

# Comportement en séchage des éponges : État de l'art

*Cette ressource est issue du travail réalisé par Camille Martin--Cavallé étudiante en quatrième année à l'ENS Paris-Saclay dans le cadre de la première expérience immersive de recherche du diplôme de l'école sous la direction de Farid Benboudjema, Professeur des universités au département Génie Civil et Environnement de l'ENS Paris-Saclay. Les conditions sanitaires dues à la pandémie du Covid-19 ont faits que ce projet s'est déroulé entièrement à distance avec du matériel courant.*

Les éponges que nous possédons dans nos cuisines sont principalement constituées de cellulose, et ont un comportement mécanique particulier facilement observable à l'œil nu : lorsque celles-ci sont saturées en eau, elles se compriment sous une force très faible ; cependant lorsque ces mêmes éponges sont sèches, il faut une force bien plus importante pour réussir à les comprimer. Ce comportement est dû à leur module de compressibilité qui augmente lorsque l'éponge sèche. Cette augmentation peut être due à plusieurs phénomènes :

- Le rapprochement des parois des pores de l'éponge pouvant créer de nouvelles liaisons plus résistantes lors de l'évacuation de l'eau ;
- L'évolution de la porosité de l'éponge au cours de son séchage qui sera l'objet de cette étude.

Cette étude peut être mise en parallèle avec les études réalisées sur les mortiers de façade qui sont également soumis à des phénomènes de séchage pouvant parfois entraîner des fissurations de ces mortiers. On suppose également que dans les matériaux cimentaires, les feuilletts de C-S-H pourraient se rapprocher en cours de séchage et ainsi créer de nouvelles liaisons.

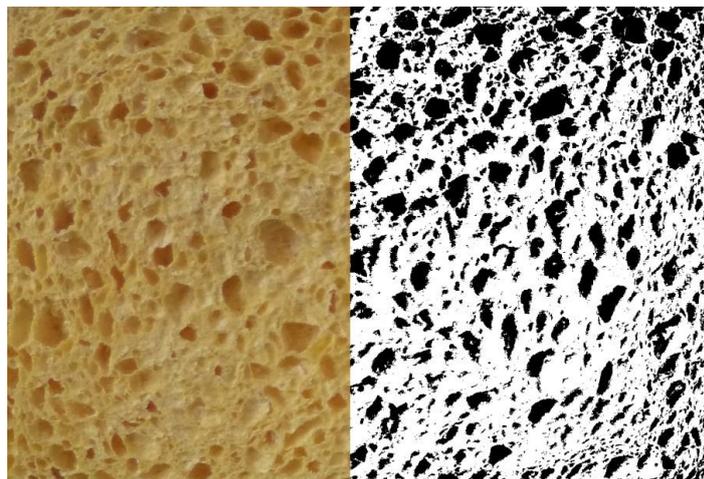


Figure 1 : Photo d'une éponge analysée grâce à ImageJ, source [1]

Le projet d'initiation à la recherche se décompose en deux parties : une étude bibliographique, objet de cette publication, et une étude expérimentale, publiée dans la ressource « *Comportement en séchage des éponges : Étude expérimentale* » [2], afin d'étudier plusieurs phénomènes :

- L'évolution de la masse d'une éponge et de sa taille au cours du séchage ;

- L'évolution de la porosité en surface d'une éponge au cours de son séchage étudiée grâce à de l'analyse de photographies sur *ImageJ* [1] ;
- L'évolution de la masse de l'éponge soumise à plusieurs cycles de séchages ;
- Par analogie avec ce que l'on connaît des matériaux cimentaires, nous verrons si l'utilisation de différentes solutions aqueuses modifie le comportement de l'éponge au cours de son séchage. Les solutions utilisées seront de l'eau avec un tensio-actif (utilisé comme entraîneur d'air dans les bétons), un épaississant (utilisé pour augmenter la viscosité du béton), du sel (accélérateur de la réaction dans les bétons) et du sucre (retardateur de la réaction dans les bétons).

