

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE  
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique  
Université Mouloud MAMMARI de Tizi-Ouzou  
Faculté du Génie de la Construction  
Département de Génie Mécanique



# Mémoire de fin d'études

## Mémoire de fin d'études

En vue de l'obtention du diplôme Master Académique  
en génie mécanique  
Spécialité : Energétique

**Thème :**

*Relations entres les propriétés rhéologiques  
et adhésives des matériaux colles  
(mortiers)*

**Proposé et dirigé par :**

*M<sup>r</sup>: R. BOURAS*

**Réalisé par :**

*KACI Lynda  
SELLAMI Nacera*

2014/2015



## *Remerciements*

*Au terme de ce travail nous tenons à remercier en premier lieu Dieu qui nous a donné la force pour mener à bien l'étude de ce projet.*

*Nous exprimons nos vifs remerciements à notre promoteur M<sup>r</sup> R. BOURAS, enseignant à l'institut de Génie Mécanique de Tizi-Ouzou de nous avoir proposé le sujet. On tient à le remercier pour sa précieuse aide, sa disponibilité et ses conseils pour l'élaboration de ce travail.*

*Nous remercions également le président et les membres du jury pour l'honneur qu'ils nous font en jugeant notre travail.*

*Nos remerciements s'adressent aussi à tous les enseignants de l'institut de Génie Mécanique de nous avoir suivis le long de notre cursus universitaire.*

*Nous tenons à exprimer notre sincère reconnaissance à Mr K. CHALAH, magister en physico-chimie des matériaux, l'université de M'hamed Bougara Boumerdes*

*En fin nous remercions tous ceux qui ont contribué de loin ou de près à la réalisation de ce travail.*

## **DEDICACES**

*Je rends grâce à dieu de m'avoir  
Donné la santé, le courage et la volonté  
ainsi que la conscience d'avoir pu  
terminer mes études.*

*Je dédie Ce Travail à:*

### **A mon père**

*A l'homme que je dois ma réussite, mon bonheur,  
et tout le respect ; Qu'il trouve ici l'expression de mon affection  
et une récompense des sacrifices consentis pour moi.*

### **A ma chère et tendre mère**

*A celle qui a tout souffert, sans me faire souffrir, qu'elle trouve  
dans ce mémoire le témoignage de ma reconnaissance et de mon affection  
pour tous les sacrifices, l'extrême amour et la bonté qu'elle m'a offert  
pour me voir réussir.*

### **A mes frères (Tarik et Massi)**

*En témoignage de mon profond amour et respect,  
à qui je souhaite le succès et le bonheur.*

### **A ma sœur**

*A qui je souhaite la réussite et le bien-être.*

### **A mes frères de toute la famille**

*En témoignage de mon profond amour et respect.  
Spécialement Chabane et Ramdane*

### **A mes très chères tantes et leur famille**

*Noura et son mari, Fariza*

### **A mes amis**

*A tous mes ami(e)s, tous ceux que j'aime,  
tous ceux qui m'aiment et tous ceux qui mes ont chers.*



*Kaci Lynda*

## Liste des figures

N°	Titre	page
Fig I.1	Quelques types de fibre pour les mortiers renforcés.	2
Fig I.2	Fibre de verre.	4
Fig I.3	Fibre de carbone.	4
Fig I.4	Fibre de carbone.	5
Fig II.1	Sang humain.	11
Fig II.2	Gels pour cheveux.	11
Fig II.3	Lave volcanique.	12
Fig II.4	Béton.	12
Fig II.5	Régime laminaire (a), régime turbulent(b).	13
Fig II.6	Schéma de l'écoulement de cisaillement.	14
Fig II.7	Représentation de la contrainte de cisaillement.	15
Fig II.8	Représentation de la contrainte de cisaillement dans le cas de la symétrie plane.	16
Fig II.9	Représentation de l'angle $\alpha(x, t)$ que fait la tangente en x a la courbe joignant les extrémités des vecteurs de déplacement $u(x, t)$ et a l'axe des x.	17
Fig II.10	Conception da la vitesse de cisaillement.	19
Fig II.11	Rhéogrammes.	20
Fig II.12	Schéma du glissement des couches.	21
Fig II.13	Rhéogrammes des fluides newtoniens et non newtoniens.	22
Fig II.14	Rhéogrammes d'un liquide newtonien.	23
Fig II.15	Viscosité d'un fluide newtonien.	23
Fig II.16	Rhéogramme d'un corps fluidifiant.	25
Fig II.17	Variation de la viscosité d'un corps fluidifiants.	25
Fig II.18	Rhéogramme d'un corps rhéoépaississant.	26
Fig II.19	Variation de la viscosité d'un fluide rhéofluidifiant.	26
Fig II.20	Rhéogramme d'un fluide de Bingham.	27
Fig II.21	Rhéogramme d'un fluide d'Ostwald.	28
Fig II.22	Boucle d'hystérésis de référence d'un gel rhéofluidifiant.	28
Fig II.23	Comportements rhéologiques (courbes d'écoulement).	30
Fig II.24	Comportement rhéologique et le temps.	30
Fig II.25	Schéma d'un rhéomètre plan a translation.	32
Fig II.26	Présentation d'un rhéomètre rotatif cylindrique.	33
Fig II.27	Représentation d'un rhéomètre rotatif a cône plateau.	35
Fig II.28	Représentation des forces subie par la bille.	37
Fig II.29	Schéma d'un rhéomètre cylindrique en translation.	40
Fig III.01	Éléments géométriques utilisés pour calculer l'énergie d'interaction d'une sphère et d'un plan. Les forces de van der Waals dérivent de cette énergie.	46
Fig III.02	Ménisque capillaire entre une pointe et une goutte de liquide. Forces exercées par un ménisque capillaire.	50
Fig III.03	Force électrostatique entre deux particules A et B de charge respective $q_1$ et $q_2$ séparées par une distance $r$ .	50
Fig III.04	Forces électrostatique entre une particule de charge $q_2$	53

## Liste des figures

N°	Titre	page
Fig III.05	Boucles et crochets auto-agrippants observés au microscope	57
Fig III.06	électronique leur exceptionnelle adhérence.	59
Fig III.07	Test de résistance au cisaillement	60
Fig III.08	Test de pelage.	61
Fig III.09	Tack a bille.	62
Fig III.10	Tack à la boucle.	63
Fig III.11	Courbe expérimentale de tack obtenue durant un test de prob-tack à indicateur plat. On mesure la force et la position de la sonde en fonction de temps.	64
Fig III.12	Courbe de tack. Détermination de $F_{tack}$ et $G_{tack}$ .	66
Fig III.13	Comportement des adhésifs PSA lors de la phase de séparation.	68
Fig III.14	Concept de la fenêtre viscoélastique.	72
Fig III.15	Représentation schématique de l'influence de la température sur le tack (Adapté de Zösel, 1991).	73
Fig IV.1	Les rhéomètres (AR2000ex de TA instrument)	76
Fig IV.2	Balances.	77
Fig IV.3	Mélangeur.	78
Fig IV.4 .1	Les rhéomètres (AR2000ex de TA instrument) : schématique usagé pour test « probe-tack »	80
Fig IV.4.2	Géométrie du disposition expérimental : plateaux supérieurs	80
Fig IV.4.2	Géométrie du dispositif expérimental : plateaux inférieurs	81
Fig IV.4.3	Test d'arrachement : protocole de mesure	82
Fig IV.4 .4	Test d'arrachement : étape de compression	82
Fig IV.4 .5	Test d'arrachement : étape de traction	83
Fig IV.5.1.	Le rhéomètre utilisé pour les expériences (AR2000ex de TA instrument) : schématique usagé pour "rhéologie"	84
Fig IV.5.2	Géométrie à palettes de 4 lames	84
Fig IV.5.3	Protocole d'essai de la rhéologie	85
Fig IV.6.1	Evolution de la force en fonction du temps pour des différentes vitesses d'arrachement avec 0.05 % de dosages en polymère	86

## Liste des figures

N°	Titre	page
Fig IV.6.2	Evolution de la force en fonction du temps pour des différentes vitesses d'arrachement avec 0.11% de dosages en polymère.	87
Fig IV.6.3	Evolution de la force en fonction du temps pour des différentes vitesses d'arrachement avec 0.33% de dosages en polymère.	87
Fig IV.6.4	Évolution de la force en fonction du temps pour des différentes vitesses d'arrachement avec 0.44% de dosages en polymère	88
Fig IV.7	L'évolution de la force en fonction du temps pour une vitesse d'arrachement 100 $\mu\text{m/s}$ pour différent dosage (0, 05%, 0,11%, 0,33%et 0,44%) en polymère.	88
Fig IV.8	Évolution de la force d'arrachement en fonction de temps pour un seul dosage (0,11%) en polymère	89
Fig IV.9	L'évolution de la force d'adhésion en fonction de vitesse d'arrachement pour différents dosage (0,05%,0,11%,0,33%et 0,44%) en polymère	90
Fig IV.10.1	La force max en fonction de la vitesse d'arrachement pour le dosage 0,05% en polymère.	91
Fig IV.10.2	La force max en fonction de la vitesse d'arrachement pour le dosage 0,11% en polymère.	92
Fig IV.10.3	La force max en fonction de la vitesse d'arrachement pour le dosage 0,33% en polymère.	92
Fig IV.10.4	La force max en fonction de la vitesse d'arrachement pour le dosage 0,44% en polymère.	93
Fig IV.11	Évolution de la force de cohésion en fonction des différents dosages de polymère.	93
Fig IV.12	Géométrie plan-plan : plateau supérieur	94

## Liste des figures

N°	Titre	page
Fig IV.13	L'évolution de la force d'adhérence en fonction de vitesse d'arrachement pour différents dosage (0,05%, 0,11%, 0,33% et 0,44%) en polymère.	95
Fig IV.14	Énergie adhésive en fonction vitesse d'arrachement pour différent dosage de polymère.	96
Fig IV.15.1	Contrainte de cisaillement en fonction de taux de déformations pour 0.05% de dosages en polymère	97
Fig IV.15.2	Contrainte de cisaillement en fonction de taux de déformations pour 0.11% de dosages en polymère.	97
Fig IV.15.3	Contrainte de cisaillement en fonction de taux de déformations pour 0.33% de dosages en polymère.	98
Fig IV.15.4	Contrainte de cisaillement en fonction de taux de déformations pour 0.44% de dosages en polymère.	98
Fig IV.16.1	Évolution des paramètres rhéologiques en fonction de dosage en polymère: Le seuil d'écoulement.	99
Fig IV.16.2	Évolution des paramètres rhéologiques en fonction de dosage en polymère: La consistance	100
Fig IV.16.3	Évolution des paramètres rhéologiques en fonction de dosage en polymère: L'indice de fluidité.	100

### ➤ Indice

Symbole	Désignation
f	Finale
i	Initiale
s	Solide
L	Liquide
p	Paroi

## Liste des tableaux

---

N <sup>0</sup>	Titre	Page
Tableau II.1	Principales caractéristiques des régimes d'écoulement.	13
Tableau II.2	Comportement rhéologique et le temps.	30
Tableau III.1	Forces de van der Waals entre des objets à géométrie simples.	49
Tableau IV.1	Composition de mortier étudié.	78

