

# *Rhéologie*

*Co-éditrices*

**Sylvie Dagréou**

IPREM, Université de Pau et des Pays de l'Adour

2 avenue Pierre Angot, 64053 Pau Cedex 9  
sylvie.dagreou@univ-pau.fr

**Françoise Berzin**

FARE, Université de Reims Champagne Ardenne, INRAE

Esplanade Roland Garros, 51100 Reims  
francoise.berzin@univ-reims.fr

N° ISSN : 1763-5152

Compte tenu du rôle grandissant de la rhéologie dans de nombreux domaines, le Groupe Français de Rhéologie a souhaité renouveler sa revue pour en assurer une diffusion plus large et en faire un véritable lieu d'échanges entre industriels, chercheurs, mécaniciens, physiciens, chimistes, biologistes ou mathématiciens, qu'ils envisagent la rhéologie comme une science à part entière ou l'utilisent pour la caractérisation ou la production des matériaux.

Des articles touchant à des aspects théoriques, expérimentaux ou encore technologiques, de la rhéologie peuvent être soumis pour éventuelle publication dans *Rhéologie*. Les éditeurs décident, en s'aidant de l'avis des membres du comité éditorial, de l'opportunité de publication d'un article, après l'avoir soumis à au moins deux experts indépendants. Les membres du comité éditorial ont de plus un rôle de correspondants régionaux : ils peuvent orienter leurs collègues vers une éventuelle publication dans *Rhéologie*.

Les auteurs potentiels sont invités à transmettre leurs travaux sous forme électronique à Sylvie Dagréou ou Françoise Berzin. La langue principale est le français, mais les articles en anglais peuvent être acceptés s'ils comportent une version française abrégée en fin de texte. La longueur maximum souhaitée pour les articles est d'environ sept pages mais des articles plus longs peuvent être acceptés. Outre la version papier, diffusée aux abonnés et aux membres du GFR, une version électronique de la revue est disponible sur le site du GFR : [www.legfr.fr](http://www.legfr.fr). Il est demandé aux auteurs de suivre les consignes présentées en fin de volume.

La revue comprend également une partie d'informations générales concernant les activités touchant à la rhéologie (formations, soutenances de thèse, séminaires, congrès, nouveautés...). Les informations susceptibles d'être publiées sont à transmettre aux membres du comité de rédaction.



## ***Sommaire***

***Les informations du GFR***

***Editorial***

***Résumés des travaux des candidats au Prix de Thèse du GFR***

***Compte-rendu du colloque « Matériaux mous désordonnés »***

***Compte-rendu de la session Rhéologie du GDR Dumbio***

***Articles réguliers***

De l'alvéogramme à la loi de comportement élongationnel de la pâte de farine de blé 1

*M. Dufour, L. Chaunier, F. Hugon, A. Dugué, K. Kansou, L. Saulnier, G. Della Valle*

***Informations sur le Prix de Thèse et les Bourses du GFR***

***Consignes aux auteurs***

## ***Contents***

From the alveogram to the elongational behaviour model for wheat flour dough	1
<i>M. Dufour, L. Chaunier, F. Hugon, A. Dugué, K. Kansou, L. Saulnier, G. Della Valle</i>	

# Les informations du GFR

## Réunion du Conseil du GFR du 15 mai 2023

Alain Ponton présente l'avancement du colloque GFR 57 à Paris et en rappelle les différents éléments. 13 résumés ont été soumis à ce jour et la date-limite de soumission est reportée au 15 Juin. Alain Ponton contactera F. Fraisse (Netzsch, ex Malvern) pour lui demander la prise en charge du prix Maurice Couette, ainsi que T&A instruments pour le prix du poster.

Un rappel sera envoyé aux adhérents du GFR, en attirant leur attention sur les réservations d'hôtel. Romain Castellani prend en charge la mise en forme des messages.

Alain Ponton présente aussi les quatre candidatures au prix de thèse, dont deux issues de laboratoires peu coutumiers du fait (INP Toulouse, CHU & Université de Nantes). Les rapporteurs ont été désignés et ont accepté la relecture des thèses avant fin juin.

Les colloques du GDR Dumbio (organisé par Guylaine Ducouret) et Euromech « Suspensions » (organisé par Elisabeth Lemaire) sont rappelés.

Les JJR prévues à Peyresq ont dû être annulées car sept personnes seulement s'étaient inscrites. La fréquence annuelle est peut-être trop élevée et l'année de l'ICR moins favorable. Elles seront reportées en 2024, avec des délais plus rigoureux pour ne pas mettre les organisateurs en porte-à-faux avec l'association qui gère le centre d'hébergement. A noter que ce report a pu être effectué sans frais, les arrhes de transport

ayant été préservées pour l'an prochain.

Elisabeth Lemaire prendra contact avec les laboratoires marseillais (IUSTI et CINAM, milieux granulaires, systèmes sanguins) pour envisager l'organisation du congrès GFR 58 en 2024. Dans l'impossibilité, Nancy pourrait être une destination appropriée.

Cinq demandes de bourse pour le congrès ICR ont été faites et accordées. Un article pour la revue *Rhéologie* (type acte de congrès) leur est en particulier demandé.

Concernant la revue, l'article de Sébastien Manneville est en cours et Françoise Berzin relance Thibaut Divoux pour son article de retour sur le colloque batave « Fluide à seuil ». Selon un avis unanime, la non-indexation de la revue n'est pas une raison pour céder sur la rigueur scientifique du contenu. S'en suit une riche discussion sur l'intérêt de publier dans la revue *Rhéologie*, qui est au moins double : accueillir des communications de type « acte de congrès » et offrir un « galop d'essai » aux doctorants.

Les fiches « polymères » sont en cours de rédaction et en voie d'amélioration pour l'En6clics.

Lors de la prochaine Assemblée Générale seront élus de nouveaux membres du conseil. Pour éviter un trop grand renouvellement, il sera proposé, à titre exceptionnel, de prolonger de deux ans les mandats de Françoise Berzin, Jean-Charles Majesté, Philippe Marchal, René Fulchiron et Tetsuharu Narita, tandis que Rudy Valette, Frédéric Pignon, Guy Della Valle et Isa-

belle Hénaut mettront un terme à leur mandat et pressentiront de nouveaux membres pour le Conseil. A l'issue de l'Assemblée Générale, aura lieu l'élection du bureau et du (de la) président(e), pour laquelle Elisabeth Lemaire propose d'être candidate, avec Arnaud Saint Jalmes en tant que secrétaire, tandis qu'Alain Ponton pourrait continuer d'occuper la fonction vice-présidentielle et Julien Ville celle de trésorier. Après un tour de table, il est convenu d'évoquer ce point plus précisément lors de la prochaine réunion.

Le prochain Conseil aura lieu en présentiel le 3 juillet à l'ESPCI. Une présentation de Marco Ramaioli (INRAE) sur le rôle de la rhéologie dans le transit oral des aliments est également prévue.

## Réunion du Conseil du GFR du 3 juillet 2023

Denis Flick (Professeur à Agro-ParisTech) présente des travaux sur le thème « Pourquoi /comment estimer le comportement rhéologique de matériaux se transformant rapidement : exemple des suspensions d'amidon », comportement caractérisé par de forts couplages thermique /structure de la matière /écoulement, en raison du gonflement des grains d'amidon jusqu'à une fraction volumique proche de 50 %. Une loi de comportement intégrant température et fraction volumique est proposée pour simuler numériquement l'écoulement dans un échangeur tubulaire. La modélisation par éléments discrets permet d'accéder au gonflement de chaque grain d'amidon. L'approche est trans-

posable au traitement thermique des protéines sériques en prenant en compte les cinétiques d'agrégation.

Julien Ville précise que 6 bourses pour l'ICR ont été accordées (4500 €) et quatre colloques ont été soutenus (3600 €), ce qui va conduire à un budget logiquement en déficit, malgré le bénéfice du congrès GFR56 à Rennes ( $\approx$  5000 €).

Alain Ponton fait le point sur le 57<sup>ème</sup> colloque du GFR à Paris, auquel ont été soumis à ce jour 54 résumés. Le prix Maurice Couette sera remis par Anton Paar (Netzsch s'est déclaré incapable) et celui de l'affiche par TA Instruments. Les quatre équipementiers habituels seront présents, ainsi que Lumisizer. Trois conférenciers ont répondu présents pour les « short courses » (23 octobre), d'autres seront contactés, notamment sur la thématique « matériaux stimulables ». Le congrès se terminera jeudi 26 vers midi.

Comme prévu, un vote devra avoir lieu lors de l'Assemblée Générale (mardi 24 octobre), pour permettre la prolongation à titre exceptionnel de 2 ans des mandats de Françoise Berzin, Tetsuharu Narita, Philippe Marchal, Jean-Charles Majesté et René Fulchiron au sein du conseil, tandis que les départs de Frédéric Pignon, Rudy Valette et Guy Della Valle seraient compensés par les arrivées respectives de Clément de Loubens (LRGP), Anselmo Pereira (CEMEF) et Marco Ramaioli (INRAE). Tous trois sont invités à envoyer une lettre au président pour faire acte de candidature en mentionnant le domaine dans lequel ils souhaitent plus particulièrement s'impliquer.

Rudy Valette rappelle les missions qu'il assumait en tant que

représentant du GFR : (a) pour les relations internationales (ESR et ICR) qui impliquent de participer aux congrès correspondants. (b) auprès de l'AFM, dont le président est Francisco Chinnesta, qui regroupe de nombreuses associations.

Alain Ponton présente les quatre candidatures ayant concouru pour le Prix de thèse, avec les évaluations afférentes, qui permettent de distinguer, après retour des avis des examinateurs, un candidat cumulant les meilleures notes, qui est donc déclaré lauréat du prix de thèse 2023.

Selon Françoise Berzin et Sylvie Dagréou, le n°43 de la revue *Rhéologie*, actuellement sous presse, sera assez léger. Pour favoriser un éventuel abandon de la version papier, le numéro le plus récent pourrait être rendu accessible sous format PDF via notre site, téléchargeable sous réserve d'une connexion et d'un mot de passe.

René Fulchiron, Jean-Charles Majesté et Guy Della Valle poursuivent leurs efforts sur l'En6Clics.

Le Congrès du GFR 58 (2024) pourra être accueilli à Marseille, sous réserve de l'accompagnement idoine. Ce serait l'occasion d'un jubilé pour Elisabeth Guazzelli, tout en respectant le format habituel du congrès, décrit notamment dans le vademecum. Après l'AERC à Lyon (intégrant le GFR 59), en 2025, Nancy pourrait accueillir le GFR 60 en 2026.

Rudy Valette présente le colloque « Fluids & Complexity » organisé à Nice tous les 2 ans en décembre prochain et sollicite le soutien (accordé) du GFR pour deux prix d'affiche (2 x 500 €).

Une réponse positive est donnée à Julien Ville concernant l'attri-

bution d'une bourse de congrès pour un étudiant à la Polymer Processing Society (mai 2024), qui compte bon nombre de sessions connexes à la rhéologie.

Rudy Valette présente rapidement le dossier (impressionnant) de candidature de Guangzhou (RP Chine) pour l'ICR 2027. Aucun autre dossier n'est proposé à ce jour.

---

### Réunion du Conseil du GFR du 11 septembre 2023

---

Alain Ponton fait le point sur le GFR 57, qui démarrera le mardi 24 octobre et se terminera le jeudi 26 avec le déjeuner. Le programme compte 36 présentations orales et 33 affiches, bien réparties selon les différentes sessions. Outre les prix habituels, un prix IFPEN de la meilleure communication orale sera attribué par un jury déjà constitué. Les déjeuners seront pris dans le même bâtiment que l'amphithéâtre, en mode buffet. Quelques précisions pratiques (localisation exacte, frais d'inscription) seront affichées ou corrigées sur le site.

Préparation de l'AG 2023 : outre les rapports moral et financier, le prolongement exceptionnel de deux ans du mandat de Françoise Berzin, René Fulchiron, Jean-Charles Majesté, Philippe Marchal et Tetsuharu Narita sera soumis au vote de l'Assemblée. Les candidatures au sein du Conseil (Anselmo Pereira, Clément de Loubens et Marco Ramaioli) sont entérinées. Isabelle Hénaut est candidate pour un renouvellement. L'AG sera suivie des élections pour constituer le bureau, selon proposition faite dans le compte rendu du 15 mai.

Julien Ville présente les grandes lignes du budget. Le déficit de 5 k€ est dû à de nombreux soutiens

(jeunes, workshop). Il permet une réduction significative des avoirs à 81,5 k€ (89 k€ il y a 5 ans). L'augmentation de la cotisation de 38 à 40 € (plus pour faciliter les comptes que pour accroître le fond de roulement) sera évoquée à l'AG.

Le soutien à la participation des jeunes aux congrès est obligatoirement assorti d'une contribution à la revue *Rhéologie*, et cette proposition sera inscrite au règlement, tout comme la prise en charge éventuelle des frais de déplacement du lauréat du Prix de Thèse au congrès du GFR.

Julien Ville sollicite un passage de relais en tant que trésorier dans deux ans. Un trésorier-adjoint, futur trésorier, pourrait être élu dans l'intervalle pour favoriser la transmission. Romain Castellani s'est proposé pour cette mission.

Elisabeth Lemaire confirme que le congrès GFR 58 se tiendra à Marseille, entre les 21 et 25 octobre. Le comité d'organisation local, actuellement composé de membres de l'IUSTI sera étendu à d'autres laboratoires marseillais (IRPHE, M2P2).

Frédéric Blanc organisera les JJR à Peyresq fin mai-début juin 2024 ; une date limite sera mentionnée pour les inscriptions.

Rudy Valette enverra en temps utile l'annonce pour le colloque « Fluids & Complexity » auquel le GFR contribue, notamment en prenant en charge deux prix d'affiche (500 € x 2)

Philippe Marchal a reçu une proposition pour organiser l'ICR 2031 (ou plutôt 2035) à Strasbourg, sachant que 2031 sera probablement une destination américaine.

Le prochain numéro de *Rhéologie* comportera un article de Thibaut Divoux sur le colloque

Lorentz et un article de Maude Dufour au titre de sa participation à l'ICR, ainsi que les résumés des prix de thèse.

Françoise Berzin et Sylvie Dagrèou rappellent aussi la possibilité de publier des brèves (une page sur un projet d'envergure ou une publication récente), ainsi que l'existence d'une page dédiée aux industriels.

Guy Della Valle propose que l'annonce des soutenances de thèse relevant de la rhéologie soit faite par message aux adhérents, comportant titre, nom de l'impétrant, jury et résumé. Cela pourrait favoriser les candidatures au prix de thèse.

Pour sa dernière réunion du Conseil, Guy Della Valle en remercie très sincèrement les membres pour leur contribution à la vie de l'association et leur souhaite une bonne continuation.

### 57<sup>ème</sup> Congrès Annuel du Groupe Français de Rhéologie 23 - 26 octobre 2023, Paris



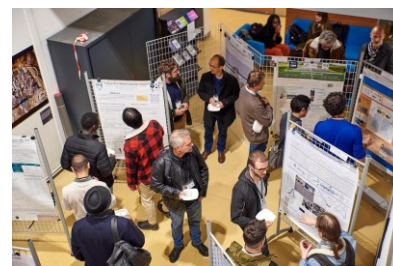
Le 57<sup>ème</sup> congrès du Groupe Français de Rhéologie a eu lieu du 24 au 26 octobre 2023 à l'Université Paris Cité, sur le campus des Grands Moulins à Paris. Il a été précédé d'une journée de cours le lundi 23 octobre. Le programme a permis des discussions scientifiques autour de la modélisation physique assistée par l'intelligence artificielle pour la fabrication additive et la biofabrication, la rhéologie de systèmes compo-

tes à matrice polymère allant de la structuration vers l'impression 3D, la contribution de l'approche rhéo-optique aux mesures rhéologiques, la microrhéologie de systèmes complexes et biologiques et la rhéologie systémique avec des analogies de Couette et de Poiseuille.

Le congrès en lui-même a connu un vif succès avec des échanges scientifiques très fructueux et variés, avec des communications orales et des affiches, sur les composites, les matériaux stimulables et la mécanique des fluides non newtoniens, les matériaux pour l'environnement durable et l'économie circulaire, les biotechnologies, l'agroalimentaire, les gels, les émulsions, la microrhéologie, la rhéologie en milieux confinés ou les suspensions.



Les participants ont aussi apprécié les trois conférences invitées, présentant des sujets larges comme la rhéologie des hydrogels composites stimulables par champ magnétique, les dessous de la métastabilité d'une émulsion (interface ou interphase) ou les fluides de forage à faible empreinte carbone.



Au cours de ce congrès, un certain nombre de prix scientifiques ont été décernés, en

particulier le prix du meilleur poster à Lea Cailly-Bradstätter, le prix de thèse à Michel Orsi et le prix Maurice Couette à Arnaud Poulesquen.



Ce fut aussi l'occasion de moments conviviaux autour des déjeuners sous forme de buffets, d'un apéritif dînatoire pour la séance poster et le dîner du congrès à Montmartre.

Alain Ponton, pour le comité d'organisation.



### **Procès-Verbal de l'assemblée générale ordinaire du 24 octobre 2023, à l'université Paris Cité, Campus des Grands Moulins, Paris**

L'Assemblée Générale du Groupe Français de Rhéologie (GFR) s'est tenue le mardi 24 octobre 2023 et s'est ouverte à 17h40.

#### *Présentation du rapport moral du Président*

Guy Della Valle a présenté les activités et les projets du GFR.

A ce jour, le GFR compte 166 adhérents, dont 17 personnes morales et 53 jeunes chercheurs.

Au cours du congrès annuel, seront remis le prix de la meilleure affiche (soutenu par TA Instruments), le prix de thèse (sur quatre candidatures), ainsi que le prix Maurice Couette (soutenu par Anton Paar).

Cette année, le GFR a soutenu le séminaire sur les fluides à seuil qui s'est déroulé au Lorentz Center (Leiden, Pays Bas), en raison de la significative participation française, ainsi que les colloques du GdR DuMBio organisé par Guylaine Ducouret, EuroMech sur la « Rhéologie des suspensions » par Elisabeth Lemaire, et « Fluids & complexity » par Rudy Valette, tous deux à Nice. Les JJR ont été annulées, faute d'inscriptions suffisamment précoces, vraisemblablement en raison de la proximité de l'ICR.

La revue *Rhéologie* est désormais disponible sous format numérique sur notre site et le choix de ne plus la recevoir sous format papier pourra être proposé à l'inscription. La publication d'articles scientifiques y est encouragée, notamment pour les doctorants, et le spectre éditorial est élargi à la communication de brèves relatant une publication marquante ou des projets d'envergure (ANR, UE, etc.). Il est rappelé à cette occasion que le soutien à la participation des jeunes aux congrès est obligatoirement assorti d'une contribution à la revue *Rhéologie*, ce qui sera inscrit au règlement.

Les efforts d'amélioration de l'encyclopédie numérique – ou « En6 clics » – seront poursuivis par Guy Della Valle grâce à des questions jugées fréquentes (FAQ) et par des fiches de connaissances (et des cartes conceptuelles) basées sur les présentations au Conseil de René Fulchiron et Jean-Charles Majes-

té sur le thème « Les polymères, c'est cool ».

Les soutenances des thèses (et/ou leur répétition générale) – dans les domaines connexes à la rhéologie) – pourront être annoncées par mailing aux adhérents, accompagné, le cas échéant, par un lien en visio.

L'année prochaine sont prévus l'organisation des JJR à Peyresq par InPhyNi (Frédéric Blanc), dont le GFR assure la responsabilité budgétaire, et le 58<sup>ème</sup> colloque du GFR à Marseille, conformément à la présentation par Elisabeth Lemaire du lendemain, mercredi 25 octobre.

Enfin, en vue de 2025 (14-17 avril), l'organisation de l'AERC à Lyon est présentée par Khalid Lamnawar. Le GFR soutient cette manifestation à hauteur de 12000 € pour satisfaire aux échéances budgétaires, inhérentes à des manifestations de cette envergure, et Khalid est nommé conseiller spécial du GFR pour la durée afférente.

Ce rapport est approuvé à l'unanimité, ainsi que le PV de l'AG 2022.

#### *Présentation du rapport financier*

Le trésorier, Julien VILLE, présente le rapport financier pour la période du 1<sup>er</sup> septembre 2022 au 31 août 2023. L'exercice comptable s'appuie sur 95 opérations, réparties sur le compte courant et un livret A hébergés à la BNP Paribas ; chaque opération est systématiquement accompagnée d'une pièce justificative, disponible sur demande.

Au terme de l'exercice 2022-2023, le montant des recettes atteint 15870,76 €, principalement dû aux cotisations (6005 €), à l'organisation du colloque annuel à Rennes en octobre 2022 (5000 €) et au soutien des par-



tenaires pour la remise des prix Maurice Couette 2022 et 2023 (3000 €) et de la Meilleure Communication par Affiche (750 €). Les dépenses de l'exercice atteignent 20 867,96 € dont 5 558,24 € pour l'édition de la revue *Rhéologie*, 6750 € de remise de prix (Maurice Couette, Meilleure Thèse et Meilleure Communication par Affiche), 3608,01 € de soutien à l'organisation de workshops et 3000 € à la participation de jeunes chercheurs à des congrès internationaux. Par déduction, l'exercice 2022-2023 fait apparaître un déficit de 4997,2 €. Ce déficit est principalement dû à une diminution (ou au retard) des cotisations, éventuellement en lien avec l'application drastique par le CNRS des décisions de la Cour des Comptes, ainsi qu'à l'accroissement du soutien aux jeunes chercheurs en cette année d'ICR.

Au 31 août 2023, le montant des avoirs s'élève à 81 601,89 €, dont 7178,80 € sur le compte courant et 74 423,09 € sur le livret A.

A l'unanimité, l'Assemblée Générale approuve le bilan présenté.

Le budget prévisionnel 2023-2024 s'élève à 31 800 €, notamment pour prendre en compte l'organisation des JJR, le soutien aux jeunes chercheurs, ainsi que toute manifestation ayant vocation à promouvoir les activités et le rayonnement du GFR.

#### *Renouvellement partiel du Conseil d'Administration*

La prolongation exceptionnelle de deux ans des mandats de Françoise Berzin, René Fulchiron, Jean-Charles Majesté, Philippe Marchal et Tetsuharu Narita, destinée à harmoniser le renouvellement du conseil, est votée à l'unanimité.

Après avoir remercié ses collè-

gues du conseil pour leurs contributions pendant son mandat et adressé ses vœux de succès pour la promotion du GFR, le président présente la candidature d'Isabelle Hénaut (IFPEN, Rueil-Malmaison) pour un renouvellement de mandat et les candidatures nouvelles de Clément de Loubens (CNRS, LRP, Grenoble), Anselmo Pereira (Mines Paris PSL, CEMEF, Sophia-Antipolis) et Marco Ramaoli (INRAE, UMR Say-Food, Palaiseau), dont les lettres de candidature ont été jointes à la convocation.

Le vote a été effectué à bulletin secret et le dépouillement a donné les résultats suivants :

Total des bulletins exprimés : 43 dont 5 pouvoirs.

Résultat du vote (nombre de voix) : 43.

Les candidats sont élus à l'unanimité des bulletins exprimés.

Le Président déclare close l'Assemblée Générale du 25 octobre 2023 à 18h30.

#### **Prix Maurice Couette 2023 remis à Arnaud Poulesquen**

*Discours de remise du Prix par le président Guy Della Valle*

Cher Arnaud,

C'est un grand plaisir que de remettre le prix de notre société à un chercheur d'origine bretonne, qui a fait sa thèse sur l'extrusion bivis et qui a pratiqué le rugby, en partie pour étudier les suspensions de particules prolates ou oblates, et pas all black. Alors, on se connaît déjà mais, en la circonstance, je me sens tenu de vous vouvoyer, d'autant que, vous aussi, vous avez travaillé avec Thibaut (bon, là faut avoir suivi les épisodes précédents).

Vous avez effectué vos études à

l'Université de Bretagne Occidentale, en physique, entre Plogoff et l'Aber Bichel, lieu funeste pour les félins... Que ce soit pour des considérations sentimentales ou météorologiques, Gwen ha Du en bandoulière, vous migrâtes, tel le félin, vers la Côte d'Azur pour effectuer votre DEA à l'Université de Nice.



Votre mentor de DEA aurait d'ailleurs déclaré récemment dans les colonnes de Nice-Matin (un journal à haut facteur d'impact) : « Arnaud Poulesquen, prix Maurice Couette, c'est ça... et Philippe Coussot, c'est Bruce Willis ! », quoique si on y pense... c'était peut-être prémonitoire. Disons-le tout de suite, à l'époque, vous arboriez, en sabots, davantage l'apparence d'un hardeux metal à Clisson désespérant de trouver un billet pour le Hell Fest, que d'un futur chercheur en rhéologie.

... chercheur en rhéologie que vous alliez néanmoins devenir, d'abord avec votre thèse au CEMEF, débutée en 1998, sur la modélisation de l'extrusion réactive en bivis corotative, vous apportiez au passage votre pierre à l'édifice Ludovic®. Vous entriez ensuite au CEA à Marcoule, pour deux ans de post-doc sur la modélisation de la radiolyse de l'eau à l'interface eau/combustible usé.

Et c'est donc au CEA, à Saclay puis à Marcoule, que vous développez vos travaux sur la carac-

térisation rhéologique et structurale des matériaux utilisés dans le domaine nucléaire (bitumes, gels colloïdaux, matériaux à base de ciment, activés par les alcalis, et aussi... géopolymères), ce qui est d'ailleurs votre sujet d'HDR, passée en 2013. Convaincu que rhéologie sans morphologie n'est que théologie, vous développez concomitamment moult couplages de la rhéologie avec différentes méthodes de diffraction de rayons X et diffusion de neutrons, que ce soit au labo ou avec l'aide de Saint Chrotron.

Votre implication sur ces sujets témoigne d'un engagement sociétal : c'est bien de consommer de l'électricité nucléaire et se passer du gaz, mais si on ne retraite pas correctement les déchets, on va avoir des problèmes...