Cette ressource présente le travail bibliographique réalisé afin de préparer ce projet : on s'intéressera d'abord au comportement en séchage des milieux poreux, puis nous nous focaliserons sur le cas des éponges en cellulose et enfin nous verrons les éléments de traitement d'images nécessaires pour comprendre les manipulations effectuées sur *ImageJ*. Les résultats expérimentaux sont à retrouver dans la ressource « *Comportement en séchage des éponges : Étude expérimentale* » [2].

## 1 – Comportement en séchage des milieux poreux

### 1.1 - Description des matériaux poreux

Un matériau poreux est un matériau contenant des pores qui peuvent être des cavités, des canaux ou des interstices de taille variable. On peut décrire un milieu poreux à l'aide de plusieurs paramètres.

La porosité totale  $\Phi$  du matériau se définit comme le rapport entre le volume des pores et le volume total apparent du matériau :

$$\Phi = \frac{V_{pores}}{V_{app}} \quad (1)$$

La capacité d'un matériau poreux à laisser s'écouler un fluide en son sein dépend également de l'arrangement de sa porosité : celle-ci peut être connectée, c'est-à-dire qu'il existe un chemin entre les différents pores du matériau, ou fermée. On décrit également la saturation d'un matériau comme le rapport entre le volume effectivement occupé par un liquide et le volume de pores disponible [3], par exemple pour l'eau :

$$S_w = \frac{S_w}{V_{pores}} \quad (2)$$

Enfin, la perméabilité d'un matériau permet de quantifier sa capacité à être traversé par un flux liquide sous l'effet d'un gradient de pression. La loi de Darcy [4] permet de décrire le flux  $Q$  d'un liquide de viscosité  $\mu$  dans un milieu poreux de surface  $S$  constante sous l'effet d'un gradient de pression  $\nabla P$  pour un fluide incompressible :

$$Q = \frac{-kS}{\mu} \nabla P \quad (3)$$

### 1.2 - Tension superficielle dans un matériau poreux

Les forces de cohésion au sein d'un liquide sont responsables de la tension superficielle (ou tension de surface) qui se crée à l'interface entre le liquide et le milieu extérieur. D'après la loi de Laplace, l'interface entre une goutte de fluide et un milieu solide est naturellement courbe : la courbure de l'interface est liée aux différences de pression entre les deux fluides séparés par

l'interface. Dans les pores, cette courbure se traduit par la présence d'un ménisque formant un angle  $\theta$  avec la paroi. Si l'on modélise un pore par un tube cylindrique de faible rayon et que ce cylindre trempe dans un liquide mouillant, le liquide va naturellement remonter dans le tube jusqu'à la hauteur dite de Jurin  $H_J$ .

$$H_J = \frac{2\gamma\cos\theta}{\rho g R} \quad (4)$$

Avec  $\gamma$  la tension superficielle du fluide,  $\rho$  la masse volumique du fluide et  $R$  le rayon du tube.

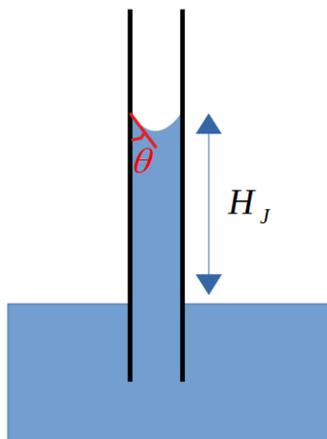


Figure 2 : Hauteur de Jurin

### 1.3 - Séchage d'un matériau poreux

Les différentes phases du phénomène de séchage ont été observées par P. Coussot en 2000 [3] qui a étudié le séchage d'un liquide au sein d'un matériau constitué d'un empilement aléatoire de billes de même taille. Le séchage est alors décrit par le taux de séchage  $\nu$ , c'est-à-dire par le taux de disparition du liquide de l'échantillon.

$$\nu = \frac{-1}{s} \rho \frac{dV_w}{dt} = \frac{-M_0}{s} \frac{dS_w}{dt} \quad (5)$$

Avec  $M_0$  la masse initiale de liquide dans l'échantillon.