## Liste des symboles

---

- $V$  : La vitesse moyenne de l'écoulement [m/s].
- $l$  : Longueur caractéristique du rhéomètre [m].
- $\nu$  : Viscosité cinématique du fluide [cm<sup>2</sup>/s], [m<sup>2</sup>/s].
- $\mu$  : Viscosité dynamique [ Pa.s].
- $\rho$  : Densité du fluide (masse volumique) [Kg/m<sup>3</sup>], [g/cm<sup>3</sup>].
- $Re$  : Nombre de Reynolds (sans dimension).
- $Rec$  : Nombre de Reynolds critique (sans dimension).
- $V$  : Vitesse moyenne d'écoulement [m/s].
- $\tau$  : *Contrainte* de cisaillement [N/m<sup>2</sup>], [Pa].
- $\gamma$  : Déformation de cisaillement (sans dimension).
- $\dot{\gamma}$  : Vitesse de cisaillement [s<sup>-1</sup>].
- $dS$  : surface élémentaire d'une couche cisailée.
- $dF$  : projection de la force de frottement tangentielle
- $T$  : Température [°C], [k].
- $P$  : Pression [Pa].
- $t$  : Le temps [s].
- $\mu_a$  : Viscosité apparente [Pa.s].
- $K$  : Indice de consistance du matériau.
- $\tau_0$  : Tension de cisaillement [Pa], [N/m<sup>2</sup>, dynes/cm<sup>2</sup>].z »
- $\mu_p$  : Viscosité plastique [P], [Pa.s].
- $K$  : Indice de consistance du matériau [braye.sn].
- $n$  : Indice de pouvoir d'écoulement (sans dimension).
- $R$  : rayon
- $\Psi$  : L'angle entre la génératrice du cône et le plateau
- $\omega_0$  : La vitesse de rotation angulaire
- $M$  : couple de rhéomètre
- $h$  : hauteur de rhéomètre
- $F_L$  : La force de Laplace [N].
- $F_T$  : La tension à l'interface
- $F_{cap}$  : La force capillaire[N].
- $P_{int}$  : La pression intérieure
- $P_{ext}$  : La pression extérieure

## Liste des symboles

---

$\Delta P$  : la différence de pression

$\emptyset$  : potentiel de Lennard Jones

$C_{vdw}$  : Constante du potentiel de Lennard Jones

$r_0$  : Distance séparant deux atomes à l'équilibre dans le vide

$r_k$  : Rayon de Kelvin

$\rho'$  : rayon de courbure du ménisque de capillarité ( plan parallèle au substrat)

$\Pi_c$  : Énergie d'interaction entre deux solides

$r, r_{ij}$  : Distance séparant deux atomes ou objet i et j

$z$  : distance au plan référence

$A$ : coefficient d'Hamaker

$F_{sp}^{vdw}$  : La force de van der Waal

$\epsilon_0$  : La permittivité du vide, où  $\epsilon_0 = 8,85 \text{ Fm}^{-1}$

$\epsilon_R$  : est la permittivité relative du milieu

$\vec{F}_{A/B}$  : La force exercée par la charge A sur la B

$\vec{v}_{AB}$  : est le vecteur unitaire parallèle à  $\overline{AB}$

$F_{sp}^{es}$  : La force électrostatique exercée par le plan sur la sphère

$\sigma_2$  et  $\sigma_1$  : charges surfaciques

$C$  : la courbure moyenne du ménisque

$\vec{N}$  : Vecteur normal

$\vec{T}$  : Vecteur tangentielle

$\vec{R}$  : La force de contact

$F_{tack}$  : La force de tack.

$l_{max}$ : Allongement maximale.

$G_{tack}$ : Energie de tack

$W_{adh}$ : Travail thermodynamique d'adhésion

$\gamma_a$  : Tension superficielle

$\theta$  : angle de contact d'une gouttelette d'adhésif mise en contact avec le poinçon

$W_{coh}$ : Energie de cohésion d'un liquide

$W$  : Energie adhésive

$h_m$ : distance instantanée entre les plateaux correspondant.

$V$  : vitesse d'arrachement.

Remerciement.....	I
Dédicace.....	II
Liste des figures.....	IV
Liste des tableaux.....	VIII
Liste des symboles.....	IX
Sommaire .....	XI
Introduction générale.....	XIV

## *Sommaire*

### **Chapitre I : Généralités sur les mortiers colle**

I.1.Matériaux composites .....	1
I.2.Définition de mortier colle .....	2
I.3.Composition de mortier colles .....	2
I.3.1. Le sable .....	2
I.3.2.Fibres .....	2
I.3.3. Les additifs.....	5
I.3.4.Différents nature de fibres .....	2
I.3.2. Les additifs.....	5
I.4.Types de mortier .....	6
I.5.Définition d'un adhésifs sensibles à la pression (PSA) .....	6
I.6.Les avantages de collage .....	7
I.7.Les inconvénients de collage.....	8

### **Chapitre II: Notions théoriques sur la rhéologie**

Introduction.....	10
II.1Définition de la rhéologie.....	10
II.2. Domaines d'utilisation.....	11
II.3.Régimesd'écoulements. ....	13
II.4.Mouvement laminaire de cisaillement .....	14
II.5.2.Rhéogramme .....	20

II.6. Viscosités .....	20
II.7. Fluide Newtonien et fluide non Newtonien.....	23
II.7.1. Fluides Newtoniens.....	23
II.7.2. Fluides non newtoniens .....	24
II.8. Appareils utilisés en rhéologie.....	30
II.8.1. Rhéomètres à régime permanent .....	31
II.10.2- Rhéomètres a régime transitoire .....	37
II.10.3- Rhéomètres dynamiques (ou oscillants) .....	39
Conclusion.....	42

### Chapitre III : Notions sur l'adhésion, Cohésion, l'adhérence et les testes d'adhésions

Introduction.....	43
III.1. Adhésion.....	43
III.1.1. force de van der waals.....	43
III.1.1. force capillaire.....	49
III.1.3 Forces électrostatiques.....	53
III.2. Cohésion.....	55
III.3. Adhérence .....	56
III.4. Tests d'adhésion .....	58
III.4.1. 1. Test de cohésion.....	59
III.4.1. 2. Test de pelage .....	60
III.4.1. 3. Test de tack.....	60
Conclusion .....	75

### Chapitre IV: Mode expérimentale

Introduction .....	76
IV.1. Dispositifs expérimentales .....	76
IV.1.1. Rhéomètre AR2000ex .....	76
IV.1.2. Balances et Agitateur .....	77
IV.2. Matériaux utilisés .....	78
IV.3. Méthodes.....	78

IV.3.1. Détermination des propriétés adhésives.....	79
IV.3.1.1. Description de l'expérience : test de probe tack .....	79
IV.3.2. Détermination des propriétés rhéologiques.....	87
IV.4. Résultats, interprétation et discussion.....	86
IV.4.1. Effet des polymères sur les propriétés adhésives .....	86
IV.4.1.1. L'adhésion .....	90
IV.4.1.2. Cohésion .....	91
IV.4.1.3. Adhérence .....	94
IV.4.1.4. Énergie adhésive .....	95
IV.4.2. Effet du polymère sur les propriétés rhéologiques.....	96
IV.4. Relation entre les propriétés rhéologiques et adhésives.....	101
Conclusion .....	102

## Conclusion générale



## *Introduction générale*

Les mortiers colles (prêts à l'emploi) sont caractérisés par une formulation très complexe mettant en contribution plusieurs constituants. En plus des constituants de base (ciment, chaux, différents sables...), des adjuvants d'origine minérale et organique sont souvent ajoutés. Ces derniers permettent de répondre à un certain nombre d'exigences liées essentiellement à la mise en place de ces matériaux. En effet, lors de l'application d'un mortier colle le produit doit adhérer au support, mais pas à l'outil.

En se basant sur les normes actuelles, les propriétés adhésives des mortiers colles sont mesurées au jeune âge mais jamais à l'état frais. Or l'encollage s'effectue généralement dans un temps dit ouvert relativement court (quelques heures) qui dépend du type du mortier colle utilisé. Il est donc nécessaire de s'intéresser à l'évolution des propriétés adhésives à l'état frais ainsi qu'à celle des propriétés rhéologiques.

Pour caractériser le comportement rhéologique d'un mortier colle, en régime quasi statique, il faut utiliser une loi de comportement à trois paramètres comprenant un seuil d'écoulement, une viscosité et un indice de fluidité. L'aspect collant du mortier peut être caractérisé en identifiant trois forces caractéristiques : force d'adhérence (par rapport au support), force d'adhésion et enfin la cohésion du matériau.

L'objectif de ce mémoire est d'étudier l'influence des adjuvants (polymères), sur les propriétés rhéologiques et adhésives.

Afin de présenter notre travail, nous adopterons un plan à deux parties:

La première partie est une partie bibliographique. Elle se divise en trois chapitres. Nous présenterons tout d'abord le matériau utilisé dans cette étude. Puis dans le deuxième chapitre nous allons voir un aperçu général sur la rhéologie et les rhéomètres. Le troisième chapitre est constitué des notions sur les trois forces: adhésion, adhérence et de cohésion. Nous finirons ce chapitre avec les tests d'adhésion.

La seconde partie est constituée d'un seul chapitre (IV), qui présente le dispositif expérimental utilisé pour cette étude, les résultats obtenus et leurs interprétations. Enfin nous présenterons la relation entre les propriétés rhéologiques et adhésives

Pour finir on propose une conclusion générale dans laquelle on fait un bilan des résultats obtenus et des différentes conclusions tirées sur les différents travaux réalisés.

### I.1. Matériaux composites

On appelle de façon courante 'matériau composite' des arrangements de fibre les renforts qui sont noyés dans une matrice dont la résistance mécanique est beaucoup plus faible.

Un matériau composite est constitué de différentes phases nommées renforts et matrice. Lorsque le matériau composite est non endommagé, les renforts et la matrice sont parfaitement liés et il ne peut pas y avoir ni glissement ni séparation entre les différentes phases.

Les renforts apportent les caractéristiques mécaniques au matériau composite, ces caractéristiques dépendent du type, du taux de l'orientation et de la longueur de fibre ; ils se présentent sous forme de fibres continues ou discontinues, le rôle du renfort est d'assurer la fonction de résistance mécanique aux efforts.

La matrice maintient et protège les fibres de plus elle apporte au composite ses caractéristiques thermique et chimique.

La matrice assure quant à elle :

- ❖ La cohésion entre les renforts de manière à répartir les sollicitations mécaniques.
- ❖ L'arrangement de fibres.
- ❖ Leur orientation.
- ❖ Protection du renfort.

La matrice assure la cohésion et l'orientation des fibres, elle permet également de transmettre les sollicitations auxquelles sont soumises les pièces.

Un matériau composite et un matériau composé de plusieurs matériaux de nature ou d'origine différente et dont les caractéristiques sont supérieures à celles des matériaux entrant dans sa composition. [1]

### I.2. Définition de mortier colle

Les mortiers colle sont des matériaux de construction, qui sont employés pour joindre les éléments de bâtiment, et sont utilisés pour réaliser des jointures entre des éléments de maçonnerie (briques, pierres, bétons...). Ainsi que pour fixer des carrelages sur le sol ou sur les murs, et qui permet de fournir la stabilité de la structure entière et de remplir les lacunes entre les modules.

Ils sont essentiellement composés d'un liant hydraulique (ciment et/ou chaux), de sable, d'additions minérales et organiques.

Dans le domaine de la construction, le mortier colle désigne un mortier adhésif que l'on utilise pour la pose de revêtements céramiques. On trouve par exemple du mortier colle flexible, du mortier colle souple ou encore du mortier colle amélioré et déformable. À noter que deux types de mortier colle sont prévus pour les usages extérieurs et intérieurs.

### I.3.Composition de mortier colles

Le mortier colle est généralement composé de

#### I.3.1. Le sable

Le diamètre maximum des grains du sable utilisés pour des mortiers est colle

- ❖ Supplémentaire-fin : jusqu'à 0.8 millimètre ;
- ❖ Amende : > 0.8 - 1.6 millimètre ;
- ❖ Milieu : > 1.6 - 3.15 millimètres ;
- ❖ Brut : > 3.15 - 5 millimètres.

