nos données et permettent de déterminer les vitesses de mûrissement, Ω_p et Ω_c , et tracées en encart. (Droite) Dépendance de la vitesse de mûrissement des suspensions de bulles en fonction de la fraction volumique de la phase continue (ϕ) ou de la phase dispersée ($1 - \phi$). (En haut à gauche) Évolution de la fonction f_2 qui décrit les mousses ; (en bas à droite) Évolution de la fonction f_3 qui décrit les systèmes dilués de bulles. Les points représentent les résultats expérimentaux pour : (cercles rouges) les mousses étudiées au sol, (croix bleues) les systèmes étudiés en microgravité, (carrés verts) les liquides bulleux étudiés au sol. La courbe verte en pointillés correspond à l'équation 2. La courbe orange en pointillés correspond au modèle TM-3 [3].

Les valeurs de Ω_p (resp. Ω_c), normées par Ω_0 (resp. K_0), sont tracées sur la Figure 2 (droite) qui permet de présenter les vitesses de l'ensemble des systèmes en fonction de la fraction liquide. Comme on peut le voir, il y a intersection à $\phi \approx 50\%$ entre les valeurs obtenues dans l'ISS et celles obtenues dans le clinostat, ce qui permet d'obtenir une courbe continue en alignant les deux axes (celui pour f_2 avec celui pour f_3). Les larges gammes de fraction liquide explorées dans chaque régime permettent de tester de manière précise différents modèles. Du côté des mousses, nous proposons un modèle qui tient compte de l'adhésion entre bulles (c'est le cas pour le système étudié ici) :

$$f_2(\phi, \theta) \approx \frac{\tilde{\sigma}^*(\phi, \theta)}{\tilde{\sigma}^*(\phi, \theta) + 2(1 - \phi)}, \text{ avec } \tilde{\sigma}^*(\phi, \theta) \approx \tilde{\Pi}(\phi) + \frac{(1 - \phi)}{2} z(\phi) \sin^2 \theta \quad (\text{éq. 2})$$

où θ est l'angle de contact de Young-Dupré des films, qui décrit l'ampleur des forces d'adhésion entre bulles et $z(\phi)$ est le nombre moyen de contacts entre bulles ; $\tilde{\Pi}(\phi)$ est la pression osmotique de la mousse en l'absence d'adhésion, adimensionnée par γ/R_{32} . Remarquons que lorsque $\phi = \phi_{rcp} \approx 0.31$, $\tilde{\Pi}(\phi_{rcp}) = 0$ et $f_2(\phi_{rcp}, \theta) \approx z \sin^2 \theta / 4$, ce qui est compatible avec la proposition de Pasquet *et al* [2] valable uniquement proche de ϕ_{rcp} . Comme on peut le voir sur la figure 2 (droite), l'accord avec les données est très satisfaisant. Pour le régime dilué, le meilleur accord trouvé sur l'ensemble de la plage de fraction de bulles ($1 - \phi$) correspond au modèle TM-3 de Tsumuraya-Miyata [3].

Publications

[1] 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).

[2] 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).

[3] Tsumuraya, K. & Miyata, Y. Coarsening models incorporating both diffusion geometry and volume fraction of particles. *Acta Metallurgica* 31, 16 (1982).

5.3 Hydrodynamique des mousses humides

A. Requier, S. Varade, M. Pasquet, **A. Salonen**, E. Rio, D. Langevin

Hydrodynamique des mousses humides

Alice Requier, Shailesh Varade, Marina Pasquet, 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 pourtant important car, au début de leur vie, les mousses sont toujours très humides. La taille moyenne des bulles augmente ensuite, dû 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). Du fait du mûrissement, leur rayon moyen R augmente comme $R = \Omega t^\beta$, où t est le temps, Ω la vitesse de mûrissement et β un exposant variable. L'objectif du projet est d'éliminer la gravité pour étudier le mûrissement et 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 attend $\beta = 1/2$.

Le projet FOAM-C visant à explorer la transition entre mousses sèches et humides, 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 d'échantillons contenait des solutions aqueuses stabilisées par un tensioactif (TTAB) et des fractions liquides variables (15% à 50%).

Nous avons d'abord montré que la taille des bulles, mesurée avec des images de surface et par transmission de lumière par le volume, est la même (travail publié en 2023 dans l'édition spéciale de CRAS pour les 30 ans du GDR MFA). 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. Ce résultat a été publié dans PNAS en 2023. Les résultats pour l'évolution de $R(t)$ en dessous du *jamming* ont été comparés avec la prévision : $\Omega = \Omega_0 f(\phi)$, où $f(\phi)$ est la fraction de surface des bulles recouverte de films et Ω_0 , la limite pour $\phi=0$ ($\Omega_0 = C \gamma \kappa / P$, où γ est la tension superficielle, κ la perméabilité des films entre bulles, P la pression atmosphérique et C une constante de l'ordre de 1). L'accord est assez bon jusqu'à la fraction d'empilement compact de bulles ϕ_{rcp} (31%) que nous avons calculée pour la polydispersité mesurée. Le changement d'exposant est très abrupt, mais se produit à un ϕ plus élevé ($\phi \sim 39\%$). Nous avons expliqué ce phénomène par une adhésion entre les bulles qui décale la fraction liquide à laquelle les bulles ne sont plus en contact *via* des films (travail publié en 2023 dans *Soft Matter*).

L'étude de solutions d'autres tensioactifs s'est poursuivie jusqu'à début 2024, les images ont été analysées et un article va être soumis pour publication prochainement. Il s'agit de solutions de TTAB plus diluées (ne contenant pas de micelles), de solutions de TTAB auxquelles nous avons ajouté un co-tensioactif, le dodécanol, afin de modifier la viscosité et l'élasticité de la surface ou encore du glycérol pour augmenter la viscosité de volume. Nous avons également étudié des solutions d'un tensioactif non-ionique, le C₁₂G₂, qui forme des films très fins entre bulles (5 nm au lieu de 40 nm avec le TTAB), un tensioactif polymérique, qui s'adsorbe irréversiblement à la surface et une protéine (beta lactoglobuline). Nous avons mesuré indépendamment la perméabilité des films entre bulles κ avec des expériences sur des mousses 2D sur Terre. La Figure 1A montre que pour $\phi = 30\%$, Ω est proportionnel à Ω_0 comme attendu ($\Omega = \Omega_0 f(\phi)$). Toutefois, des écarts par rapport à cette prédiction sont observés aux fractions liquides plus élevées (Figure 1B). Nous les attribuons au passage du gaz dans les espaces entre bulles autres que les films. Les écarts sont plus importants avec les films les moins perméables.