D'ailleurs, votre rigueur scientifique et votre intégrité ne vous font pas que des amis au sein de l'institution, par nature peu encline à apprécier la rébellion, qu'elle fût de bière ou d'origine bretonne, et qui a fait de vous une sorte de Pontcallec de la rhéologie. Toutefois, vous ne partagiez pas le tragique destin de cet

illustre et lointain aïeul, tout au plus fûtes-vous exilé un temps, vers 2018, en tant que chercheur invité au MIT, chez Gareth (Mc Kinley, pas Edwards, gloire du rugby gallois des années 70). En cherchant bien, on peut se demander si cet exil ne coïncide pas avec des frasques politiques, puisqu'à la surprise générale, vous qui avez plutôt le front populaire, vous soutîntes la campagne électorale de Christian Estrosi ! Ne niez pas c'était lors du GFR 52 à Nice, j'ai des photos, c'est accablant. Certes vous invoquerez l'abus de boisson à base de céréales fermentées, mais l'hypothèse ne tient pas, d'abord parce que vous n'êtes pas des gens que la rhéologie puisse saouler et, comme vous êtes breton et rugbyman, l'hypothèse devient carrément farfelue, tant du point de vue de l'inné que de l'acquis.

Mieux vaut donc plaider coupable et confesser ce que tous les collègues avec lesquels vous avez collaboré finissent par avouer, à savoir que vous les avez entraînés dans de rabelaisiennes tournées dédiées à l'étude des mousses liquides houblonnées. En effet, maintenant direc-

teur de recherche au CEA depuis deux ans, vous continuez à faire des manips, vous ne laissez pas ça juste aux doctorants et post-docs, que vous savez aussi protéger des contraintes hiérarchiques et des vicissitudes administratives, vous êtes capable de collaborer, plus ou moins en douce, en dehors de toute convention écrite, signée en triple exemplaire, simplement parce que le problème vous intéresse. Votre curiosité scientifique s'étend, nous l'avons dit, de la physico-chimie des ions à la modélisation rhéologique en passant par la physique des grands instruments...

Vous me pardonnerez donc de conclure avec une métaphore un peu bateau, mais en breton qui se respecte, digne successeur de Surcouf et Duguay-Trouin, vous êtes un corsaire des sciences qui navigue à l'abordage des problèmes rhéologiques et à la découverte de nouveaux horizons et, à ce titre, je suis heureux de vous décerner, au nom du GFR et avec le soutien de la Société Anton Paar, le prix Maurice Couette 2023.

## ***Editorial***

La rhéologie joue un rôle clé dans la compréhension de phénomènes naturels ou de mécanismes à l'œuvre dans des problématiques industrielles, dans les polymères, l'agro-alimentaire ou la santé, pour ne citer que quelques exemples. Des verrous à lever, des enjeux applicatifs servent souvent de point de départ à des questionnements scientifiques très fondamentaux, à l'origine d'avancées majeures. Plusieurs articles de ce numéro le démontrent, aussi bien dans les résumés des candidatures au prix de thèse 2023, que dans l'article régulier proposé par Maude Dufour *et al.*, et dans les comptes rendus du colloque « Matériaux mous désordonnés » et de la session Rhéologie du GDR Dumbio, soutenus par le GFR.

Le 57<sup>ème</sup> congrès annuel du GFR, qui s'est tenu à Paris en octobre dernier, a été l'occasion de la passation de pouvoir entre le président sortant de notre association, Guy Della Valle, et la nouvelle présidente Elisabeth Lemaire. Responsable de l'équipe « Rhéologie des suspensions concentrées » à l'Institut de Physique de Nice, prix Maurice Couette en 2018, très engagée dans la vie du GFR, Elisabeth souhaite, durant son mandat, mettre l'accent sur la promotion de la rhéologie comme science à part entière. La lecture du numéro 44 de *Rhéologie* ne peut que lui donner raison dans le choix de cet axe de travail !

Cet éditorial est l'occasion de saluer l'engagement du président sortant, Guy Della Valle, au service de l'ensemble de la communauté française des rhéologues, et le travail accompli tout au long de son mandat, avec compétence et toujours dans la bonne humeur ! Nous n'avons pas son talent pour le jeu de mots et le compliment qui fait mouche... aussi nous nous contenterons de lui adresser, au nom du GFR et plus particulièrement de son conseil, nos plus sincères et chaleureux remerciements.

Françoise Berzin  
Sylvie Dagréou  
*Editrices*

## ***Prix de thèse 2023 du Groupe Français de Rhéologie***

Comme l'an passé, quatre candidats ont déposé leur dossier pour le prix de thèse du GFR. La liste de ces candidats, ainsi que le titre de leur thèse et le nom du laboratoire où elle a été préparée sont indiqués ci-dessous. Comme d'habitude, chaque dossier a été examiné par deux rapporteurs et le choix final du jury présidé par Alain Ponton s'est fait lors d'une réunion du Conseil. Après discussions et délibération, le prix de thèse 2023 a été décerné à Michel Orsi. Les résumés des travaux de tous les candidats sont publiés dans les pages suivantes.

Michel ORSI, Université Côte d'Azur, Institut de Physique de Nice

*Simulation de suspensions non-browniennes concentrées frictionnelles et adhésives en écoulement linéaire ou non-linéaire*

Younes EL OMARI, Université Claude Bernard Lyon 1, Ingénierie des Matériaux Polymères

*Rhéologie interfaciale des polymères à l'état fondu : aspects expérimentaux et fondamentaux*

Nathan LAGNEAU, Université de Nantes, CHU Nantes, INSERM, UMR Médecine régénérative et squelette

*Conception d'hydrogels à la composition et aux propriétés mécaniques ajustables pour l'étude des interactions cellules-matériaux et l'amélioration de la thérapie cellulaire de l'arthrose*

Omar MOKHTARI, Institut de mécanique des fluides de Toulouse

*Écoulements de solutions de polymères en milieux poreux*



Michel Orsi recevant son prix de thèse (photo R. Castellani)

# Simulation de suspensions non-browniennes concentrées frictionnelles et adhésives en écoulement linéaire ou non-linéaire

Michel Orsi

*Université Côte d'Azur, CNRS, Institut de Physique de Nice (INPHYNI)*

Directeurs de thèse : François Peters, Laurent Lobry

**Résumé** : Je présente une méthode de simulation à l'échelle des particules pour les écoulements de suspensions non-browniennes à faible nombre de Reynolds, complétée par des corrections de lubrification invariantes par changement de référentiel. Après avoir validé la méthode, j'étudie le rôle de l'adhésion dans les suspensions frictionnelles et la migration induite par le cisaillement dans un écoulement de Poiseuille, en démontrant le bon comportement de l'approche numérique pour des écoulements non-linéaires.

**Mots-clés** : Rhéologie, Suspensions, Simulations, OpenFOAM, Adhésion, Friction, Ecoulements non-linéaires, Corrections de sous-maille, Lubrification, Migration, Méthode de domaine fictif.

[Abridged English version on the last page]

## 1. Introduction

Depuis une quinzaine d'années, une recherche très active a permis de mettre en évidence l'influence déterminante des interactions directes entre particules, notamment du contact frottant, sur les propriétés rhéologiques des suspensions non-browniennes [1]. Cependant, de nombreuses questions restent ouvertes quant à l'influence d'autres types d'interactions, telles que l'adhésion ou le frottement de roulement, en particulier dans le cas de particules plus souples [2].

Dans ce cadre, les simulations numériques à l'échelle des particules entièrement résolues constituent un instrument de choix : donnant un accès complet aux informations relatives au fluide et aux particules, elles jouent un rôle clé pour fournir toutes les quantités nécessaires et identifier les mécanismes pertinents. D'autre part, nécessitant des approximations limitées, elles jouent le rôle de méthodes de référence capables de valider d'autres méthodes plus légères mais plus approchées.

Cependant, ces méthodes nécessitent des corrections théoriques destinées à prendre en compte les écoulements entre particules proches que le solveur ne peut appréhender. Ces corrections sont connues dans le cas d'un écoulement ambiant linéaire, ce qui exclut en principe l'étude de problématiques importantes mettant en jeu des hétérogénéités de taux de déformation, comme la migration de particules, la resuspension ou la sédimentation.

Ma contribution dans ce domaine se situe à plusieurs niveaux, que je détaillerai dans les paragraphes qui

suivent. J'ai développé une version de la méthode des domaines fictifs (FDM) [3] dans l'environnement de calcul libre OpenFOAM. Afin que cette méthode puisse simuler des écoulements hétérogènes, j'ai déterminé les conditions théoriques nécessaires à la formulation des corrections sous-mailles indépendantes de l'écoulement ambiant. J'ai validé cette méthode par le calcul d'écoulements pertinents mettant en jeu de quelques particules à quelques milliers de particules [4]. J'ai ensuite appliqué cette nouvelle méthode à l'étude de deux problématiques : le cisaillement homogène de suspensions de particules frottantes et adhésives d'une part, la migration au sein d'une suspension de particules frottantes en écoulement de Poiseuille plan d'autre part.

## 2. La FDM sous OpenFOAM

Dans le cadre de la FDM [3], les équations de Navier-Stokes pour un fluide newtonien incompressible sont résolues dans l'ensemble du volume simulé. Une densité de force  $\lambda$  supplémentaire, appliquée dans le volume des particules, permet d'y imposer un mouvement de corps rigide. Elle reflète aussi les forces et les couples agissant sur les particules. Les deux sous-problèmes, fluide et particule, sont résolus de façon couplée et itérative. Pour cela, j'ai employé la boîte à outils OpenFOAM, qui utilise la méthode des volumes finis pour le calcul des écoulements, dans mon cas sur un maillage cartésien fixe afin d'accroître la rapidité du calcul. J'ai intégralement développé une nouvelle application adaptée aux systèmes étudiés dans ce travail [4]. J'ai porté une attention particulière à l'optimisation du code. Pour cela, il a été entièrement parallélisé en utilisant le

protocole MPI, ce qui permet de simuler des systèmes de grande taille avec un grand nombre de particules tout en gardant un coût de calcul limité.

### 3. Corrections sous-maîles et validations

Les corrections sous-maîles sont destinées à calculer théoriquement les forces associées à l'écoulement entre particules, quand la distance qui les sépare est inférieure à la taille d'une maille et auquel le solveur n'a pas accès [2, 4]. Sous leur forme habituelle, ces corrections font intervenir l'écoulement linéaire ambiant. Dans ce travail, j'ai déterminé les conditions requises pour éviter de considérer cet écoulement ambiant tout en conservant l'invariance par changement de référentiel, et j'ai bâti une matrice de correction de sorte que ces conditions soient intrinsèquement présentes. En effet, j'ai montré qu'il n'est pas possible de simplement négliger l'écoulement ambiant en gardant la matrice de résistance classique, car des forces parasites sont susceptibles d'être introduites dans le système.

Cette procédure généralise de façon rigoureuse l'utilisation de ces corrections aux écoulements non-linéaires pour lesquels le taux de cisaillement n'est pas uniforme, ni connu à l'avance. L'implémentation de ces corrections en est par ailleurs simplifiée [4].

### 4. Validations

La méthode a été validée pour diverses configurations d'écoulement de particules. Les validations académiques impliquant un petit nombre de particules dans des écoulements linéaires et non-linéaires avec diverses conditions aux limites montrent un excellent accord avec des calculs de référence très précis de la bibliographie. D'autre part, les quantités rhéologiques calculées pour une suspension de particules frottantes en cisaillement simple sont tout à fait cohérentes avec des résultats tirés de la bibliographie. Enfin, la cohérence mécanique locale de la méthode numérique a été démontrée dans le détail et les performances computationnelles ont été étudiées.

### 5. Le rôle de l'adhésion dans les suspensions frictionnelles

Malgré l'importance de cette question du point de vue expérimental [5,6], les études numériques consacrées à la simulation de suspensions adhésives sont peu nombreuses dans la littérature. J'ai donc modifié le modèle de contact en introduisant une composante attractive  $F_{adh}$ , et j'ai étudié le rôle de l'adhésion sur les quantités rhéologiques – en particulier, sur la viscosité – en faisant varier systématiquement l'intensité

de cette force adhésive, la fraction volumique, et le coefficient de frottement.

J'ai d'abord caractérisé la déplétion de particules aux parois et les bandes de cisaillement qui l'accompagnent, toutes deux observées à fraction volumique modérée et faible contrainte. Les mesures locales que je présente permettent une analyse fine des grandeurs rhéologiques. En l'absence de bandes de cisaillement, j'ai montré que la viscosité relative de la suspension est fonction à la fois de la fraction volumique  $\phi$  et de la contrainte de cisaillement  $\Sigma_{12}$ . La variation de la viscosité en fonction de ces deux paramètres (Fig. 1) est bien décrite via une fraction volumique de blocage  $\phi_j$ , à condition que celle-ci dépende de la contrainte sans dimension  $\sigma^* = \pi a^2 \Sigma_{12} / F_{adh}$ . L'importante variation de  $\phi_j$  en fonction de la contrainte est montrée sur l'insert de la Figure 1 pour trois valeurs du coefficient de frottement. Elle peut être interprétée comme la variation de la contrainte seuil en fonction de la fraction volumique [5, 6]. Cette courbe sépare le plan  $(\phi, \sigma^*)$  en deux régions : l'une à haute contrainte (ou basse fraction volumique) dans laquelle la suspension s'écoule et l'autre dans laquelle elle est bloquée.

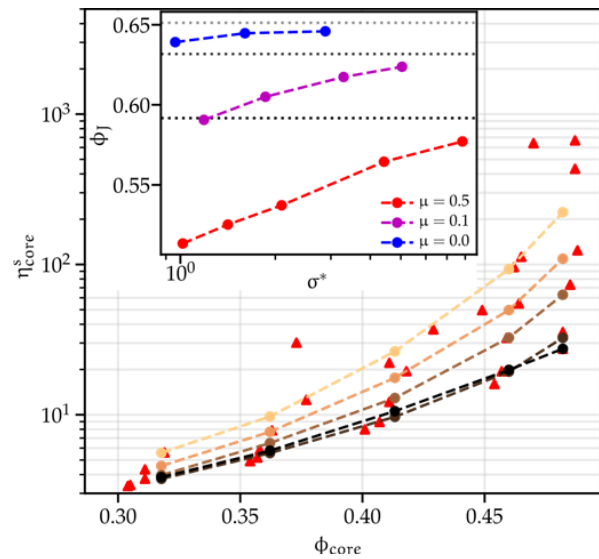


Figure 1. Viscosité réduite en fonction de la fraction volumique pour différentes valeurs de la contrainte réduite  $\sigma^*$ .  $\mu = 0,5$ . Insert : fraction volumique de blocage  $\phi_j$  en fonction de la contrainte réduite  $\sigma^*$  pour trois valeurs du coefficient de frottement.

### 6. Migration induite par le cisaillement dans un écoulement de Poiseuille plan

Dans la dernière partie de ma thèse, j'examine la migration des particules induite par le cisaillement dans un écoulement de Poiseuille plan caractérisé par un gradient de pression  $dP_0 / dx = -4\eta\bar{\gamma}_0 / L$ . Dans un



tel système, les particules migrent vers le centre du canal, ce qui entraîne le développement d'un gradient de concentration [7, 8]. Le profil de vitesse est donc hautement non-linéaire et instationnaire, à la fois en raison du gradient de pression et du gradient de concentration variant dans le temps, ce qui justifie l'utilisation de la méthode numérique présentée. Un des résultats intéressants de ce travail est l'apparition d'une région centrale où la fraction volumique de blocage, mesurée dans un écoulement de cisaillement simple, peut être dépassée (Fig. 2), et ce sur une région d'extension d'autant plus importante que la fraction volumique moyenne est importante.

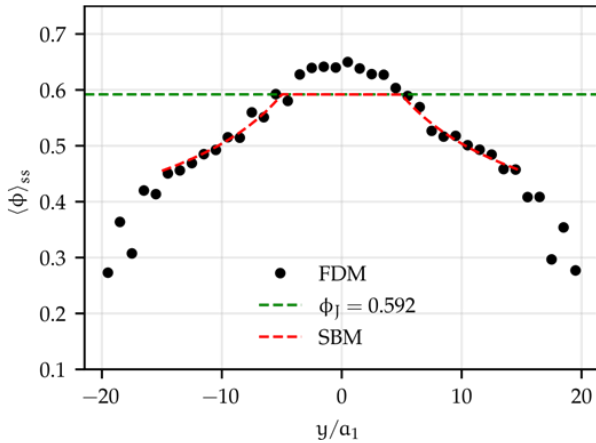


Figure 2. Profil stationnaire de fraction volumique à travers le canal pour  $\phi_0 = 0,5$  et  $\mu = 0,5$  ; comparaison entre les résultats numériques et le SBM.

Je compare sur la Figure 2 les résultats à une version modifiée du « Suspension Balance Model » (SBM) [9, 10], confirmant les limites bien connues de ce modèle dans la région centrale. De façon fondamentale et en préliminaire à l'étude locale des lois de transport particulaire caractérisant le SBM, j'ai montré que les contraintes moyennes, calculées localement, obéissent bien à la loi de conservation de la quantité de mouvement dans le canal. Ainsi la Figure 3 représente la contrainte normale totale dans la direction de l'épaisseur du canal,  $\hat{\Sigma}_{yy} = \Sigma_{yy} / \eta \dot{\gamma}_0$ , qui est bien uniforme. En revanche, un gradient de contrainte de contact existe au début de la migration, qui pousse les particules vers le centre, en accord avec le SBM. Ce gradient disparaît une fois que la migration est terminée.

## 7. Conclusion

Dans ce travail, j'ai implémenté la méthode FDM dans OpenFOAM et j'ai proposé et mis en œuvre une nouvelle formulation invariante par changement de référentiel des corrections sous-maillages permettant la prise en compte des écoulements de lubrification dans le cas d'écoulement non-linéaires. La méthode dans

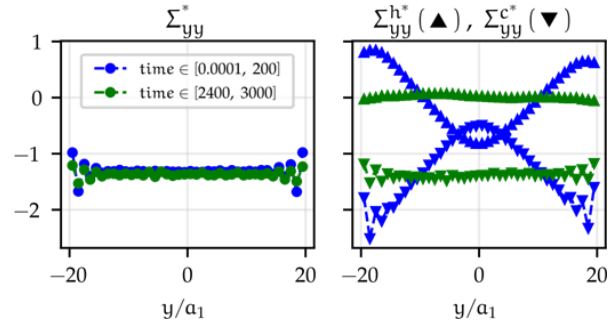


Figure 3. Contrainte normale réduite dans la direction de l'épaisseur du canal. (a) : contrainte totale. (b) : contributions hydrodynamiques et des forces de contact.

$\phi_0 = 0,5$ .  $a_1$  est le rayon des particules.

son ensemble a été validée en détail, et les deux applications étudiées ici, la rhéologie des suspensions de particules adhésives et la migration de particules dans un écoulement de Poiseuille, ont donné lieu à des résultats originaux en voie de publication.

Plus généralement, la méthode numérique présentée donne accès, de façon locale, à l'ensemble des contraintes d'origine hydrodynamique, y compris la pression, et résultant des forces interparticulaires, ainsi qu'aux grandeurs cinématiques (champ de vitesse, de flux de particules) et évidemment à la fraction volumique solide. Elle devrait donc se révéler un instrument numérique très performant pour l'étude de la migration et de la resuspension de particules, ou de la sédimentation, autant de types d'écoulement pour lesquels la suspension présente des hétérogénéités de fraction volumique et de taux de cisaillement. Elle permettra en particulier l'examen non seulement des lois constitutives locales de la suspension mais aussi des modèles de milieu continu utilisés pour décrire le transport des particules au sein d'une suspension cisailée. Un tel travail est en cours pour l'écoulement de Poiseuille présenté dans cet article.

## Références

- [1] Guazzelli É., Pouliquen O. Rheology of dense granular suspensions. *J. Fluid Mech.*, 852 (2018).
- [2] Gilbert, D., Valette, R., Lemaire, E. Impact of particle stiffness on shear-thinning of non-Brownian suspensions. *J. Rheol.*, 66, 161–176 (2022).
- [3] Gallier S., Lemaire E., Lobry L., Peters F. A fictitious domain approach for the simulation of dense suspensions. *J. Comput. Phys.*, 256, 367–387 (2014).
- [4] Orsi M., Lobry L., Peters F. Frame-invariant sub-grid corrections to the Fictitious Domain Method for the simulation of particulate suspensions in nonlinear flows using OpenFOAM. *J. Comput. Phys.*, 474, 111823 (2023).
- [5] Kim S., Karrila S.J. *Microhydrodynamics: Principles and Selected Applications*. Butterworth, Boston (1991).

- [6] Zhou J.Z.Q., Uhlherr R.H.T., Luo F.T. Yield stress and maximum packing fraction of concentrated suspensions. *Rheol. Acta*, 34, 544-561 (1995).
- [7] Richards J.A., Guy B.M., Blanco E. The role of friction in the yielding of adhesive non-Brownian suspensions. *J. Rheol.*, 64, 405 (2020).
- [8] Lyon M.K., Leal L.G. An experimental study of the motion of concentrated suspensions in two-dimensional channel flow. Part 1. Monodisperse systems. *J. Fluid Mech.*, 363, 25-56 (1998).
- [9] Yeo K., Maxey M.R. Numerical simulations of concentrated suspensions of monodisperse particles in a Poiseuille flow. *J. Fluid Mech.*, 682, 491-518 (2011).
- [10] Lhuillier D. Migration of rigid particles in non-Brownian viscous suspensions. *Phys. Fluids*, 21, 023302 (2009).
- [11] Nott P.R., Guazzelli E., Pouliquen O. The suspension balance model revisited. *Phys. Fluids*, 23, 043304 (2011).

### [Abridged English version]

#### Simulation of concentrated non-Brownian frictional and adhesive suspensions in linear and nonlinear flows

I present a particle-scale simulation method for non-Brownian suspension based on the Fictitious Domain Method and supplemented by sub-grid lubrication corrections. Sub-grid corrections classically involve the underlying linear flow. The conditions required to avoid considering this ambient flow while keeping frame indifference are determined, and a correction matrix is built such that the mentioned conditions inherently hold. This procedure extends the correct use of such sub-grid corrections to nonlinear flows. The method is validated against several particle-flow configurations. Then, I study the role of adhesive forces in frictional suspensions, by varying both the intensity of adhesion and the volume fraction and for three values of the friction coefficient: I show that the relative viscosity of the suspension is a function of both volume fraction  $\phi$  and shear stress  $\Sigma_{12}$ . The variation of the viscosity with these two parameters may be understood in the usual frame of suspension jamming provided that the jamming volume fraction now depends on the dimensionless suspension stress  $\sigma^* = \pi a^2 \Sigma_{12} / F_{adh}$  that involves the adhesive force  $F_{adh}$  between particles and their radius  $a$  (Fig. 1). The variation of the jamming volume fraction with stress may be interpreted as the variation of the yield stress with volume fraction. This curve separates the plane  $(\phi, \sigma^*)$  into two regions: one in which the suspension flows and the other in which it jams. I continue by investigating the shear-induced particle migration in a pressure-driven channel suspension flow. In such a system, particles are driven toward the channel center, resulting in a volume fraction gradient across the channel and a plug region where the jamming volume fraction as measured in shear flow may be exceeded (Fig. 2). The flow profile is thus highly nonlinear, both due to the pressure gradient and the time-varying concentration gradient, which justifies the use of the present numerical method. I compare the results to a modified version of the Suspension Balance Model (SBM), confirming the well-known limits of such a model in the plug region. Finally, I show that the computed stresses obey the usual momentum balance in the channel, and that particle migration is connected to contact stress gradient, in agreement with the SBM (Fig. 3). The good behavior of the present numerical method when nonlinear flows are tackled is thus confirmed, which makes it possible to consider locally probing the relationship between particle flux and stress gradient, on which the SBM is based.



# Rhéologie interfaciale des polymères à l'état fondu : aspects expérimentaux et fondamentaux

Younès El Omari

Université de Lyon, CNRS, UMR 5223, Ingénierie des Matériaux Polymères, Université Claude Bernard Lyon 1, INSA Lyon, Université Jean Monnet, 69621 Villeurbanne Cedex

Directeur de thèse : A. Maazouz

**Résumé :** Les travaux de thèse portent sur la rhéologie interfaciale en cisaillement et en dilatation/compression de systèmes polymères fondus. Dans un premier temps, notre choix a porté sur l'étude de systèmes modèles à base de PIB (poly(isobutylène)) et PDMS (poly(diméthylsiloxane)). Ces polymères présentent l'avantage d'être liquides à température ambiante. Les propriétés de surface et d'interface ont été sondées à l'aide d'une nouvelle cellule interfaciale développée pendant ce projet. Elle présente l'avantage de réaliser des mesures à des températures élevées pouvant atteindre 200°C. L'effet de la masse molaire et de la température sur les propriétés interfaciales a été étudié selon les régimes, permanent et oscillatoire. Ces études ont été transposées ensuite à celles des polymères semi-cristallins fondus tels que le PEG (poly(éthylène glycol)) et le PCL (poly(caprolactone)). Dans un deuxième temps, nous avons étudié et analysé les propriétés rhéologiques interfaciales en élongation des systèmes modèles, au moyen de la rhéologie interfaciale en dilatation/compression en utilisant la méthode de la goutte pendante oscillante. En outre, la relaxation des surfaces/interfaces a été sondée par la méthode de « pulse », d'une part, et en utilisant un rhéomètre extensionnel à rupture capillaire (CaBER), d'autre part. Les grandeurs rhéologiques interfaciales en élongation/compression des systèmes modèles de différentes masses molaires et à différentes températures ont été obtenues. Elles ont ensuite été comparées à celles mesurées en cisaillement et analysées selon le rapport de Trouton interfacial. Dans la dernière partie de la thèse, nous avons montré que la rhéologie interfaciale en cisaillement permet de sonder les réactions chimiques aux interfaces d'un système polymère réactif fondu : PEGMA (polyéthylène greffé anhydride maléique)/PDMS-(PropNH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>, (poly(diméthylsiloxane) avec des groupements terminaux amino propyle). En outre, l'étude de la tension interfaciale dynamique a permis le suivi de la cinétique de la réaction interfaciale des systèmes réactifs de différentes masses molaires et à différentes températures. Enfin, les études de rhéologie interfaciale s'avèrent très pertinentes pour sonder *in-situ* les interfaces et/ou interphases de systèmes polymères liquides. Les méthodologies ainsi établies et utilisées sont très innovantes et font sauter des verrous scientifiques et technologiques majeurs dans le domaine de la rhéologie interfaciale.