#### I.3.2.Fibres

Des fibres sont souvent ajoutées dans la formulation de mortier afin d'éviter de s'introduire à l'état frais et pour améliorer les propriétés de mortier



Figure I.1. Quelques types de fibre pour les mortiers renforcés

#### I.3.3.Différents nature de fibres

Les fibres sont classées selon leur origine (naturelle, synthétique ou artificielle), leur forme (droite, ondulée, aiguille...), leur dimension (macro ou micro-fibre) et aussi leurs propriétés mécaniques, les principales fibres utilisées sont :

### a) Fibre naturelle

#### ❖ Fibre minérales

Elles regroupent plusieurs sortes de fibres (amiante, alumine,) et sont utilisées en grandes quantités dans plusieurs applications traditionnelles, les fibres d'amiante autrefois utilisées pour l'isolation et l'ignifuge, se sont aujourd'hui relevées cancérigènes.

#### ❖ Fibres végétales

La principale fibre végétale est la cellulose qui résiste aux alcalis, les fibres végétales résistent aussi à la plupart des acides organique mais sont détruites par les acides minéraux fort, il existe quatre sorte de fibre végétales provenant des poils, les fibres du liber, et les fibres extraites des troncs de certaines graminées elles sont souvent utilisées dans la fabrication du papier et dans les panneaux de construction (fibre de bois)

### b) Fibre synthétique

Cette famille regroupe plusieurs types de fibres comme (nylon, polyester, acryle...), elles sont dérivées de la cellulose naturelle, aujourd'hui la plupart des fibres synthétique proviennent de produit dérivées du pétrole et de polymère géantes dont la structures ressemble à celle des matières plastique

### c) Fibre artificielle

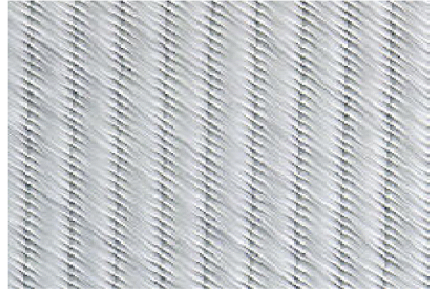
Ce type de fibres est le pus utilisées dans le domaine industriel en générale et dans le domaine de génie civil en particulier il regroupe les fibres de verre, les fibres de carbone, les fibres d'acier et d'autre elles sont aujourd'hui le plus répandues dans l'industrie de la construction nous allons présenter les principales fibres utilisées pour renforcer le mortier et le béton

#### ❖ Fibre de verre

Elles constituent le renfort essentiel des composites de grande diffusion. Elle est obtenue à partir de sable (silice) et d'additifs (alumine, carbonate de chaux, magnésie, oxyde de bore).

On distingue trois types de fibres :[4]

- E : pour les composites de grande diffusion et les applications courantes ;
- R : pour les composites hautes performances ;
- D : pour la fabrication de circuits imprimés (propriétés diélectriques)

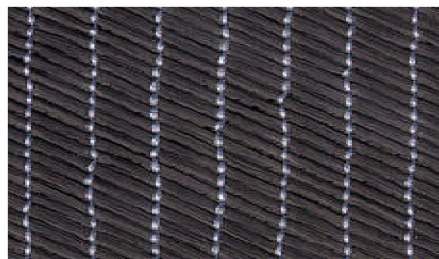


**Figure I.2:** Fibre de verre

### ❖ Fibre de carbone

C'est la fibre la plus utilisée dans les applications hautes performances. Elle est obtenue par carbonisation de la fibre de PAN (Polyacrylonitrile). Selon la température de combustion, on distingue deux types de fibres :

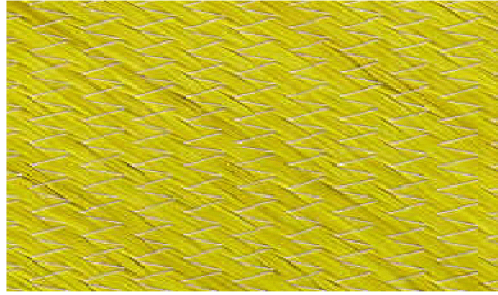
- fibres haute résistance (HR) : pour une combustion de 1000 à 1500 °C ;
- fibres haut module (HM) : pour une température de combustion de 1800 à 2000 °C. [4]



**Figure I.3:** Fibre de carbone

### ❖ Fibre d'aramide

Les fibres aramides ont des propriétés mécaniques élevées en traction comme les carbones mais leur résistance à la compression est faible. La faible tenue mécanique en compression est généralement attribuée à une mauvaise adhérence des fibres à la matrice dans le matériau composite. Pour y remédier, des enzymages des fibres peuvent être utilisés. L'utilisation de composites à fibres hybrides permet également de remédier aux faiblesses des composites à fibres aramides. Des renforts hybrides de type verre-kevlar ou carbone-kevlar sont largement utilisés dans le domaine des loisirs (ski, raquette de tennis). Quelques exemples de fibres aramides : kevlar (Dupont de Nemours, USA), Twaron (Akzo, Allemagne-Hollande), Technora (Teijin, Japon). [4]



**Figure I.4:** Fibre de carbone

### ❖ Fibres céramique

Les matériaux composites de type céramiques sont souvent constitués de renforts et de matrice en céramique. Les fibres sont élaborées par dépôt chimique en phase vapeur sur un fil support. Ces fibres sont rencontrées dans des applications où la température est très élevée entre 500°C et 2000°C. Ces

Matériaux sont utilisés notamment dans les parties chaudes des moteurs d'avion. Quelques exemples de fibres céramiques :

- fibres de carbure de silicium
- fibres de bore
- fibre de bore carbure de silicium [4]

### I.3.4. Les additifs

Les additifs sont des produits chimiques qui sont utilisés dans le cas de béton. Dans le but d'améliorer les propriétés ou de leur apporter de nouvelles. Cependant, cela peut avoir des conséquences sur les propriétés de mise en place du mortier colle, en particulier sur ces propriétés adhésives.

Il existe des additifs ne possédant qu'une seule fonction tandis que d'autres a structures souvent plus complexes, sont multifonctionnelles. Pour ces différents additifs, il y a ceux qui agissent sur le lubrifiant, ceux qui agissent sur les surfaces de contact et ceux qui agissent sur les deux en même temps.

### I.4.Types de mortier

Dans le génie civil, il y a différents types de mortiers. Selon les liant utilisée ; des mortiers peuvent être classifiés en 3 types : ciment, chaux et mortier de mélange.

- ✓ Les mortiers de ciment sont fortement résistants, et peuvent durcir rapidement.
- ✓ Le mortier de chaux a la résistance inférieure comparée au mortier de ciment. La durée traitante est plus lente que le mortier de ciment.
- ✓ Quand au liant est un mélange de ciment et de chaux, elle se rapporte au mélange de mortier.

### I.5.Définition d'un adhésifs sensibles à la pression (PSA)

Les adhésifs sensibles à pression sont des matériaux capables de coller instantanément à une surface sous faible pression. Deux exemples bien connus sont le scotch et les post- It

Le tack d'un matériau et sa capacité à adhérer instantanément à une surface.une bonne manière d'appréhender cette notion est de faire le teste simple de poser son doigt sur la partie collante d'un morceau de scotch .alors la force ou l'énergie nécessaire pour retirer son doigt est dû au tack du scotch.

Donc un adhésif doit être à la fois suffisamment liquide pour établir un bon contrat avec la surface sur laquelle il est déposé et solide pour résister à la traction. Ces deux propriétés opposées impliquent que les adhésifs doivent être des matériaux viscoélastiques.

Les propriétés de tack d'un adhésifs sont délicates à prédire car elles dépendent à la fois des propriétés rhéologiques non- linéaires aux grandes déformations, mais aussi la surface sur laquelle il est déposé et de la façon dont elles sont mesurées.

Dans ces conditions, de nombreuses études ont été réalisées sur des matériaux modèles permettant d'expliquer certains comportement universelles dans le domaine de l'adhésion.

Avec une approche comparable ,le tack de liquide newtonien en utilisant des huiles de silicones de différentes viscosités .l'objectif était alors d'identifier les mécanises de rupture qui pouvaient apparaître dans un liquide newtonien et grâce a un modèle théorique construit parallèlement, en explique les origines.

### ➤ **PSA et comprend les points suivants**

PSA doit posséder une adhérence permanente.

PSA doit adhérer instantanément sous une faible pression de contact.

PSA ne requiert pas une activation par hydratation, solvant ou température.

PSA doit exercer une force importante de tenue.

PSA ne doit pas laisser de résidu lors de son retrait.

PSA doit posséder à la fois les propriétés d'un liquide pour établir un bon contact avec la surface sur laquelle il est déposé, et les propriétés d'un solide pour résister à la traction. De plus, ces deux comportements doivent exister sans aucune opération chimique ou autre. Les adhésifs sensibles à la pression doivent donc répondre à un certain nombre de critères pour répondre à ces fonctions.

Les produits utilisant des adhésifs sensibles à la pression sont utilisés dans de très nombreux domaines dans la société moderne. On pourra citer en exemple la médecine avec les pansements, les patches et les électrodes, ou la signalisation avec les nombreux panneaux d'indication ou encore les très courantes étiquettes autocollantes comme les post-it ou le scotch.

### **I.6. Les avantages de collage**

- ❖ Le collage est l'une des meilleures méthodes d'assemblage possible
- ❖ Pour les petites pièces (montage des puces et composants électroniques, bijouterie)
- ❖ Pour les pièces, tôles ou feuilles minces, très fragiles.
- ❖ Cette technique permet d'assembler des matériaux différents, par exemple : plastique sur métal, sur bois, métaux différents (ce qui ne permet pas la soudure autogène), plastiques différents, matériaux ayant des coefficients de dilatations différents.
- ❖ Méthode qui assure une meilleure répartition des contraintes.
- ❖ Le collage permet d'obtenir un allègement de la structure assemblée (par la suppression des rivets, vis et boulons).
- ❖ Évite tout affaiblissement des pièces assemblées (pas de trous à percer).

- ❖ Offre un meilleur aspect visuel, donne des surfaces lisses (pas de rivets ou de boulons), améliore l'aérodynamisme en aéronautique, permet de réaliser un joint non visible.
- ❖ Les joints colles présentent une élasticité leur permettant d'amortir les vibrations dans certains cas (plastisols dans l'automobile par exemple) ou de tolérer des variations dimensionnelles, sans déformations.
- ❖ C'est la seule méthode possible pour certaines pièces (panneaux sandwichs, revêtement en feuilles minces décoratifs ou protecteurs, stratifiés).
- ❖ Les joints collés peuvent être étanches.
- ❖ Les assemblages colles peuvent être rapides et automatisés, ce qui peut abaisser le coût d'assemblage.
- ❖ Méthode la mieux adaptée à l'assemblage des pièces de révolution, avec une excellente résistance aux couples.

### I.7. Les inconvénients de collage

- ❖ Le collage est mal connu par les industriels, les mécaniciens ; on ne sait pas « comment ça colle ».
- ❖ La mise en œuvre de cette technique d'assemblage nécessite formation, adaptation et connaissance de la technique du collage : une conception adaptée de la part des bureaux d'études, du soin de la part des ouvriers, un contrôle de la part de la maîtrise.
- ❖ Un bon collage nécessite une bonne préparation des surfaces, des surfaces planes, propres.
- ❖ La durabilité des collages est limitée : elle varie de 5 à 40 ans ; selon les types d'adhésifs, les contraintes et l'environnement.
- ❖ La résistance à la chaleur est limitée, les colles classiques pour métaux ne résistent qu'à environ 70 à 150 °C avec cependant des adhésifs thermostables très spéciaux qui résistent à 200 voire 300°C.
- ❖ Collage sensible à l'humidité et risque de corrosion si la préparation des surfaces n'est pas parfaite.
- ❖ La durée de durcissement peut être parfois longue : 10 à 20 h à températures ambiantes.