Le séchage des matériaux poreux fait intervenir deux phénomènes :

- L'évaporation du liquide au niveau de sa surface libre. L'évaporation est contrôlée par la loi de Fick : le flux massique de matière  $\vec{j}$  est relié au coefficient de diffusion  $D$  de la vapeur d'eau dans l'air,  $\vec{j} = -D\nabla\vec{p}$ . Dans un environnement où l'air est recyclé, le gradient de vapeur est réparti sur une très fine couche d'épaisseur  $\delta$ . La vitesse  $V_e$  d'évaporation du liquide est alors :

$$V_e = D \frac{\rho_{sat} - \rho_{vap}}{\rho} \delta \quad (6)$$

- Les transferts de fluide au sein du matériau. Ceux-ci sont principalement dus aux gradients de pression capillaire entre deux points du liquide. Ces transferts dépendent de la répartition du liquide au sein de la porosité mais également de la structure des pores et des tensions de surface entre le liquide et le gaz, le liquide et la matrice solide, le gaz et la matrice solide. Ces transferts sont caractérisés par une vitesse critique  $V_c$ .

Le séchage d'un matériau poreux se décompose alors en deux régimes différents :

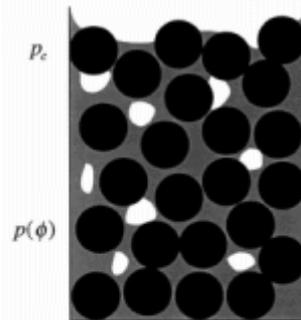
- Un régime évaporatif : la vitesse d'évaporation est alors plus lente que les transferts d'eau dans le matériau si bien que l'eau peut continuer à s'évaporer en surface. On observe que

les plus gros pores en surface vont alors se désaturer en premier. Une étude par microscopie menée en 2008 par L. Xu [5] a montré qu'il existe un flux macroscopique depuis les pores de grande taille vers les pores de plus petite taille. Lors de cette phase, le séchage se produit à vitesse constante ;

- Un régime capillaire : lors de cette phase, l'évaporation devient plus rapide que le rééquilibrage capillaire. Il existe un front de séparation entre la région mouillée et la région sèche du matériau qui avance dans le matériau. À mesure que ce front avance, le taux d'évaporation dans le matériau diminue. Durant cette phase, la variation de masse évolue en racine du temps.

### Régime évaporatif

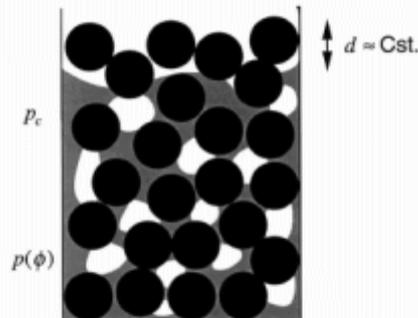
$$V_e \ll V_c$$



$$V_d = V_e$$

### Régime capillaire

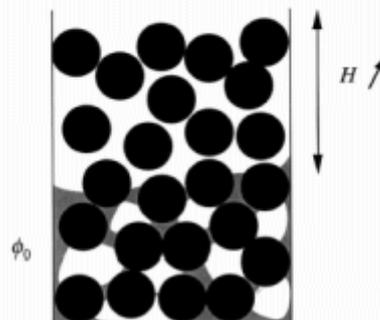
$$V_e \gg V_c > V_e^*$$



$$V_d = V_e^*(d) = V_c$$

### Régime de recul

$$V_e^* \gg V_c$$



$$V_d = V_e^*(H)$$

Figure 3 : Schéma des différents régimes de séchage, source Coussot [3]

Enfin, dans cette étude, les effets de la gravité sont négligés devant les pressions capillaires mises en jeu lors du séchage.