**Mots-clé :** Polymères fondus, Surface, Interface, Rhéologie interfaciale, Bicône, Goutte pendante oscillante, CaBER.

## 1. Positionnement et objectifs de la thèse

L'étude des systèmes polymère/polymère couvre actuellement une grande partie des travaux de recherche, académique et industrielle. Ces systèmes peuvent être des mélanges de polymères, des films multicouches coextrudés, des mousses ou des émulsions. La compréhension des propriétés aux interfaces est donc indispensable pour contrôler les propriétés finales qui en découlent (mécaniques, thermiques, etc.).

Selon la littérature [1, 2], les interfaces polymère-polymère à l'état fondu sont caractérisées habituellement par des mesures de la tension interfaciale ou via des méthodes indirectes fondées sur la rhéologie oscillatoire 3D, appliquées sur des sandwichs polymère/polymère. Cependant, les grandeurs physiques caractéristiques des propriétés interfaciales obtenues par ces méthodes indirectes sont toujours sujettes à débat et pourraient présenter une large barre d'erreur

relative à la grandeur physique obtenue, mettant en doute la fiabilité des résultats.

L'objectif majeur de ces travaux de thèse consiste en l'étude des aspects théoriques et expérimentaux de la rhéologie interfaciale, en utilisant des méthodes directes pour sonder les interfaces de systèmes polymère/polymère à l'état fondu.

Jusqu'à maintenant, la rhéologie interfaciale est utilisée pour étudier les surfaces et les interfaces, appliquée à différents domaines tels que la biologie, la pharmacie ou la pétrochimie...[3-5]. De telles études sont menées à la température ambiante sur des systèmes de faible viscosité. Les questions principales que nous nous sommes posées dès le départ sont les suivantes : *Peut-on utiliser la rhéologie interfaciale pour sonder des interfaces de polymères viscoélastiques à hautes températures ? Ceci demande-t-il un développement des moyens de mesure ? Est-ce que la rhéologie interfaciale peut mettre en*

*évidence des phénomènes interfaciaux tels que la diffusion et la réaction aux interfaces ?*

La réponse à ces questions a nécessité la mise en place de méthodologies originales, qui consistent en l'étude des propriétés rhéologiques interfaciales, d'une part, la modélisation du lien étroit avec les autres paramètres physiques sous-jacents (viscosité, tension de surface, tension interfaciale, etc.) [6], d'autre part.

## 2. Résultats majeurs

### 2.1 Méthodologies expérimentales

Au cours d'un procédé de transformation, l'interface est souvent sollicitée mécaniquement (cisaillement ou compression/élongation) à l'état fondu. L'objectif de cette étude est de comprendre la réponse rhéologique des interfaces suite à une déformation.

En préliminaire, le développement/adaptation des techniques de mesure (actuelles) de la rhéologie interfaciale pour les systèmes polymères à l'état liquide a été soigneusement mis en œuvre. L'étude des interfaces en cisaillement a nécessité le développement d'une nouvelle cellule de mesure sous forme de bicone, afin de réduire l'inertie de la géométrie et pouvant chauffer jusqu'à 200°C.

En outre, la détermination des propriétés interfaciales élongationnelles a nécessité l'adaptation de la méthode de la goutte pendante/montante. D'une part, cette méthode permet de mesurer la tension de surface et interfaciale en régime statique. D'autre part, la viscosité et l'élasticité interfaciale en régime dynamique oscillatoire peuvent également être déterminées.

Par ailleurs, la mise en exergue des phénomènes interfaciaux des systèmes polymères à l'état fondu, notamment la diffusion interfaciale ou la réaction chimique aux interfaces, a nécessité le choix de systèmes polymères adaptés :

- Etude des surfaces/interfaces dites « vierges » sans présence de groupements chimiques réactifs aux interfaces, menée sur deux grandes familles de polymères :
  - des polymères fluides modèles à base de PDMS (Poly(DiméthylSiloxane)) et de PIB (Poly(IsoButène)) de différentes masses molaires ont été étudiés à température ambiante.
  - des systèmes polymères thermoplastiques semi-cristallins à base de PCL (PolyCaproLactone) et de PEG (Poly(Ethylène Glycol)) de différentes viscosités ont été sélectionnés. Ces derniers présentent

l'avantage d'avoir des températures de fusion modérées et stables thermiquement.

- Etude des interfaces polymère/polymère fonctionnalisés pouvant réagir chimiquement aux interfaces. Tel est le cas, entre le Poly(DiMéthyl Siloxane, terminé Amino Propyle) et le PEGMA. L'effet de la température et la masse molaire sur les propriétés interfaciales a été mise en évidence.

### 2.2 Résultats et discussions

#### 2.2.1. Etude de la rhéologie interfaciale en cisaillement de systèmes polymères fondus : effet de la masse molaire et de la température sur les propriétés interfaciales

Les interfaces PIB-PDMS ainsi que les surfaces air-PDMS et air-PIB ont été étudiés. L'anneau à double parois DWR a été utilisé pour sonder les interfaces entre les sous-phases de faibles valeurs de viscosités allant jusqu'à 3 Pa.s, tandis que le bicone a été employé pour étudier les autres interfaces de systèmes ayant des viscosités pouvant aller jusqu'à 300 Pa.s.

Les effets de la masse molaire et de la température sur les propriétés des surfaces (viscosités et modules viscoélastiques) ont été évalués. L'augmentation de la température provoque une diminution de la viscosité de surface. Cette dernière augmente à son tour avec la viscosité de « bulk » selon une loi polynomiale. Dans le cas des systèmes air-polymère, la surface est formée à partir du volume « bulk », elle est composée de chaînes macromoléculaires avec une conformation spécifique en contact avec les molécules d'air. En effet, les propriétés du volume (bulk) peuvent avoir des effets sur les propriétés des surfaces [7].

Dans le cas des interfaces PIB/PDMS, il a été démontré que la viscosité interfaciale augmente avec celle du « bulk ». Pour les interfaces de deux polymères de masses molaires moyennes ou faibles, l'augmentation de la température conduit à une diminution de la viscosité interfaciale. Cependant, l'augmentation de la température conduit à une augmentation de la viscosité interfaciale des interfaces des polymères de masses molaires élevées. Aussi, la diffusion des chaînes du PIB vers le PDMS à travers l'interface est d'autant plus rapide que la température augmente. Ceci est en accord avec la littérature, les chaînes de PIB sont plus courtes (oligomères donc plus mobiles) et peuvent diffuser vers le PDMS à travers l'interface. Dans ce cas, on parle d'une interface dynamique [7].

#### 2.2.2. Etude de la rhéologie interfaciale en dilatation des systèmes polymères fondus : effet de la masse molaire et de la température sur les propriétés interfaciales.

La tension de surface/interfaciale statique a été déterminée via la méthode de la goutte pendante. Dans ce travail, les effets de la gravité, d'inertie et de viscosité (nombres de Bond, Weber et capillaire) ont

été soigneusement vérifiés afin de réaliser correctement ces mesures de dilatation/compression pour chaque système PIB/PDMS à différentes températures.

a) Etudes des propriétés interfaciales en régime statique et dynamique : on a constaté que la tension interfaciale entre le PDMS et le PIB diminue avec la diminution de leur masse molaire moyenne. D'autre part, il a été observé que la tension interfaciale diminue avec l'augmentation de la température. Ceci pourrait être expliqué par la diffusion des chaînes de PIB vers l'interface, se comportant dans ce cas comme des tensioactifs qui baissent la tension interfaciale. Ce phénomène est apparu à partir d'une masse molaire moyenne en masse spécifique des sous-phases, et accéléré par l'augmentation de la température.

La rhéologie interfaciale en dilatation a démontré l'absence du module de perte interfacial pour tous les systèmes PIB/PDMS. Il est utile de mentionner que, dans notre cas, les interfaces sondées sont vierges (pas de particules ou de surfactants présents sur l'interface), ce qui induit des valeurs d'angle de phase très faibles entre les oscillations de l'aire interfaciale et les variations de la tension interfaciale [7].

b) Etude de la relaxation des surfaces / interfaces avec la méthode des « pulses » et la technique « CaBER » : dans cette partie, les temps caractéristiques de relaxation ont été déterminés par ajustement par un modèle exponentiel étiré de la variation de la tension de surface/interfaciale suite à une déformation (Pulse) ainsi que l'évolution du diamètre du filament du polymère (CaBER).

Dans le cas des interfaces PDMS/PIB, les temps de relaxation interfaciale caractéristiques augmentent avec la viscosité des phases coexistantes. En revanche, ils diminuent avec l'augmentation de la température. De plus, les temps de relaxation interfaciale sont plus élevés que ceux des surfaces. Ce phénomène peut être expliqué par les degrés de liberté élevés des chaînes macromoléculaires à la surface par rapport aux interfaces. La relaxation des systèmes PIB/PDMS ayant une grande viscosité à basses températures était lente, le temps de relaxation tend vers une valeur infinie. Ce phénomène pourrait être expliqué par la viscosité élevée de ces polymères.

La variation des temps de relaxation élongationnelle avec la température pour toutes les viscosités apparentes des phases coexistantes a été déterminée. Il a été clairement observé que les temps de relaxation élongationnelle relatifs au PIB et au PDMS augmen-

tent avec la masse molaire moyenne en masse et diminuent avec la température [8].

On a pu constater que les temps de relaxation extensionnelle obtenus à partir des mesures CaBER sont très proches des temps de relaxation dilatationnelle obtenus avec la méthode « pulse » (plusieurs secondes dans les deux cas, en fonction de la viscosité et de la masse molaire moyenne en masse du polymère). On pense alors que la migration des chaînes courtes de la surface vers la masse/volume « bulk » lors de l'amincissement est préférentielle. Ce phénomène se manifeste de la même manière pour le filament de polymère que pour la goutte montante ou pendante [8].

Nous avons également analysé l'évolution des viscosités newtoniennes obtenues par la rhéologie interfaciale en cisaillement (bicône) et celle des temps de relaxation élongationnelle déterminés par le test de relaxation par la méthode de « pulse ». On remarque que les viscosités de surface augmentent avec le temps de relaxation élongationnelle. Cette dépendance suit une loi de type puissance. L'existence d'une relation directe entre les propriétés interfaciales en cisaillement et les propriétés en élongation dans nos systèmes air/PIB et air/PDMS est alors plausible. Elle est décrite généralement par un rapport de Trouton interfacial ou de surface [8].

### *2.2.3. Rhéologie interfaciale utilisée comme sonde du suivi de la réaction chimique in situ aux interfaces de systèmes polymères fondus : effet de la masse molaire et de la température*

Grâce à la rhéologie interfaciale en cisaillement et aux mesures de la tension interfaciale, l'effet de la masse molaire et de la température sur la réaction interfaciale à l'état fondu a été investigué. La cinétique de ce processus est contrôlée par la dualité diffusion/réaction chimique et peut être affectée par la température et la viscosité des espèces réactives. Dans notre cas, la formation d'une interphase se traduit par une rigidification de l'interface (caractère viscoélastique). Ce phénomène se traduit par une augmentation du couple ou de la viscosité interfaciale mesurés. Pour les systèmes réactifs, la viscosité interfaciale augmente puis atteint un palier. La vitesse à laquelle on atteint ce palier dépend de la température et de la masse molaire. La cinétique de la réaction chimique interfaciale est d'autant plus lente que la température est basse et que la masse molaire moyenne en masse est élevée [9].

La variation de la tension superficielle/interfaciale dans le temps est principalement le résultat de phénomènes interfaciaux, tels que l'adsorption ou la désorp-

tion d'une entité à l'interface, qui conduira à une diminution (adsorption) ou une augmentation (désorption) de la tension superficielle/interfaciale. Nous avons ainsi mesuré l'évolution de la tension interfaciale pendant le temps où le volume de la goutte est constant.

Pour les interfaces réactives PDMS-(PropNH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>/PEgMA, la tension interfaciale a diminué, tendant vers une valeur faible. Ceci est lié à la diffusion de chaînes courtes vers les interfaces, suivie d'une réaction chimique. Ces deux processus se poursuivent jusqu'à saturation de l'interface par la formation d'une couche interfaciale (copolymère) responsable de la réduction de la tension interfaciale et permettant la compatibilisation des deux phases coexistantes. La cinétique de la dualité diffusion/réaction est devenue plus rapide après l'augmentation de la température. Néanmoins, elle diminue après l'augmentation de la masse molaire de PDMS-(PropNH<sub>2</sub>)<sub>2</sub> car les macromolécules deviennent plus longues. Par conséquent, la diffusion/réaction pourrait être plus lente [9].

### 3. Conclusions et perspectives

Ce travail a permis d'étudier les interfaces polymère/polymère à l'état fondu en utilisant des approches originales de la rhéologie interfaciale. Il s'agit de méthodes directes pour sonder les interfaces et les surfaces des systèmes polymères multiphasés. Les surfaces/interfaces sont libres, avec et sans réaction chimique interfaciale. Le développement d'outils et de méthodologies de mesure a permis de mettre en évidence des phénomènes interfaciaux tels que

l'interdiffusion et la réaction chimique. De plus, le couplage de cet outil avec les mesures de la tension interfaciale/de surface peut conduire à une meilleure maîtrise des propriétés interfaciales.

Récemment, diverses études menées au laboratoire IMP@INSA ont montré que les liquides ioniques (IL) jouent le rôle d'agents structurant, compatibilisant ou réactif lors de leurs mélanges avec différentes matrices polymères (thermoplastiques et thermodurcissables). Les outils de rhéologie interfaciale développés dans cette thèse seront appliqués à cette nouvelle thématique consacrée à ces systèmes polymères multiphasés particuliers afin d'étudier les interactions ioniques aux interfaces entre les polymères et les IL.

### 4. Références bibliographiques

- [1] Macosko et al., *Progr. Polym. Sci.* (2005).
- [2] Xie et al., *Europ. Polym. J.* (2005).
- [3] Rühs et al., *PLoS One*, 8 (2013).
- [4] Van Hooghten et al., *Langmuir* (2017).
- [5] Maldonado-Valderrama et al., *Current Opin. Colloid Interf. Sci.* (2010).
- [6] El Omari et al., *Polymers*, 14, 2844 (2022).
- [7] El Omari et al., *Polym. Test.*, 101, 107280 (2021).
- [8] El Omari et al., *Rheol. Acta*, 61, 613–636 (2022).
- [9] El Omari et al., *Mat. Today Com.*, 35, 105640 (2023).

# Conception d'hydrogels à la composition et aux propriétés mécaniques ajustables pour l'étude des interactions cellules-matériaux et l'amélioration de la thérapie cellulaire de l'arthrose

Nathan Lagneau

Nantes Université, Oniris, CHU Nantes, INSERM, Regenerative Medicine and Skeleton, RMeS,  
UMR 1229, 44000, Nantes

Directeurs de thèse : Yves Maugars, Vianney Delplace

**Résumé :** En raison de leur capacité à sécréter divers agents thérapeutiques, les cellules stromales mésenchymateuses (CSMs), constituent un outil thérapeutique prometteur pour le traitement de l'arthrose. Afin d'améliorer leur délivrance, les CSMs sont souvent combinées avec des biomatériaux injectables tels que les hydrogels. Cependant, l'influence de leurs propriétés mécaniques et biochimiques sur les propriétés de sécrétion des CSMs reste mal connue. Dans ce contexte, nous avons développé des hydrogels aux propriétés mécaniques et biochimiques ajustables afin d'étudier indépendamment l'influence de ces paramètres sur le secrétome des CSMs. Pour cela, deux stratégies de réticulations distinctes ont été développées, permettant séparément l'étude de l'influence de la rigidité et de la viscoélasticité. Ces stratégies ont été appliquées à différents polysaccharides pour permettre l'évaluation de l'influence de la nature du polymère sur les propriétés de sécrétion des CSMs. Enfin, ces hydrogels ont été fonctionnalisés par des peptides biomimétiques pour étudier leur influence sur la sécrétion des CSMs. L'ensemble de nos résultats a révélé un effet important de la viscoélasticité et de la présence d'acide hyaluronique sur la sécrétion par les CSMs de facteurs potentiellement anti-arthrosiques. Ces travaux ouvrent la voie à la conception rationnelle d'hydrogels injectables pour l'amélioration de l'efficacité thérapeutique de thérapies à base de CSMs pour le traitement de l'arthrose.

**Mots-clés :** Arthrose, Thérapie cellulaire, Hydrogels, Chimie click, Chimie bioorthogonale, Interactions cellules-matériaux, Viscoélasticité, Acide hyaluronique

[Abridged English version on last page]

## 1. Introduction

L'arthrose est la maladie articulaire la plus fréquente, handicapant environ dix millions de personnes en France. Du point de vue physiopathologique, l'arthrose est une maladie dégénérative présentant de multiples facettes et qui atteint l'ensemble des tissus des articulations mobiles. Elle se manifeste essentiellement par une dégradation du cartilage articulaire, une inflammation de la membrane synoviale, une sclérose de l'os sous-chondral, ainsi que la formation d'ostéophytes (excroissances osseuses). Malgré d'importantes répercussions socioéconomiques, il n'existe toujours pas de traitement curatif, ni de traitement permettant de retarder la progression de l'arthrose.

En raison de leur capacité à sécréter divers agents thérapeutiques, tels que des facteurs anti-inflammatoires, anti-fibrotiques et anti-apoptotiques, les cellules stromales mésenchymateuses (CSMs) constituent un outil thérapeutique prometteur pour le

traitement de l'arthrose. Malgré des résultats cliniques encourageants (*e.g.*, diminution de la douleur, amélioration de la mobilité), l'injection intra-articulaire de CSMs souffre de certaines limites, notamment une mortalité cellulaire importante suite à l'injection des cellules, ou encore la potentielle fuite des cellules hors du site d'injection. L'encapsulation de CSMs dans un hydrogel injectable est aujourd'hui envisagée pour améliorer la thérapie cellulaire de l'arthrose, facilitant ainsi la délivrance des CSMs et leur rétention, et fournissant un environnement favorable pour leur survie au sein de l'articulation.

Longtemps envisagés comme de simples supports injectables, les hydrogels se révèlent aujourd'hui comme l'une des clés pour l'amélioration de l'efficacité de la thérapie cellulaire. En effet, de récentes études *in vitro* ont montré l'importance des propriétés mécaniques (*e.g.*, rigidité, viscoélasticité) et biochimiques (*e.g.*, présence de peptides biomimétiques) des hydrogels sur le comportement et les fonctions biologiques des CSMs. Cependant, parmi

ces récents travaux, seuls quelques-uns se sont intéressés à l'influence des interactions cellules-matériaux sur les facultés de sécrétion des CSMs. De plus, il reste encore difficile à ce jour d'étudier indépendamment l'influence des différents paramètres physicochimiques des hydrogels sur le comportement cellulaire.

C'est dans ce contexte qu'a été réalisé ce travail de thèse, ayant pour objectif d'étudier l'influence des interactions cellules-matériaux sur le secrétome des CSMs, ouvrant ainsi la voie à la conception rationnelle d'hydrogels pour l'amélioration de la thérapie cellulaire de l'arthrose. Pour cela, des hydrogels stables, cytocompatibles et à la composition et aux propriétés mécaniques ajustables ont été développés. Cette plateforme a par la suite été utilisée pour étudier l'influence de la composition (*i.e.*, nature du polymère, présence de peptides biomimétiques) et des propriétés mécaniques (*i.e.*, rigidité, viscoélasticité) sur les propriétés de sécrétion des CSMs en conditions pro-inflammatoires.

## 2. Résultats

### 2.1 Développement d'une plateforme d'hydrogels à la composition et aux propriétés mécaniques ajustables

Du fait de leur modularité et de leur faculté à reproduire les propriétés physicochimiques et biochimiques du microenvironnement cellulaire, les hydrogels sont particulièrement utilisés pour la conception de matrices extracellulaires (MEC) synthétiques. Cependant, ces propriétés sont souvent indissociables et les outils disponibles à ce jour ne permettent pas d'étudier leur influence sur le comportement cellulaire de façon indépendante. Dans ce contexte, nous avons tout d'abord envisagé de développer une plateforme d'hydrogels avec des propriétés mécaniques et biochimiques ajustables de façon indépendante. En plus de ces propriétés ajustables et afin de favoriser leur utilisation par le plus grand nombre, nous avons développé cette plateforme en prenant en compte des considérations pratiques (*e.g.*, facilité de synthèse, facilité de stérilisation) et des caractéristiques indispensables pour la culture cellulaire 3D (*e.g.*, cytocompatibilité, stabilité, absence de gonflement). Pour cela, deux stratégies de réticulations distinctes considérées comme click et bioorthogonales ont été envisagées afin d'étudier séparément l'influence de la rigidité et de la viscoélasticité : (i) la cycloaddition entre un azoture et un alcyne pour la conception d'hydrogels élastiques ; (ii) la formation d'esters de boronate permettant la production d'hydrogels viscoélastiques.

L'utilisation de la première stratégie de réticulation a permis la formation d'hydrogels covalents, caractérisés par un temps de gélification et une rigidité. En criblant de nombreux paramètres (*e.g.*, concentration, masse molaire, substitution du polymère), nous avons pu montrer que moduler la masse molaire, la substitution et la densité de réticulation permettait d'ajuster le temps de gélification entre 1 et 15 min. De manière intéressante, nous avons constaté que la rigidité des hydrogels était uniquement fonction de la densité de réticulation, permettant la formation d'hydrogels entre 0,5 et 45 kPa. L'influence de ces mêmes paramètres sur la stabilité des hydrogels a également été évaluée. La concentration en polymère ainsi que la densité de réticulation se sont révélées être les deux facteurs déterminants contrôlant la stabilité des hydrogels. Ainsi, cette stratégie de réticulation a permis la conception d'hydrogels stables, aux propriétés mécaniques modulables.

La formation d'esters de boronate a permis la formation d'hydrogels dynamiques covalents. Du fait du caractère réversible des liaisons, ces hydrogels montrent des propriétés viscoélastiques, sont rhéofluidifiants et auto-réparants. Un criblage systématique de l'influence de plusieurs paramètres sur les propriétés mécaniques des hydrogels a permis de concevoir deux hydrogels dynamiques covalents stables pendant au moins deux mois, présentant des modules d'élasticité  $G'$  distincts ( $\approx 0,1$  kPa VS  $\approx 1$  kPa) et des temps de relaxation de  $\approx 40$  s et  $\approx 130$  s.

Ces deux stratégies de réticulation ont été appliquées à différents polysaccharides, tels que l'acide hyaluronique (AH), l'alginate et la chondroïtine sulfate, nous permettant d'obtenir des hydrogels aux propriétés mécaniques similaires mais de compositions différentes. La composition des hydrogels a également pu être davantage ajustée grâce à la fonctionnalisation des hydrogels avec des peptides biomimétiques (*e.g.*, RGD, HAVDI).

Pour conclure, en utilisant deux stratégies de réticulations distinctes, nous avons pu concevoir des hydrogels stables *in vitro* et *in vivo*, cytocompatibles, et présentant des propriétés mécaniques et biochimiques ajustables. Ces hydrogels nous ont permis d'envisager d'étudier l'influence de diverses interactions cellules-matériaux sur les fonctions biologiques des CSMs et leurs propriétés de sécrétion en particulier.

### 2.2 Etude de l'influence des interactions cellules-matériaux sur les propriétés de sécrétion des CSMs

Le comportement des CSMs est connu pour être dé-

pendant de la composition et des propriétés mécaniques de la MEC. Bien que l'influence de ces propriétés sur la survie et la différenciation des CSMs ait fait l'objet de nombreuses études, leur effet sur les propriétés de sécrétion des CSMs est encore mal connu. Dans ce contexte, nous avons utilisé la plateforme d'hydrogels nouvellement développée afin d'étudier l'influence de nouvelles propriétés mécaniques et biochimiques sur la sécrétion de facteurs potentiellement « anti-arthrosiques ». Nous avons notamment étudié l'influence de la rigidité, de la viscoélasticité, de la nature du polymère et celle de peptides biomimétiques sur les propriétés de sécrétion des CSMs. Pour cela, des CSMs dérivées du tissu adipeux ont été encapsulées dans les différents hydrogels optimisés, puis ont été stimulées avec des cytokines pro-inflammatoires. Après trois jours de culture, nous avons dosé la concentration de nombreux facteurs potentiellement « anti-arthrosiques » dans le surnageant.

Tout d'abord, concernant l'influence des propriétés mécaniques de la MEC, nous n'avons pas observé de différence de sécrétion entre un hydrogel élastique de 1 kPa et un de 5 kPa. Contrairement à la rigidité, la viscoélasticité a montré une influence sur la sécrétion des CSMs. En effet, en comparant un hydrogel élastique et un hydrogel viscoélastique aux modules d'élasticité  $G'$  proches, nous avons constaté une augmentation significative de la sécrétion de nombreux facteurs (*i.e.*, HGF, PGE2, bFGF) lorsque les CSMs ont été encapsulées dans un hydrogel viscoélastique.

Afin d'évaluer l'influence de la composition de la MEC, des CSMs ont été encapsulées dans des hydrogels composés d'AH ou d'alginate mais présentant des modules  $G'$  (1 Hz) de 1 kPa. En encapsulant les CSMs dans un hydrogel à base d'AH, nous avons pu observer l'augmentation significative de la sécrétion de plusieurs facteurs (*i.e.*, PGE2, bFGF) par rapport à un hydrogel à base d'alginate, ainsi qu'une tendance à l'augmentation de la sécrétion d'HGF. Enfin, nous avons également évalué l'influence de l'immobilisation du peptide HAVDI dans un hydrogel sur la sécrétion des CSMs. Ce peptide, dérivé de la N-cadhérine, permet de mimer les interactions cellules-cellules et pourrait permettre d'augmenter la sécrétion de nombreuses cytokines. Cependant, dans notre étude, nous n'avons pas montré de différence suite au greffage chimique du peptide HAVDI dans l'hydrogel. Pour conclure, au cours de ces travaux, nous avons étudié l'influence des interactions cellules-matériaux sur la sécrétion des CSMs en conditions pro-inflammatoires et mis en évidence le rôle de la viscoélasticité et de la présence d'AH pour l'augmen-

tation des propriétés de sécrétion des CSMs.