- ❖ Le joint de colle doit travailler en cisaillement, jamais en traction pure ni en clivage, sa résistance au pelage est faible.

### Introduction

Rhéologie, mot grec qui veut dire (rhéos: s'écouler et logos: étude) a été proposer par EUGENE COOK BINGHAM, en 1929, pour désigner "la science qui étudie les déformations et l'écoulement de la matière". Plus exactement, l'objet de la rhéologie est l'étude de comportement mécanique, c'est à dire les relations entre les déformations et les contraintes de matière.

Ensuite, s'appuyant sur la connaissance de ce comportement, on calculera, grâce à la mécanique des milieux continus, la répartition non uniforme des contraintes et des déformations dans un corps sous l'effet des forces extérieures. Dans ces calculs pratiques, l'ingénieur fait appel aux descriptions appliquées, telle la résistance des matériaux et hydraulique.

En réalité, la rhéologie a été créer pour répondre au besoin de la technologie moderne ; les différentes branches de la mécanique développée au *XIXeme* siècle (l'élasticité, la plasticité, la mécanique des fluides) ne sont fondées que sur certains schémas simples de comportement, schémas quelques fois insuffisants pour décrire fidèlement les réponses de la matière réelle. Cela explique pourquoi la rhéologie, en tant que discipline, s'intéresse à un éventail considérable de corps : sols (sable, argile, boue), roches(naturelles et artificielles), verres, bois, peintures, mastics, encres d'imprimerie, colles, crème pharmaceutiques et cosmétiques, produit alimentaires, substances biologiques, métaux et alliages, plastiques et caoutchoucs, produits pétroliers(bitumes, asphaltes, huiles).

### II.1. Définition de la rhéologie [5]

La rhéologie est la science qui étudie l'écoulement ou la déformation des corps sous l'effet des contraintes qui leur sont appliquées, compte tenu de la vitesse d'application de ces contraintes ou plus généralement de leur variation au cours du temps.

La rhéologie se décompose en plusieurs sortes d'études:

- rhéologie expérimentale: détermination expérimentale des relations de comportement (entre contraintes et déformation ou vitesse de déformation).
- rhéologie structurale: explication des comportements à partir de la structure du matériau.
- rhéologie théorique: fournir des modèles mathématiques en nombre limité des comportements indépendamment de la structure microscopique.

## II.2. Domaines d'utilisation

Le champ d'application de la rhéologie ne cesse de s'étendre au fil des années, du fait de l'élaboration de substances aux comportements de plus en plus complexes. La rhéologie est utilisée dans plusieurs domaines citons a titre d'exemples :

- **La médecine:** le sang, la bave, les bactéries,...

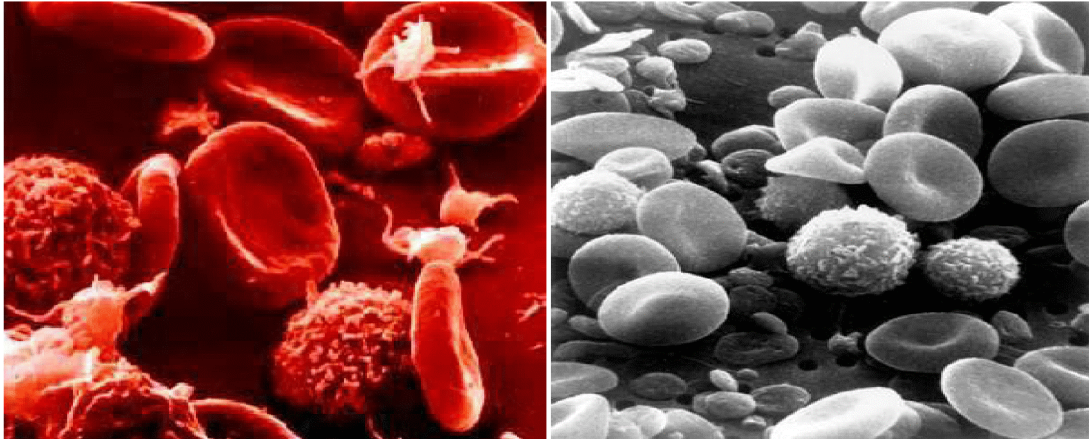


Figure II.1: Sang humain.

- **Les cosmétiques:** les gels, les crèmes,...



Figure II.2 : Gels pour cheveux.

- **La géophysique:** les sables mouvants, la lave, la boue,...



**Figure II.3:** Lave volcanique

- **La construction :** les sols, l'argile, les bétons,....



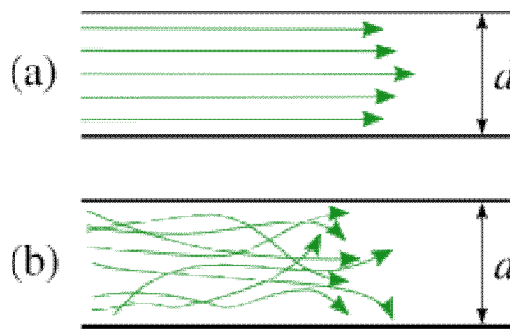
**Figure II.4:** Béton.

**II.3. Régimes d'écoulements [5]**

L'écoulement d'un fluide dans un tuyau peut être soit laminaire ou turbulent.

Régimes d'écoulement	
Régime laminaire	Régime turbulent
il est caractérisé par la formation de lames de fluide qui se déplacent parallèlement par rapport à la direction de l'écoulement.	il est caractérisé par la formation de petits tourbillons repartis dans toute la masse du fluide.
$V = 0$ sur les parois du tube. $V = \text{Maxi}$ au centre du tube.	$V = V_{\text{moy}}$ le long du tube.

**Tableau II.1:** principales caractéristiques des régimes d'écoulement.



**Figure II.5:** Régime laminaire (a), régime turbulent(b).

➤ **Nombre de Reynolds  $Re$**

Le nombre de Reynolds est défini comme suit:

$$Re = \frac{Vl}{\nu} = \rho \cdot v \cdot l / \mu \dots\dots\dots (II.1)$$

Ou :

- |  |                             |
|--|-----------------------------|
| $V$ : La vitesse moyenne de l'écoulement       | $V = [L.T^{-1}]$ .          |
| $l$ : La longueur caractéristique du rhéomètre | $l = [L]$ .                 |
| $\nu$ : viscosité cinématique du fluide        | $\nu = [L^2.T^{-1}]$ .      |
| $\rho$ : masse volumique                       | $\rho = [M.L^{-3}]$ .       |
| $\mu$ : viscosité dynamique                    | $\mu = [M.L^{-1}.T^{-1}]$ . |

- ✓ Si  $Re > Rec$  **régime turbulent.**
- ✓ Si  $Re < Rec$  **régime laminaire.**

### • Remarque

- ✓ Le nombre de Reynolds est sans dimension.
- ✓ En connaissant, il est plus facile de rester en régime laminaire, et ça en déduisant la vitesse moyenne d'écoulement limite.

$$V_{\text{limite}} = \frac{\text{Rec.v}}{L} \dots\dots\dots (\text{II.2})$$

### II.4.Mouvement laminaire de cisaillement [6]

Un mouvement laminaire de cisaillement est un mouvement au cours duquel le matériau présente une structure en lamelles, en couches adjacentes, d'épaisseurs infiniment minces, la déformation du matériau s'effectue par un glissement relatif des différentes couches les unes sur les autres, sans qu'il y ait de transfert de matière d'une couche à l'autre, c'est un mouvement strictement ordonné et stratifié qui se produit sans brassage du matériau et sans variation de son volume.

Les mouvements des différents points du matériau et la forme des couches dépendent en premier lieu des conditions expérimentales : la géométrie du problème, les intensités des forces appliquées et leurs répartitions.

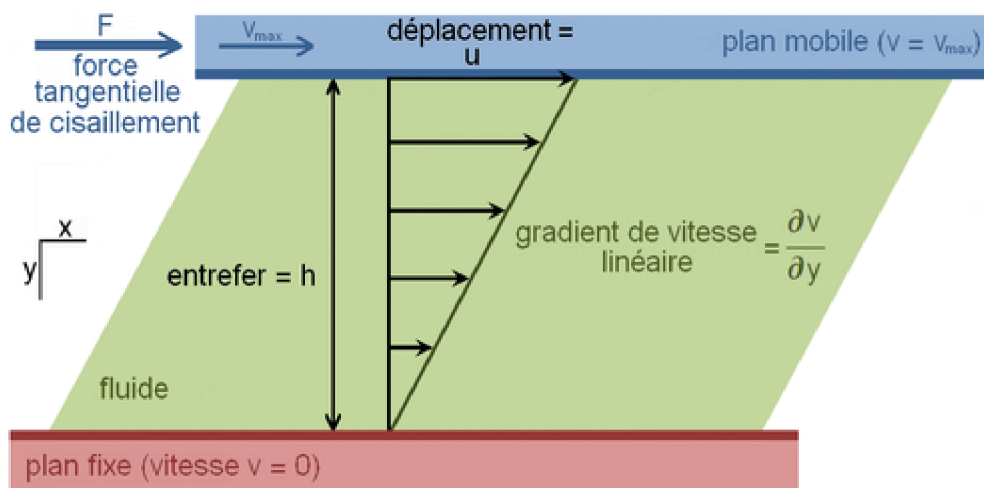


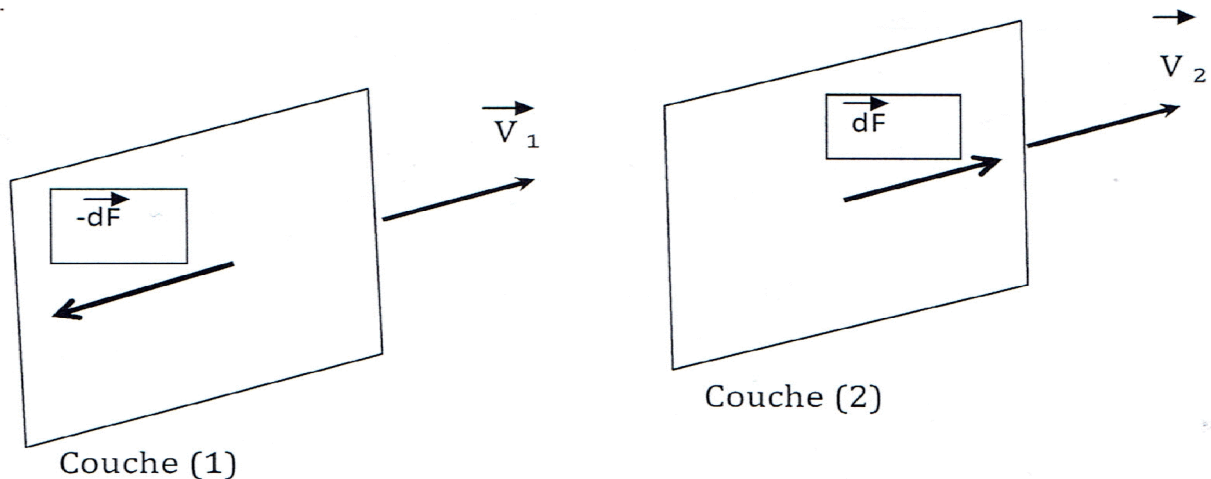
Figure II.6: Schéma de l'écoulement de cisaillement

#### a) Contrainte de cisaillement $\tau$

Au cours d'un mouvement laminaire de cisaillement, les couches sont animées d'un mouvement relatif les unes par rapport aux autres, au contact l'une de l'autre. Il en résulte

l'apparition de forces de frottement qui s'exercent tangentiellement à la surface de la couche, ces forces tangentielles sont appelées forces de cisaillement.