Une modélisation détaillée (au-delà des modèles de champ moyen existants) reste à établir pour confirmer cette interprétation.

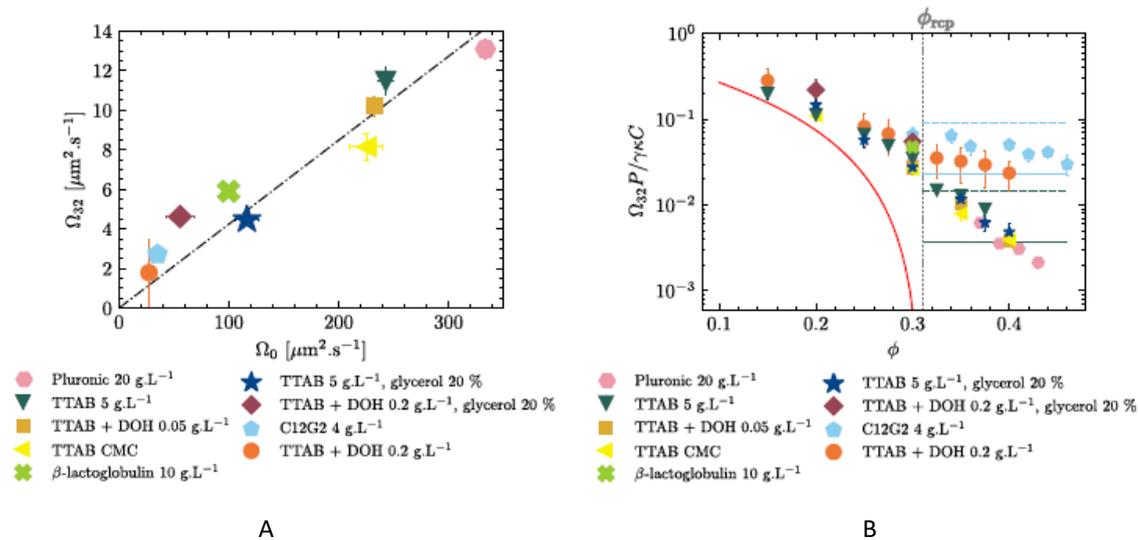


Fig 1. A) Ω_{32} (Ω mesuré pour le rayon de Sauter) vs Ω_0 pour les différentes mousses avec $\phi = 30\%$. B) Rapport Ω_{32} / Ω_0 vs ϕ . La courbe rouge correspond au $f(\phi)$ pour une mousse non adhésive. Les droites horizontales correspondent à des mousses adhésives avec différents nombre z de voisins par bulle et différents angles de contact θ : $z = 3$ (ligne continue) and $z = 12$ (ligne pointillée), $\theta = 4^\circ$ (vert) and $\theta = 10^\circ$ (bleu).

L'étude des réarrangements entre bulles est en cours. Nous avons commencé à analyser le mouvement des bulles en surface, la dynamique résultante de la croissance (diminution) des bulles et des réarrangements entre bulles donne lieu à une dynamique spécifique. La description physique de leur dynamique n'est pas encore claire.

Etudes sur terre. Mousses des liquides viscoélastiques

Nous continuons à étudier le comportement des films et le vieillissement des mousses au sol. Nous avons ainsi réalisé des mesures de perméabilité des films entre bulles avec les systèmes étudiés dans l'ISS. Nous réalisons des expériences en dimensions réduites afin que la gravité ne joue pas de rôle dans le processus de vieillissement : deux bulles supportées ou mousses faites avec des fluides viscoélastiques dans lesquels les bulles sont bloquées par l'élasticité des fluides. 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 qui peut être expliqué par la contrainte seuil de la phase continue. Nous travaillons aussi sur des mousses en hypergravité, en vibrant les cellules et nous avons observé une augmentation des événements de coalescence.

Publications (2024)

Requier A., S.Varade, N. Galvani, M. Pasquet, S. Cohen-Addad, C.Gehin-Delval, O. Pitois, R. Hohler, E. Rio, A. Salonen and D. Langevin. "Impact of physical chemistry of foaming solutions on coarsening rate", en préparation

Pasquet, M., Boulogne, F., Restagno, F., Rio, E.. Lifetime of vertical giant soap films: role of the relative humidity and film dimensions. *Soft Matter*, 20(10), 2374-2380.

Schneider, M., J. Wailliez, D. Alves, C. Gay, E. Rio, M. In, A. Salonen, Limiting coarsening of a two-bubble foam with viscosity, *Colloids and Surfaces A*, 688, 133560

Requier A., C.Guidolin, E.Rio, N. Galvani, M. Pasquet, S. Cohen-Addad, O. Pitois, A. Salonen Foam coarsening in a yield stress fluid *Soft Matter*, 20(10), 6023-6032

Remerciements : Nous remercions Sylvie Cohen-Addad et Reinhard Höhler (INSP, Paris) et Olivier Pitois (IFSTTAR, Marne la Vallée) pour des collaborations fructueuses. Nous remercions l'ESA et le CNES pour le support des expériences.

Session 6

Milieu granulaires, objets biomimétiques

- 6.1 Contrôle par un champ magnétique de l'écoulement de suspensions de particules aux fortes fractions volumiques
G. Bossis, Y. Grasselli, P. Khuzir, O. Volkova

Contrôle Par un champ magnétique de l'écoulement de suspensions de particules aux fortes fractions volumiques

Georges Bossis¹, Yan Grasselli², Pavel Khuzir¹ 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. Dans le cas où ces suspensions sont composées de particules magnétiques nous avons montré que cette transition de blocage, provenant de la percolation d'un réseau de particules en contact frictionnel, peut être déclenchée par l'application d'un faible champ magnétique. Comme cette transition de blocage génère une très forte viscosité effective on a ainsi un fluide magnétorhéologique (MR) beaucoup plus efficace que les fluides MR classiques pour le contrôle adaptatif de la viscosité et ses applications^[1]. Un obstacle à l'utilisation de ces suspensions dans des dispositifs industriels est leur forte concentration et la densité importante des particules magnétiques de fer ($\rho=7.7 \text{ g/cm}^3$) qui peut conduire à leur agrégation définitive liée à leur sédimentation. Pour réduire cette sédimentation et faciliter la redispersion de ces particules, 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^[2]. Pour éviter cette agrégation irréversible le rôle de la couche de polymère adsorbée à la surface des particules est primordial; nous avons utilisé pour cela un polyélectrolyte commercialisé par la société Chryso sous le nom d'Optima (Opt). Nous avons réalisé une étude expérimentale de l'adsorption de ce polymère, couplée aux mesures rhéologiques et à une modélisation des forces répulsives. Cette étude vient de faire l'objet d'une publication^[3]. Par ailleurs nous avons initié l'étude expérimentale et théorique de jets de suspensions de ces particules magnétiques dispersées dans des polymères piézoélectriques avec comme application, entre autres, l'impression 3D de matrices poreuses à la fois magnétiques et piézoélectriques.