## 2.3 Vers une thérapie cellulaire assistée par un hydrogel pour le traitement de l'arthrose

L'étude des interactions cellules-matériaux a permis de mettre en évidence l'avantage d'un hydrogel d'AH viscoélastique pour améliorer le potentiel thérapeutique des CSMs. Pour confirmer l'intérêt de cette formulation, une étude préliminaire a été mise en place afin d'évaluer l'effet du secrétome des CSMs encapsulées dans un hydrogel sur la polarisation de macrophages. En effet, il a été montré que la polarisation de macrophages (M0) en macrophages anti-inflammatoires (M2) favorise la régénération des tissus et l'atténuation de l'inflammation. L'inflammation représentant une partie importante du processus pathologique de l'arthrose, favoriser la polarisation des macrophages vers un phénotype M2 constitue un élément important du traitement.

Les macrophages cultivés en présence de surnageant de CSMs encapsulées dans notre hydrogel ont montré de faibles niveaux d'expressions d'*IL-6*, de *TNF- $\alpha$* , d'*IL-1 $\beta$*  et de *CD206*, mais une forte expression d'*IL-10*. Cette faible expression de gènes pro-inflammatoires et la forte expression d'un gène anti-inflammatoire suggère la polarisation des macrophages vers un phénotype M2 et confirme l'intérêt d'un hydrogel viscoélastique à base d'AH. Suite à ce résultat prometteur, nous avons mis en place une étude *in vivo* dans un modèle d'arthrose post-traumatique chez le lapin, visant à évaluer l'efficacité thérapeutique de CSMs encapsulées dans un hydrogel injectable à la composition et aux propriétés viscoélastiques ajustées. Les résultats de cette étude sont en cours d'analyse.

## 3. Conclusion

Au cours de ce travail, nous avons développé une plateforme d'hydrogels à la composition et aux propriétés mécaniques ajustables afin d'étudier indépendamment l'influence de ces paramètres sur le potentiel de sécrétion des CSMs. Pour cela, deux types d'hydrogels ont été développés en utilisant deux stratégies de réticulations distinctes : une méthode de réticulation covalente et une méthode de réticulation dynamique covalente. Les deux types d'hydrogels obtenus sont cytocompatibles et ont été optimisés pour être stables *in vitro* et *in vivo*, tout en présentant des propriétés mécaniques et biochimiques ajustables. Cette plateforme d'hydrogels a par la suite été utilisée pour étudier l'influence des interactions cellules-matériaux sur le secrétome des CSMs. Parmi les paramètres étudiés, nous avons montré que la viscoélasticité et la présence d'AH favorisent la

sécrétion de nombreux facteurs potentiellement « anti-arthrosiques ». Ces résultats prometteurs ont conduit à la mise en place d'une étude *in vivo* dans un modèle d'arthrose chez le lapin.

En raison de leur modularité, les hydrogels développés au cours de ce travail de thèse peuvent être utilisés pour de nombreuses autres applications telles

que la culture 3D d'organoïdes ou la délivrance de principes actifs. Le développement d'hydrogels injectables a également permis d'envisager leur utilisation comme biomatériaux imprimables en bio-impression 3D. Ainsi, la plateforme d'hydrogels développée permettra à l'avenir de répondre à de nombreux défis biomédicaux.

### [Abridged English version]

#### **Designing hydrogels with tunable composition and mechanical properties to study cell-material interactions and improve the cell therapy of osteoarthritis**

Owing to their capacity to secrete therapeutic factors, mesenchymal stem cells (MSCs) are becoming key elements to treat osteoarthritis (OA). To improve their therapeutic potential, MSCs are often combined with injectable biomaterials such as hydrogels. Yet, much remains to be done to decipher the role of hydrogel mechanical (*e.g.*, stiffness, viscoelasticity) and biochemical (*e.g.*, peptides, composition) properties on MSC secretory properties. Such investigations require biomaterials with independently tunable mechanical and biochemical properties. In this context, using two distinct crosslinking strategies, we developed a series of hydrogels to study the influence of stiffness and viscoelasticity on MSC secretion. These crosslinking strategies were applied to various polysaccharides (*i.e.*, hyaluronic acid, alginate) allowing us to evaluate the influence of polymer composition. Finally, we investigated the influence of biomimetic peptides (*i.e.*, RGD, HAVDI) on MSC secretory ability. Our results revealed an important role of both viscoelasticity and the presence of hyaluronic acid on the secretion of potent anti-OA factors by MSCs. Overall, this thesis put into perspective the effects of hydrogel mechanical and biochemical properties on MSC secretion, paving the way toward better material design to improve OA cell therapy.



# Écoulements de solutions de polymères en milieux poreux

Omar Mokhtari

*Institut de Mécanique des Fluides de Toulouse*

Directeurs de thèse : M. Quintard, Y. Davit

**Résumé :** L'écoulement de solutions de polymères à travers des milieux poreux est un problème riche en mécanique des fluides, qui combine la complexité des écoulements à travers des structures poreuses à celle de la rhéologie non-linéaire du fluide, ce qui donne lieu à des comportements particuliers sur une large gamme d'échelles. Dans ce travail, notre objectif est d'identifier les phénomènes physiques importants à l'échelle des pores et de les relier aux propriétés à plus grande échelle. Pour ce faire, nous simulons numériquement l'écoulement de fluides viscoélastiques à travers des milieux poreux modèles. Nous décrivons tout d'abord un nouveau schéma numérique à la fois précis, stable et adapté au calcul haute performance. Grâce à cette approche, nous mettons en évidence l'importance capitale des zones localisées de grande contrainte polymérique, appelées brins biréfringents, dans les écoulements des solutions de polymères. Ces brins participent en effet à une réorganisation complète de l'écoulement, à travers un renforcement des chemins d'écoulement préférentiels, une augmentation des zones de stagnation et une division des canaux d'écoulement. Cette réorganisation engendre une augmentation de la dissipation visqueuse dans les canaux et une production d'entropie, due à l'étirement des molécules de polymère, dans les brins, qui peuvent être directement reliées à l'augmentation de la résistance à l'écoulement. Dans des réseaux hexagonaux de cylindres, les brins biréfringents contrôlent la direction de l'écoulement moyen et conduisent à des directions d'écoulement privilégiées et à la présence d'une multi-stabilité associée à une hystérésis sur l'angle du terme de forçage. L'apparition d'un écoulement instationnaire est donc liée au mouvement des différents brins dans ces réseaux. Ceci fournit de nouvelles perspectives pour la compréhension des instabilités visco-élastiques et de la transition vers le chaos. Finalement, partant d'une linéarisation du problème fondée sur la limite très diluée, nous dérivons une forme moyennée des équations à l'échelle de Darcy qui permet de rendre compte de l'effet des brins biréfringents.

**Mots-clé :** Solutions de polymères, Viscoélasticité, Brins biréfringents, Milieux poreux.

## 1. Introduction

Lorsqu'une solution de polymère s'écoule à travers un milieu poreux, un comportement tout-à-fait surprenant se produit. Après une diminution de la viscosité apparente, on observe, à partir d'un certain débit, une augmentation brutale de la viscosité apparente, en contradiction avec la nature généralement rhéofluidifiante de ces fluides [1]. En pratique, ce comportement est problématique pour les secteurs de l'énergie et de l'environnement, puisqu'il se traduit par une baisse importante de l'injectivité et une augmentation critique des pressions nécessaires. Malgré diverses hypothèses formulées pour expliquer ce paradoxe, telles que l'effet de la viscosité élongationnelle ou la turbulence élastique [2], une compréhension claire du problème, reliant la physique à l'échelle du pore aux propriétés aux échelles plus grandes, fait encore défaut.

Dans cette étude, nous nous focalisons tout d'abord sur les mécanismes présents à l'échelle du pore. Nous simulons l'écoulement de fluides viscoélastiques à travers des structures poreuses modèles en utilisant des calculs haute performance. Nous montrons ainsi que les zones de forte contrainte polymérique, appe-

lées brins biréfringents, déterminent l'écoulement des fluides viscoélastiques et permettent d'expliquer à la fois l'augmentation de la résistance à l'écoulement et la transition vers l'instationnaire et le chaos. Nous proposons alors un modèle macroscopique qui tient compte de la contrainte polymérique et de sa réaction sur l'écoulement.

## 2. Méthode numérique

Les solutions de polymère peuvent être décrites par une loi constitutive de la forme :

$$\partial_t \mathbf{c} + \mathbf{u} \cdot \nabla \mathbf{c} = \nabla \mathbf{u} \cdot \mathbf{c} + \mathbf{c} \cdot (\nabla \mathbf{u})^T - \frac{1}{\lambda} (\mathbf{c} - \mathbf{I}_d) \quad (1)$$

où  $\mathbf{c}$  désigne le tenseur de conformation et  $\lambda$  le temps de relaxation du polymère, qui, couplée aux équations de Navier-Stokes, permet de décrire les écoulements viscoélastiques. Ces écoulements sont principalement caractérisés par le nombre de Weissenberg  $Wi$ , rapport entre des forces élastiques et les forces visqueuses, et le rapport de viscosités  $\beta$ . La résolution de ce système d'équation, réputée très difficile, notamment du fait des termes de production  $\nabla \mathbf{u} \cdot \mathbf{c} + \mathbf{c} \cdot (\nabla \mathbf{u})^T$  qui font intervenir un gradient de

vitesse localement élevé et amènent à un profil de conformation difficile à capturer.

Face aux différentes lacunes des codes déjà existants, nous avons choisi d'implémenter notre propre schéma numérique, basé sur une discrétisation de type volume fini, d'ordre faible à grille décalée. Notre approche, détaillée dans les références [3-4] permet d'avoir une discrétisation spatiale cohérente avec une inégalité d'énergie libre, ce qui permet de garantir une bonne stabilité. L'équation constitutive est en outre découplée à l'aide d'une méthode de *splitting*, ce qui permet de traiter les termes de production localement et de garantir une bonne précision. Facilement adaptable à différentes lois constitutives, notre outil est particulièrement adapté au calcul haute performance (HPC), ce qui nous permet d'envisager des calculs sur des domaines suffisamment grands pour être représentatifs d'un milieu poreux, à des nombres de Weissenberg suffisamment élevés pour observer les effets élastiques.

### 3. Les brins pilotent l'écoulement [5]

Les brins biréfringents sont des régions localisées de déformation et de contrainte importantes dans les écoulements viscoélastiques de solutions de polymères. Au niveau moléculaire, ils correspondent à des polymères fortement étirés qui tendent à s'aligner dans une fine région optiquement anisotrope. On peut observer la formation de ces brins biréfringents dans de nombreux systèmes parmi lesquels les écoulements autour de cylindres ou de sphères.

#### 3.1 Rétroaction sur l'écoulement

La limite très diluée, correspondant à  $\beta$  faible, modélise, à l'ordre 0, la formation des brins, caractérisés par  $\text{tr}(\mathbf{c})$  élevé, sans rétroaction sur l'écoulement :

$$\partial_t \mathbf{c}^0 + \mathbf{u}^0 \cdot \nabla \mathbf{c}^0 = \nabla \mathbf{u}^0 \cdot \mathbf{c}^0 + \mathbf{c}^0 \cdot (\nabla \mathbf{u}^0)^T - \frac{1}{\text{Wi}} (\mathbf{c}^0 - \mathbf{I}) \quad (2)$$

Celle-ci est alors donnée, à l'ordre 1, par :

$$-\nabla p^1 + \nabla \cdot (\nabla \mathbf{u}^1 + (\nabla \mathbf{u}^1)^T) + \frac{1}{\text{Wi}} \nabla \cdot (\mathbf{c}^0 - \mathbf{I}) = 0 \quad (3)$$

$$\nabla \cdot \mathbf{u}^1 = 0$$

On représente Figure 1 le brin formé dans le sillage d'un cylindre dans le cas  $\text{Wi} = 9$  et sa rétroaction, à l'ordre 1, sur l'écoulement. Celle-ci consiste à ralentir l'écoulement dans le sillage du cylindre au profit d'une augmentation de celui-ci autour.

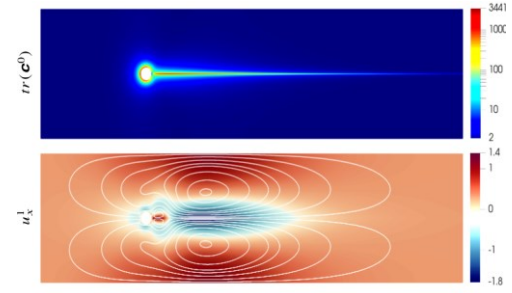


Figure 1. Écoulement autour d'un cylindre à  $\text{Wi} = 9$ . Champs (en haut) de la trace de la conformation d'ordre zéro et (en bas) de la composante longitudinale de la vitesse de premier ordre, avec des lignes de courant.

#### 3.2 Réorganisation de l'écoulement

Considérant un écoulement autour de deux cylindres alignés avec celui-ci, cette rétroaction sur l'écoulement a pour effet de créer une zone de stagnation entre les cylindres, qui sont alors enveloppées par le brin. Dans le cas où les cylindres sont placés côte à côte, nous mettons en évidence un mécanisme d'amplification des chemins d'écoulement préférentiels où les zones à fort écoulement sont privilégiées.

Ainsi, dans des géométries plus complexes, telles des treillis de cylindres, les brins vont participer à une réorganisation complète de l'écoulement avec la formation de zones de stagnations et de canaux à fort écoulement (Fig. 2).

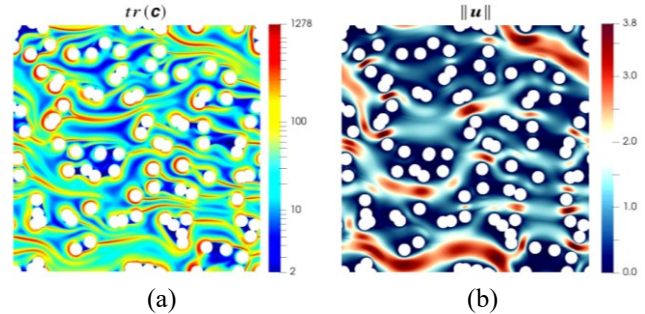


Figure 2. Écoulement à travers un réseau de cylindres dans le cas  $\text{Wi} \approx 5$  et  $\beta = 1$ . Champs (a) de la trace du tenseur de conformation  $\text{tr}(\mathbf{c})$ , qui représente l'étirement des chaînes de polymères, et (b) de l'amplitude de la vitesse  $\|\mathbf{u}\|$ .

#### 3.3 Résistance à l'écoulement

La réorganisation de l'écoulement, due aux brins, s'accompagne également d'une augmentation de la résistance à celui-ci (Fig. 3). Cette augmentation s'explique par un double mécanisme d'augmentation de la dissipation visqueuse  $\varepsilon_v$  dans les canaux formés et d'augmentation de la dissipation polymérique  $\varepsilon_p$ , due à l'étirement des polymères, dans les brins. Nous apportons ainsi une explication nouvelle à un mystère vieux de plus d'un demi-siècle.

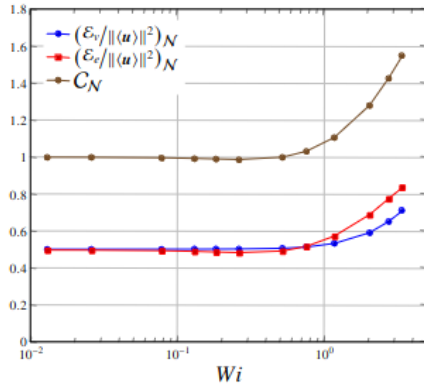


Figure 3. Écoulement à travers un réseau de cylindres. Évolution des dissipations visqueuse et polymérique et de leur somme correspondant au coefficient de traînée  $C$  en fonction de  $Wi$  pour différentes valeurs de  $\beta$ .

#### 4. Transition vers l'instationnaire

Dans certaines configurations, l'effet des brins donne lieu à des comportements fascinants. On considère ainsi le cas des treillis hexagonaux de cylindre (Fig. 4) [6].

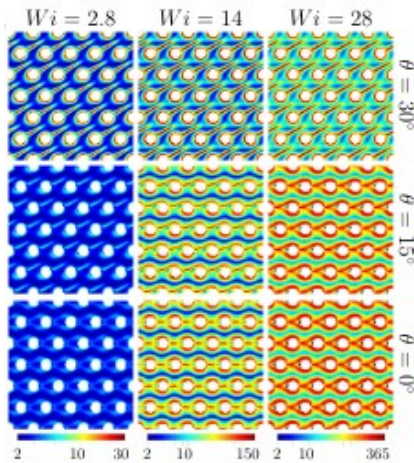


Figure 4. Champs d'étirement du polymère pour  $\beta = 1$  et différentes valeurs de  $Wi$  et d'angle de forçage  $\theta$ .

En faisant varier l'angle de l'écoulement, nous montrons l'existence de directions d'écoulement privilégiées, à 0 et 30° (Fig. 5). Là encore, le mécanisme de rétroaction des brins est à l'œuvre et donne l'impression que les brins « collent » aux cylindres.

De là, la présence d'hystérésis sur l'angle de forçage et donc d'une multistabilité (Fig. 6). Cette multistabilité permet de mieux comprendre la transition vers l'instationnaire et le rôle clé des brins dans celle-ci. Au-delà de cette transition, on observe plusieurs régimes, regroupés Figure 7, qui se distinguent par la configuration des brins et leur rétroaction. Bien qu'assez spécifique, cette géométrie hexagonale doit permettre de mieux interpréter de nombreux résultats expérimentaux, pour certains très récents.

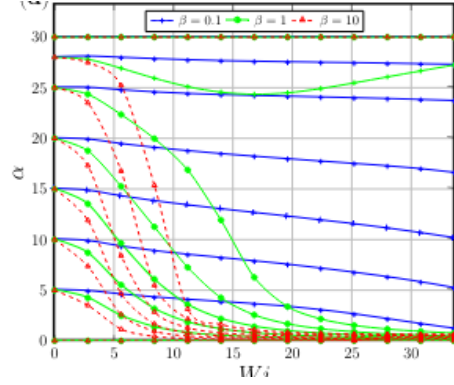


Figure 5. Angle d'écoulement  $\alpha$  en fonction de  $Wi$  pour différentes valeurs de l'angle de forçage  $\theta$  et de  $\beta$ .

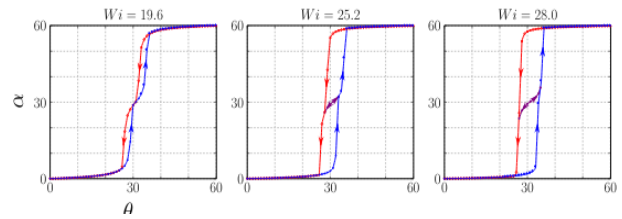


Figure 6. Diagrammes de bifurcation en fonction de l'angle de forçage  $\theta$  et de  $Wi$ . En bleu, nous avons tracé les résultats obtenus en augmentant  $\theta$  de 0 à 60°. Les courbes rouges correspondent à la diminution de 60° à 0° et les courbes violettes sont obtenues soit en diminuant  $\theta$  à partir d'un point à  $\alpha \approx 45^\circ$  sur la courbe bleue, soit en augmentant  $\theta$  à partir d'un point à  $\alpha \approx 15^\circ$  sur la courbe rouge.

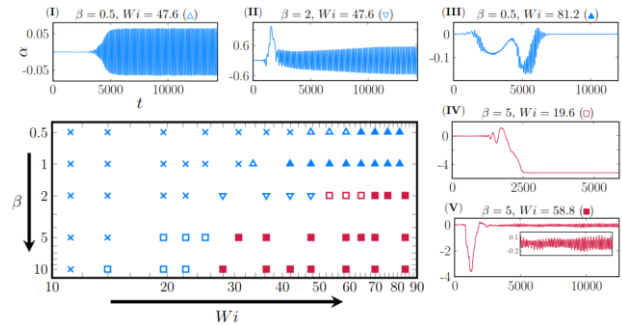


Figure 7. Diagramme des différents régimes instationnaires obtenus. Le graphique principal montre les différents régimes en fonction de  $\beta$  et  $Wi$ . Les autres graphiques sont des exemples d'évolutions temporelles de  $\alpha$  pour chaque régime.

#### 5. Modèle macroscopique

Ayant montré l'importance cruciale des zones à forte contrainte polymérique dans l'écoulement des fluides viscoélastiques, nous avons développé [7] un modèle homogénéisé pour l'écoulement à travers des milieux poreux qui tient compte de celles-ci. Basé, là aussi, sur la limite très diluée, le modèle consiste en une équation de transport par advection-réaction pour le tenseur de conformation moyen, ainsi qu'en une loi de Darcy contenant une traînée supplémentaire générée

par la contrainte viscoélastique. Nos simulations montrent que nous obtenons des solutions raisonnablement précises et permet surtout de capturer le rhéo-épaississement apparent.

## 6. Conclusions

Pour mieux les comprendre, nous avons modélisé numériquement les écoulements de solutions de polymères en milieu poreux. Nous avons pour cela proposé un schéma numérique pour résoudre les modèles viscoélastiques permettant de capturer les brins biréfringents qui se forment généralement dans le sillage d'un obstacle. Nous avons ainsi mis en évidence le rôle important des brins biréfringents, qui sont responsables de la formation de zones de stagnation, de l'amplification de chemins préférentiels et de la formation de sous-canaux. Ces filaments sont à l'origine de la forte diminution de la perméabilité apparente observée dans l'écoulement de fluides viscoélastiques en milieu poreux. Par ailleurs, en considérant une disposition particulière des obstacles, nous montrons comment les brins conduisent à la présence d'une multistabilité qui, elle-même, permet de mieux comprendre la transition vers l'instationnaire. En fournissant une explication nouvelle à ces phénomènes, nous avons ainsi contribué à une meilleure compréhension de l'écoulement de ces fluides complexes qui ouvre des perspectives fascinantes.

## Références

- [1] James, D.F., McLaren, D.R. The laminar flow of dilute polymer solutions through porous media. *J. Fluid Mech.*, 70, 733–752 (1975).
- [2] Browne, C.A., Datta, S.S. Elastic turbulence generates anomalous flow resistance in porous media. *Sci. Adv.*, 7, eabj2619 (2021).
- [3] Mokhtari, O., Davit, Y., Quintard, M., Latché J.-C., de Loubens, R.. A Marker-and-Cell scheme for viscoelastic flows on non uniform grids. Intern. Conf. on Finite Volumes for Complex Applications. *Springer Proceedings in Mathematics & Statistics* (2020).
- [4] Mokhtari, O., Davit, Y., Latché, J. C., Quintard, M. A staggered projection scheme for viscoelastic flows. ESSAIM, M2AN (2021).
- [5] Mokhtari, O., Latché, J.-C., Quintard, M., Davit, Y. Birefringent strands drive the flow of viscoelastic fluids past obstacles. *J. Fluid Mech.*, 948, A2 (2022).
- [6] Mokhtari, O., Latché, J.-C., Quintard, J.-C., Davit, Y. Multistability and transition to chaos in viscoelastic flows through crystalline porous structures. Submitted to *J. Fluid Mech.* (under review).
- [7] Mokhtari, O., Latché, J.-C., Quintard, M., Davit, Y. A modified Darcy's law for viscoelastic flows of highly dilute polymer solutions through porous media. *J. Non-Newt. Fluid Mech.*, 309, 104919 (2022).

# **Compte-rendu de colloque au Lorentz Center**

## **Matériaux mous désordonnés : rigidité, fragilité et fluidification induite par le cisaillement**

Catherine Barentin<sup>1</sup>, Thibaut Divoux<sup>2</sup>, Sébastien Manneville<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Université de Lyon, Université Claude Bernard Lyon 1, CNRS, Institut Lumière Matière, F-69622 Villeurbanne

<sup>2</sup> ENSL, CNRS, Laboratoire de Physique, F-69342 Lyon

**Résumé :** Grâce au soutien financier du Groupe Français de Rhéologie, un colloque intitulé « *Yield stress and fluidization in brittle and ductile amorphous systems* » s'est déroulé du 9 au 13 janvier 2023 au Lorentz Center (Leiden, Pays-Bas). Ce colloque a permis d'aborder deux grandes thématiques ayant trait à la rhéologie des fluides à seuil : d'une part, l'émergence de la rigidité dans les matériaux mous désordonnés et d'autre part, la mise en écoulement induite par cisaillement. Cette contribution explique brièvement le fonctionnement des colloques du Lorentz Center, puis résume l'organisation de ce colloque particulier. Enfin, elle liste les thèmes scientifiques abordés et les grandes questions ouvertes qui ont émergé lors des discussions.

**Mots-clé :** Solides mous, Seuil d'écoulement, Rigidité, Ductilité, Fragilité, Contrainte résiduelle

### **1. Introduction**

Du 9 au 13 janvier dernier s'est déroulé au Lorentz Center (Leiden, Pays-Bas) un colloque intitulé « *Yield stress and fluidization in brittle and ductile amorphous systems* », avec le soutien financier du Groupe Français de Rhéologie. Ce colloque, organisé par Catherine Barentin (Université de Lyon), Thibaut Divoux, Sébastien Manneville (ENS de Lyon), Federico Toschi (Université d'Eindhoven), Roberto Benzi et Mauro Sbragaglia (Université Tor Vergata, Rome), a permis d'aborder deux thématiques ayant trait à la rhéologie des fluides à seuil. La première thématique concerne l'émergence de la rigidité dans ces systèmes désordonnés, que ce soit lors d'une transition sol-gel au repos, ou bien lors de la reformation d'un gel ou d'un verre colloïdal suite à l'arrêt d'un écoulement. Cette thématique a donné lieu à des échanges passionnants sur l'origine des contraintes internes dans les matériaux vitreux et sur les effets mémoires induits par le cisaillement dans les gels. La seconde thématique concerne la mise en écoulement induite par cisaillement. Au programme figuraient diverses méthodes expérimentales permettant la détection de précurseurs à la rupture dans les milieux désordonnés, la confrontation de plusieurs approches théoriques permettant de reproduire la transition ductile-fragile dans les verres mous, ainsi que les ingrédients conduisant à l'émergence de régimes transitoires de longue durée associés à la présence de bandes de cisaillement.

De plus, le format original proposé par les organisateurs a connu un franc succès. Les interventions, groupées par paires, ont été réalisées sur des thématiques imposées aux participants qui se sont toutes et tous prêtés au jeu de présenter des résultats sans toujours être spécialistes du domaine, ce qui a donné lieu à des exposés rafraîchissants et à des discussions animées ! Cet événement a également reçu le soutien du Centre Enrico Fermi, de l'Université Lyon 1, du CNRS, de l'ENS de Lyon, de l'Université d'Eindhoven et de Saint-Gobain.