En observant deux couches successives (1) et (2), de vitesses parallèles  $\vec{V}_1$  et  $\vec{V}_2$ , et en supposant que  $|\vec{V}_1| > |\vec{V}_2|$ , il est clair que la couche (1) exerce sur la couche(2) une force de cisaillement  $\vec{dF}$  parallèle au mouvement et tendant à accélérer la couche (2). Réciproquement, la couche(2) exerce sur la couche(1) une force de cisaillement  $-\vec{dF}$  tendant à la freiner.



**Figure II.7** : Représentation de la contrainte de cisaillement.

En résumé, on peut dire que la contrainte de cisaillement  $\tau$  est la force exercée par unité de surface du fluide :

$$\tau = \frac{dF}{dS} \dots \dots \dots (II.3)$$

Où:

$\tau$  : contrainte de cisaillement, s'exprime en pascals, newton/m<sup>2</sup>.

$dS$  : surface élémentaire d'une couche cisillée.

$dF$  : projection de la force de frottement tangentielle.

**• Remarques**

- ✓ La contrainte de cisaillement  $\tau$  est la grandeur dynamique fondamentale de la rhéologie.
- ✓  $\tau$  est définie en tout point du matériau, et varie d'une couche à l'autre tout en restant constante en tout point de la même couche.

- ✓ Les couches exercent entre elles d'autres forces comme les contraintes normales, qui agissent perpendiculairement à leurs surfaces.
- ✓ Chaque fluide possède une contrainte de cisaillement seuil, si la contrainte appliquée au fluide est inférieure à cette contrainte seuil, aucune déformation ne se produit, le fluide ne coule pas.

**b) Déformation de cisaillement  $\gamma$**

Pour définir la déformation de cisaillement, il est souhaitable d'envisager le cas particulier ou le mouvement laminaire de cisaillement présente une symétrie plane.

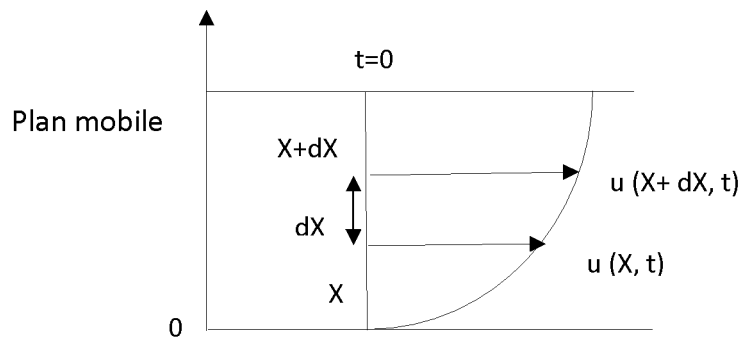
Par exemple, le dispositif expérimental décrit le cisaillement du matériau entre deux plans parallèles, l'un mobile, l'autre immobile (voire fig ci-dessous).

A un instant  $t \neq 0$  chaque particule se déplace d'une distance  $u(x,t)$ ,  $x$  représentant la distance séparant la particule de matière du plan solide inférieur et permet ainsi de repérer les couches.

On définit la déformation de cisaillement dans ce cas par la relation :

$$\gamma(x, t) = \frac{du(x,t)}{dx} \dots\dots\dots(\text{II.4})$$

$\gamma$  : la déformation de cisaillement est une grandeur sans dimension.



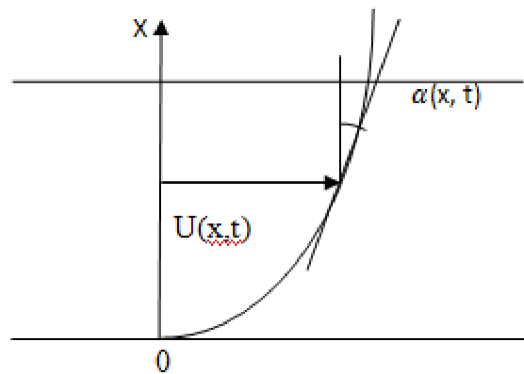
**Figure II.8:** Représentation de la contrainte de cisaillement dans le cas de la symétrie plane.

On constate que cette grandeur ne dépend pas directement du déplacement  $u(x, t)$ , mais de la variation de ce dernier lorsqu'on passe d'une couche à une autre infiniment voisine. C'est en effet cette variation qui caractérise un mouvement de cisaillement pour lequel les différentes couches ont des déplacements relatifs les unes par rapport aux autres.

Géométriquement on peut écrire :

$$\gamma(x, t) = \tan \alpha(x, t) \dots\dots\dots (II.5)$$

$\alpha(x, t)$  : Angle que fait la tangente en  $x$  a la courbe joignant les extrémités des vecteurs de déplacement  $u(x, t)$  et a l'axe des  $x$ .



**Figure II.9:** Représentation de l'angle  $\alpha(x, t)$  que fait la tangente en  $x$  a la courbe joignant les extrémités des vecteurs de déplacement  $u(x, t)$  et a l'axe des  $x$ .

Il est claire qu'en général  $\gamma(x, t)$  dépend non seulement du temps  $t$  mais encore de  $x$ , c'est-à-dire de la couche considérée.

Cas particulier important : ou la courbe joignant les extrémités des vecteurs de déplacement  $u(x, t)$  est un segment de droite (voire fig ci-dessous).

Alors  $\gamma = \tan \alpha$  ou  $\alpha$  représente l'angle que forment ce segment de droite et l'axe des  $x$  ;  $y$  ne dépend plus de la couche considérée mais seulement d temps.

Si, en outre, les déplacements  $u(x, t)$  demeurent petits, on pourra écrire :

$$\gamma(t) = \alpha(t) \dots\dots\dots (II.6)$$

on remarque que, contrairement à ce que son nom pourrait laisser supposer,  $\gamma$  n'a pas les dimensions d'une longueur, comme le prouve sa relation de définition précédemment, c'est une grandeur son dimension.

**c) vitesse de cisaillement  $\dot{\gamma}$  :(vitesse de déformation)**

Par définition, la vitesse de cisaillement  $\dot{\gamma}$  est la dérivée par rapport au temps de la déformation de cisaillement  $\gamma$ . Cette grandeur est essentiellement à considérer en rhéologie.

$$\dot{\gamma} = \frac{d\gamma}{dt} \dots\dots\dots (II.7)$$

$\dot{\gamma}$  : La vitesse de cisaillement s'exprime en  $S^{-1}$ .

En se ramenant au cas de symétrie plane cette relation peut s'écrire :

$$\dot{\gamma} = \frac{d}{dt} \frac{du}{dx} = \frac{d}{dx} \frac{du}{dt} \dots\dots\dots (II.8)$$

On a :

$$v(x, t) = \frac{dx}{dt} \frac{du}{dx} \dots\dots\dots (II.9)$$

Donc au finale on peut écrire que :

$$\dot{\gamma} = \frac{dv(x,t)}{dx} \dots\dots\dots(II.10)$$

Cette équation a valeur a la vitesse de cisaillement l'appellation de gradient des vitesses, en effet toujours dans le cas de la symétrie plane ou le matériau est cisailé entre deux plans séparer d'une distance h, un mobile l'autre est déplacé d'une distance dx a une vitesse constante  $V_0$ .

Sous l'effet de la force tangentielle, la première couche se déplace a la même vitesse, les couches inférieures vont se déplacer dans la même direction mais avec des vitesses de plus en plus petites. Ainsi est crée un gradient de vitesse.

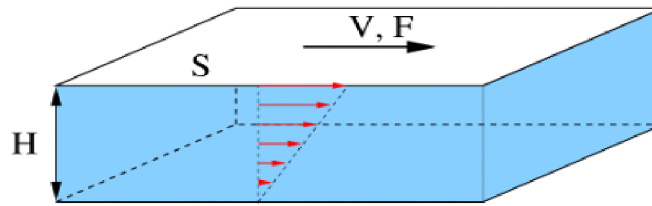


Figure II.10. Conception de la vitesse de cisaillement

## II.5. Equation rhéologique élémentaire, rhéogrammes [6]

### II.5.1. Equation rhéologique élémentaire

Tout système mécanique obéit à une équation fondamentale qui établit une relation entre les grandeurs dynamique responsables de mouvement.

Il en est ainsi en rhéologie, où existe une relation entre le taux déformation de cisaillement  $\dot{\gamma}$  et la contrainte de cisaillement  $\tau$ , relation qui dépend des propriétés et de la nature du matériau.

Nous noterons cette relation :

$$\dot{\gamma} = f(\tau) \dots \dots \dots (II.11)$$

C'est l'équation rhéologique d'état de la substance. Sa connaissance détermine toute les propriétés rhéologiques des matériaux. C'est pourquoi le but de la rhéologie est la détermination expérimentale (à l'aide de rhéomètre) de l'équation (II.11)

#### • Remarque

L'équation rhéologique ne dépend pas seulement de la nature et les propriétés du matériau ; elle dépend aussi de la température T et la pression P extérieurs. Il serait donc plus correct d'écrire :  $\dot{\gamma} = f(\tau, P, T)$ .

Il est naturel que  $\dot{\gamma}$  à l'instant t dépende de la contrainte  $\tau$  au même instant, il peut paraître plus surprenant que  $\dot{\gamma}(t)$  dépend également des contraintes qui ont été appliquées au matériau antérieurement à t.

#### b) Seuil de cisaillement

Le seuil de cisaillement est la contrainte minimale à atteindre pour que le fluide s'écoule. Il correspond à l'énergie minimale qu'on doit apporter pour briser le potentiel d'interaction physico-chimique des particules.

### II.5.2. Rhéogrammes [6]

Les rhéomètres permettent d'obtenir les courbes qui traduisent graphiquement l'équation rhéologique d'état sont appelées rhéogrammes qui servent à décrire les propriétés d'écoulement d'un matériau.

Les rhéogrammes les plus utilisés sont :

- ✓ Les graphes  $\tau, \dot{\gamma}$ , à pression et température extérieures constantes.
- ✓ Les graphes  $\gamma, t$ , traduisant l'évolution de  $\gamma$  au cours du temps, à pression et température extérieures constantes, lorsque la contrainte de cisaillement est appliquée à l'instant  $t=0$  et maintenue constante (expérience du fluage).
- ✓ Les graphes  $\dot{\gamma}, t$ , traduisant l'évolution de  $\dot{\gamma}$  au cours du temps, à pression et température extérieures constantes, lorsqu'une déformation est imposée à l'instant  $t=0$  et maintenue constante (expérience de relaxation).