Resultats

La rhéologie d'un mélange de particules de fer carbonyle (CI) et de carbonate de calcium (CC) dans la proportion massique 5% de fer et 95% de carbonate de calcium pour une fraction volumique totale $\Phi=70.5\%$ est représentée sur la figure 1. On voit que la contrainte critique de blocage est la plus grande et la viscosité la plus faible pour une concentration en masse de fluidifiant $C_{opt}=0.4\%$. Des mesures faites sur des suspensions constituées uniquement de particules de fer ou uniquement de carbonate de calcium ont également donné toutes deux un optimum pour $C_{opt}=0.4\%$

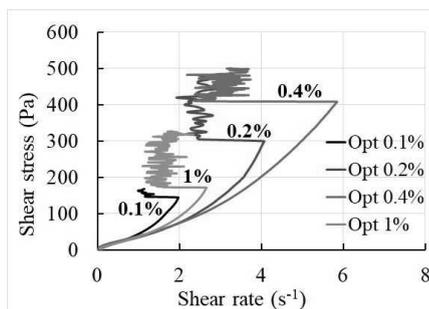


Figure 1 : Evolution de la contrainte de blocage en fonction du pourcentage en masse de fluidifiant $C_{opt}=M_{opt}/(M_{CC}+M_{CI})$

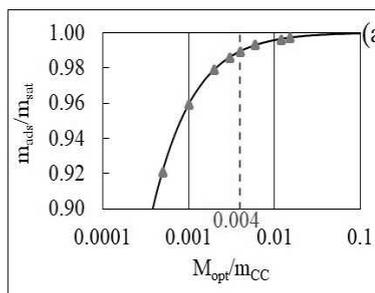


Figure 2 :Masse adsorbée de polymère sur du carbonate de calcium rapportée à la masse d'une monocouche

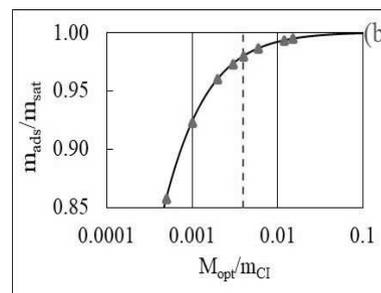


Figure 3 :Masse adsorbée de polymère sur du fer carbonyle rapportée à la masse d'une monocouche

En mesurant l'isotherme d'adsorption du polymère sur la surface des particules on obtient les courbes présentées sur les figures 2 et 3. On voit que la concentration $C_{opt}=0.4\%$ (trait pointillé rouge) correspond à un taux de couverture de la surface des particules de 98 à 99%. C'est grâce à une couverture optimum de la surface par le polymère que la force répulsive entre particules est maximum et donc aussi la contrainte critique. Néanmoins il est notable qu'une concentration plus grande de polymère (par exemple 1% sur la figure 1) augmente la viscosité initiale et réduit la contrainte critique de blocage. Nous avons interprété ce comportement par le fait qu'une plus forte concentration de polymère conduit à la formation de micelles à la surface des particules qui, sous l'effet du cisaillement dans l'interstice entre 2 particules, facilite l'expulsion du polymère de la surface et donc décroît la contrainte nécessaire pour que les particules entrent en contact solide. Cette contrainte est estimée en comparant l'énergie d'adsorption à l'énergie nécessaire pour comprimer la couche de polymère^[3]. Nous avons dernièrement commencé l'étude du comportement de ces suspensions à la sortie d'un capillaire à l'aide d'un dispositif réalisé initialement pour étudier la rhéologie de ces suspensions

La présence de particules magnétiques dans la suspension permet non seulement de diriger le jet à l'aide d'un champ magnétique (Fig.4A) mais aussi de créer des structures et de les maintenir à l'état solide (Fig.4B,4C), grâce à un aimant placé sous la cuve de réception, jusqu'à évaporation du solvant ou polymérisation si le fluide suspendant est un polymère. Une technique similaire (« electrowriting ») mais avec un fort champ électrique de plusieurs kV/cm permet de créer des objets microstructurés dont la résolution (de l'ordre du micron) est inaccessible aux imprimantes 3D. Nous avons observé différents régimes en fonction du diamètre de sortie d_{out} du capillaire et de la hauteur du jet (14cm pour les figures 4A,B ; 3cm pour la figure 4C). Une modélisation est en cours pour comprendre l'influence de ces 2 paramètres géométriques, de la gravité, du débit ainsi que de ceux propres à la suspension tels, sa tension de surface, sa densité et sa rhéologie.

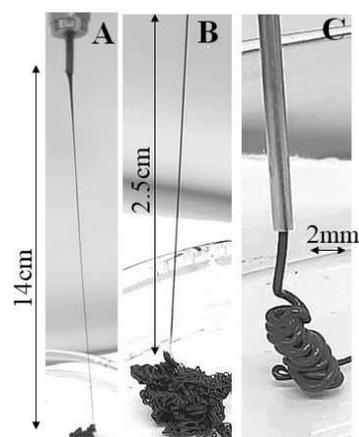


Fig. 4A,B : $d_{out}=2\text{mm}$; Fig.4C: $d_{out}=0.75\text{mm}$. La figure 4B est un zoom sur la partie basse du jet

Perspectives

A part un complément d'étude concernant la stabilité de notre suspension bidisperse en présence de cisaillement et de sédimentation, nous allons axer notre recherche sur les jets de suspensions magnétiques en sortie de capillaire avec en vue l'étude de l'influence combinée de la gravité et d'un champ magnétique sur la stabilité de ces jets¹ et leur utilisation dans la fabrication de composites piézoélectriques microstructurés²³

Publications

[1] 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>

[2] 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/s00401-023-04016-1)

[3] G.Bossis, O.Volkova, Y.Grasselli. Discontinuous Shear Thickening of Suspensions of Magnetic Particles in Relation to the Polymer Coating on Their Surfaces. *Colloids and Interfaces*, 2024, vol. 8, no 3, p. 33-<https://www.mdpi.com/2504-5377/8/3/33>

¹ M.Meloussi et al J. of Rheology 66, 1005–1026 (2022)