## 1.4 - Phénomènes de retrait lors du séchage

Nous allons présenter quelques modèles existants permettant de décrire les déformations lors du séchage d'un matériau poreux non saturé. Pour un matériau poreux dont les pores sont remplis d'un liquide à la pression  $P_L$  et d'un gaz à la pression  $P_G$ , on définit la pression capillaire  $P_C$  :

$$P_C = P_G = P_L \quad (7)$$

La pression capillaire est donnée en fonction de l'humidité relative par la relation de Kelvin avec  $\rho_w$  la masse volumique du fluide, et  $h_R$  l'humidité relative.

$$P_C = \frac{-\rho_w RT}{M_w} \ln(h_R) \quad (8)$$

Le premier modèle développé est celui de Biot-Bishop [6] dans lequel les déformations sont directement reliées à la pression capillaire et à la saturation en eau.

$$\varepsilon = \frac{-b}{K_b} S_w P_C \quad (9)$$

Dans cette équation,  $b$  est le coefficient de Biot avec  $b = 1 - \frac{K_b}{K_s}$ , avec  $K_b$  le module de compressibilité du matériau et  $K_s$  le module de compressibilité du squelette.

Ce modèle a été étendu par Coussy [7] pour prendre en compte une pression de pore équivalente tenant compte à la fois des pressions capillaires et des énergies d'interface  $U$ .

$$\varepsilon = \frac{-b}{K_b} (S_w P_C + U) \quad (10)$$

Un autre exemple est le modèle présenté par I. Vlahinic en 2008 [8] qui ne se base pas sur une pression de pore équivalente mais sur l'évolution d'un module de compressibilité effectif  $\bar{K}$  on a alors :

$$\varepsilon = P_C \left( \frac{1}{K_b} - \frac{1}{\bar{K}(S_w)} \right) \quad (11)$$

Dans ces trois derniers modèles, la pression capillaire est le phénomène dominant le séchage. Cependant, une comparaison faite en 2008 [9] a montré que ces modèles ne permettaient pas de décrire correctement les déformations obtenues pour de faibles valeurs d'humidité relative.

Un modèle développé par Ginger El Tabbal [10] fait intervenir la pression de pore équivalente  $\pi$  :

$$\varepsilon = \frac{b}{K_b} \pi \quad (12)$$

Avec :

$$\pi = P_G - S_{LPC} + \frac{2}{3} \int_{S_{100}}^{S_L} P_C(S_L) dS_L + \frac{2 A_0}{3 \phi_0} \left( \int_0^\mu w_G(S_L) \Gamma d\mu - \left( \frac{\partial \gamma}{\partial \varepsilon_S} \right)_\mu w_G(S_L) \right) \quad (13)$$

Cette pression de pore équivalente fait intervenir :

- La pression de pore moyenne  $P_G - S_{LPC}$
- L'énergie des interfaces  $\frac{2}{3} \int_{S_{100}}^{S_L} P_C(S_L) dS_L$
- L'adsorption du fluide sur les parois du matériau  $\frac{2 A_0}{3 \phi_0} \int_0^\mu w_G(S_L) \Gamma d\mu$
- L'effet de Shuttleworth  $\frac{2 A_0}{3 \phi_0} \left( \frac{\partial \gamma}{\partial \varepsilon_S} \right)_\mu w_G(S_L)$  c'est-à-dire l'effet de la variation de mouillabilité du matériau lorsqu'il se déforme.

Ce modèle est donc plus complet car il fait intervenir de nombreux paramètres présents dans d'autres modèles de la littérature. Il est également applicable pour de faibles valeurs d'humidités relatives.

## 1.5 - Impact de l'utilisation des solutions salines

Lorsque le liquide utilisé est une solution saline, un phénomène d'efflorescence peut apparaître, c'est-à-dire une précipitation du sel sur les parois du milieu poreux. Une étude menée en 2008

[11] a montré que la précipitation du sel apparaît lorsque la concentration du sel dans le liquide en surface des pores atteint sa valeur de saturation. Elle montre en particulier le rôle de la surface totale disponible divisée par le volume du matériau.