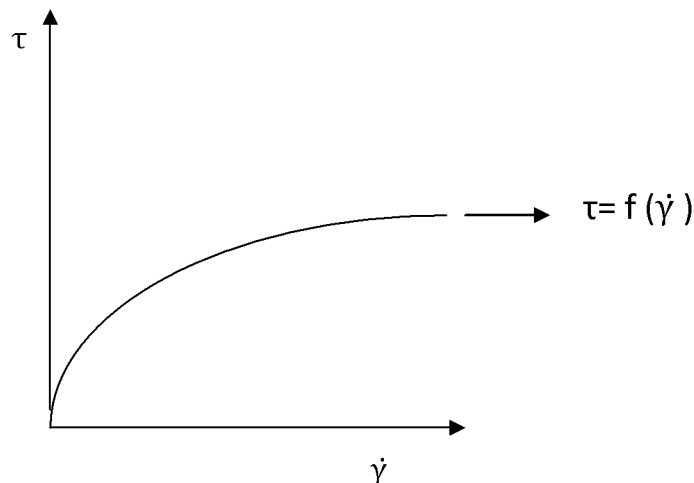


Figure II.11: Rhéogrammes

### II.6. Viscosités [6]

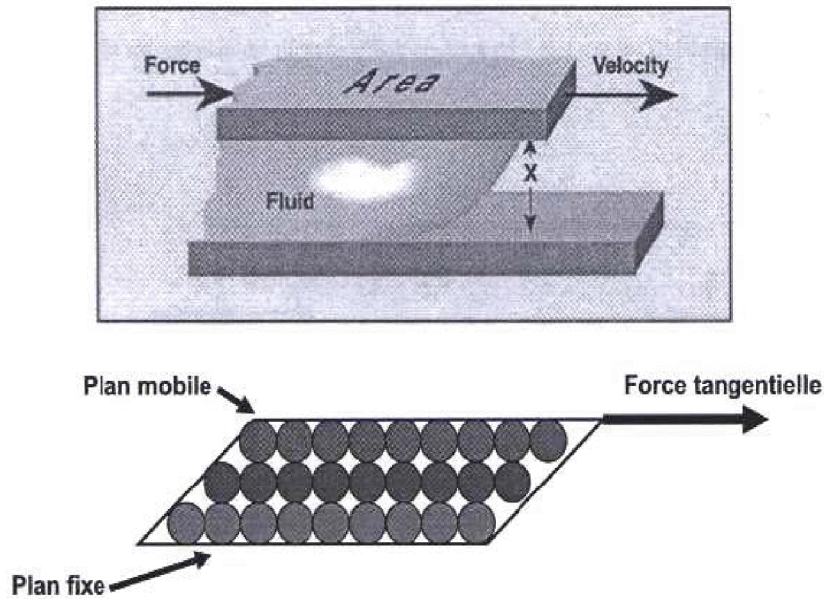
La viscosité (du latin viscum) peut être définie comme la résistance à l'écoulement uniforme et sans turbulence se produisant dans la masse d'une matière.

En rhéologie, les grandeurs physiques que sont les coefficients de viscosités jouent un rôle très important, parfois leur connaissance suffit à caractériser le comportement rhéologique du matériau de façon précise.

On considère idéalement un liquide au repos comme un ensemble de couches moléculaires parallèles. Soumise à une contrainte tangentielle, une des couches du liquide se déplace par

rapport à celle qui lui est sous-jacente; en raison du frottement permanent sur les molécules de la seconde couche, le mouvement est transmis partiellement à cette dernière en même temps que la vitesse de déplacement de la première couche diminue.

Cet effet de retard, provoqué par la friction interne des molécules de la couche sous-jacente sur celle de la couche supérieure, est appelé la viscosité.[8]



**Figure II.12:** Schéma du glissement des couches

On peut définir plusieurs coefficients de viscosité, on se limitera à ceux qui suivent:

**a) viscosité dynamique**

Appeler aussi viscosité apparente, elle est définie par la relation :

$$\mu = \tau / \dot{\gamma} \dots\dots\dots(\text{II.12})$$

$\mu$  : viscosité dynamique, exprimée en poise (P) dans le système CGS, et le pascal seconde (Pa.s) dans le système MKSA, pendant longtemps l'unité MKSA a été appelée le Poiseuille et notée PI.

$$1 \text{ Pa.s} = 1 \text{ PI} = 10 \text{ P}$$

$\dot{\gamma}$  : La vitesse de cisaillement s'exprime en  $S^{-1}$ .

$\tau$  : contrainte de cisaillement, s'exprime en pascals, newton/ $m^2$  dans le système MKSA ou bien en dynes/ $cm^2$  dans le système CGS.

**b) Viscosité cinématique**

Elle est égale au rapport de la viscosité dynamique par la masse volumique du fluide considéré. Elle est définie par la relation :

$$\nu = \mu / \rho \dots \dots \dots (II.13)$$

$\nu$ : viscosité cinématique son unité est le  $cm^2/s$  encore appelée stokes (st) dans le système CGS, le  $m^2/s$  dans le système MKSA.

$\rho$  : la densité du fluide exprimé en  $Kg/m^3$ ,  $g/cm^3$ .

$\mu$  : viscosité dynamique, exprimée en poise P, et le pascal seconde Pa.s.

• **Remarque**

La viscosité dépend fortement de la température T et de la pression P extérieures. Aussi doit-on toujours, pour conserver un sens à la mesure, préciser T et P à laquelle elle a été mesurée , elle dépend aussi de la contrainte de cisaillement  $\tau$  et de la vitesse de cisaillement  $\dot{\gamma}$ .

On peut donc écrire que :  $\mu = F(T, P, \tau)$ , ou bien  $\mu = G(T, P, \dot{\gamma})$ .

**II.7. Comportements rhéologiques [7,8]**

Les fluides que l'on étudie sont classés en deux grandes catégories, les fluides newtoniens et les fluides non-newtoniens

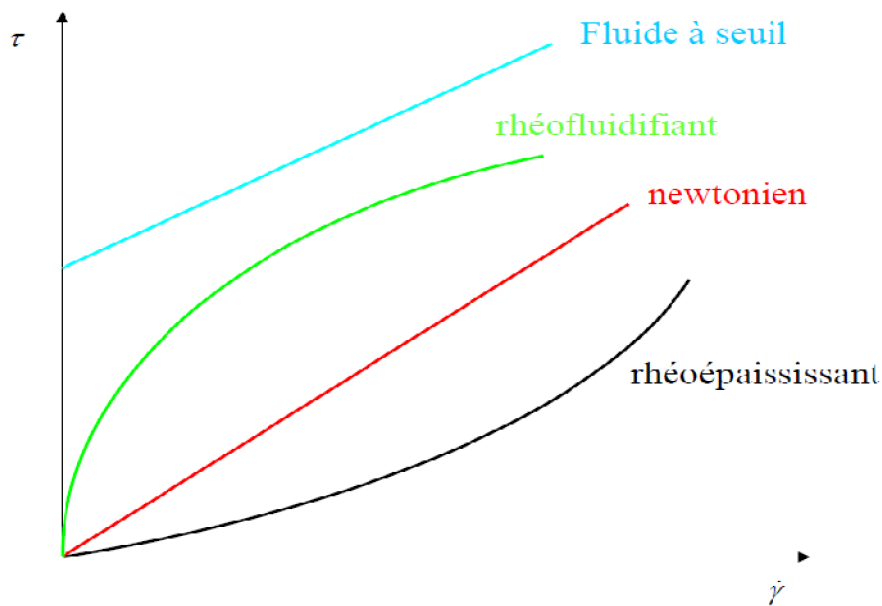


Figure II.13: Rhéogrammes des fluides newtoniens et non newtoniens.

II.7.1.Fluides Newtoniens

La définition d'un fluide newtonien est assez restrictive: les contraintes de cisaillement sont proportionnelles au taux de cisaillement, ce implique que:

- dans un écoulement de cisaillement simple, les seules contraintes créées par l'écoulement, sont des contraintes de cisaillement.
- La viscosité est indépendante de la vitesse de cisaillement, elle est constant à température et pression constante (On dit que le fluide est parfait ou linéaire).
- La viscosité est indépendante du temps et les contraintes s'annulent immédiatement lorsque l'écoulement est arrêté.

Toute déviation de ces règles est le signe d'un comportement non-newtonien

L'équation rhéologique est :

$$\tau = \mu \dot{\gamma} \dots\dots\dots(II.14)$$

$\tau$  : contrainte de cisaillement, en pascals, newton/m<sup>2</sup>.

$\mu$  : viscosité dynamique, exprimée en poise P, et le pascal seconde Pa.s.

$\dot{\gamma}$  : La vitesse de cisaillement, s<sup>-1</sup>.

On distingue les fluides visqueux incompressibles (exemple : eau GLycerine , alcool, air) caractérise par une viscosité dynamique et une masse volumique qui ne dépendent que de la température (c'est généralement cas des liquides ), et les fluides compressibles caractérise aussi par une viscosité dynamique qui ne dépend que de la température mais par une masse volumique variable(ce sont en générale les gaz l'air etc...)

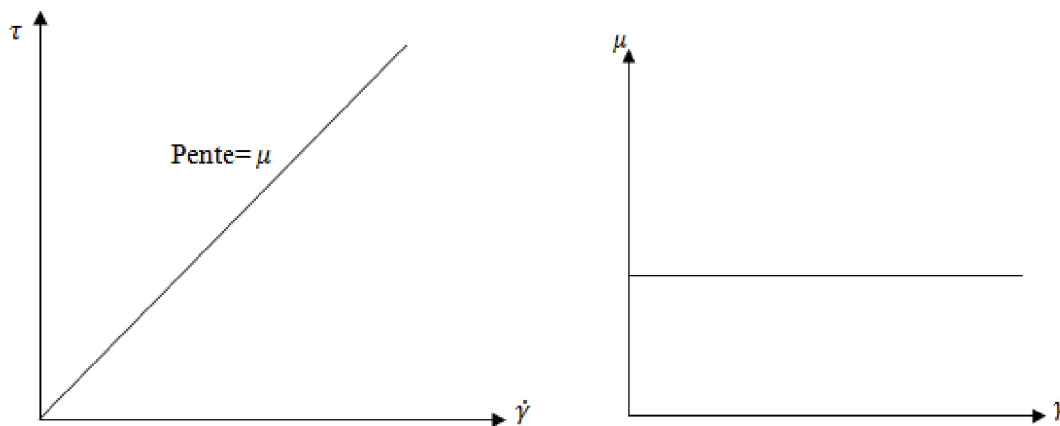


Figure II.14 : Rhéogrammes d'un liquide newtonien.

Figure II.15 : Viscosité d'un fluide newtonien

II.7.2. Fluides non-newtoniens

De nombreux autres liquides ne présentent pas ce comportement newtonien lors de l'écoulement, leurs viscosités, dites "apparentes", dépendent du gradient de vitesse. Ils sont dits "non Newtoniens" et peuvent de diviser en plusieurs catégories :

a) Fluides fluidifiants (n<1)

Appelés aussi fluides rhéofluidifiants ou bien fluides pseudo-plastiques, leur viscosité diminue quand la contrainte augmente.

C'est l'ensemble de tout les corps dont les rhéogrammes sont des courbes passant par l'origine et dont la concavité est tournée vers le bas. Ce type de comportement est très fréquent il concerne les dispersions de particules asymétriques, colles, les ciments, les pates a papiers...

Leur comportement ne peut pas être décrit d'une manière très précise, malgré le nombre considérable d'équation qui les représentent, on peut citer à titre d'exemple:

➤ La loi de puissance par Ostwald en 1992

$$\tau = K \dot{\gamma}^n \dots\dots\dots (II.16)$$

n : Indice de pouvoir d'écoulement inferieur a 1.

$\dot{\gamma}$  : La vitesse de cisaillement, s<sup>-1</sup>.

K : Indice de consistance du matériau.

$\tau$  : Contrainte de cisaillement, en pascals, newton/m<sup>2</sup> ou bien en dynes/cm<sup>2</sup>.