² M.Sang et al Composites Science and Technology, 165(2018)31-38

³ C.M.Costa et al Chem. Rev. 2023,123,11392-11487

6.2 Cinétique de l'agrégation et rhéologie sanguine : premiers résultats de l'expérience KRABS
M. Puthumana-Melepattu, C. Lassagne, R. Gaudio, G. Maîtrejean, C. Minetti, **T. Podgorski**

Cinétique de l'agrégation et rhéologie sanguine: premiers résultats de l'expérience KRABS

M. Puthumana-Melepattu¹, C. Lassagne¹, R. Gaudio³, G. Maîtrejean¹, C. Minetti² et T. Podgorski¹

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

² CREST, Université libre de Bruxelles, Brussels, Belgique

³ Swedish Space Corporation, Solna, Suède

La rhéologie du sang est fortement influencée par l'agrégation des globules rouges, due aux protéines du plasma, conduisant à une forte augmentation de la viscosité aux faibles vitesses d'écoulement et à la formation d'agrégats dans la microcirculation. En vol spatial, des phénomènes de stagnation voire d'écoulement rétrograde du sang peuvent se produire¹, parfois associés à l'apparition de thromboses. Dans ces phases de stagnation, la forte augmentation de la viscosité due à l'agrégation des globules rouges peut avoir une rétroaction positive sur ces phénomènes de stagnation. Le LRP étudie les mécanismes de l'agrégation et de la désagrégation des globules rouges aux différentes échelles et s'intéresse à la cinétique des variations rhéologiques dans le cadre du projet KRABS sélectionné par l'ESA pour une expérience dans la fusée sonde MASER 17, en partenariat avec le CREST de l'Université Libre de Bruxelles. Un nouveau dispositif expérimental de vols paraboliques a été développé en 2023 et a fait l'objet de deux campagnes en 2024 (VP 178 ESA et VP 181 CNES).

Le principe de l'expérience, prototype de celui de la fusée sonde consiste à faire circuler une suspension de globules rouges aux propriétés d'agrégation contrôlées (ou du sang total) dans un canal de dimensions pertinentes pour les écoulements veineux, suivant des séquences d'écoulement variable caractéristiques des situations de quasi-stagnation observées en vol spatial. La viscosité instantanée est mesurée via des mesures de la relation débit-pression via des capteurs adaptés tandis que la structure de l'écoulement (degré d'agrégation, évolution de la taille et de la morphologie des agrégats) est suivie par microscopie et diffusion de lumière.

Resultats

Expérience KRABS : Les résultats obtenus en vols paraboliques ont permis de valider différentes solutions techniques (caractéristiques des canaux microfluidiques, capteurs, configuration du dispositif de diffusion de lumière) et de tester et confirmer les protocoles de fluidique et de traitement de données pour alimenter le design de la future expérience en fusée sonde. Ils ont constitué une première étude des temps caractéristiques des phénomènes collectifs d'agrégation et de leur amplitude en fonction des caractéristiques des échantillons (gamme d'hématocrite et de niveau d'agrégation). En Fig. 1 les résultats de quelques séquences typiques de relaxation consécutives à une variation d'écoulement révèlent que l'agrégation et la viscosité évoluent sur des échelles de temps de quelques secondes en conditions d'écoulement transitoire (ce qui pourrait favoriser des phénomènes de stagnation veineuse en vol spatial) et fournissent une première évaluation quantitative de ce couplage qui permettra d'optimiser le choix des paramètres pour MASER 17. De manière remarquable, l'agrégation se manifeste sur le plan de la structuration et de la morphologie de la suspension jusqu'à des taux de cisaillement relativement élevés (20-50 s⁻¹) pour lesquels la rhéologie de cisaillement classique ne révèle pas d'effet de l'agrégation. Ceci souligne le rôle crucial de la géométrie d'écoulement et des séquences dynamiques de flux sur l'importance des effets d'agrégation.

Agrégabilité des globules rouges : En parallèle, les résultats obtenus sur la dissociation d'agrégats en écoulement élongationnel et la mise au point d'un dispositif d'évaluation de l'agrégabilité des globules rouges (qui varie notamment en conditions pathologiques et avec le vieillissement des globules rouges) ont fait l'objet de deux publications (Fig. 2). Enfin, nous avons démontré expérimentalement la multistabilité et la dynamique non linéaire des écoulements en réseau microcirculatoire dans une étude récemment publiée (M. Alonzo et al. 2024).

¹ Marshall-Goebel et al. (2019), *Assessment of Jugular Venous Blood Flow Stasis and Thrombosis During Spaceflight*, *JAMA Netw Open*. 2019;2(11):e1915011. doi:10.1001/jamanetworkopen.2019.15011

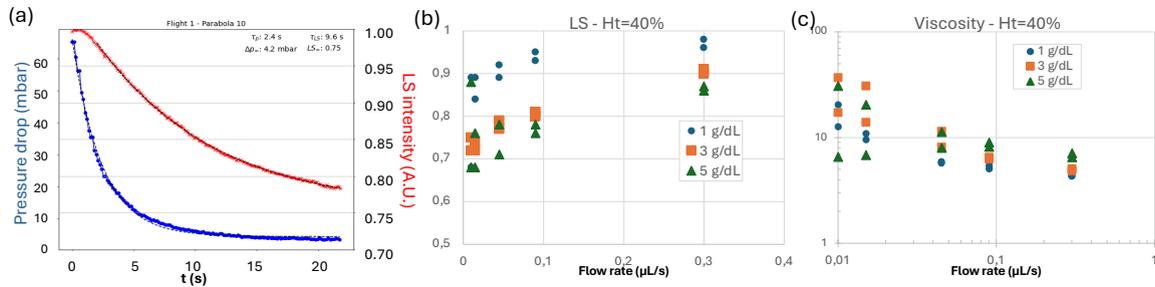


Figure 1 : (a) Évolution de la perte de charge et de l'intensité de diffusion de lumière durant un transitoire d'écoulement réduit ; (b) valeur asymptotique de l'intensité rétro-diffusée (indicateur du niveau d'agrégation) en fonction du débit et de la concentration en Dextran contrôlant l'agrégation ; (c) viscosité en régime stationnaire en fonction du débit et de la concentration en Dextran.