Dans cet article, nous expliquons brièvement le fonctionnement des colloques du Lorentz Center, puis nous présentons l'organisation de notre colloque et son programme. Enfin, nous listons les thèmes scientifiques abordés et les grandes questions ouvertes lors des discussions qui ont eu lieu dans le cadre de ce colloque.

### **2. Les colloques du Lorentz Center**

Le Lorentz Center est un centre de colloques hébergé par l'Université de Leiden (Pays-Bas) qui accueille des réunions scientifiques internationales d'une durée typique d'une semaine. Il organise environ 80 ateliers par an sur deux sites : le site Oort et le site Snellius qui peuvent accueillir respectivement 55 et 25 personnes. Un système de visioconférence est également proposé pour permettre de participer à distance. Tous les chercheuses et chercheurs peuvent se porter candidat à l'organisation d'un colloque au Lorentz Center. Les

participants sont toutes et tous invités par les organisateurs et leur séjour peut être pris en charge complètement ou partiellement par le budget du colloque.

L'organisation d'un atelier commence par une prise de contact avec le centre, puis par la soumission en ligne d'un projet de colloque à <https://www.lorentzcenter.nl>. Ces projets peuvent être soumis trois fois par an (au 30 janvier, 30 mai et 30 septembre). Ils contiennent un descriptif des ambitions scientifiques du colloque, une ébauche de programme, une liste provisoire des participants à inviter et une fiche budgétaire. Le conseil scientifique du Lorentz Center évalue les propositions en fonction de leur contenu scientifique, de leur nouveauté, de leur pertinence et du format du programme.

Si la proposition est retenue, le Lorentz Center contacte les organisateurs avec des commentaires, des suggestions sur la façon de développer le colloque et/ou des demandes auxquelles il faut répondre. Dans un délai de trois mois, les organisateurs sont informés de l'état d'avancement de leur candidature. Lorsque la proposition finale est approuvée, le colloque est planifié dans les 15 mois suivant la demande. Un coordinateur ou une coordinatrice du Lorentz Center est alors affecté au colloque pour prendre en charge l'organisation pratique. Six à neuf mois avant le colloque, cette organisation pratique est lancée lors d'une réunion d'accueil entre les organisateurs et le Lorentz Center.

Le soutien du Lorentz Center est divisé en deux parties. D'une part, un soutien en nature est accordé qui comprend l'accès à la salle de conférence et à des bureaux affectés aux participants, la réception de bienvenue, le dîner du colloque, les pauses café, la réalisation d'une affiche dédiée au colloque et un soutien organisationnel et logistique. D'autre part, le Lorentz Center alloue aux organisateurs un budget leur permettant de couvrir les frais d'hébergement, de voyage et/ou de déjeuner de certains participants, en fonction du nombre de participants présents sur place et de la durée de la réunion. Ce budget est de 6875 € pour un colloque de 5 jours sur le site Oort (et de 3125 € pour 5 jours sur le site Snellius). Ce budget est géré par le coordinateur du colloque conjointement avec les organisateurs.

Ce soutien financier et en nature correspond à un total d'environ 30 000 € par colloque. En outre, de nombreux colloques bénéficient de financements supplémentaires, acquis par les organisateurs auprès de sources extérieures au Centre Lorentz. Notons enfin que le Lorentz Center offre parfois un soutien « basique » correspondant uniquement au soutien en nature décrit ci-dessus. Les autres coûts doivent alors être financés par des fonds externes levés par les organisateurs.

### **3. Organisation et programme du colloque sur les matériaux mous désordonnés**

Le colloque que nous avons co-organisé du 9 au 13 janvier 2023 sur le site Oort (Fig. 1) a bénéficié d'un budget global de 37 148 €, incluant le soutien financier de 21 148 € du Lorentz Center et des compléments de financement de la part du Groupe Français de Rhéologie, du Centre Enrico Fermi, de l'Université Lyon 1, du CNRS, de l'ENS de Lyon, de l'Université d'Eindhoven et de Saint-Gobain, pour un montant total de 16 000 €. Nous avons ainsi pu inviter 41 participants et couvrir intégralement leur hébergement et leurs frais de transport.

Le programme du colloque, discuté conjointement avec une coordinatrice du Lorentz Center, était organisé selon deux grandes thématiques : l'émergence de la rigidité dans les matériaux mous désordonnés et leur mise en écoulement induite par cisaillement (voir les détails dans la partie suivante). Pour chacune de ces thématiques étaient prévues deux ou trois « keynote lectures » théoriques et expérimentales d'une durée d'une heure, où l'enjeu pour les orateurs et oratrices était de donner aux participants une vision générale du domaine, à la fois à travers une revue des résultats récents et à travers une réflexion sur les grandes questions actuelles. Des « focus talks » (20 sur la durée du colloque, Fig. 2) accompagnaient ces « keynote lectures » en étant groupés par paires regroupant un théoricien et un expérimentateur. Nous avons donné à ces binômes la consigne de se focaliser sur une sous-thématique précise associée aux deux thèmes principaux du colloque. Chaque « focus talk » durait 30 minutes, questions comprises.

Une originalité de notre colloque était de proposer 8 « discussion panels » régulièrement répartis sur la semaine et animés par deux participants à qui nous avons demandé d'introduire leur discussion par une ou deux diapositives. Les participants pouvaient alors prendre part à la discussion en apportant leurs propres contributions à travers des diapositives. L'idée générale était de faire des liens entre sous-thématiques et de confronter théorie et expérience pour proposer un aperçu cohérent des problématiques. Enfin, deux sessions



de synthèse à l'issue de chaque thème principal ainsi qu'une session de discussion finale ont eu pour but de synthétiser les discussions de façon collégiale et de rassembler du matériel en vue d'une publication commune. Le programme détaillé du colloque est disponible sur le site web réalisé par le Lorentz Center qui a également pris en charge l'organisation d'une « wine & cheese party » le premier soir et du dîner du colloque le troisième soir.



Figure 1. Affiche du colloque sur les matériaux mous désordonnés et photo du site Oort et de la salle de convivialité.

**Workshop built on two types of oral contributions**

- 5 keynote lectures** (1h each incl 10' Q&A):
  - Goal #1 – E. del Gado (Num. & Exp.)
  - Goal #1 – L. Berthier (Theory)
  - Goal #2 – W. Poon (Exp.)
  - Goal #2 – J.-L. Barrat (Theory)
  - Goal #2 – S. Fielding (Num.)
- 20 paired focus talks** (30min each incl 5' Q&A):
  - Goal #1 – flow cessation & internal stresses  
➤ K. Martens & Y. Joshi
  - Goal #1 – Topology vs. force network  
➤ H. Ayari & D. Bi
  - Goal #1 – Defining and measuring rigidity  
➤ G. Biroli & F. Zamponi
  - Goal #1 – Memory effects in gels vs. glasses  
➤ M. Fuchs & S. Rogers
  - Goal #2 – Identifying failure precursors before yielding  
➤ S. Aime & R. Leheny
  - Goal #2 – Brittle vs. ductile failure scenario  
➤ G. Tarjus & M. Sbragaglia
  - Goal #2 – Microscopic vs. coarse-grained modeling  
➤ A. Lemaitre & E. Lerner
  - Goal #2 – Key ingredients for long-lasting heterogeneous flows  
➤ S. Manneville & M. Popovic
  - Goal #2 – Yielding from a phase transition perspective  
➤ M. Wyart & V. Trappe
  - Goal #2 – Finite-size effects and boundary conditions  
➤ J. Vermant & M. Bouzid

**Practical goals:** review the most recent literature, highlight key results, set the stage for discussions, and select open questions.

Figure 2. Liste des deux types de contributions orales du colloque : 5 « keynote lectures » et 20 « focus talks ».

#### 4. Thématiques scientifiques et questions ouvertes

Les thématiques abordées peuvent être regroupées en trois axes discutés ci-dessous: (i) la transition solide-liquide induite par cisaillement; (ii) les propriétés mécaniques héritées par le fluide à seuil à l'issue de l'arrêt d'un cisaillement et les « effets mémoire » associés; (iii) les applications et autres perspectives. Nous résumons ici le contenu des thèmes abordés dans chacun des axes avant de lister les questions ouvertes identifiées comme les plus importantes.

#### 4.1 Transition solide-liquide induite par cisaillement

Cette section concerne les contributions ayant trait à la mise en écoulement des fluides à seuil [1]. La réponse en contrainte d'un fluide à seuil sous l'effet d'un cisaillement constant prend la forme d'une courbe non-monotone. Dans le régime de déformation linéaire, la contrainte croît linéairement avec la déformation accumulée et passe par un maximum avant de décroître vers sa valeur stationnaire [2-4]. Cette relaxation de contrainte peut être douce (rupture ductile) ou abrupte (rupture fragile). Le colloque a été l'occasion de clarifier la nécessité d'identifier des observables permettant de quantifier la transition ductile/fragile. Ces deux modes de rupture soulèvent de nombreuses questions : le mode de rupture est-il propre au matériau ou bien est-il contrôlé par un paramètre structural statique ou dynamique, tel que la présence d'hétérogénéités structurales, ou encore le degré de désordre caractérisant la microstructure du matériau ? Par ailleurs, est-il possible d'établir un lien entre d'éventuels précurseurs microscopiques à la mise en écoulement du matériau et le caractère ductile ou fragile de cette transition ? Autant de questions qui devraient stimuler de nombreuses expériences dans les années à venir, nécessitant notamment l'utilisation de multiples techniques résolues en temps et en espace pour identifier d'éventuels précurseurs à la rupture.

La comparaison entre les résultats obtenus à partir d'expériences et de modélisations numériques soulève de nombreuses difficultés. En effet, les simulations sont souvent réalisées dans la limite quasi-statique (alors que les expériences sont réalisées à taux de cisaillement fini) et sur des systèmes de « petite taille » pour lesquels les effets de taille finie ne peuvent pas être négligés. Ces différences majeures entre expériences et simulations ont généré de vifs débats entre les participants [5-7] et soulèvent notamment la question de savoir si la limite quasi-statique peut être étudiée expérimentalement. Il reste à déterminer sur quel système vitreux et dans quelles conditions permettant de s'affranchir d'artefacts liés aux conditions de bords, tels que le glissement ou le « stick-slip », une telle étude peut être réalisée.

Ces échanges sur la transition solide-liquide induite par cisaillement ont été l'occasion de faire le point sur la modélisation de cette transition et notamment sur les conditions d'observation de régimes transitoires de longue durée [8, 9]. Les approches continues de type modèle de fluidité tenant compte des effets non-locaux capturent élégamment les régimes d'écoulement associés à des bandes de cisaillement transitoires. Ils offrent ainsi un cadre robuste pour décrire la réponse sous cisaillement mais aussi en fluage, et prédire le temps nécessaire pour atteindre le régime stationnaire [10]. Les approches de type dynamique moléculaire ont elles aussi permis de montrer la présence de régimes transitoires de durée de vie anormalement longue dans les verres répulsifs, du fait d'une microstructure spécifique formée lors de la préparation du matériau [11, 12]. Enfin, les groupes de discussion lors du colloque ont fait ressortir la nécessité d'expériences supplémentaires dans lesquelles l'effet de la polydispersité et des propriétés de surface des colloïdes sur la dynamique de mise en écoulement seraient étudiés de façon systématique.

Avant de clore cette section, comment ne pas mentionner l'effet du glissement aux parois dans les matériaux mous désordonnés ? Des discussions conduites par des expérimentateurs ont permis de mettre le doigt sur la différence clé existant entre les verres et les gels colloïdaux. Si, dans les verres mous, le rôle du glissement est contrôlé par le rapport entre l'épaisseur de la couche de glissement et la taille des particules [13-15], il est beaucoup plus délicat d'identifier les longueurs pertinentes dans le cas des gels, puisqu'ils comportent plusieurs échelles spatiales pertinentes, *i.e.* celle des particules, celles des agrégats de particules, etc. Quant à la couche de lubrification, il devient délicat de la différencier d'une couche formée d'événements plastiques locaux. L'ensemble des participants s'accorde à dire qu'un vaste effort de modélisation du glissement doit être entrepris à court terme, en régime transitoire, comme en régime permanent.

#### 4.2 Microstructure et propriétés mécaniques héritées à l'issue de l'arrêt du cisaillement

L'arrêt d'un cisaillement entraîne la reformation des propriétés solides d'un fluide à seuil, alors que la contrainte relaxe vers une valeur dite « contrainte résiduelle ». Cette contrainte résiduelle est une fonction décroissante du taux de cisaillement imposé avant l'arrêt de l'écoulement [16, 17]. La relaxation de la contrainte suit une évolution qui peut être monotone, contrôlée par la déformation accumulée lors de l'arrêt de l'écoulement, ou une relaxation non-monotone dont l'origine microscopique reste à déterminer [18]. Au-delà de leur intérêt propre, ces expériences d'arrêt de cisaillement sont une méthode d'étude des « effets mémoire » induits par un écoulement dans les fluides à seuil [19, 20]. De nombreuses questions ouvertes ont pu être identifiées au cours du colloque, notamment celle d'identifier l'échelle spatiale associée aux effets mémoire : à quelle échelle l'information liée à l'écoulement qui vient de cesser est-elle stockée ? Cette échelle dépend-t-



elle de la nature du matériau, *i.e.* gel versus verre colloïdal ? Par ailleurs, la question se pose de savoir comment contrôler une telle mémoire, *i.e.* peut-on la lire de manière non-destructive, peut-on l'effacer et, si oui, de quelle manière concrète ? Enfin, les discussions ont permis de mettre en avant un manque de résultats théoriques et numériques sur ce sujet, malgré quelques contributions notables dans le cas des gels [16] et des verres répulsifs [21].

### 4.3 Applications et perspectives

En ce qui concerne les applications, une thématique est ressortie très clairement des discussions : celles des matériaux d'intérêt biologique tels que les agrégats cellulaires denses ou encore les gels de collagène. Ces matériaux présentent un comportement vitreux [22] et une phénoménologie qui permettent de les classer dans la famille des fluides à seuil [23, 24], avec des différences notables par rapport aux systèmes traditionnels, notamment l'existence de comportements actifs qui rendent l'étude de ces systèmes délicate. Mentionnons à ce titre le rôle du cytosquelette dans l'émergence de comportements collectifs qui est au cœur de nombreuses études actuellement [25]. En ce qui concerne la rhéologie non-linéaire de ces systèmes, plusieurs questions ont été identifiées au cours des panels de discussion du colloque. Par exemple, les modèles de tissus et les réseaux de biopolymères se situent-ils dans la même classe d'universalité du point de vue de la rigidité ? Quelles sont les longueurs pertinentes qui régissent le comportement non-linéaire ? Ou encore, en quoi les écoulements élastoplastiques des tissus biologiques diffèrent-ils des écoulements élastoplastiques de systèmes vitreux passifs ? Enfin, la limite des simulations 2D a été soulevée : est-il possible de rendre compte des propriétés des tissus cellulaires par des simulations bidimensionnelles ? L'ensemble de ces problèmes ouverts pourra servir de feuille de route pour de futures collaborations entre physiciens de la matière molle, ingénieurs et biologistes.

## 5. Conclusion

Ce colloque, par le biais de son format atypique incluant des longues périodes de discussion en petits groupes et des périodes de restitution, a permis de faire le point sur l'état de l'art sur les fluides à seuil, leur mise en écoulement induite par cisaillement, leur reformation à l'issue de l'arrêt de l'écoulement, et les « effets mémoire » qui en résultent. Il a également permis de faire émerger diverses questions ouvertes qui rassemblent une communauté active et interdisciplinaire partageant la même passion pour la rhéologie des systèmes complexes.



Figure 3 : Photo des participants au colloque sur les matériaux mous désordonnés.

## Références

- [1] Bonn D., Denn M.M., Berthier L., Divoux T., Manneville S., *Rev. Mod. Phys.*, 89, 035005 (2017).
- [2] Benzi R., Divoux T., Barentin C., Manneville S., Sbragaglia M., Toschi F., *Phys. Rev. Lett.*, 127, 148003 (2021).
- [3] Benzi R., Divoux T., Barentin C., Manneville S., Sbragaglia M., Toschi F., *Phys. Rev. E*, 104, 034612 (2021).
- [4] Khabaz F., Di Dio B.F., Cloitre M., Bonnecaze R.T., *J. Rheol.*, 65, 241 (2021).

- [5] Ozawa M., Berthier L., Biroli G., Rosso A., Tarjus G. *PNAS*, 115, 6656 (2018).
- [6] Ozawa M., Berthier L., Biroli G., Tarjus G., *Phys. Rev. Research*, 2, 023203 (2020).
- [7] Barlow H.J., Cochran J.O., Fielding S.M., *Phys. Rev. Lett.*, 125, 168003 (2020).
- [8] Divoux T., Tamarit D., Barentin C., Manneville S., *Phys. Rev. Lett.*, 104, 208301 (2010).
- [9] Divoux T., Fardin M.A., Manneville S., Lerouge S., *Annu. Rev. Fluid Mech.*, 48, 81-103 (2016).
- [10] Benzi R., Divoux T., Barentin C., Manneville S., Sbragaglia M., Toschi F., *EuroPhys. Lett.*, 141, 56001 (2023).
- [11] Vasisht V.V., Del Gado E., *Phys. Rev. E*, 102, 012603 (2020).
- [12] Vasisht V.V., Roberts G., Del Gado E., *Phys. Rev. E*, 102, 010604 (2020).
- [13] Cloitre M., Bonnecaze T., *Rheol. Acta*, 56, 283 (2017).
- [14] Zhang X., Lorenceau E., Basset P., Bourouina T., Rouyer F., Goyon J., Coussot P., *Phys. Rev. Lett.*, 119, 208004 (2017).
- [15] Péméja J., Géraud B., Barentin C., Le Merrer M., *Phys. Rev. Fluids*, 4, 033301 (2019).
- [16] Moghimi E., Jacob A.R., Petekidis G., *Soft Matter*, 13, 7824 (2017).
- [17] Lidon P., Vila L., Manneville S., *Rheol. Acta*, 506, 307 (2017).
- [18] Sudreau I., Auxois M., Servel M., Lécolier E., Manneville S., Divoux T., *Phys. Rev. Materials*, 6, L042601 (2022).
- [19] Choi J., Rogers S.A., *Rheol. Acta*, 59, 921 (2020).
- [20] Di Dio B.F., Khabaz F., Bonnecaze R.T., Cloitre M., *J. Rheol.* 66, 717 (2022).
- [21] Vasisht V.V., Chaudhuri P., Martens K., arXiv:2108.12782v1 [cond-mat.soft] 29 Aug 2021.
- [22] Stirbat V. T. , Tlili S., Houver T., Rieu J.-P., Barentin C., Delanoë-Ayari H., *Eur. Phys. J. E*, 36, 1 (2013).
- [23] Bi D., Yang X., Marchetti M.C., Manning M. L., *Phys. Rev. X*, 6, 021011 (2016).
- [24] Huang J., Cochran J.O., Fielding S.M., Marchetti M.C., Bi D., *Phys. Rev. Lett.*, 128, 178001 (2022).
- [25] Banerjee S., Gardel M.L., Schwarz U.S., *Annu. Rev. Condens. Matter Phys.*, 11, 421 (2020).

## Compte rendu de la session rhéologie du GDR Dumbio

La conférence de printemps du GDR DUMBIO (DURabilité et Matériaux BIOsourcés) s'est tenue du 23 au 25 mai 2023. Une cinquantaine de scientifiques juniors et expérimentés se sont retrouvés dans un cadre bucolique, le domaine de Saint-Paul à Saint-Rémy-lès-Chevreuse.

Le GDR DUMBIO, soutenu par le CNRS et l'INRAE, s'inscrit dans un contexte environnemental où les contraintes énergétiques et économiques constituent à la fois des défis et des opportunités permettant aux matériaux polymères biosourcés et aux biopolymères de se positionner comme des alternatives d'intérêt aux macromolécules issues du pétrole.

La matinée du 24 mai a été centrée sur la rhéologie et les propriétés mécaniques de nouveaux matériaux. Les projets présentés, très variés, montrent combien la rhéologie est précieuse pour de nombreux champs disciplinaires.

La matinée a été ouverte par une conférence invitée de Laurent Orgéas, Directeur de Recherche au CNRS (3SR, Université Grenoble-Alpes), spécialiste de mécanique des matériaux fibreux, utilisant des approches numériques et théoriques pour comprendre les mécanismes d'organisation de fibres en lien avec les propriétés macroscopiques des matériaux qu'elles forment. Il a notamment montré par des mesures de rhéologie que les nanocristaux de cellulose forment des gels physiques dans l'eau sur une gamme de concentration restreinte, présentant un seuil d'écoulement.



Laurent Orgéas, introduisant la session Rhéologie

Les performances adhésives et antibactériennes de coacervats complexes constitués de polysaccharides commerciaux chitosane-acide hyaluronique ont fait l'objet de la présentation de Medhi Vadati (ICS, Strasbourg) qui a montré que les multifonctions de ces adhésifs biosourcés en milieu physiologique sont très prometteuses pour des applications biomédicales.

Lingsam Tea (Phénix, Sorbonne Université – IMMM, Le Mans Université) a mis en œuvre des expériences de microscopie confocale couplée au cisaillement pour caractériser des émulsions eau-dans-eau, stabilisées par des polysaccharides. Leurs microstructures dépendent de la taille initiale des gouttelettes, de la tension interfaciale, de la viscosité des deux phases et de la concentration des polymères stabilisants.

En s'inspirant de la paroi cellulaire végétale, Géraldine Rangel, Bernard Cathala (BIA, INRAE Nantes) et Christophe Chassenieux (IMMM, Le Mans Université), miment des d'hydrogels à base de cellulose-xyloglucane dans le but de formuler des hydrogels thermiquement réversibles, grâce à des réactions enzymatiques, montrant ainsi des propriétés physico-chimiques et mécaniques performantes.

Par ailleurs, Perrine Pipart (SIMM, ESPCI Paris) a démontré l'impact du glycérol, connu pour être actif dans le maintien de la structure des macromolécules biologiques et l'auto-assemblage des protéines, sur les

propriétés mécaniques de gels modèles d'agar, notamment le renfort des propriétés rhéologiques et mécaniques, l'augmentation de l'élongation à la rupture et le gonflement à l'équilibre en relation avec leur microstructure.

Avec pour objectif le développement de couches minces nanocomposites, Lorenzo Metilli (LRP, Université Grenoble-Alpes) s'est intéressé à des suspensions de zéolites synthétiques et de nanocristaux de cellulose (NCC). Les mécanismes de structurations, induites par la filtration, étudiés par diffusion des rayons X aux petits angles *in situ* sont en lien avec le comportement rhéologique des suspensions, lui-même fortement impacté par la présence de NCC.

Safae Azekriti (IPREM, Université de Pau et des pays de l'Adour) a développé une nouvelle génération de copolymères amphiphiles biosourcés, sensibles au pH, dans l'optique d'une chimie plus verte limitant l'utilisation de catalyseurs intermédiaires.

L'ambiance détendue et conviviale du GDR a permis de susciter de nombreuses discussions passionnées à la fin de chacune des présentations.



Les organisateurs remercient chaleureusement tous les participants qui ont contribué aux discussions fructueuses et le GFR pour le sponsoring de la session rhéologie.

Guylaine DUCOURET et Théo MERLAND, organisateurs de la conférence

Isabelle CAPRON et Christophe CHASSENIEUX, directeurs du GDR



# De l'alvéogramme à la loi de comportement élongationnel de la pâte de farine de blé

M. Dufour<sup>1,2</sup>, L. Chaunier<sup>1</sup>, F. Hugon<sup>2</sup>, A. Dugué<sup>2</sup>, K. Kansou<sup>1</sup>, L. Saulnier<sup>1</sup>,  
G. Della Valle<sup>1</sup>

<sup>1</sup> INRAE, *Biopolymères Interactions et Assemblages (UR1268 – BIA)*, Nantes

<sup>2</sup> *La Boulangère & Co, 85140 Essarts en Bocage*

Reçu le 27 juillet 2023 - Version finale acceptée le 23 octobre 2023

-----

**Résumé :** Les propriétés élongationnelles de pâtes issues de 14 farines de blé hydratées à 50% ont été évaluées par le test empirique d'alvéogramme et par le test rhéométrique de compression uniaxiale en conditions lubrifiées (LSF), en grandes déformations. Dans la pratique industrielle, les farines sont comparées selon plusieurs paramètres, définis à partir de l'alvéogramme. Dans ce travail, l'alvéogramme est converti en une courbe de contrainte-déformation ( $\sigma = f(\varepsilon_b)$ ). En ajustant ces courbes dans l'intervalle  $0 \leq \varepsilon_b \leq 1,5$ , en supposant  $\dot{\varepsilon}_b = 0,25 \text{ s}^{-1}$ , le coefficient de consistance  $k_0$  de la loi de comportement élongationnel des farines est déterminé pour des valeurs constantes et moyennes des indices d'écoulement ( $n = 0,36$ ) et de rhéo-durcissement ( $SHI = 1,73$ ). Le modèle est validé par la comparaison des valeurs de contrainte calculées d'après l'alvéogramme avec celles mesurées en LSF, pour des pâtes de farine hydratée à 50%, pour  $\varepsilon_b = 1$  et  $0,25 \times 10^{-2} < \dot{\varepsilon}_b < 2,5 \text{ s}^{-1}$ . L'alvéographe, qui classe les farines selon leur capacité à être étirées, permet donc aussi d'accéder au modèle de comportement élongationnel de la pâte.

**Mots-clés :** Bulle, Courbe contrainte-déformation, LSF, Pétrissage, Viscosité bi-extensionnelle.

[Abridged English version on last page]

## 1. Introduction

Anticiper le comportement mécanique de la pâte en panification industrielle est un enjeu crucial qui conditionne la performance de l'entreprise et la qualité des produits. Cet enjeu nécessite un effort de compréhension en raison de la variabilité des approvisionnements en blé, qui s'est accrue ces dernières années, en raison du changement climatique.