• La loi de puissance par Herschell Berkeley :

$$\tau = \tau_0 + \mu \dot{\gamma}^n \dots\dots\dots (II.17)$$

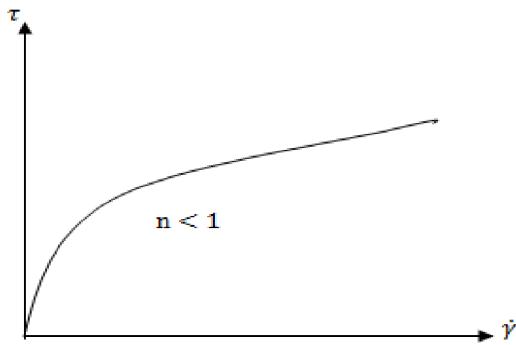
$\tau$  : contrainte de cisaillement, en pascals, newton/m<sup>2</sup> ou bien en dynes/cm<sup>2</sup>.

$\tau_0$  : Contrainte seuil de cisaillement en Pa, N/m<sup>2</sup>, dynes/cm<sup>2</sup>.

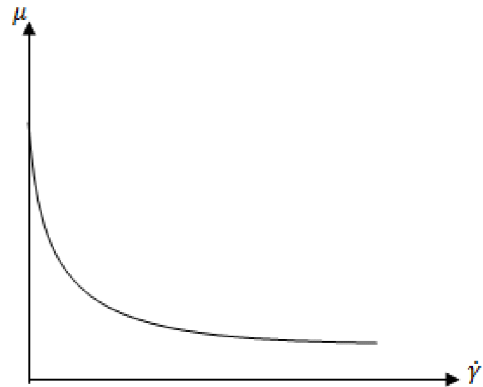
$\mu$  : La viscosité dynamique, P, Pa.s.

$\dot{\gamma}$  : La vitesse de cisaillement, s<sup>-1</sup>.

$n$  : Indice de pouvoir d'écoulement inférieur à 1.



**Figure II.16:** Rhéogramme d'un corps fluidifiant



**Figure II.17:** Variation de la viscosité d'un corps fluidifiants.

**b) les fluides épaisissants (n>1)**

Appelés aussi fluides rhéoépaisissants, leur viscosité accroît lorsque la contrainte de cisaillement augmente.

C'est l'ensemble de tout les corps dont les rhéogrammes sont des courbes passant par l'origine et dont la concavité est tournée vers le haut. Ce comportement est moins fréquent que le comportement rhéofluidifiant, il concerne les dispersions très concentrées, des sables mouvants, des solutions d'amidon...

Ils peuvent être approximer par une simple loi de puissance :

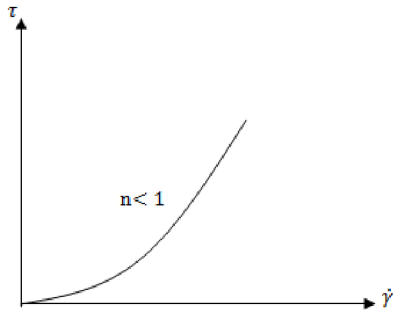
$$\tau = K \dot{\gamma}^n \dots\dots\dots(\text{II.18})$$

$n$  : un exposant supérieur à 1.

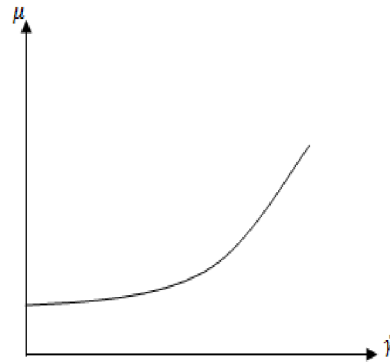
$\tau$  : contrainte de cisaillement, en pascals, newton/m<sup>2</sup> ou bien en dynes/cm<sup>2</sup>.

$K$  : indice de consistance du matériau.

$\dot{\gamma}$  : La vitesse de cisaillement en s<sup>-1</sup>.



**Figure II.18** : Rhéogramme d'un corps rhéoépaississant.



**Figure II.19** : Variation de la viscosité d'un fluide rhéoépaississant.

Un grand nombre de ces liquides est en même temps dilatant, lorsqu'ils sont soumis à une déformation leur volume augmente.

### c) Fluides Binghamiens

Pour les fluides plastique binghamiens la contrainte de cisaillement varie linéairement avec la vitesse de cisaillement, à la différence des fluides newtoniens, il est nécessaire d'appliquer une force minimale pour mettre le fluide en mouvement. Cette force est appelée limite de cisaillement.

Ils sont caractérisés par deux constantes :

$\tau_0$  : La tension de cisaillement, c'est la force minimale à appliquée pour avoir un écoulement.

$\mu_p$  : la viscosité plastique, elle correspond à la pente de la courbe représentant  $\tau$  en fonction de  $\dot{\gamma}$ .

Les fluides plastiques de bingham sont définis par la relation suivante :

$$\tau = \tau_0 + \mu_p \dot{\gamma} \dots\dots\dots (II.19)$$

$\tau$  : contrainte de cisaillement, en pascals, newton/m<sup>2</sup> ou bien en dynes/cm<sup>2</sup>.

$\tau_0$  : La tension de cisaillement, en pascals, newton/m<sup>2</sup> ou bien en dynes/cm<sup>2</sup>.

$\mu_p$  : La viscosité plastique, exprimée en poise P, et le pascal seconde Pa s.

$\dot{\gamma}$  : La vitesse de cisaillement, s<sup>-1</sup>.

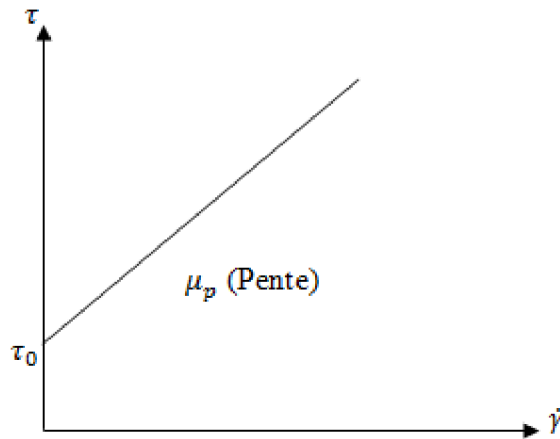


Figure II.20: Rhéogramme d'un fluide de Bingham.

### d) Fluides d' Ostwald

Les fluides pseudos plastiques se mettent en mouvement dès qu'on leur applique une force de cisaillement même très faible.

La contrainte de cisaillement n'est pas proportionnelle à la vitesse de cisaillement mais à sa puissance nième, d'où l'appellation fluides en puissance.

Ils sont représentés par l'équation suivante :

$$\tau = K \dot{\gamma}^n \dots\dots\dots(\text{II.20})$$

$\tau$  : contrainte de cisaillement, en pascals, newton/m<sup>2</sup> ou bien en dynes/cm<sup>2</sup>.

$K$  : indice de consistance du matériau, braye.sn.

$\dot{\gamma}$  : La vitesse de cisaillement, s<sup>-1</sup>.

$n$  : indice de pouvoir d'écoulement, sans dimension.

Selon la valeur de "n", trois profils d'écoulement de fluide apparaissent:

1.  $n < 1$ : Le fluide est rhéofluidifiant.

2.  $n=1$  : Le fluide est newtonien.
3.  $n > 1$  : Le fluide est dilatant.

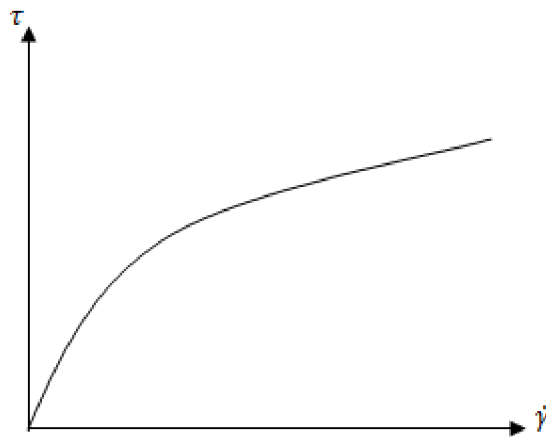


Figure II.21: Rhéogramme d'un fluide d'Ostwald

### e) la thixotropie et l'antithixotropie

#### ➤ la thixotropie

Certains liquides peuvent présenter un écoulement dont les caractéristiques dépendent du temps ou des traitements antérieurs (fluides à mémoire). Ils sont caractérisés par une diminution réversible de la viscosité apparente lors d'une sollicitation à vitesse constante. Les rhéogrammes de telles suspensions présentent une boucle d'hystérésis, c'est à dire que la courbe de montée en cisaillement ne coïncide pas avec la courbe de descente.

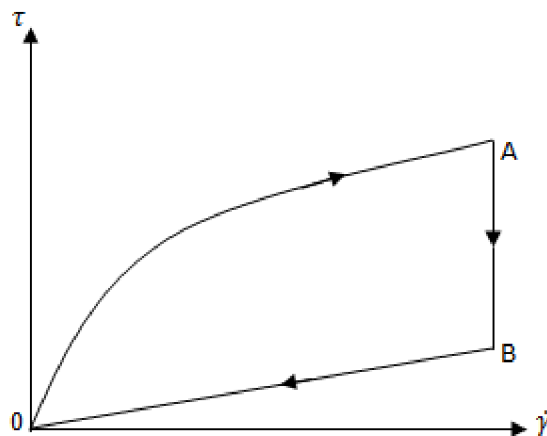


Figure II.22: Boucle d'hystérésis de référence d'un gel rhéofluidifiant.

OA : la courbe caractéristique du comportement rhéofluidifiant.

AB : sous cisaillement maximale, la viscosité apparente diminue progressivement, ça correspond a un changement de structure.

BO : la structure étant complètement détruite la viscosité redevient constante ce qui explique le retour linéaire.

Après suppression du cisaillement et un temps de repos suffisant, le corps retrouve ça structure initiale.

### ➤ L'antithixotropie

C'est l'effet inverse de la thixotropie.

A contrainte  $\tau$  ou  $\gamma$  données, la viscosité apparente du corps augmente avec le temps.

### Remarque

Les fluides non Newtonien les plus utilisés sont : les fluide Binghamien, et les fluides d'Ostwald.

### II.7.3. Classement des fluides newtonien est non-newtonien

Les différents types de comportements rhéologiques se subdivisent en trois catégories (Figure II.23) :

- Comportement exclusivement visqueux, lorsque l'écoulement se produit dès l'apparition d'une contrainte de cisaillement, aussi faible soit-elle : c'est le cas des corps newtoniens (courbe I), pseudo-plastiques ou fluidifiants (courbe II) et dilatants (courbe III);
- Comportement viscoplastique, lorsque l'écoulement ne se produit qu'à partir d'un seuil de cisaillement : on distingue dans ce cas le comportement binghamien (courbe IV) et le comportement dilatant (courbe V) ;
- Comportement plastique (courbe VI) : La réponse d'une pâte de ciment lors d'un cisaillement à vitesse donnée – montre que le comportement du matériau est celui d'un fluide de Bingham : se caractérise par l'ordonnée de la droite à l'origine (seuil de cisaillement  $\tau_0$ ), contrainte minimale à exercer pour que le matériau se déforme, et

par la pente de cette droite (viscosité plastique  $\mu$  ). Aux grandes vitesses de cisaillement les courbes s'écartent de la linéarité.