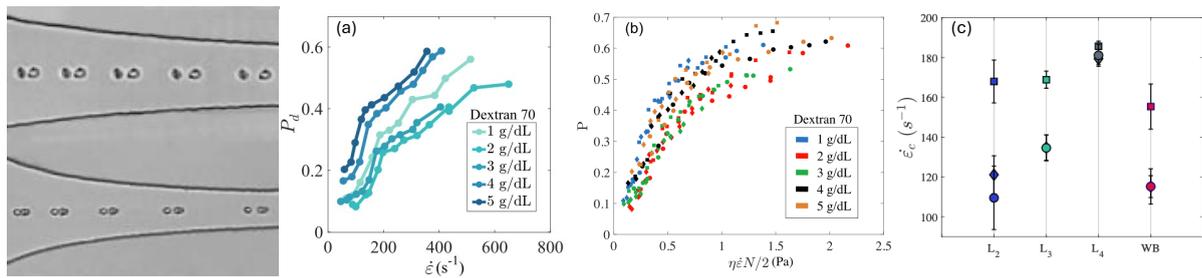


Figure 2: Dissociation d'agrégats de globules rouges en d'écoulement extensionnel ; (a) probabilité de dissociation en fonction du taux d'extension et de la concentration en dextran ; (b) données redimensionnées via une loi d'échelle établie ; (c) influence de l'âge des globules rouges (augmentant avec la densité de L₂ à L₄) sur le taux d'élongation critique de dissociation (WB : sang total).

Perspectives

Les investigations en vols paraboliques se poursuivront afin de compléter le jeu de données. Deux campagnes sont envisagées en 2025 (candidature pour la campagne ESA du printemps déposée, et planifiée pour la campagne CNES d'automne). Pendant les périodes intermédiaires, des tests de qualification technique et des expériences de référence au sol seront réalisés pour assister le développement du module de fusée sonde par SSC et Lambda-X. Les études sur la dynamique de la microcirculation, l'influence de l'agrégation et ses mécanismes se poursuivent en parallèle au LRP.

Publications

M. Puthumana Melepattu, G. Maîtrejean, T. Podgorski, Dissociation of red blood cell aggregates in extensional flow, *Physical Review Fluids* 9 (7), L071101 (2024)

M. Puthumana Melepattu, G. Maîtrejean, C. Wagner, T. Podgorski, Influence of cell density and in-vivo aging on erythrocyte aggregability: Dissociation dynamics in extensional flow, submitted to *J. Biomech.*

M. Alonzo, N. J. Karst, T. Podgorski, J. B. Geddes, G. Coupier, Spatio-temporal instabilities of blood flow in a model capillary network, *Physical Review Fluids* 9 (10), 104401 (2024)

T. Podgorski, Agrégation des globules rouges: mécanismes, dynamique et moyens d'investigation, *École du GDR Mécabio*, 2-7 juin 2024

M. Puthumana Melepattu, G. Maîtrejean, C. Wagner, T. Podgorski, Dissociation of red blood cell aggregates under extension, Congrès annuel du Groupe Français de Rhéologie, 22-25/10-2024

T. Podgorski, Biological fluids in microgravity, ESA-ELGRA Gravity Related Research summer school '24

6.3 Circulation du Sang et Dysfonction Endothéliale

M.Jin, G. Dixit, M. Dynar, A. Farutin, L. Bureau, D. Tsvirkun, **C. Misbah**

Circulation du Sang et Dysfonction Endothéliale

Min Jin, Gopal Dixit, Mariam Dynar, Alexander Farutin, Lionel Bureau, Daria Tsvirkun, Chaouqi Misbah

¹ Laboratoire Interdisciplinaire de Physique (Liphy), Université Grenoble Alpes et CNRS UMR5588

La circulation du sang et son interaction avec l'endothélium, met en jeu des aspects fluidiques et biochimiques complexes. Nos études cette année ont porté sur la simulation de la circulation du sang dans situations diverses, et sur des expériences clefs ayant mis en évidence un rôle important du glycocalyx (couche de glycoprotéines à la surface des cellules mammifères, comme les globules rouges -GR- et cellules endothéliales-CE-) dans les mécanismes de l'agrégation des GR et de l'interaction des GR avec l'endothélium. En particulier, une dégradation du glycocalyx par l'amylase (enzyme surproduite lors de longs séjours spatiaux, et dans diverse maladies, comme la pancréatite) renforce considérablement la taille et la stabilité des agrégats sanguins. En outre, cette dégradation induit une forte adhésion des GR sur l'endothélium. Ces deux adhésion GR-GR et GR-CE sont à l'origine d'occlusions microvasculaires pouvant altérer fortement le transport de l'oxygène (et d'autre métabolites) vers les organes et tissus. Une mission en fusée sonde est programmée avec l'ESA pour analyser l'impact de la gravité sur la dysfonction endothéliale.

Résultats

Après des études préliminaires présentés l'an dernier, avons fait une analyse expérimentale systématique (en statique et sous flux) sur 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 (dysfonction du pancréas). La valeur normale de l'amylase se situe dans l'intervalle 70-300 U/L, tandis qu'en microgravité elle XXX atteint, et peut aller jusqu'à 5000 U/L en cas de pancréatite aiguë. 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 (en présence de dextran 150 – avec une concentration de 15 mg/ml-- mimant la présence du fibrinogène in vivo). La figure 1 montre la fonction de distribution en taille des agrégats (à gauche) et la taille moyenne en fonction de l'activité en amylase (à droite)

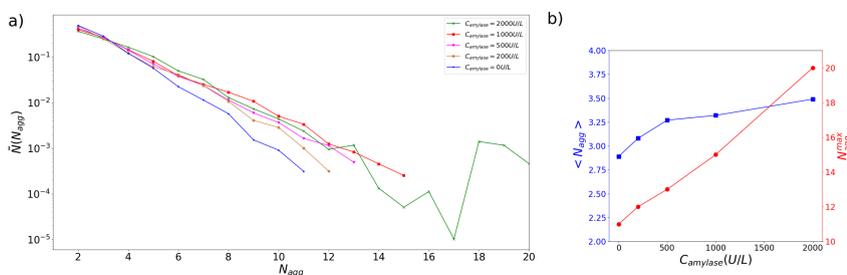


Figure 1: A gauche on présente la fonction de distribution des tailles des agrégats pour différent degrés d'activité de l'amylase, et à droite la taille moyenne (en bleu) et la taille maximale (en rouge) en fonction de l'activité de l'amylase.

On présente en figure 2 (à gauche) images typiques des agrégats en présence et en absence d'amylase. On montre également (à droite) les résultats des simulations numériques permettant de relier l'énergie d'adhésion entre GR et l'activité en amylase. Dans la simulation nous avons pris l'asphéricité (défini comme $4 \pi A/P^2$, avec A l'aire et P le périmètre de l'agrégat) comme mesure de la forme des agrégats (car non seulement la taille, mais aussi la forme des agrégats dépend de l'activité de

l'enzyme), et avons cherché la valeur de l'énergie qui représente le mieux la forme de l'agrégat. Ceci permet de relier l'énergie de l'adhésion (sous une forme adimensionnée) à l'activité de l'enzyme.