Dans l'industrie boulangère, le comportement de la pâte est évalué par des tests empiriques. Un des tests les plus courants est celui du « voile de pâte » : le boulanger étire un morceau de pâte entre ses doigts jusqu'à la rupture, afin d'évaluer la qualité du réseau de gluten, principal composant de la farine, responsable des propriétés viscoélastiques de la pâte [1]. Afin de standardiser cette méthode d'extension de la pâte en une membrane fine, Marcel Chopin invente, dans les années 1920, l'alvéographe. Ce test consiste à évaluer le comportement rhéologique de la pâte, à 50% d'hydratation (*i.e.* 50% d'eau ajoutée à la masse de la farine (base humide, bh), à partir d'un disque de

pâte dans lequel de l'air est insufflé jusqu'à rupture du film de pâte. La variation de la pression  $p$  à l'intérieur de la bulle est enregistrée au cours du temps  $t$  [2]. La courbe  $p(t)$  est appelée alvéogramme. La qualité technologique d'une farine est ainsi qualifiée, ce qui permet de la comparer à d'autres, grâce à diverses valeurs caractéristiques déterminées à partir de l'alvéogramme [3-5]. Cependant, ces mesures ne fournissent de valeur ni de la contrainte, ni de la déformation de la pâte. Par ailleurs, l'alvéographe mesure les propriétés d'une pâte pétrie à partir de farine, en pratique additionnée de 50% d'eau par rapport à la masse de farine, ce qui doit conduire selon la norme ICC 121 à une teneur en eau de 43,2% (base totale humide). Cependant, l'intervalle d'hydratation des recettes en panification est 58-70 % par rapport à la masse de la farine (bh) [6]. De plus, les différentes opérations du processus de panification mettent en œuvre des vitesses de déformation variables (pétrissage :  $\dot{\varepsilon}_b = 0,1 - 10 \text{ s}^{-1}$ , fermentation :  $\dot{\varepsilon}_b = 10^{-4} - 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ , cuisson :  $\dot{\varepsilon}_b = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ ) [7]. Le test de compression uniaxiale en conditions lubrifiées (LSF : Lubricated Squeezing Flow) reproduit les grandes déformations

subies par la pâte de façon contrôlée [8]. Il permet de mesurer les propriétés élongationnelles de la pâte et donc d'évaluer l'aptitude de la farine à la transformation. En effet, ces propriétés élongationnelles ont un rôle crucial car elles permettent à la pâte de résister aux contraintes mécaniques imposées par le procédé de fabrication et elles gouvernent la rétention des gaz dans la pâte lors de la fermentation [9], le développement de la mie lors de la cuisson et la qualité du produit fini (volume du pain, taille et répartition des alvéoles de la mie).

Si le protocole du test de l'alvéographe est bien respecté (réalisation du pâton, paramètres d'insufflation, etc.), l'alvéogramme peut être converti en une relation contrainte-déformation ( $\sigma = f(\varepsilon_b)$ ). Cette transformation repose sur des modèles mathématiques décrivant l'évolution de la géométrie de la bulle de pâte [10, 11] qui ont été validés expérimentalement [12]. Cependant, aucun modèle ne compare les résultats obtenus à ceux issus d'un test rhéologique en extension biaxiale, réalisé en grande déformation, tel que le test de LSF.

L'objectif de cette étude est de montrer comment un modèle rhéologique de comportement élongationnel de la pâte peut être déduit de l'alvéogramme et de le valider par comparaison des résultats avec les propriétés élongationnelles mesurées en LSF. A cette fin, les deux tests sont appliqués à quatorze farines de blé couvrant un large domaine de caractéristiques et d'utilisation.

## 2. Matériels et Méthodes

### 2.1 Alvéographe Chopin

L'alvéographe Chopin (Chopin Technologies, Ville-neuve la Garenne) est composé d'un pétrin, d'une chambre de repos, du dispositif de gonflement de la bulle et du manomètre à eau. C'est un test d'extension biaxiale d'un disque de pâte sous la forme d'une bulle, qui évalue le comportement de ce disque dans lequel de l'air est insufflé jusqu'à rupture du film formé par la bulle de pâte (Fig.1). L'air insufflé (à débit constant  $Q = 26,67$  mL/s) déforme le film de pâte - placé au-dessus d'une cellule étanche - selon deux directions orthogonales. Une courbe reflétant l'évolution de la résistance de la pâte à une déformation biaxiale, appelée alvéogramme, est ainsi obtenue (Fig. 2a) :

- en abscisse, la longueur  $L$  (mm) avec  $L = \frac{Q}{S}t$

où  $Q$  est le débit d'air (constant),  $S$  la surface du disque de pâte ( $\text{mm}^2$ ) et  $t$  le temps (s) ;

- en ordonnée, la pression d'air à l'intérieur de la bulle, mesurée par la hauteur d'eau du manomètre

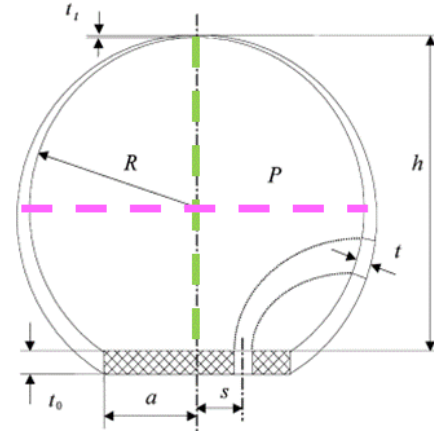
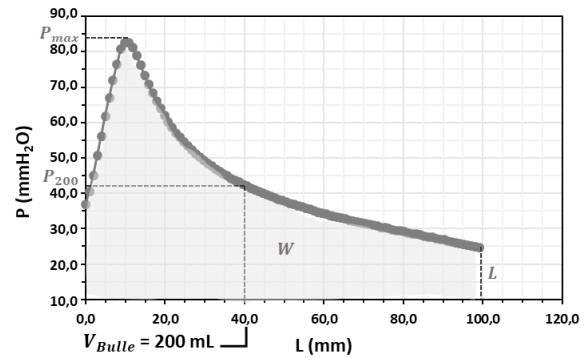
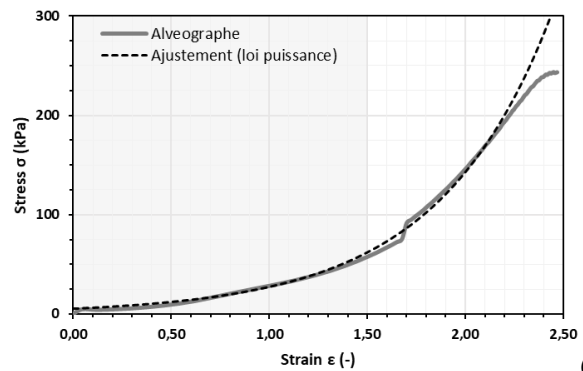


Figure 1. Géométrie de l'expansion d'une bulle de pâte lors du test d'alvéographe.  $a$  est le rayon ( $a = 27,5$  mm) et  $t_0$  l'épaisseur ( $t_0 = 2,67$  mm) du pâton initial,  $h$  la hauteur (mm) de la bulle lors de son expansion,  $R$  le rayon (mm) de la bulle de pâte,  $P$  la pression (Pa) à l'intérieur de la bulle de pâte,  $t$  l'épaisseur (mm) de la paroi de la bulle de pâte pour l'élément de pâte initialement localisé en  $s$  (mm,  $0 \leq s \leq a$ ). La partie hachurée correspond au support métallique qui laisse passer l'air grâce à un fritté. La déformation de la bulle de pâte s'effectue selon un axe majeur (horizontal) et un axe mineur (vertical) (d'après [13]).



(a)



(b)

Figure 2. Alvéogramme : (a) Courbe initiale issue de l'alvéographe ; (b) Variation de la contrainte ( $\sigma$ ) avec la déformation biaxiale ( $\varepsilon_b$ ) déduite (Eq. (12)). Les courbes représentées sont fondées sur l'exemple de la farine B1. La zone d'intérêt (grise) en (b) pour l'ajustement par la loi puissance (Eq. (5)) est délimitée par  $0 \leq \varepsilon_b \leq 1$ . L'arrêt des courbes est dû à la rupture de la bulle.

(mm), convertie en pression  $P$  (Pa) ( $1 \text{ mm H}_2\text{O} = 9,8 \text{ Pa}$ ).

Les mesures à l'alvéographe étant fortement dépendantes des conditions opératoires (température, mode de pétrissage, etc.), le test est normalisé, notamment pour la préparation des pâtons [2] (normes AACC 54-30, ICC 121, NF EN-ISO 27971, et GOST 51415-99). Une masse de 250 g de farine hydratée à 50 % avec de l'eau salée (25 g de chlorure de sodium par litre d'eau) est pétrie, dans le pétrin dédié, pendant 6 min à 60 tr/min pour atteindre une température de pâte d'environ 26°C en fin de pétrissage. Cinq pâtons sont mis sous forme de disque, de rayon  $a = 27,5 \text{ mm}$  et épaisseur  $t_0 = 2,67 \text{ mm}$  (Fig. 1). Une courbe moyenne d'alvéogramme est ainsi obtenue à partir des cinq mesures (Fig. 2a).

L'alvéogramme est communément utilisé par les professionnels de l'industrie boulangère pour évaluer la qualité des farines via les cinq propriétés suivantes (Fig. 2a) :

- la pression ou ténacité  $P$ , mesurée pour la pression maximale de la courbe  $P_{max}$ .  $P$  serait un indicateur de la résistance à la déformation de la pâte ;
- l'extensibilité  $L$  (mm) de la pâte, mesurée à la rupture du film de pâte sous l'effet de l'air insufflé. Elle correspond à la distance sur l'axe des abscisses entre le temps où la bulle commence à gonfler jusqu'au moment où elle éclate. Il ne s'agit donc pas, en réalité, d'une longueur de pâte mais d'un temps.  $L$  serait reliée à l'extensibilité de la pâte ;
- le ratio  $P/L$ , évaluant l'équilibre entre la ténacité et l'extensibilité de la pâte, reflète la forme de la courbe. Pour une farine de mise en œuvre acceptable,  $P/L$  serait compris entre 0,6 et 0,8 [6]. Par exemple, si  $P/L > 0,8$ , la pâte, montrant un excès de ténacité, est peu extensible, ce qui rend le façonnage difficile.  $P/L$  serait fortement corrélé à la consistance de pâte  $k_0$  [14] définie à partir de la viscosité élongationnelle (cf. Eqs. (5) et (6)) ;
- la force boulangère  $W$  (J) correspond au travail mécanique conduisant à la rupture de la bulle, elle est définie par l'aire sous la courbe  $S$  (cm<sup>2</sup>) [2] ;
- l'indice d'élasticité  $IE$  (%) (Eq. (1)) reflèterait le relâchement de la pâte lors de la fermentation et/ou de la mise au four [15] :

$$IE = \frac{P_{200}}{P} \quad (1)$$

où  $P_{200}$  (mm H<sub>2</sub>O) est la valeur de pression enregistrée dans la bulle après avoir insufflé 200 cm<sup>3</sup> d'air, calculée à partir de la hauteur  $H_{200}$  lue sur l'alvéogramme pour  $L = 40 \text{ mm}$  [15].

Cinq alvéogrammes ont été réalisés pour chaque farine, dans des conditions identiques (période, appareil, opérateur) par le laboratoire Eurogerm (Dijon). Peu de variations ( $CV \leq 10\%$  pour les cinq paramètres) sont observées à l'issue de ces répétitions. C'est donc l'alvéogramme moyen de chaque farine qui est analysé dans cette étude.

## 2.2 Farines

Les farines de blé raffinées (T55 ou T65, 14 lots) proviennent de quatre références différentes ( $A = 5$  lots,  $B = 3$ ,  $C = 2$  et  $D = 4$ ) ; elles ont été obtenues à partir de différents mélanges de blé cultivés en 2020 selon différents modes de culture (conventionnel, raisonné ou biologique ; localisation : France ou Europe hors France).

Pour chaque référence, les lots de farine varient selon l'approvisionnement, *i.e.* selon la mouture et/ou la date de livraison sur le site de production. Ces farines répondent à des cahiers des charges distincts présentant des caractéristiques différentes mesurées par les meuniers : teneurs en protéines ( $p$ ), en cendres ( $ash$ ) et en eau ( $MC$ ) des farines, niveau d'activité des amylases évaluée par le temps de chute d'Hagberg ( $H$ ) et caractéristiques de l'alvéographe ( $P$ ,  $L$ ,  $P/L$ ,  $W$ ,  $IE$ ) (Tableau S1). En outre, les teneurs en fibres totale ( $AXT$ ) et en lipides totaux ( $AGT$ ) ont été déterminées en laboratoire (BIA-INRAE). L'analyse en composantes principales montre que près de 75% de la variabilité des farines est expliquée par les deux premières dimensions (Fig. 3).

La dimension 1 est essentiellement représentée par la teneur en protéines ( $p$ ) des farines et la dimension 2 par la teneur en cendres ( $ash$ ). Les farines A, B et D se classent par valeurs croissantes de  $P/L$  (Fig. 3b), caractéristique qui est corrélée à  $AXT$  (Fig. 3a) ; la farine C se distingue des trois autres du fait de son activité amylasique élevée ( $H$ ).

Par conséquent, ces quatre références de farine couvrent un large domaine de caractéristiques qui conduiront potentiellement à des comportements différents en ligne de production. En outre, la Figure 3b montre que la variabilité entre les lots de chaque farine est moins importante que celle entre les références de farine.

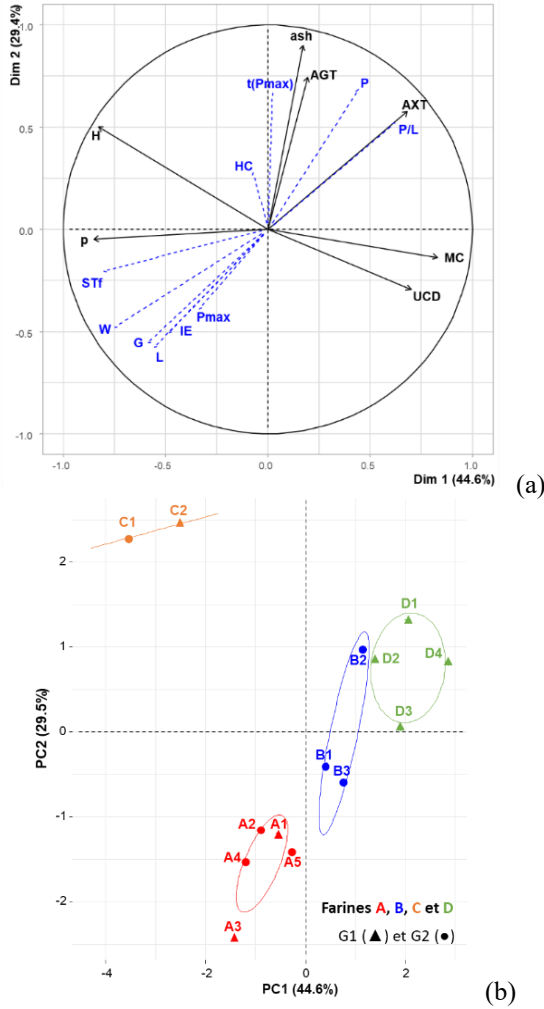


Figure 3. Analyse en Composantes Principales (ACP) représentant les résultats des analyses de meunier sur les Dim 1-2 : (a) Cercle des corrélations avec les paramètres des meuniers ; (b) Carte des similitudes des farines avec ellipses de confiance par référence de farine. L'ACP est effectuée avec la composition de la farine comme variables actives (noir) et les caractéristiques de la pâte comme variables supplémentaires, i.e. non utilisées dans l'analyse (bleu). La matrice des corrélations de ces variables est présentée dans le tableau S2. Les groupes 1 (▲) et 2 (●) reflètent deux corrélations différentes entre résultats de l'alvéogramme et LSF, ils sont précisément définis à la Figure 11. Paramètres importants :  $p$  : teneur en protéines ;  $ash$  : teneur en cendres ;  $MC$  : teneur en humidité de la farine ;  $UCD$  : teneur en amidon endommagé ;  $H$  : indice de chute d'Hagberg ;  $AXT$  : teneur totale en pentosanes de la farine ;  $AGT$  : teneur totale en acides gras de la farine ;  $P$  : ténacité ;  $L$  et  $G$  : extensibilité ;  $P/L$  : rapport ténacité / extensibilité.

### 2.3. Préparation de la pâte

Des pâtes (50 g) non levurées (ajout de 50% d'eau et 1,8 % de sel par rapport à la masse de la farine, bh) sont pétrées dans la cuve d'un farinographe Brabender (Duisburg, Allemagne), à 80 tr/min, pendant 9 min à température ambiante. Cette valeur d'hydratation est

inférieure à celles appliquées usuellement, dans l'intervalle 58-70%.

### 2.4. Test de compression uniaxiale en conditions lubrifiées (LSF)

Les propriétés élongationnelles de la pâte ont été mesurées en grandes déformations bi-extensionnelles par le test de compression uniaxiale en conditions lubrifiées (Fig. 4). Une machine d'essai universelle de traction/compression Adamel Lhomargy (Type DY-34B, Roissy en Brie) équipée d'une géométrie plaque-plateau ( $D = 20$  mm,  $h_0 = 15$  mm, lubrifiés avec de l'huile de paraffine de viscosité 110-230 mPa.s à 20°C) a été utilisée pour comprimer des échantillons cylindriques de pâte jusqu'à une hauteur finale de 0,2 mm, à une vitesse de compression constante ( $v = 5, 10$  ou 100 mm/min correspondant à des intervalles de vitesse de déformation  $\dot{\epsilon}_b$  respectifs de  $3 \times 10^{-3} - 2 \times 10^{-1}$ ,  $6 \times 10^{-3} - 4 \times 10^{-1}$  et  $6 \times 10^{-2} - 4 \text{ s}^{-1}$ ).

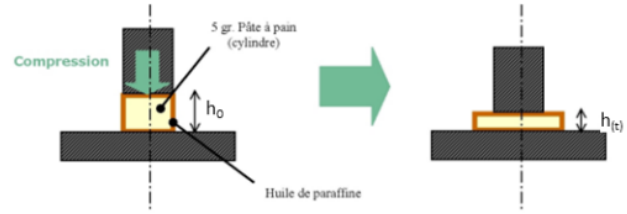


Figure 4. Schéma de principe du test de compression uniaxiale en conditions lubrifiées. La hauteur du pàton au temps  $t$  est  $h(t)$  et  $h_0$  correspond à la hauteur initiale du pàton.

$\dot{\epsilon}_b$  est définie par :

$$\dot{\epsilon}_b = \frac{v}{2h(t)} \quad (2)$$

avec  $h(t)$  la hauteur de l'échantillon au temps  $t$ .

Pour façonner des échantillons cylindriques, des pàtons de 5 g sont placés directement en fin de pétrissage dans des cylindres en téflon ( $h_0 \approx 14$  mm,  $D = 20$  mm), préalablement lubrifiés avec de l'huile de paraffine, puis laissés au repos à température ambiante pendant 30 min pour atteindre l'équilibre [16]. La déformation résultante du test est essentiellement une extension biaxiale sur une surface constante, car (i) la lubrification empêche le cisaillement entre les plaques et le cylindre de pâte, et (ii) il est vérifié que la pâte la plus molle n'a pas flué sous son propre poids. La force  $F$  (N) mesurée est convertie en contrainte  $\sigma$  (Pa) (Fig. 5a) :

$$\sigma = \frac{F}{A} \quad (3)$$

avec  $A$  (m<sup>2</sup>) l'aire du plateau supérieur (mobile,  $D = 20$  mm). La déformation biaxiale  $\epsilon_b$  est calculée, au



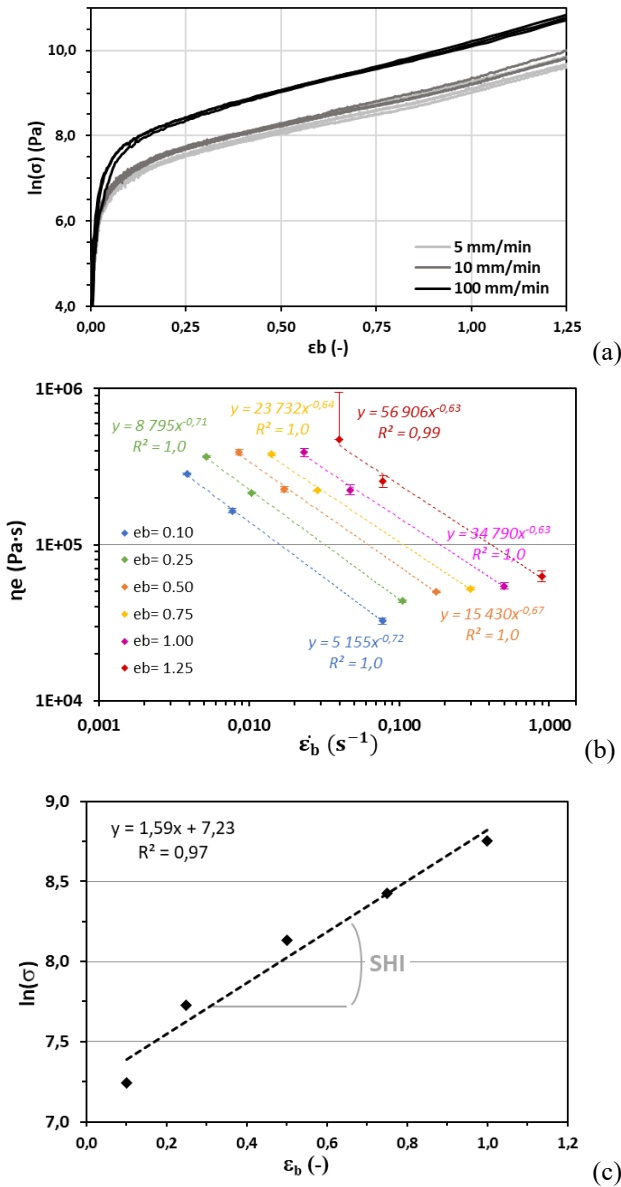


Figure 5. Courbes types obtenues lors des mesures en LSF (Fig. S1) représentant les variations de (a) la contrainte ( $\sigma$ ) avec la déformation ( $\epsilon_b$ ) pour 3 vitesses de compression (gris clair :  $v = 5$  mm/min - gris foncé :  $v = 10$  mm/min - noir :  $v = 100$  mm/min), (b) la viscosité élongationnelle ( $\eta_e$ ) avec la vitesse de déformation biaxiale ( $\dot{\epsilon}_b$ ) pour différentes valeurs de déformation ( $0 \leq \epsilon_b \leq 1,25$ ), (c) la contrainte ( $\ln \sigma$ ) avec la déformation biaxiale  $\epsilon_b$  pour une vitesse de déformation  $\dot{\epsilon}_b = 0,01$  s<sup>-1</sup>.

sens de Hencky, selon la méthode utilisée par Van Vliet et al. [9] (Eq. (4)), puis les vitesses de déformation biaxiale  $\dot{\epsilon}_b$  (s<sup>-1</sup>) sont calculées avec l'équation (2) pour des valeurs données de déformation  $\epsilon_b$  de 0,1 ; 0,25 ; 0,5 ; 0,75 ; 1,0 et 1,25.

$$\epsilon_b = \frac{1}{2} \ln \frac{h(t)}{h_0} \quad (4)$$

avec  $h_0$  la hauteur initiale de l'échantillon.

Pour une valeur de déformation donnée, la viscosité élongationnelle  $\eta_e$  (Pa.s), déduite de la contrainte  $\sigma$  (Pa), suit la loi d'Ostwald - de Waele (ou loi puissance) (Fig. 5b) :

$$\sigma = \dot{\epsilon}_b \eta_e = k_0 \dot{\epsilon}_b^n \exp(SHI \epsilon_b) \quad (5)$$

$$k = k_0 \exp(SHI \epsilon_b) \quad (6)$$

où  $k_0$  est une constante, et  $k$  (Pa.s<sup>n</sup>) et  $n$  (-) sont les indices de consistance et d'écoulement, le comportement de la pâte étant rhéofluidifiant lorsque  $n < 1$ .

Les variations de  $\ln \sigma$  en fonction de  $\epsilon_b$  peuvent être représentées à une vitesse de déformation biaxiale constante  $\dot{\epsilon}_b = 10^{-2}$  s<sup>-1</sup>, qui est une valeur moyenne typique des valeurs rencontrées lors du processus de panification. La pente de la courbe  $\ln \sigma = f(\epsilon_b)$  définit alors l'indice de rhéo-durcissement ( $SHI$  : Strain Hardening Index) (Fig. 5c) :

$$SHI = \left. \frac{d \ln \sigma}{d \epsilon_b} \right|_{\dot{\epsilon}_b = 10^{-2}} \quad (7)$$

Les grandeurs  $SHI$ ,  $k$ ,  $n$  et  $\eta_e$  caractérisent le comportement élongationnel des pâtes. Pour chaque pâte obtenue à partir des quatorze farines hydratées à 50%, quatre répétitions ont été effectuées à chaque compression.

## 2.5. Analyses de l'alvéogramme : conversion de la courbe de l'alvéographe en courbe contrainte-déformation

Afin de convertir l'alvéogramme en courbe contrainte-déformation, ces grandeurs sont calculées pour l'élément de pâte situé au sommet de la bulle.