## 2 – Application aux éponges

### 2.1 - Microstructure des éponges

Les éponges dites « végétales » sont des matériaux principalement constitués de cellulose : elles sont fabriquées à partir de cellulose de bois ou de coton permettant de créer une pâte. Des cristaux de sels sont ensuite ajoutés à cette pâte pour former la porosité.

Des observations de la microstructure d'une éponge au microscope électronique ont été réalisées dans le cadre d'une étude sur le gonflement des éponges [12]. Ces observations montrent que les éponges sont constituées de feuillets agencés les uns sur les autres de manière aléatoire. Ces feuillets comportent des ports de taille macroscopique (environ 0,8 mm) mais aussi de taille microscopique (environ 4  $\mu\text{m}$ ). L'étude a également montré que les pores microscopiques de l'éponge s'agrandissent lorsque l'humidité relative du milieu augmente et il apparaît un phénomène de coalescence entre les pores microscopiques voisins.

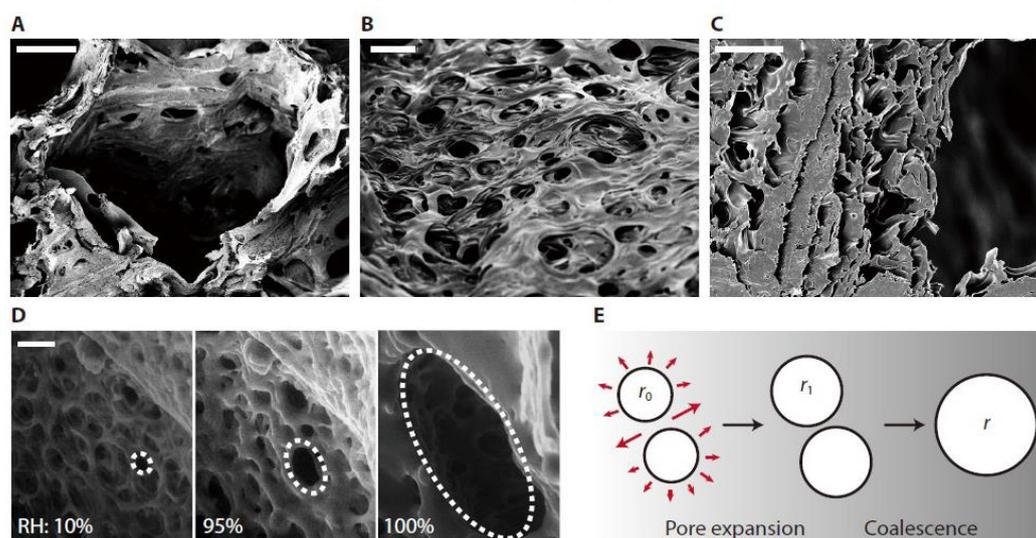


Figure 4 : Étude microscopique des pores d'une éponge, source [12]

Images réalisées au microscope électronique à balayage des macropores (A - échelle 300  $\mu\text{m}$ ), des micropores (B - échelle 10  $\mu\text{m}$ ) et des feuillets (C - échelle 10  $\mu\text{m}$ ). L'image D montre la coalescence des micropores en fonction de l'humidité relative du milieu (échelle - 10  $\mu\text{m}$ ). L'image E montre un schéma de l'expansion des pores et de leur coalescence

### 2.2 - Gonflement lors du mouillage de l'éponge

Des études ont également été réalisées pour étudier les phénomènes de gonflement lorsque l'éponge est placée en contact avec un fluide [13] [14]. Elles ont montré que l'infiltration d'eau dans les éponges s'effectue en deux phases : une première due aux pressions capillaires permettant à l'eau de monter jusqu'à la hauteur de Jurin ; puis une seconde plus lente dans laquelle la diffusion devient non linéaire et l'eau est piégée dans certaines zones de l'éponge.