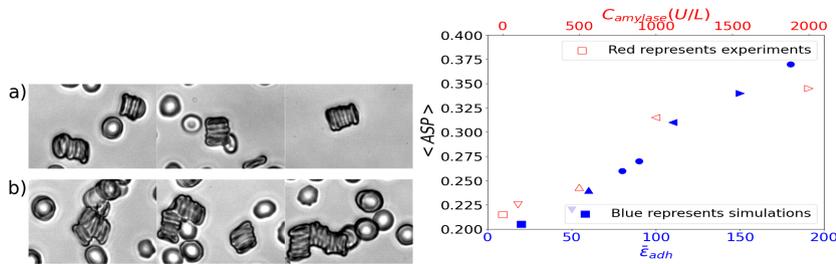


Figure 2: A gauche des agrégats obtenus sans amylase (a) et avec amylase 2000 U/L (b). A droite : le lien entre énergie d'adhésion et l'activité amylase (axes horizontaux) reproduisant l'asphéricité de l'agrégat.

D'autre étude de simulations ont été consacrées aux question suivantes :

Impact des formes anormales des GR sur les propriétés de l'écoulement : Cette étude nous a permis de montrer que des formes anormales de GR (que les sphérocytes) réduisent le flux sanguin.

Impact de l'agrégation des GR sur la margination des plaquettes : Les plaquettes sont marginalisées par les GR afin qu'elles soient le plus au contact avec la paroi vasculaire pour réparer l'endothélium en cas de lésion, inflammation. Nous avons montré qu'une faible, et réversible, agrégation (comme cela arrive physiologiquement) boost la margination des plaquettes. Par contre une forte agrégation cause un déclin de la margination, ce qui peut altérer les fonctions normales des plaquettes.

Analyse de la signalisation NO (Nitric Oxide) : Le NO est un vasodilatateur, produit grâce à l'ATP qui génère du calcium, etc... Après plusieurs études sur l'ATP et calcium, nous avons proposé un modèle de NO qui a été relié à l'hématocrite, à la force de l'écoulement et à la taille des vaisseaux.

Perspectives

Nous poursuivons l'étude expérimental de l'interaction entre GR et l'endothélium dans des situations où les GR et les CE sont traitées par des enzymes. On préparera la mission en fusion sonde (prévue fin 2025, début 2026) pour l'étude de la dysfonction 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

M. Bendaoud , M. Abbasi, A. Darras , H. Ez-Zahraouy, C. Wagner, C. Misbah, Blood flow efficiency in response to red blood cell sphericity, Phys. Rev. Fluids, Mai 2024

M. Dynar, H. Ez-Zahraouy, C Misbah, M. Abbasi, Platelet margination dynamics in blood flow: The role of lift forces and red blood cells aggregation, Phys. Rev. Fluids, Aout 2024

A. K. Nayak, S. Lal Das, C. Misbah, Endothelial calcium dynamics elicited by ATP release from red blood cells, Sientific Reports, Juin 2024.

A. Farutin, C. Misbah, Singular bifurcations and regularization theory, Phys. Rev. E Juin 2024

D. Jing, R. Lu, A. Farutin, Z. Guo, F. Wang, W. Wang, C. Misbah, Y. Sui, Droplets can enhance microcapsule deformation in channel flow, Communications Physics, Juillet 2024.

M. Abbasi, M. Jin, Y. Rashidi, L. Bureau, D. Tsvirkun, C.Misbah, Glycocalyx Cleavage Boosts Erythrocytes Aggregation, Sientific Reports Juin 2024.

A. Nayak, M. Canepari, S. Las Das, Nitric Oxide Modeling and its Bioavailability Influenced by Red Blood Cells, J. R. Soc. Interface (accepté), Octobre 2024.

6.4 Impact de la microgravité sur la dysfonction endothélial : préparation de l'expérience IMEDYS
D. Tsvirkun, C. Misbah, **L. Bureau**

Impact de la microgravité sur la dysfonction endothéliale : préparation de l'expérience IMEDYS

Daria Tsvirkun¹, Chaouqi Misbah¹, Lionel Bureau¹

¹ Laboratoire Interdisciplinaire de Physique, Université Grenoble Alpes, CNRS

L'objectif du projet « dysfonction endothéliale » est de mieux comprendre les mécanismes (bio)physiques pilotant les interactions entre les cellules sanguines circulantes et les parois des vaisseaux sanguins. Ces interactions sont en effet au centre de processus de mécano-transduction qui gouvernent l'hémodynamique, l'angiogenèse ou la réponse inflammatoire. En situation de microgravité, ces processus sont affectés car les forces physiques auxquelles est soumis l'endothélium (la monocouche cellulaire formant la paroi interne des vaisseaux) sont altérées de différentes façons : (i) la réduction d'activité physique induit une réduction globale de l'hémodynamique ayant pour conséquence une diminution chronique des niveaux de contraintes hydrodynamiques de cisaillement ressentis par l'endothélium, (ii) par ailleurs, un nombre croissant d'études suggèrent qu'une altération de la gravité impacte directement la prolifération, l'organisation interne et la production d'oxyde nitrique des cellules endothéliales¹. Dans ce contexte, nos objectifs consistent à étudier l'effet de ces deux facteurs en adoptant une approche expérimentale combinant physique et biologie, afin de déterminer dans quelle mesure l'environnement spatial est susceptible d'induire des dysfonctionnements vasculaires. Nous élaborons pour cela des dispositifs biomimétiques de type « microvasculatures sur puces » dans lesquels des cellules endothéliales sont mises en culture dans des canaux microfluidiques perfusables de manière contrôlée². Nous avons en particulier pu montrer grâce à ces dispositifs que le niveau de contrainte de cisaillement ressenti par les cellules endothéliales affecte de manière assez forte l'organisation de leur cytosquelette, et qu'une réduction de contrainte durant une heure était suffisante pour induire une désorientation et une redistribution de l'actine dans les cellules³. Ce type de réorganisation présente des similitudes qualitatives avec l'effet observé de la microgravité simulée au sol¹. Ceci nous a conduit à déposer auprès de l'ESA un projet d'expérience en fusée sonde : ce projet a pour but d'embarquer des circuits endothélialisés, stimulés par une contrainte de cisaillement physiologique, pour les soumettre à une phase de microgravité. L'objectif est ici de déterminer si les deux stimuli mécaniques (cisaillement et gravité) agissent de façon concertée ou indépendante sur l'organisation du cytosquelette des cellules endothéliales, impliquée dans les processus de mécanotransduction de la paroi vasculaire. Le projet d'expérience a été évalué de manière très positive et retenu pour un vol TEXUS planifié en 2026.