Quand la bulle gonfle, et jusqu'à sa rupture, la paroi de pâte s'amincit non uniformément : l'épaisseur est plus fine au sommet qu'à sa base, du fait de son emprise dans le collier de serrage de l'alvéographe. Bloksma [11] a proposé un calcul de l'épaisseur au sommet ( $t_t$ ), basé sur les hypothèses suivantes : (a) la pâte est incompressible, (b) la bulle est sphérique, (c) chaque particule de pâte est déplacée, durant le gonflement, à partir de sa position initiale sur la surface de la sphère, selon un axe radial. Charalambides et al. [17] ont par la suite amélioré l'analyse en démontrant que la bulle de pâte est sphérique pour les déformations les plus faibles, puis, au-delà, ellipsoïdale, selon un ratio axe majeur (horizontal)/axe mineur (vertical) proche de 1,1 (Fig. 1). Ces considérations géométriques amènent aux relations liant le rayon  $R$  (mm) et le volume  $V$  (mm<sup>3</sup>) de la bulle, ainsi que l'épaisseur  $t$  (mm) de sa paroi [11, 17] :

$$R = \frac{a^2 + Ch^2}{2h} \quad (8)$$

$$V = Q \times \text{temps} = \pi h \frac{h^2 + 3a^2}{6} \quad (9)$$

$$t = t_0 \left[ \frac{a^4 + s^2 h^2}{a^2 (a^2 + h^2)} \right]^2 \quad (10)$$

avec  $t_0 = 2,67$  mm l'épaisseur initiale et  $a = 27,5$  mm le rayon du pignon initial,  $Q$  (mm<sup>3</sup>/s) le débit d'air insufflé dans la bulle,  $h$  (mm) la hauteur de la bulle.  $C$  est un facteur de correction de forme de la bulle (sphérique :  $C = 1$  pour  $h < 50$  mm ; ellipsoïdale :  $C = 1,1$  pour  $h \geq 50$  mm) et  $t$  (mm) est l'épaisseur de la paroi du tronçon de pâte initialement localisé à la distance  $s$  (mm) du centre du pignon. Au sommet de la bulle ( $s = 0$  mm),  $t = t_i$  et l'équation (10) devient :

$$t_i = t_0 \left[ 1 + \frac{h^2}{a^2} \right]^{-2} \quad (11)$$

La hauteur de la bulle  $h$  est calculée à partir de l'équation (9), par optimisation pas à pas selon la méthode de Newton-Raphson. Conformément à l'hypothèse (a) et en large déformation, la déformation au sens de Hencky  $\varepsilon_b$  à partir de l'équation (4) et la contrainte  $\sigma$  sont alors calculées, à partir des relations précédentes, pour tracer la courbe contrainte-déformation de l'élément de pâte situé au sommet de la bulle :

$$\varepsilon_b = -\frac{1}{2} \ln \frac{t_i}{t_0} = -\frac{1}{2} \ln \left[ \frac{t_0 \left( 1 + \frac{h^2}{a^2} \right)^{-2}}{t_0} \right] = \ln \left( 1 + \frac{h^2}{a^2} \right) \quad (12)$$

$$\sigma = \frac{PR}{2t_i} \quad (13)$$

## 2.6. Analyses statistiques

La courbe de contrainte-déformation issue de l'alvéogramme est ajustée par la loi puissance (Eq. (6)).  $n$  et  $SHI$  ont été considérés comme constants car ils varient peu quelles que soient les conditions (coefficients de variation inférieurs à 20% d'après [18]).  $n$  et  $SHI$  prennent ainsi des valeurs égales aux valeurs moyennes déterminées en LSF (voir paragraphe 3.1) et la valeur de  $k_0$  est déterminée grâce au solveur par la méthode des moindres carrés. L'indice  $SHI$  croît logarithmiquement selon la vitesse de déformation  $\dot{\varepsilon}_b$  [16] en suivant une relation de type :

$$SHI = a \ln \dot{\varepsilon}_b + b \quad (14)$$

Pour chacune des 14 farines (Fig. S2), les paramètres  $a$  et  $b$  (valeurs moyennes  $a = 0,13$  ;  $b = 2,24$ ) sont déterminés par la méthode des moindres carrés d'après la valeur de  $SHI$  mesurée en LSF à  $\dot{\varepsilon}_b = 0,01$  s<sup>-1</sup>. La valeur de  $SHI$  peut ainsi être obtenue pour toute valeur de  $\dot{\varepsilon}_b$ .

Des analyses statistiques descriptives (moyenne  $\pm$  écart-type) suivies de test de Student ( $p < 0,05$ ), sont également effectuées, via Excel et le logiciel R, pour évaluer la significativité des différences des résultats, par exemple pour différentes farines.

## 3. Résultats

### 3.1 Propriétés élongationnelles des farines en LSF

Ces mesures ont été réalisées pour des déformations  $0 \leq \varepsilon_b \leq 1$ . Elles montrent que les pâtes de farine de blé ont un comportement élongationnel rhéofluidifiant, décrit par la loi puissance (Eq. (6)), dont les valeurs numériques des coefficients sont reportées en Tableau 1a. Les variations les plus importantes sont obtenues pour les indices de consistance  $k_0$  et  $k$ , ce dernier variant de 26,1 à 46,1 kPa.s<sup>n</sup>. Dans la bibliographie, les valeurs rapportées pour  $k$  sont inférieures et majoritairement comprises dans l'intervalle 5-20 kPa.s<sup>n</sup> [5, 16, 19-25]. Des valeurs de  $k$  supérieures (> 25 kPa.s<sup>n</sup>) ont été obtenues par Meerts et al. [26] en extension uniaxiale, pour des pâtes moins hydratées, à des teneurs en eau (en base totale) de 43% alors qu'elles varient de 46 à 48% dans les références précitées. Le rôle majeur de la teneur en eau sur l'indice  $k$  a en effet été mis en évidence récemment [18].

(a)

Farines	Teneur en eau de la pâte (% base totale)	$k$ à $\varepsilon_b = 1,0$ (kPa.s <sup>n</sup> )	$k_0$ (kPa)	$n$ (-)	$SHI$ à $\dot{\varepsilon} = 0,01$ s <sup>-1</sup> (-)
A1	42,3	26,1	<b>4,1</b>	0,34	<b>1,86</b>
A2	42,3	41,6	6,6	0,40	1,85
A3	42,3	<b>26,5</b>	<b>4,1</b>	0,34	1,85
A4	42,3	<b>35,3</b>	6,0	0,35	1,77
<b>A5</b>	<b>42,5</b>	<b>26,9</b>	<b>4,9</b>	<b>0,36</b>	<b>1,70</b>
B1	42,4	34,8	<b>7,1</b>	0,37	1,59
B2	42,6	33,0	5,6	0,34	1,77
<b>B3</b>	<b>42,5</b>	<b>32,0</b>	<b>5,7</b>	<b>0,35</b>	<b>1,72</b>
<b>C1</b>	<b>42,1</b>	<b>32,9</b>	<b>7,5</b>	<b>0,43</b>	<b>1,48</b>
C2	42,3	30,0	5,0	<b>0,30</b>	1,79
<b>D1</b>	<b>42,5</b>	<b>34,2</b>	<b>6,4</b>	<b>0,33</b>	<b>1,67</b>
D2	42,3	33,2	5,9	0,34	1,73
D3	42,6	34,4	5,9	0,36	1,76
D4	42,6	29,3	5,4	0,37	1,70

Les valeurs en gras sont les valeurs extrêmes, celles surlignées en gris indiquent les échantillons dont les courbes d'écoulement sont présentées en Fig. 6.

(b)

Farines	k (kPa.s <sup>n</sup> )	k <sub>0</sub> (kPa.s <sup>n</sup> )	n (-)	SHI (-)
A	31,3 ± 2,1 (a)	5,14 ± 0,45 (a)	0,36 ± 0,02 (a)	1,81 ± 0,04 (a)
B	33,3 ± 2,7 (a)	6,13 ± 0,58 (a)	0,35 ± 0,02 (a)	1,69 ± 0,06 (a)
C	31,5 ± 3,3 (a)*	6,25 ± 0,71 (a)*	0,37 ± 0,03 (a)*	1,64 ± 0,07 (a)*
D	32,8 ± 2,3 (a)	5,90 ± 0,50 (a)	0,35 ± 0,02 (a)	1,72 ± 0,05 (a)

Tableau 1. (a) Propriétés élongationnelles des pâtes à 50% d'hydratation (% d'eau ajouté à la farine) déterminées en LSF ; (b) leurs valeurs (moyenne ± ET) par référence de farines (A, B, C et D). Les résultats dans une colonne suivis par une lettre différente sont significativement différents (ANOVA,  $p < 0,05$ ).

Par ailleurs, les origines des farines A, B, C et D ne conduisent pas à des valeurs significativement différentes de ces propriétés, comme l'indiquent les résultats de l'ANOVA (Tableau 1b) et contrairement à ce que suggéraient les résultats de l'alvéographe représentés sur la carte de similitude (Fig. 3b).

Les courbes typiques de la viscosité élongationnelle, obtenues à partir de l'équation (6) pour  $\varepsilon_b = 1$ , sont représentées pour quatre des 14 farines (Fig. 6). Ces farines sont supposées présenter des comportements distincts selon la carte de similitude (Fig. 3b), alors que, dans l'intervalle de vitesse de déformation représenté et notamment aux vitesses les plus élevées ( $0,3 \text{ s}^{-1} < \dot{\varepsilon}_b < 3 \text{ s}^{-1}$ ), caractéristiques des valeurs rencontrées lors du pétrissage, les courbes d'écoulement sont très proches. Les différences de viscosité élonga-

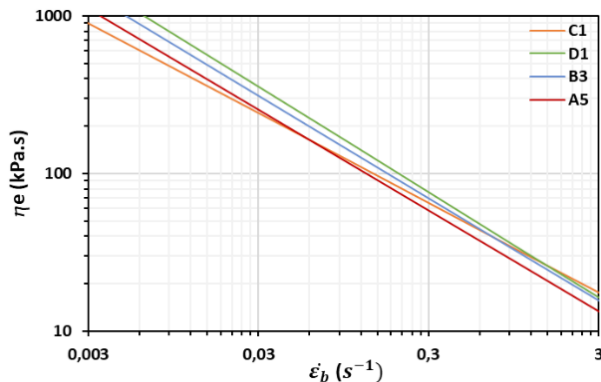


Figure 6. Courbes d'écoulement typiques pour quatre farines (A5, B3, C1, D1, surlignées dans le Tableau 1a) aux comportements distincts selon la Fig. 3b.

tionnelle vont toutefois s'amplifier pour les faibles valeurs de vitesse de déformation ( $10^{-4} < \dot{\varepsilon}_b < 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ ), caractéristiques des valeurs rencontrées lors de la fermentation des pâtes.

### 3.2 Propriétés élongationnelles des farines à partir des alvéogrammes

#### 3.2.1. Courbes contrainte-déformation

Les alvéogrammes moyens de chaque farine (Fig. 7a) sont analysés selon la méthode présentée au para-

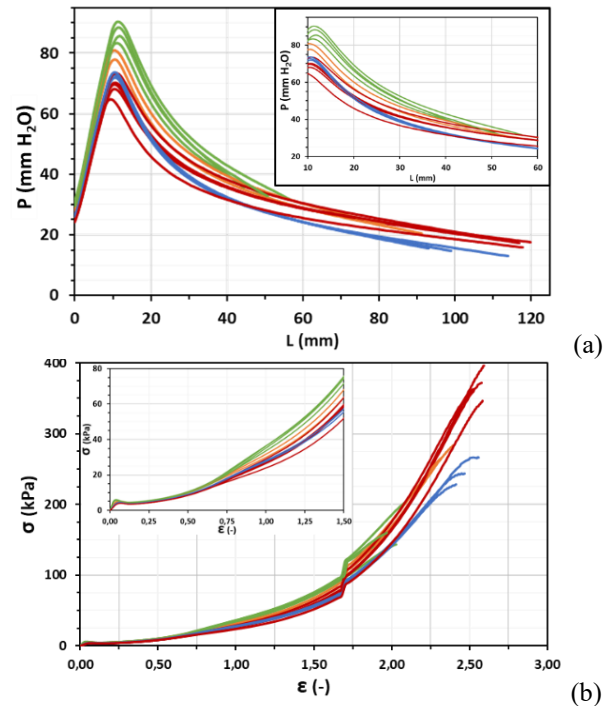


Figure 7. Résultats moyens pour les 14 farines issus de l'alvéographe : (a) courbes initiales ; (b) courbes contrainte - déformation déterminées à partir de l'alvéogramme moyen. La méthode de conversion de (a) à (b) est présentée au paragraphe 2.5. Les farines proviennent des 4 références différentes : A (rouge, 5 farines), B (bleu, 3 farines), C (orange, 2 farines) et D (vert, 4 farines).

graphe 2.5 pour déterminer les courbes contrainte-déformation (Fig. 7b). Elles présentent la même allure générale pour les 14 farines. Une singularité est observée pour  $\varepsilon_b \approx 1,75$ , elle correspond à la correction effectuée pour prendre en compte le passage de la forme sphérique de la bulle à la forme ellipsoïdale, établie pour une hauteur de bulle  $h = 58 \text{ mm}$  d'après les observations de Charalambides et al. [17].

La rupture de la bulle de pâte des farines D est observée pour des déformations et contraintes plus faibles ( $\varepsilon_b \leq 2,10$  ;  $\sigma \leq 200 \text{ kPa}$ ) que pour les autres farines ( $\varepsilon_b > 2,4$  ;  $\sigma > 225 \text{ kPa}$ ). La rupture de la bulle s'effectue à des valeurs de déformation proches pour A, B et C, mais pour des valeurs de contraintes différentes. La déformation maximale des pâtes, *i.e.* leur aptitude à s'étirer, diffère donc selon l'origine des farines. Les pâtes issues des farines de la référence A forment une bulle qui résiste à des contraintes plus élevées ( $\sigma > 350 \text{ kPa}$ ). Ces propriétés sont reliées à la qualité du réseau de gluten, en grande partie expliquée par la teneur en protéines des farines. En effet, les farines D, qui conduisent aux pâtes les moins extensibles, ont une teneur en protéines significativement plus faible que celle des autres références :  $p(D) = 10,1 \pm 0,3 \%$  contre  $p(A) = 11,9 \pm$

0,1 %,  $p(B) = 12 \pm 0,1$  % et  $p(C) = 12,9 \pm 0,0$  % (Tableau S1). En revanche, la résistance plus forte des farines A à l'extension n'est pas expliquée directement par le taux de protéines totales. D'autres facteurs peuvent venir expliquer cette propriété, comme la quantité de gluténines de haut poids moléculaire [27] ou les interactions amidon-gluten [28–30].

Les courbes de contrainte-déformation obtenues à partir des alvéogrammes moyens sont comparées aux courbes correspondantes, mesurées en LSF aux trois vitesses de compression ( $v = 5, 10$  et  $100$  mm/min) (Fig. 8). Les courbes ont la même allure générale. La courbe obtenue à partir de l'alvéogramme est proche de celle obtenue en LSF à  $v = 100$  mm/min pour toutes les farines.

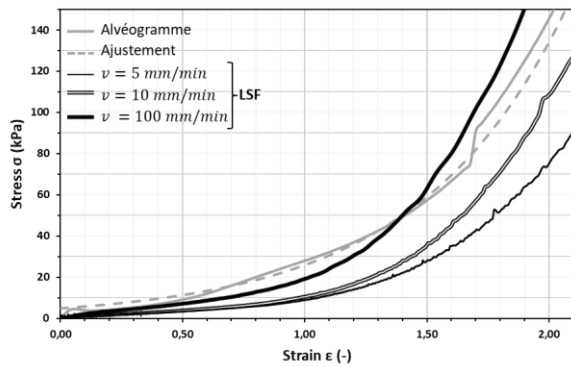


Figure 8. Courbes de contrainte – déformation d'une pâte à 50% d'hydratation obtenue avec les 3 vitesses de compression de LSF ( $v = 5, 10$  et  $100$  mm/min) et l'alvéographe, dans le cas de la farine B1. La courbe en pointillés est obtenue par ajustement de l'alvéogramme selon la méthode présentée au paragraphe 3.2.2.

Au cours du test d'alvéographe, la vitesse de déformation n'est pas constante, elle décroît avec le temps (Fig. 9), car le débit d'air insufflé dans la bulle est constant.  $\dot{\varepsilon}_b$  varie de  $0,42$  s<sup>-1</sup> à  $0,10$  s<sup>-1</sup>, mais, pour simplifier l'analyse de l'alvéogramme, la vitesse de déformation sera supposée constante et fixée à  $\dot{\varepsilon}_b = 0,25$  s<sup>-1</sup>, valeur moyenne de la vitesse de déformation pour  $0 < \varepsilon_b < 1,5$ , pour les 14 farines (Tableau S3). Cette valeur est située dans l'intervalle des valeurs de vitesse de déformation appliquées en LSF pour une vitesse de compression de  $100$  mm/min. Si l'on applique la loi puissance du comportement de la pâte (Eq. (6)), avec  $n = 0,36$  et  $\dot{\varepsilon}_b = 0,25$  s<sup>-1</sup> pour calculer la contrainte  $\sigma$ , l'erreur induite par cette approximation de  $\dot{\varepsilon}_b$  est de 20%, elle est donc raisonnable.

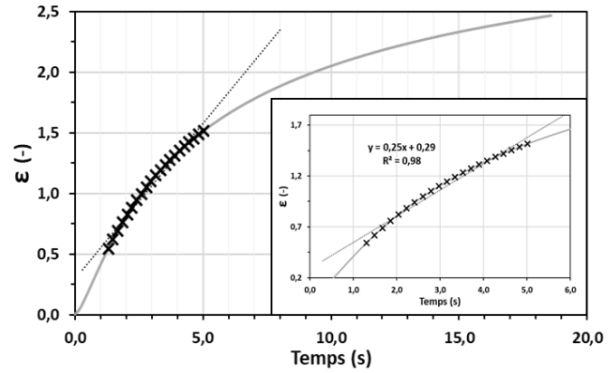


Figure 9. Exemple de variation de la déformation  $\varepsilon_b$  au sommet de la bulle de pâte en fonction du temps pour la farine B1. Courbe grise : durée totale du test d'alvéographe jusqu'à la rupture de la bulle de pâte. La courbe est ajustée par une régression linéaire (x) pour  $0,5 < \varepsilon_b < 1,5$ .

### 3.2.2. Détermination de la loi de comportement élongationnel à partir de l'alvéogramme

Pour les 14 farines, la courbe  $\sigma = f(\varepsilon_b)$  de l'alvéogramme peut être ajustée par la loi puissance (Eq. (6)), ce qui permet de déterminer les valeurs des coefficients  $k_0$ . Les valeurs de  $n$  et  $SHI$  sont supposées constantes et égales aux valeurs moyennes déterminées en LSF :  $n = 0,36$ ,  $SHI(\dot{\varepsilon}_b = 0,01$  s<sup>-1</sup>) =  $1,73$ . En outre, pour pouvoir comparer les résultats obtenus par LSF et alvéographe, l'indice  $SHI$  moyen est calculé, d'après l'équation (14), pour  $\dot{\varepsilon}_b = 0,25$  s<sup>-1</sup> :  $SHI = 2,05$  (cf. Tableaux 1b et S4). Enfin, le solveur a été initialisé avec la valeur moyenne déterminée par LSF :  $k_0 = 5,71$  kPa.s<sup>n</sup>. L'équation (6) est appliquée dans l'intervalle  $0 < \varepsilon_b < 1,5$ , ce qui est cohérent avec les mesures de LSF ( $0,5 < \varepsilon_b < 1,25$ ) et avec les conditions rencontrées par la pâte lors du processus de panification. En outre, ces conditions permettent de s'affranchir de la correction de forme de la bulle de pâte. Les valeurs de contraintes  $\sigma$  calculées pour  $\dot{\varepsilon}_b = 0,25$  s<sup>-1</sup> et  $0 < \varepsilon_b < 1,5$  par ajustement de l'alvéogramme ( $k_0$ ) à l'aide de l'équation (6) peuvent donc être comparées avec celles mesurées en LSF (Fig. 10). La proximité des deux courbes  $\sigma = f(\varepsilon_b)$  est évaluée par le coefficient de détermination  $R^2$ , dont la valeur moyenne pour les 14 farines est de  $0,94 \pm 0,06$ . L'ajustement est donc de bonne qualité, même pour les farines D dont le comportement à l'alvéographe était notablement différent des autres références (Fig. 7a, b).

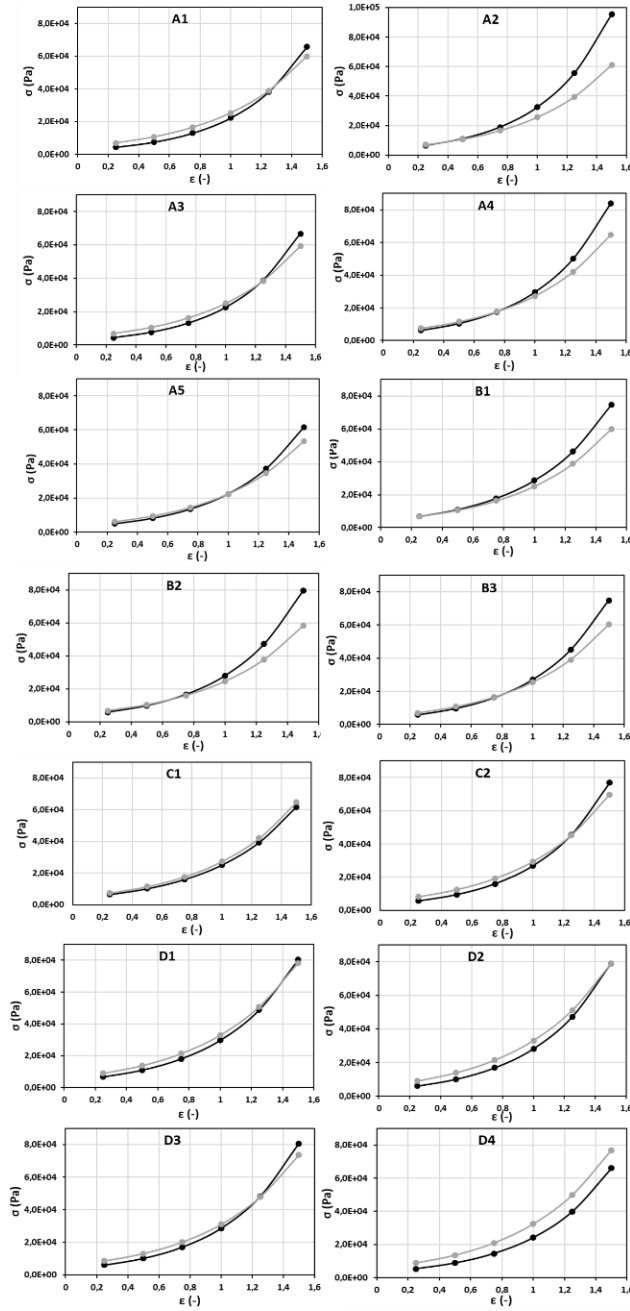


Figure 10. Variations de la contrainte en fonction de la déformation à  $\dot{\varepsilon}_b = 0,25 \text{ s}^{-1}$  (14 farines), définies en LSF (courbe noire) ou avec l'alvéographe (courbe grise), la proximité des courbes est avérée par  $R^2 \geq 0,89$  (excepté pour A2 et B2).

L'écart entre les courbes s'accroît, notamment pour A2 et B2, lorsque  $\varepsilon_b > 1,2$ , ce qui peut s'expliquer par le fait que les mesures en LSF sont moins fiables pour ces valeurs de déformation car les conditions de lubrification de la mesure sont dépassées (Fig. S1). Ce défaut d'ajustement aux plus larges déformations est toutefois peu pénalisant car, en ligne de production, ces valeurs - au sens de Hencky - sont des valeurs extrêmes.

Cependant, de façon un peu surprenante, les valeurs de  $k_0$  obtenues par les deux méthodes ne sont pas simplement corrélées (Fig. 11), celles obtenues par ajustement des alvéogrammes étant systématiquement supérieures à celles déterminées par LSF, ce qui peut être dû au choix de prendre des valeurs constantes pour  $n$  et  $SHI$ .

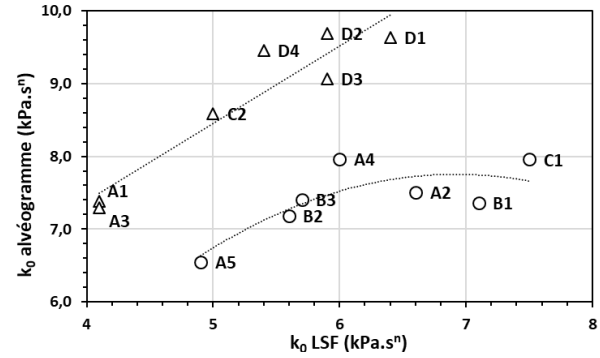


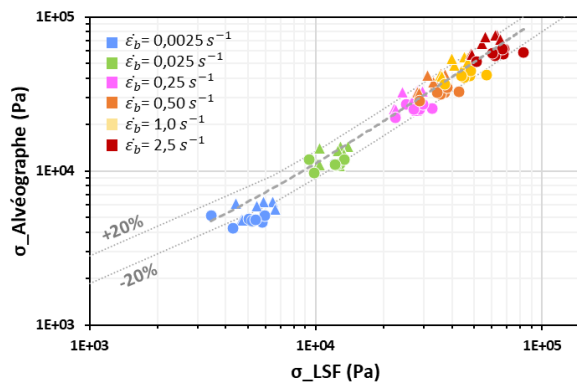
Figure 11. Comparaison des valeurs de  $k_0$  déterminées par LSF avec celles déterminées par ajustement de l'alvéographe par la loi de comportement élongationnel ( $n = 0,36$  -  $SHI = 2,05$  -  $\dot{\varepsilon}_b = 0,25 \text{ s}^{-1}$ ) pour les 14 farines. Les deux groupes (1,  $\Delta$  ; 2,  $\circ$ ) sont respectivement ajustés par les fonctions  $y = 1,06x + 3,13$  ( $R^2 = 0,89$ ) et  $y = -0,27x^2 + 3,08x - 5,38$  ( $R^2 = 0,65$ ).

Deux groupes sont ainsi mis en évidence, indépendamment de la référence de farine. Le premier correspond plutôt à des farines présentant des valeurs de  $P/L$  élevées, le second à des valeurs de  $P/L$  faibles, comme annoté en Fig. 3. Une telle différence a déjà été mise en évidence pour le comportement des pâtes lors du pétrissage, par un pétrin « spirale » à mouvement planétaire [31], soulignant l'importance du mode de déformation élongationnel lors de cette opération. En revanche, ce résultat semble en contradiction avec celui obtenu par Jodal et Larsen [14] qui montre une corrélation entre  $P/L$  et  $k_0$ , cette dernière propriété étant toutefois déterminée en déformation uni-extensionnelle et pour un ensemble de farines beaucoup plus large.

Après avoir déterminé  $k_0$ , il est possible de calculer la valeur de  $\sigma$  pour toute valeur de  $\dot{\varepsilon}_b$ , c'est-à-dire au-delà de l'intervalle de vitesse de déformation mis en œuvre dans le test de l'alvéographe (Fig. 12).