### 2.3 - Modèle poro-mécanique de l'éponge en séchage

Une étude réalisée en 2013 par Justine Rey et Mathieu Vandamme [15] a permis de mettre en place un modèle poro-mécanique pour les éponges. Dans cette étude, ils ont étudié la variation

de masse en fonction de la variation de volume des éponges ainsi que la variation du module de compressibilité de l'éponge en fonction de sa variation de masse.

L'étude a permis de montrer que le volume de l'éponge a diminué d'environ 50% entre le stade mouillé et le stade complètement sec. Lorsque l'éponge est saturée en eau alors son volume ne diminue pas même si sa masse diminue. Puis lorsque l'éponge est moins saturée en eau, son volume décroît petit à petit à mesure que la masse de l'éponge diminue.

L'étude a également montré que le module de compressibilité de l'éponge est multiplié par environ 1,5 entre le stade mouillé et le stade sec de l'éponge.

Le modèle poro-mécanique utilisé est celui de Biot-Coussy. Le milieu est homogénéisé : les pores de petites tailles remplis d'eau et la matrice solide sont transformés en un seul matériau par le modèle de Mori-Tanaka et l'on considère alors des pores de grandes tailles vides au milieu du matériau hétérogène.

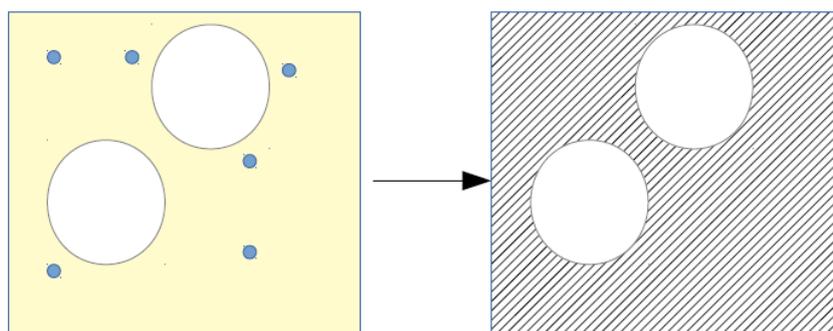


Figure 5 : Homogénéisation du matériau

Enfin, l'étude a montré que l'augmentation du module de compressibilité de l'éponge ne pouvait s'expliquer que par un comportement non linéaire de la matrice solide. Ce comportement non linéaire pourrait être dû à la création de liaisons hydrogènes supplémentaires dans l'éponge lors du séchage.

### 3 – Analyse d'images

Dans la suite de ce projet, nous allons utiliser un logiciel de traitement d'images pour identifier les porosités en surface des éponges. Pour cela nous prendrons des images en couleur des éponges et nous chercherons à les transformer en image en noir et blanc pour que les porosités apparaissent en noir avec un fond blanc. Afin d'effectuer ce seuillage, nous allons utiliser l'algorithme d'Otsu [16] [17]. Cet algorithme consiste à prendre en compte toutes les valeurs de seuils possibles et à calculer pour chacune d'entre elles la variance associée. Le seuil permettant d'obtenir la plus petite variance est le seuil retenu.

Il s'agit donc de la partie expérimentale dont les différentes expériences ainsi que les résultats obtenus sont présentés dans la ressource « [Comportement en séchage des éponges : Étude expérimentale](#) ».

### Références :

[1]: <https://fr.wikipedia.org/wiki/ImageJ>, <https://imagej.nih.gov/ij/>

[2]: Comportement en séchage des éponges : Étude expérimentale, C. Martin-Cavaillé, F. Benboudjema, mai 2021, [https://eduscol.education.fr/sti/si-ens-paris-saclay/ressources\\_pedagogiques/comportement-en-sechage-des-eponges-etude-experimentale](https://eduscol.education.fr/sti/si-ens-paris-saclay/ressources_pedagogiques/comportement-en-sechage-des-eponges-etude-experimentale)