Resultats

Le principe de l'expérience en fusée sonde est le suivant : il s'agit d'embarquer en vol des circuits microfluidiques endothélialisés perfusés en continu sous un niveau de contrainte hydrodynamique physiologique, et de fixer les cellules endothéliales à différentes phases du vol (avant le décollage, à la fin de la phase d'hypergravité du décollage, puis à la fin de la phase de microgravité avant ré-entrée dans l'atmosphère). Les cellules fixées en vol seront ensuite récupérées et analysées en microscopie après marquage par immunofluorescence des structures cellulaires d'intérêt (glycocalyx, cytosquelette, adhésions focales...), afin d'évaluer l'impact de la gravité altérée sur l'organisation de ces structures. Le design de l'expérience consiste donc à assurer (i) le maintien à 37°C et à pression atmosphérique de l'environnement des cellules cultivées dans les microcanaux, (ii) la perfusion de milieu de culture à un débit physiologique, (iii) la possibilité de fixer les cellules au paraformaldéhyde à différents points de temps durant le vol.

Pour cela, nous avons défini avec l'ESA le cahier des charges des contraintes techniques et opérationnelles en 2023. En 2024, Airbus a été chargé de la réalisation du module expérimental qui

¹ J. Maier et al. The impact of microgravity and hypergravity on endothelial cells, *Biomed. Res. Int.* 2015

² D. Tsvirkun et al. Microvasculature on a chip: study of the Endothelial Surface Layer and the flow structure of Red Blood Cells, *Sci. Rep.* 2017

³ M. Inglebert et al. The effect of shear stress reduction on endothelial cells: a microfluidic study of the actin cytoskeleton, *Biomicrofluidics* 2020

sera embarqué dans la fusée TEXUS. En interaction avec leur équipe d'ingénieurs, nous avons effectué des choix techniques permettant de satisfaire les 3 contraintes ci-dessus. Un premier prototype fonctionnel a été réalisé par Airbus en configuration « breadboard », tel que montré sur la Fig. 1.

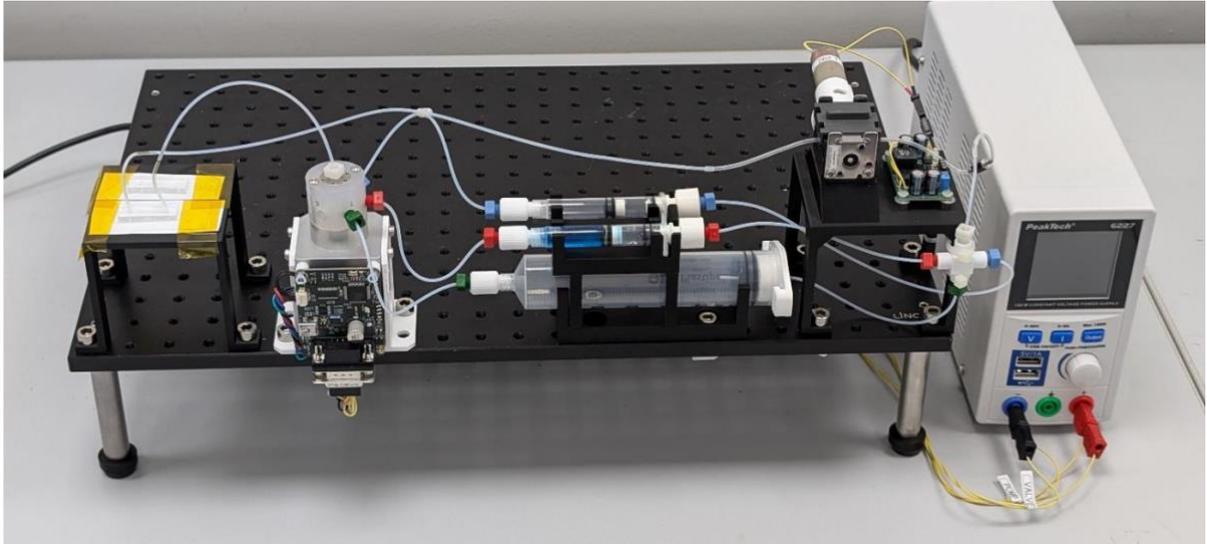


Figure 1 : Premier prototype du système de contrôle des flux pour l'expérience IMEDYS, incluant une pompe péristaltique pour la circulation en boucle fermée à débit contrôlé, une vanne de sélection du type de fluide circulant, et trois réservoirs de milieu et fixatif.

Perspectives

La conception du prototype ci-dessus a été validée début octobre. Il va maintenant être intégré au sein d'un module incluant la régulation de température, et l'ensemble sera testé au sol, à la fois par l'équipe d'ingénieur chez Airbus et par le LIPhy au niveau des cultures cellulaires.

Cette expérience unique en son genre permettra, lors du vol prévu en 2026, d'obtenir des données inédites quant à la mécano-transduction des cellules endothéliales.

Publications

6.5 Margination of artificially stiffened Red Blood Cells
M. Abbasi, G. Chen, M. Jaeger, **M. Leonetti**

Margination of artificially stiffened Red Blood Cells

M. Abbasi¹, R. Chachanidze², P. G. Chen³, M. Jaeger³, M. Leonetti¹

¹ Centre interdisciplinaire de Nanosciences de Marseille, AMU UMR7325

² Institut de Recherche sur les Phénomènes Hors Equilibre, AMU UMR7342

³ Mécanique, Modélisation et Procédés Propres, AMU UMR7340

Lors d'une inflammation, la réponse immunitaire de l'organisme se caractérise par des événements vasculaires charnières entre la détection d'un pathogène ou la présence de zones tumorales. Elle est composée de différentes étapes dont une signalisation chimique (alerte) et la diapédèse des GBs présents dans le sang, i.e le passage des GBs du sang vers les tissus au travers de la paroi de cellules endothéliales. Si les GBs étaient distribués de manière homogène dans les vaisseaux sanguins, le processus serait peu efficace. Or, il est observé depuis longtemps que les GBs se localisent à la périphérie des vaisseaux et donc à proximité des zones d'importance tandis que les GRs se regroupent au centre. **Ce phénomène appelé margination reste aujourd'hui mal compris et ce par manque de données expérimentales.**

Résultats

Plutôt que de manipuler dès le départ des globules blancs, nous avons fait le choix d'une suspension modèle formée principalement de globules rouges sains, i.e. fortement déformables et d'une faible proportion (typiquement moins de 1%) de globules rouges rigidifiés au glutaraldéhyde. Ce traitement est réalisé de manière à ce que l'ensemble des globules rouges aient une forme disco-cyte. La différence de rigidité entre les deux populations a été évaluée par microscopie à force atomique (AFM). Elle est supérieure à 1000. On peut légitimement considérer les globules rouges rigidifiés comme des particules solides. Ils sont aussi marqués par un fluorophore. L'expérience classique considère l'écoulement de la suspension dans un canal de 50 à 200 μm avec un débit fixé à l'aide d'un pousse-seringue de précision Cetoni. La viscosité de la suspension a été mesurée à l'aide d'un rhéomètre Anton Paar Mars III. Dans les fractions volumiques de nos expériences, le comportement est quasi-newtonien ce qui permet de connaître le champ de vitesse. Le flux de globules rouges est déterminé par fluorescence : figure 1. La concentration est déduite en divisant par la vitesse.