Compte-tenu des hypothèses sous lesquelles ils ont été obtenus et du choix d'une déformation élevée ( $\varepsilon_b = 1$ ), les résultats montrent une très bonne corrélation entre les deux méthodes. En effet, outre la haute valeur du coefficient de régression et de l'ajustement sur la bissectrice, moins de 10% des points se situent hors de l'intervalle de valeurs à  $\pm 20\%$ . Logiquement





**Figure 12** : Comparaison des valeurs de la contrainte calculée à partir des résultats de l'Alvéographe avec celles mesurées par LSF pour les 14 farines. La contrainte est calculée pour  $\varepsilon_b = 1$  et à six valeurs de vitesse de déformation  $\varepsilon_b$  (code couleur :  $2,5 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1} < \varepsilon_b < 2,5 \text{ s}^{-1}$ ) et pour les deux groupes distingués en Fig.11 (1,  $\Delta$  ; 2, O). La droite en pointillés gris est la régression linéaire de l'ensemble des points à toutes les déformations, tandis que la droite noire est la bissectrice ( $y = x + 1353 \text{ Pa}$ ,  $R^2 = 0,91$ ).

les points les plus éloignés sont ceux obtenus à faible vitesse de déformation, condition la plus éloignée de l'alvéographe. Cet accord suggère que le test de l'alvéographe permet de déduire la loi de comportement élongationnel à partir de valeurs moyennes des indices d'écoulement et de rhéo-durcissement, dans un espace expérimental assez large. Certes, l'alvéogramme de la farine est obtenu pour une hydratation de 50% (eau ajoutée en % de farine), mais la fonction définissant les variations de l'indice de consistance en fonction de la teneur en eau ayant été déterminée [18], il devient possible de définir ce comportement pour toute teneur en eau de la pâte. En outre, l'alvéographe classe les farines selon leur capacité à être étirées de manière analogue à la LSF. Ainsi, il peut conduire aux propriétés rhéologiques de la pâte via un modèle de comportement élongationnel, ce qui est plus rigoureux que l'utilisation des paramètres empiriques ( $P$ ,  $G$ ,  $L$ ,  $W$ ,  $P/L$ ,  $IE$ ) (cf. paragraphe 2.1).

#### 4. Conclusion

L'alvéographe est un test largement utilisé par les professionnels pour évaluer empiriquement le comportement élongationnel de la pâte de farine de blé, pour une teneur en eau fixe et un intervalle de vitesse de déformation restreint. En comparant ses résultats à ceux obtenus par le test rhéométrique de compression uniaxiale en conditions lubrifiées (LSF), pour 14 farines de comportement distinct, nous avons montré qu'il permettait aussi de déterminer plus précisément ses propriétés rhéologiques. En effet, l'alvéogramme, qui représente la résistance de la pâte à une déformation biaxiale, peut être converti en courbe de contrainte-déformation en calculant le

volume et la hauteur de la bulle de pâte, ainsi que son épaisseur et la pression appliquée à son sommet à partir de modèles géométriques [11]. Cette courbe est elle-même ensuite ajustée par une loi puissance de comportement élongationnel, qui est appliquée dans une gamme  $0 < \varepsilon_b \leq 1,5$  en supposant la vitesse de déformation de l'alvéographe constante et égale à  $\dot{\varepsilon}_b = 0,25 \text{ s}^{-1}$ , pour des valeurs constantes des indices d'écoulement et de rhéo-durcissement,  $n$  et  $SHI$ . Le coefficient de consistance  $k_0$  est ainsi déterminé et, même si sa corrélation aux valeurs mesurées par le test de LSF dépend du type de farine, les valeurs de contrainte ainsi calculées sont en bon accord avec les mesures issues du test de LSF pour des pâtes à 50% d'hydratation, obtenues à partir de 14 farines ( $R^2 = 0,91$ ). L'influence de la teneur en eau étant similaire pour des farines différentes, ces résultats issus de l'alvéographe peuvent donc être étendus à un large domaine de conditions opératoires, que ce soit en laboratoire ou en boulangerie industrielle.

#### Remerciements

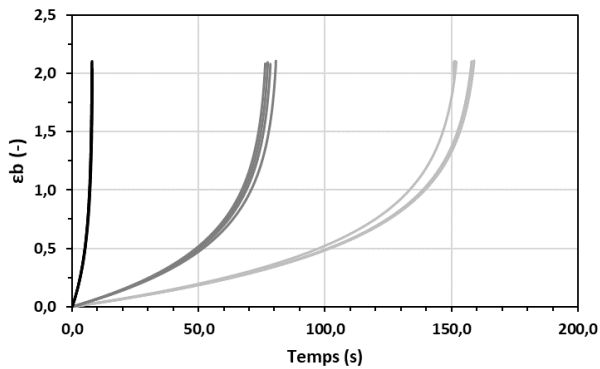
Ce travail a été mené dans le cadre du projet de thèse CIFRE n°2020/0687 entre La Boulangère & Co et INRAE.

#### Références

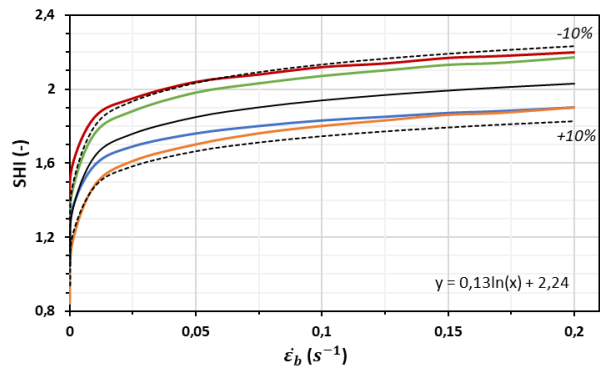
- [1] R. K. Schofield, G. W. Scott Blair, The relationship between viscosity, elasticity and plastic strength of a soft material as illustrated by some mechanical properties of flour dough IV— The separate contributions of gluten and starch, *Proc. R. Soc. London. Ser. A - Math. Phys. Sci.*, 160., 87–94 (1937).
- [2] H. Faridi, V. F. Rasper, *The Alveograph Handbook*. American Association of Cereal Chemists, Saint Paul (USA) (1987).
- [3] A. Bettge, G. L. Rubenthaler, Y. Pomeranz, Alveograph algorithms to predict functional properties of in bread and cookie baking, *Cereal Chem.*, 66, 81–86 (1989).
- [4] C. A. Osella, J. Robutti, H. D. Sánchez, F. Borrás, M. A. de la Torre, Dough properties related to baking quality using principal component analysis, *Cienc. Tecnol. Aliment.*, 6, 95–100 (2008).
- [5] A. Ktenioudaki, F. Butler, E. Gallagher, Dough characteristics of Irish wheat varieties I. Rheological properties and prediction of baking volume, *LWT - Food Sci. Technol.*, 44, 594–601 (2011).
- [6] P. Roussel, H. Chiron, *Les pains français : Evolution, qualité, production*, Mae-Erti. Vesoul (2002).
- [7] G. Della Valle, Aliments céréaliers, une histoire de fibres et de films, racontée par la rhéologie, *Rhéologie*, 38, 1–7 (2020).
- [8] S. Chatraei, C. W. Macosko, H. H. Winter, Lubricated

- Squeezing Flow: A new biaxial extensional rheometer,” *J. Rheol.*, 25, 433–443, (1981).
- [9] T. van Vliet, A. M. Janssen, A. H. Bloksma, P. Walstra, Strain hardening of dough as a requirement for gas retention, *J. Text. Stud.*, 23, 439–460 (1992).
- [10] I. Hlynka, F. W. Barth, Chopin Alveograph studies I - Dough resistance at constant sample deformation, *Cereal Chem.*, 32, 463–1955 (1955).
- [11] A. H. Bloksma, A calculation of the shape of the alveograms of some rheological model substances, *Cereal Chem.*, 34, 126–136 (1957).
- [12] B. Launay, J. Buré, J. Praden, Use of the Chopin alveograph as a rheological tool. I. Dough deformation measurements, *Cereal. Chem.*, 54, 1042–1048 (1977).
- [13] M. Chopin, Essai mécanique et rhéologie des pâtes de farine, in: *Cinquante années de recherches relatives aux blés et à leur utilisation industrielle*, Imprimerie Laboureur et Cie, Issoudun, pp. 91–114 (1973).
- [14] A.S.S. Jødal, K. L. Larsen, Investigation of the relationships between the alveograph parameters, *Sci. Rep.*, 11, 5349 (2021).
- [15] P. Kitissou, Un nouveau paramètre alvéographique : l’indice d’élasticité (Ie), *Ind. Céréal.* 9–17 (Février 1995).
- [16] B. Launay, C. Michon, Biaxial extension of wheat flour doughs: lubricated squeezing flow and stress relaxation properties, *J. Text. Stud.*, 39, 496–529 (2008).
- [17] M. Charalambides, L. Wanigasooriya, G. Williams, S. Chakrabarti, Biaxial deformation of dough using the bubble inflation technique. I. Experimental, *Rheol. Acta*, 41, 532–540 (2002).
- [18] M. Dufour, L. Chaunier, D. Lourdin, A.-L. Réguerre, F. Hugon, A. Dugué, K. Kansou, L. Saulnier, G. Della Valle, Unravelling the relationships between wheat dough extensional properties, gluten network and water distribution, *Food Hydrocoll.*, 146, 109214 (2024).
- [19] J. Rouillé, G. Della Valle, M. F. Devaux, D. Marion, L. Dubreil, French bread loaf volume variations and digital image analysis of crumb grain changes induced by the minor components of wheat flour, *Cereal Chem.*, 82, 20–27 (2005).
- [20] T. van Vliet, Strain hardening as an indicator of bread-making performance: A review with discussion, *J. Cereal Sci.*, 48, 1–9 (2008).
- [21] A. Shehzad, H. Chiron, G. Della Valle, B. Lamrini, D. Lourdin, Energetical and rheological approaches of wheat flour dough mixing with a spiral mixer, *J. Food Eng.*, 110, 60–70 (2012).
- [22] J. D. Kouassi-Koffi, V. Muresan, S. N. Gnangui, A. Sturza, E. Mudura, L. P. Kouamé, Wheat flour dough rheological properties measurement: Effects of the target values on the attained results, *J. Tex. Stud.*, 46, 475–486 (2015).
- [23] F. Le Bleis, L. Chaunier, H. Chiron, G. Della Valle, L. Saulnier, Rheological properties of wheat flour dough and French bread enriched with wheat bran, *J. Cereal Sci.*, 65, 167–174 (2015).
- [24] A. Turbin-Orger, A. Shehzad, L. Chaunier, H. Chiron, G. Della Valle, “Elongational properties and proofing behaviour of wheat flour dough, *J. Food Eng.*, 168, 129–136 (2016).
- [25] J. Rouillé, G. Della Valle, J. Lefebvre, E. Sliwinski, T. vanVliet, Shear and extensional properties of bread doughs affected by their minor components, *J. Cereal Sci.*, 42, 45–57 (2005).
- [26] M. Meerts, R. Cardinaels, F. Oosterlinck, C. M. Courtin, P. Moldenaers, The impact of water content and mixing time on the linear and non-linear rheology of wheat flour dough, *Food Biophys.*, 12, 151–163 (2017).
- [27] H. Sadouki, J. C. Autran, Mise en évidence du rôle de certaines gluténines de haut poids moléculaire dans la qualité boulangère des blés tendres en Algérie, *Leb. Technol.*, 20, 180–190 (1987).
- [28] X. Gao, J. Tong, L. Guo, L. Yu, S. Li, B. Yang, L. Wang, Y. Liu, F. Li, J. Guo, S. Zhai, C. Liu, A. Rehman, A. Farahnaky, P. Wang, Z. Wang, X. Gao, Influence of gluten and starch granules interactions on dough mixing properties in wheat (*Triticum aestivum* L.), *Food Hydrocoll.*, 106, 105885 (2020).
- [29] Y. Song, Q. Zheng, Dynamic rheological properties of wheat flour dough and proteins, *Trends Food Sci. Tech.*, 18, 132–138 (2007).
- [30] M.A.P. Mohammed, E. Tarleton, M.N. Charalambides, J. G. Williams, Mechanical characterization and micromechanical modeling of bread dough, *J. Rheol.*, 57, 249–272 (2013).
- [31] F. Hugon, M. Dufour, H. Chiron, G. Della Valle, K. Kansou, Modeling the mixing power curve to assess bread dough rheological behavior, *J. Cereal Sci.*, 111, 103667 (2023).

Annexes



**Figure S1.** LSF - Courbes de déformation ( $\varepsilon_b$ ) en fonction du temps, pour les quatre vitesses de compression ( $v = 5$  (gris clair) – 10 (gris foncé) – 100 (noir) mm/min) dans le cas de la farine B1.



**Figure S2.** Evolution de  $SHI$  (-) en fonction de la vitesse de déformation  $\dot{\varepsilon}_b$  ( $s^{-1}$ ) pour quatre farines (rouge : A2 - bleu : B1 - orange : C1 – vert : D3).  $SHI$  croît logarithmiquement en fonction de  $\dot{\varepsilon}_b$  selon l'Eq. (14). Le modèle moyen de l'évolution de  $SHI = f(\dot{\varepsilon}_b)$  (courbe noire,  $a = 0,13$  ;  $b = 2,24$ ) enveloppe à  $\pm 10\%$  (lignes en pointillés noirs) les modèles des quatre farines.

**Tableau S1 :** Caractéristiques (a) des farines, et (b) des pâtes de farine de blé. Les analyses classiques des meuniers sont en gris, les analyses supplémentaires en noir. Paramètres : caractéristiques de la farine ( $p$  : teneur en protéines ;  $ash$  : teneur en cendres ;  $MC$  : teneur en humidité de la farine ;  $UCD$  : teneur en amidon endommagé ;  $H$  : indice de chute d'Hagberg ;  $AXT$  : teneur totale en pentosanes de la farine ;  $AGT$  : teneur totale en acides gras de la farine) ; paramètres alvéographiques ( $P$  : ténacité ;  $L$  et  $G$  : extensibilité ;  $P/L$  : rapport ténacité / extensibilité ;  $IE$  : indice d'élasticité ;  $W$  : étirement à la cuisson) ; paramètres du farinographe ( $HC$  : absorption ;  $STf$  : temps de stabilité au farinographe) ; paramètres de la courbe de puissance obtenue au pétrin pilote à spirale VMI ( $P_{max}$  : puissance maximale ;  $t(P_{max})$  : temps pour atteindre  $P_{max}$ ).

Farine	Origine	<i>Ash</i> (%)	<i>MC</i> (%)	<i>p</i> (%)	<i>H</i> (s)	<i>UCD</i> (%)	<i>AXT</i> (%)	<i>AGT</i> (%)
A1	A	0,56	14,2	12		355	23,3	1,67
A2	A	0,56	14,2	12		368	22,8	1,69
A3	A	0,55	14,2	11,8		370	22,8	1,5
A4	A	0,56	14,2	11,9		370	22,6	1,6
A5	A	0,56	14,5	12		350	22,7	1,61
B1	B	0,64	14,3	12,1		369	24,2	1,84
B2	B	0,62	14,6	11,9		385	23,9	1,79
B3	B	0,62	14,5	12		366	24,3	1,7
C1	C	0,7	13,9	12,9		530	21,6	1,66
C2	C	0,67	14,1	12,9		498	21,6	1,79
D1	D	0,7	14,4	10		324	23,1	2
D2	D	0,67	14,2	10,4		331	23,4	1,99
D3	D	0,65	14,6	9,7		304	22,7	1,73
D4	D	0,64	14,6	10,1		331	23,6	2,14

(a)





**Tableau S3.** Variations de la vitesse de déformation pour  $0 < \varepsilon_b \leq 1,50$  pour les 14 farines.

Régression linéaire ( $0 < \varepsilon_b \leq 1,50$ )				
Farine	$\dot{\varepsilon}_{b_{min}}$ ( $s^{-1}$ )	$\dot{\varepsilon}_{b_{max}}$ ( $s^{-1}$ )	Pente	R <sup>2</sup>
A1	0,16	0,45	0,26	0,98
A2	0,16	0,42	0,25	0,98
A3	0,16	0,43	0,26	0,95
A4	0,16	0,46	0,27	0,98
A5	0,16	0,42	0,24	0,98
B1	0,16	0,46	0,27	0,98
B2	0,16	0,42	0,25	0,98
B3	0,16	0,42	0,24	0,98
C1	0,16	0,43	0,26	0,98
C2	0,16	0,42	0,24	0,98
D1	0,16	0,42	0,25	0,98
D2	0,16	0,43	0,26	0,98
D3	0,16	0,42	0,25	0,98
D4	0,16	0,43	0,25	0,98

**Tableau S4.** Valeurs de *SHI* de LSF mesurées à  $\dot{\varepsilon}_b = 0,01 \text{ s}^{-1}$  et calculées à  $\dot{\varepsilon}_b = 0,25 \text{ s}^{-1}$  à partir de l'équation  $SHI = 0,13 \ln \dot{\varepsilon}_b + 2,24$  d'après la Figure 8.

Farine	<i>SHI</i> LSF (-) à $\dot{\varepsilon}_b = 0,01 \text{ s}^{-1}$	<i>SHI</i> LSF (-) à $\dot{\varepsilon}_b = 0,25 \text{ s}^{-1}$
A1	1,86	2,17
A2	1,85	2,16
A3	1,85	2,16
A4	1,77	2,08
A5	1,70	2,02
B1	1,59	1,91
B2	1,77	2,09
B3	1,72	2,04
C1	1,48	1,80
C2	1,79	2,10
D1	1,67	1,99
D2	1,73	2,05
D3	1,76	2,07
D4	1,70	2,01

**[Abridged English version]****From the alveogram to the elongational behaviour model for wheat flour dough**

Dough elongational properties obtained from 14 wheat flours hydrated at 50% (/ flour weight) were assessed by the empirical test of alveograph, and by the rheometric test of uniaxial compression in lubricated conditions (LSF) at large deformations. In baking industry, flours are compared based on several parameters defined from the alveogram. In this study, the alveogram is converted into a stress-strain curve ( $\sigma = f(\varepsilon_b)$ ). Then, from this curve, the elongational behavior coefficient of the flours, the consistency  $k_0$ , was assessed by fitting between  $0 \leq \varepsilon_b \leq 1.5$ , assuming  $\dot{\varepsilon}_b = 0.25 \text{ s}^{-1}$  ( $R^2 = 0.99 \pm 0.01$  for 14 flours). The flow index ( $n = 0.36$ ) and strain hardening index ( $SHI = 1.73$ ) are kept constant. The model is validated by comparing the stress values calculated from the alveogram to those measured in LSF for wheat flour doughs hydrated at 50% ( $R^2 = 0.91$ ) at  $\varepsilon_b = 1$  and  $0.0025 < \dot{\varepsilon}_b < 2.5 \text{ s}^{-1}$ . Therefore, the alveograph, which allows classifying flours according to their ability to be stretched, also provides access to the model of dough elongational behavior.



## **PRIX DE THESE**

### **GROUPE FRANÇAIS DE RHEOLOGIE**

Le Groupe Français de Rhéologie décerne annuellement un prix destiné à récompenser des travaux de recherche effectués dans le cadre d'une thèse de doctorat

**Montant du Prix : 1 500 Euros**

#### **REGLEMENT :**

Le prix sera attribué à un candidat ayant soutenu une thèse en France ou en co-tutelle avec la France, soit spécifiquement dans le domaine de la Rhéologie, soit dans un domaine où les outils théoriques et/ou expérimentaux de rhéologie auront été largement utilisés.

Les candidats doivent avoir soutenu leur thèse entre le 1<sup>er</sup> janvier et le 31 décembre de l'année précédente. Ils devront faire acte de candidature avant le 15 mars de l'année en cours.

Le dossier de candidature sera constitué d'un résumé de trois pages rédigé selon les consignes aux auteurs de la revue Rhéologie, de la copie des rapports de thèse et de soutenance, d'un curriculum vitae et de deux exemplaires de la thèse. Tous ces documents seront envoyés par voie électronique sauf les deux exemplaires de thèse qui seront transmis par voie postale.

#### **REMISE DU PRIX :**

Le lauréat s'engage à faire une communication orale lors du colloque annuel du GFR durant lequel il recevra son prix de thèse. Le jury est composé de spécialistes du secteur de la recherche académique ou industrielle.

Les dossiers de candidatures devront être adressés à :

Alain Ponton – Matière et Systèmes Complexes  
**[alain.ponton@univ-paris-diderot.fr](mailto:alain.ponton@univ-paris-diderot.fr)**  
UMR CNRS et Université Paris Diderot-Paris 7  
Bâtiment Condorcet – Case 7056  
75205 Paris Cedex 13





## **BOURSE de CONGRES**

### **GROUPE FRANCAIS DE RHEOLOGIE**

Le Groupe Français de Rhéologie offre des bourses destinées à faciliter la participation de jeunes chercheurs souhaitant présenter une communication à des congrès internationaux dans le domaine de la Rhéologie. Dans la limite des frais réels, cette bourse pourra être de

**750 €**

#### **CANDIDATURE**

La bourse sera attribuée à un jeune chercheur, membre du GFR, doctorant ou post-doctorant dans une université ou un centre de recherches public, en France ou dans un pays en émergence.

La candidature devra être accompagnée d'un CV, du résumé soumis au congrès et d'une lettre de motivation soulignant la pertinence du congrès vis-à-vis des recherches du demandeur. Le candidat pourra joindre toute lettre de recommandation utile à l'appui de son dossier.

La candidature sera transmise avant le 1<sup>er</sup> mars, le 1<sup>er</sup> mai ou le 1<sup>er</sup> novembre, la commission d'examen se réunissant pour étudier les demandes en cours trois fois par an, en mars, mai et novembre. Les dossiers de candidatures devront être adressés à :

Secrétaire Général du GFR- Elisabeth Lemaire  
InPhyNi, UMR 7010

Université Nice-Sophia Antipolis, Parc Valrose, 06108, Nice Cedex 2

#### **VERSEMENT de la BOURSE**

Les lauréats recevront leur bourse dès que leur participation au congrès sera assurée et sous réserve que les engagements pris aient été tenus. Notamment, et au plus tard trois mois après la clôture du congrès, les lauréats devront avoir soumis un article dans la revue Rhéologie et un compte rendu d'une page sur ce que le congrès leur a apporté sur le plan scientifique, professionnel, humain... Ce témoignage pourra être publié dans la revue Rhéologie ainsi que sur le site web du GFR.

Plus d'infos : [www.legfr.org](http://www.legfr.org)

## Consignes aux auteurs de *Rhéologie* (18 pts, après: 10)

P. Coussot et J.L. Grossiord (12 pts, après : 6)

*Groupe Français de Rhéologie* (10 pts Italiques, après : 30)

**Résumé :** Les auteurs sont invités à respecter les consignes décrites ci-après qui, compte tenu du mode d'édition actuel de la revue *Rhéologie*, faciliteront le processus éditorial. (10 pts, après : 10)

**Mots-clé :** Rhéologie, consignes, auteurs (10 pts, après : 10)

**[Abridged English version on last page]**  
(mention à conserver, Arial Narrow, 12 pts)

### 1. Introduction (12 points, après : 8)

Les auteurs sont encouragés à limiter la longueur de leurs articles à une dizaine de pages de texte, figures incluses, selon le format détaillé ci-dessous. Cependant la longueur des articles de synthèse n'est pas limitée. Le texte comprend un résumé court en français (500 caractères maximum) suivi du texte principal, la dernière page étant constituée d'une version abrégée en anglais. Les articles en anglais sont organisés de la même manière, avec une version abrégée en français en dernière page.(après : 6)

### 2. Organisation (avant : 10 ; après : 8)

Le texte principal comporte une introduction, plusieurs paragraphes et une conclusion, suivie éventuellement de remerciements, puis la liste des références bibliographiques. La version abrégée (anglais ou français) en fin de texte comporte au moins un titre, un résumé et fait référence à l'ensemble des figures et références bibliographiques du texte principal, dans un format analogue. Les paragraphes, introduction incluse, ainsi que les sous-parties éventuelles, sont numérotées dans l'ordre, sous la forme 1., 1.1, 1.2, etc. Les équations sont numérotées et alignées à gauche :

$$\frac{d\lambda}{dt} = \dot{\lambda} + \frac{\partial h}{\partial x} \dot{\gamma}^2 \quad (\text{après : 6}) \quad (1)$$

Les légendes des figures sont en Times New Roman 10. Pour une bonne qualité de reproduction les photos ou dessins doivent être fournis sous forme papier aux dimensions prévues pour une intégration directe dans le texte (l'espace correspondant doit être laissé libre). Les références sont numérotées et citées (entre crochets) dans le texte par ordre d'apparition. Le format des principaux types de références est le suivant :

[1] John, P. Rheology for the rich. *J. Rheol.*, 12, 153-189 (2002).

[2] John, P.K. *Rheology for the poor*. (EDP Sciences, Paris, 2003).

[3] Jean, J. *Rhéologie pour tous les autres*. Thèse de doctorat, Université de Bordeaux, Bordeaux, France (2004).

### 3. Style (avant : 10 ; après : 8)

#### 3.1 Divers (12 points, après : 6)

L'ensemble du document est contenu dans un espace de 17 cm de large sur 25,7 cm (retraits de 2 cm de chaque côté). Le début de l'article (titre, auteurs, résumés) est contenu dans une colonne de 17 cm de large. Le reste du texte (sauf la version abrégée) est affiché sur deux colonnes de 8,25 cm de large séparées de 0,5 cm. Mis à part le titre ainsi que les noms et adresses des auteurs qui sont centrés, l'ensemble du texte est justifié. Seuls les titres des paragraphes principaux sont en gras.

#### 3.2 Autres (avant : 6 ; après : 6)

Les figures ou photos sont insérées dans le texte sous forme d'images, impérativement avec une définition de 300 dpi, et de préférence supérieure.

Sauf mention spéciale (entre parenthèses) pour certains titres et paragraphes spéciaux, les caractères du texte sont en Times New Roman 11 points. Les lignes de texte au sein d'un paragraphe sont séparées par un interligne simple. L'espacement "avant" les paragraphes est de zéro sauf mention spéciale. Les espacements "après" sont mentionnés entre parenthèses dans ce modèle.

Une feuille de style sera à terme disponible sur le site web du GFR. Après acceptation par le comité éditorial, il est demandé à l'auteur de fournir le texte final de préférence sous forme électronique. Aucune épreuve ni tiré-à-part ne seront envoyés aux auteurs.