- [3]: P. Coussot, « Scaling approach of the convective drying of a porous medium », *Eur. Phys. J. B*, vol. 15, no 3, p. 557-566, juin 2000, doi: 10.1007/s100510051160
- [4]: T. Lerouge, « Transferts (imbibition, séchage) dans des matériaux bi-poreux multifonctionnels », phdthesis, Université Paris-Est, 2019
- [5]: L. Xu, S. Davies, A. B. Schofield, et D. A. Weitz, « Dynamics of drying in 3D porous media », *Phys. Rev. Let.*, vol. 101, no 9, p. 094502, août 2008, doi: 10.1103/PhysRevLett.101.094502
- [6]: M. A. Biot, « General theory of three-dimensional consolidation », *Journal of Applied Physics*, vol. 12, no 2, p. 155-164, 1941, doi: 10.1063/1.1712886
- [7]: O. Coussy, P. Dangla, T. Lassabatere, et V. Baroghel-Bouny, « The equivalent pore pressure and the swelling and shrinkage of cement-based materials », *Mat. Struct*, vol. 37, no 1, p. 15-20, janv. 2004, doi: 10.1007/BF02481623
- [8]: I. Vlahinić, H. M. Jennings, et J. J. Thomas, « A constitutive model for drying of a partially saturated porous material », *Mechanics of Materials*, vol. 41, no 3, p. 319-328, mars 2009, doi: 10.1016/j.mechmat.2008.10.011
- [9]: C. Di Bella, M. Wyrzykowski, et P. Lura, « Evaluation of the ultimate drying shrinkage of cementbased mortars with poroelastic models », *Mater Struct*, vol. 50, no 1, p. 52, août 2016, doi: 10.1617/s11527-016-0870-0
- [10]: G. El Tabbal, P. Dangla, M. Vandamme, M. Botoni, et S. Granet, « Modelling the drying shrinkage of porous materials by considering both capillary and adsorption effects », *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, vol. 142, p. 104016, sept. 2020, doi: 10.1016/j.jmps.2020.104016
- [11]: L. Guglielmini, A. Gontcharov, A. J. Aldykiewicz, et H. A. Stone, « Drying of salt solutions in porous materials: Intermediate-time dynamics and efflorescence », *Physics of Fluids*, vol. 20, no 7, p. 077101, juill. 2008, doi: 10.1063/1.2954037
- [12]: J. Ha, J. Kim, Y. Jung, G. Yun, D.-N. Kim, et H.-Y. Kim, « Poro-elasto-capillary wicking of cellulose sponges », *Science Advances*, vol. 4, no 3, p. eaao7051, mars 2018, doi: 10.1126/sciadv.aao7051
- [13]: M. Mirzajanzadeh, V. S. Deshpande, et N. A. Fleck, « The swelling of cellulose foams due to liquid transport », *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, vol. 136, p. 103707, mars 2020, doi: 10.1016/j.jmps.2019.103707
- [14]: M. Mirzajanzadeh, V. S. Deshpande, et N. A. Fleck, « Water rise in a cellulose foam: By capillary or diffusional flow? », *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, vol. 124, p. 206-219, mars 2019, doi: 10.1016/j.jmps.2018.10.009
- [15]: J. Rey et M. Vandamme, « On the Shrinkage and Stiffening of a Cellulose Sponge Upon Drying », *Journal of Applied Mechanics*, vol. 80, no 2, p. 020908, mars 2013, doi: 10.1115/1.4007906
- [16]: X. Xu, S. Xu, L. Jin, et E. Song, « Characteristic analysis of Otsu threshold and its applications », *Pattern Recognition Letters*, vol. 32, no 7, p. 956-961, mai 2011, doi: 10.1016/j.patrec.2011.01.021
- [17]: T. Y. Goh, S. N. Basah, H. Yazid, M. J. Aziz Safar, et F. S. Ahmad Saad, « Performance analysis of image thresholding: Otsu technique », *Measurement*, vol. 114, p. 298-307, janv. 2018, doi: 10.1016/j.measurement.2017.09.052

Ressource publiée sur Culture Sciences de l'Ingénieur : <https://eduscol.education.fr/sti/si-ens-paris-saclay>