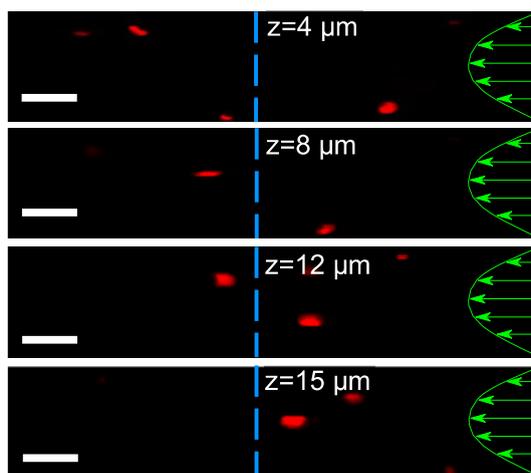


Figure 1 : visualisation des globules rouges rigidifiés à plusieurs hauteurs dans le canal.

Les résultats montrent que les globules rigidifiés ont tendance à migrer transversalement vers la paroi du canal. Ainsi, sur la figure 2, le profil de la concentration en globules rouges rigidifiés montre leur accumulation aux quatre coins du canal. A forte fraction volumique totale, un pic central apparaît révélant une richesse inattendue. Les résultats sont en bon accord avec les résultats numériques obtenus par l'équipe de Jens Harting à Nuremberg.

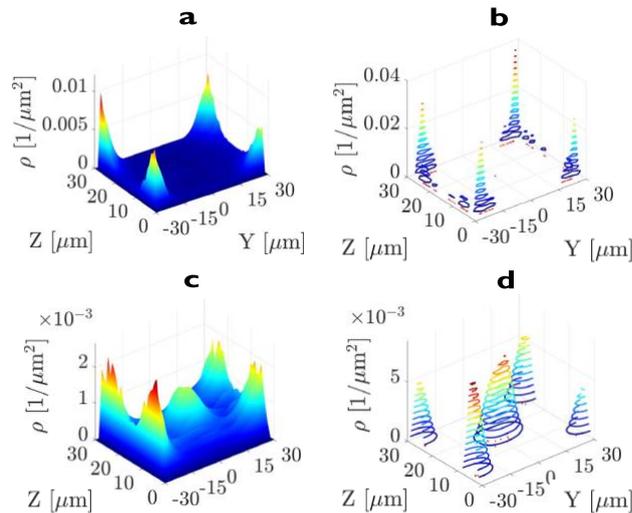


Figure 2 : Concentration en globules rouges rigidifiés. (a,c) : expérience. (b,d) numérique. (a,b) : fraction volumique totale de 20%. (c,d) : fraction volumique totale de 40%

Perspectives

Le bilan des études montre que le phénomène de ségrégation appelé margination est observable et quantifiable pour partie in vitro dans des systèmes modèles. Si en géométrie à section rectangulaire, la margination a bien été quantifiée, ce n'est pas le cas en géométrie cylindrique alors que l'on s'attend à un profil conservant la symétrie. Même si les sections des vaisseaux capillaires ne sont généralement pas circulaires, elles sont encore moins rectangulaires ! L'étude doit être poursuivie. Les phénomènes physiques conduisant à la ségrégation restent mal connus à l'échelle du globule rouge. Globalement, on sait que l'on a à faire à une compétition entre les effets de portance visqueuse et inertielle due à la présence de la paroi et la dispersion hydrodynamique, i.e. les collisions ou interactions hydrodynamiques qui conduisent au processus contraire. La difficulté vient de l'absence de connaissances du paysage des forces vues par les globules rouges suivant leurs positions et le temps, i.e. la configuration de la suspension qui évolue avec le temps jusqu'à atteindre l'état de margination. Deux approches sont en cours pour résoudre ce challenge. La variation de la densité au sein de chaque suspension de globules rouges qu'ils soient rigidifiés ou sains et la faible différence entre les deux espèces conduit à une modification du profil de ségrégation si l'étude est poursuivie le long de longs canaux. Cela pose un sérieux problème pour l'étude biologiquement pertinente de la margination dans un réseau de vaisseaux sanguins, i.e. la microcirculation. Dans la littérature, il est mentionné que la margination des plaquettes et des globules blancs ne s'effectue pas au même endroit dans le réseau.

Publications

- Wailliez, J., Regazzi, P., Salonen, A., Chen, P. G., Jaeger, M., Leonetti, M., & Rio, E. (2024). Drop deformation in a planar elongational flow: impact of surfactant dynamics. *Soft Matter*, doi: [10.1039/D4SM00642A](https://doi.org/10.1039/D4SM00642A)
- Chachanidze, R. D., Aouane, O., Harting, J., Wagner, C., & Leonetti, M. (2024). Margination of artificially stiffened red blood cells. *Physical Review Fluids*, 9(9), L091101
- Puthumana, V., Chen, P. G., Leonetti, M., Lasserre, R., & Jaeger, M. (2024). Assessment of coupled bilayer-cytoskeleton modelling strategy for red blood cell dynamics in flow. *Journal of Fluid Mechanics*, 979, A44
- Chachanidze, R., Xie, K., Lyu, J., Jaeger, M., & Leonetti, M. (2023). Breakups of Chitosan microcapsules in extensional flow. *Journal of Colloid and Interface Science*, 629, 445-454
- Lyu, J., Chen, P. G., Farutin, A., Jaeger, M., Misbah, C., & Leonetti, M. (2023). Swirling of vesicles: Shapes and dynamics in Poiseuille flow as a model of RBC microcirculation. *Physical Review Fluids*, 8(2), L021602
- Xie, K., & Leonetti, M. (2023). Mechanical characterization of core-shell microcapsules. *Comptes Rendus. Mécanique*, 351(S2), 1-20