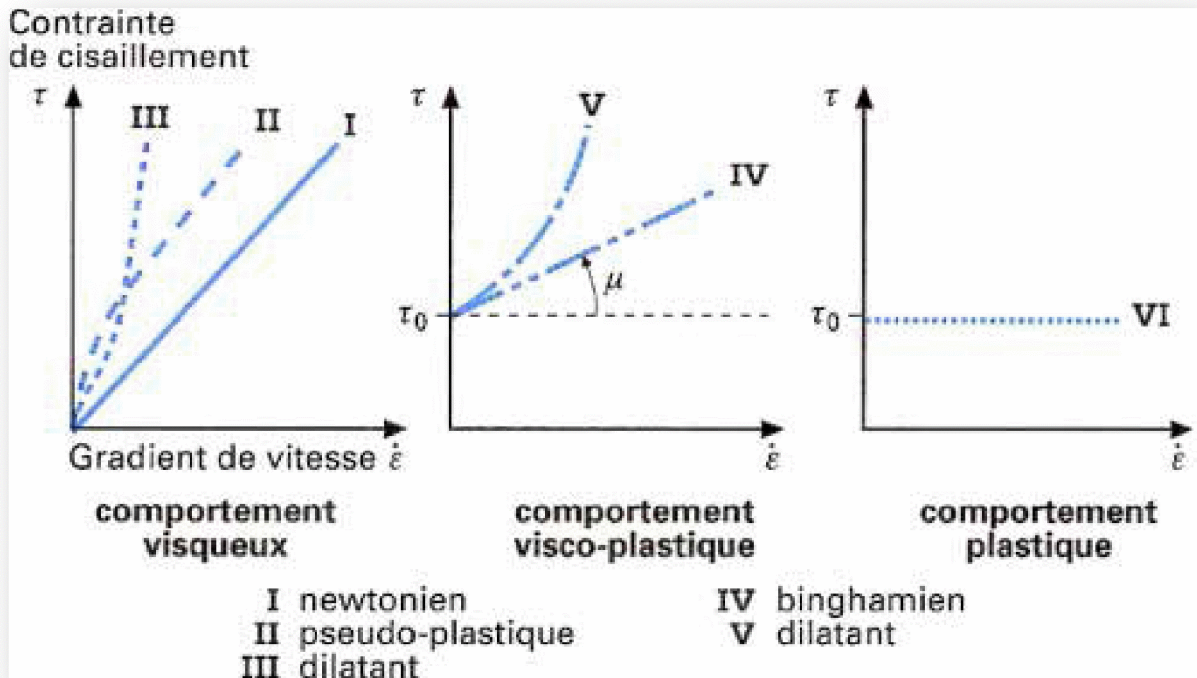


Figure II.23: Comportements rhéologiques (courbes d'écoulement).

Le comportement rhéologique peut dépendre ou non du temps (Tableau II.2)

indépendants du temps	dépendants du temps
<p>- <b>Newtonien</b> : la viscosité est une constante</p> <p>- <b>Rhéofluidifiant</b> : la viscosité diminue quand le gradient de vitesse augmente.</p> <p>-Plastique: viscosité infinie (pas d'écoulement) en dessous d'un seuil de contrainte.</p>	<p>-<b>Thixotrope</b>: la viscosité diminue en fonction du temps sous l'effet du cisaillement et se reconstitue au repos.</p> <p>- <b>Antithixotrope</b> : la viscosité augmente en fonction du temps sous l'effet du cisaillement et se reconstitue au repos</p> <p>- <b>Viscoélastique</b> : associe à un comportement visqueux un comportement élastique caractérisé par un effet mémoire</p>

Tableau II.2 : Comportement rhéologique et le temps.

## II.8. Appareils utilisés en rhéologie [6]

Comme toute discipline scientifique, la rhéologie possède elle aussi des équipements spécifiques consacrés à la caractérisation et la détermination du comportement rhéologique des différents matériaux qui constituent son large champ d'étude.

L'outil principalement utilisé en rhéologie est le rhéomètre. Il en existe différents types sur le marché, selon les conditions expérimentales à appliquer, les paramètres recherchés, le régime de fonctionnement, le type de matériau étudié ...

Nous pouvons distinguer trois types de rhéomètres :

1. Les rhéomètres à régime permanent, fonctionnant essentiellement en viscosimètres pour déterminer les viscosités et les rhéogrammes  $\tau$ - $\gamma$  de substances liquides.
2. Les rhéomètres à régime transitoire qui permettent l'étude des propriétés viscoélastiques des matériaux.
3. Les rhéomètres dynamiques fonctionnant en régime sinusoïdal et fournissant une description très complète des propriétés rhéologiques des substances.

Certains rhéomètres sont susceptibles de fonctionner aussi bien en régime permanent qu'en régime transitoire, à condition de leur adjoindre des équipements accessoires.

### II.8.1. Rhéomètres à régime permanent

Dans ces rhéomètres, la substance étudiée est soumise à un mouvement laminaire de cisaillement indépendant du temps, les différentes couches s'écoulent sans que la vitesse et la contrainte de cisaillement ne subissent aucune modification au cours de temps. L'utilisation de tels rhéomètres se réduit donc à l'étude des substances possédant un comportement liquide, capable de suivre un processus d'écoulement permanent. L'objectif expérimental recherché est la détermination du rhéogramme  $\tau$ - $\gamma$ .

Dans cette catégorie, nous distinguerons essentiellement deux types de rhéomètres :

- Les rhéomètres de type couette dans lesquels la substance à étudier est cisailée entre deux surfaces solides, l'une au repos, l'autre mobile.

- Les rhéomètres de type poiseuille dans lesquels le mouvement de cisaillement est engendré par l'application aux extrémités d'un tube cylindrique contenant l'échantillon d'une différence de pression ou encore par de la pesanteur.

### a) Rhéomètres de type couette

#### ➤ Rhéomètres plans à translation

Principe de fonctionnement est placer la substance à étudier e entre deux plans P1, P2 parallèles et de même surface S. Une force  $\vec{F}$  constante est appliquée tangentiellement au plan mobile P2, ce qui lui confère un mouvement de translation parallèle à lui-même, de vitesse  $\vec{V}_0$  le plan P1 demeure fixe.

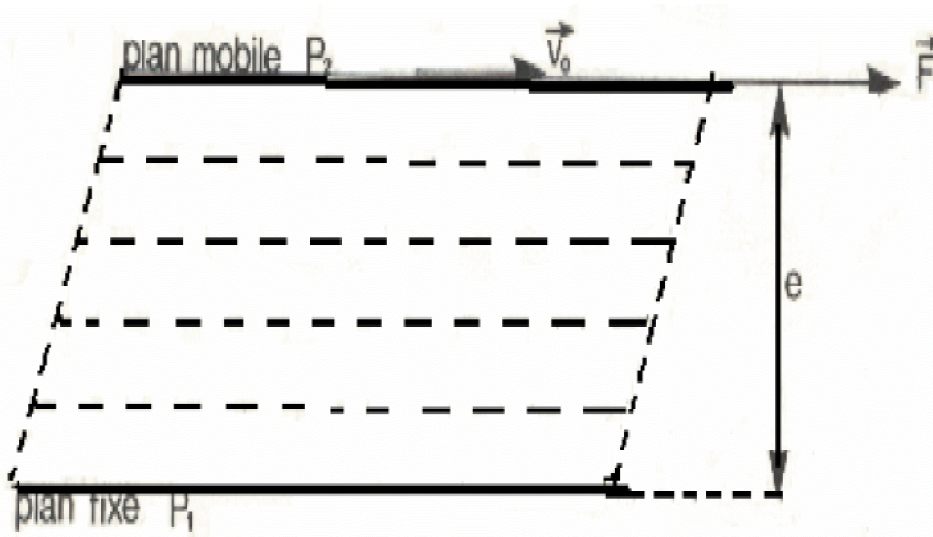


Figure II.25 : Schéma d'un rhéomètre plan à translation.

Un mouvement laminaire de cisaillement est engendré si l'on suppose que la distance  $e$  entre les plans est faible devant les dimensions linéaires de la surface  $S$  des plans, et en négligeant les effets de bord, on admet que l'écoulement possède une symétrie plane et que le matériau se décompose en plans parallèles aux surfaces P1, P2 animées respectivement de vitesse 0 et  $\vec{V}_0$

Le problème qui se pose est de calculer la contrainte et la vitesse de cisaillement en chaque point de l'échantillon à partir des grandeurs physiques accessibles expérimentalement, la force  $F$  appliquée au plan  $P_2$  et la vitesse correspondante.

Les rhéomètres plans sont peu nombreux, ils sont souvent peu précis, c'est pour ça qu'ils sont généralement utilisés pour des contrôles grossiers. Ils sont classés en deux catégories :

- Appareils à lames, utilisés pour la mesure de viscosités de 1 à  $3 \cdot 10^3$  Pa.s.
- Appareils à plaques, utilisés pour la mesure de viscosités de 10 à 1010 Pa.s.

### ➤ Rhéomètres rotatifs cylindriques

La substance étudiée est emprisonnée entre deux cylindres de révolution, coaxiaux de rayons  $R_1$  et  $R_2$ , et de hauteur  $h$ .

Le mouvement laminaire est obtenu en communiquant à l'un des cylindres un mouvement de rotation uniforme de vitesse angulaire  $\omega_0$ , l'autre reste immobile (Le cylindre mobile peut être, le cylindre intérieur ou bien celui de l'extérieur). La substance se décompose en couches cylindriques coaxiales, animées de vitesse angulaire différentes, variant de 0 pour la couche en contact avec le cylindre immobile à  $\omega_0$  pour celle en contact avec le cylindre mobile.

Par la suite du mouvement relatif des couches les unes par rapport aux autres, il apparaît en tout point de l'échantillon une vitesse de cisaillement  $\gamma$  et une contrainte de cisaillement  $\tau$ .

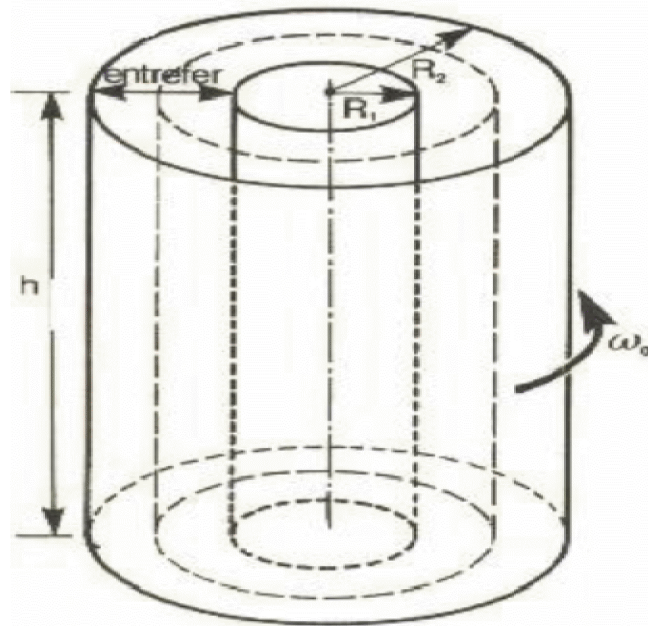


Figure II.26: Représentation d'un rhéomètre rotatif cylindrique.

La contrainte sera donnée par :

$$\tau(r) = \frac{M}{2\pi r^2 h} \dots \dots \dots \text{(II.21)}$$

L'expression de  $\dot{\gamma}$  sera :

$$\dot{\gamma} = r \frac{d\omega}{dr} \dots \dots \dots \text{(II.22)}$$

Dans le cas d'un entrefere étroit :

$$\tau = \frac{M}{4\pi h} \frac{R_1^2 + R_2^2}{R_1^2 R_2^2} \quad ; \quad \dot{\gamma} = \frac{R_1 \omega_0}{R_2 - R_1} \quad ; \quad \omega_0 = K \text{Ln} \left( \frac{R_2}{R_1} \right)$$

Les rhéomètres rotatifs sont très nombreux et fréquemment utilisés, ils sont le plus souvent automatisés ce qui permet l'enregistrement graphique direct des rhéogrammes  $\tau$ - $\dot{\gamma}$ . On distingue :

- ✓ Les appareils à vitesse de rotation  $\omega_0$  imposée.
- ✓ Les appareils a couple M imposé.

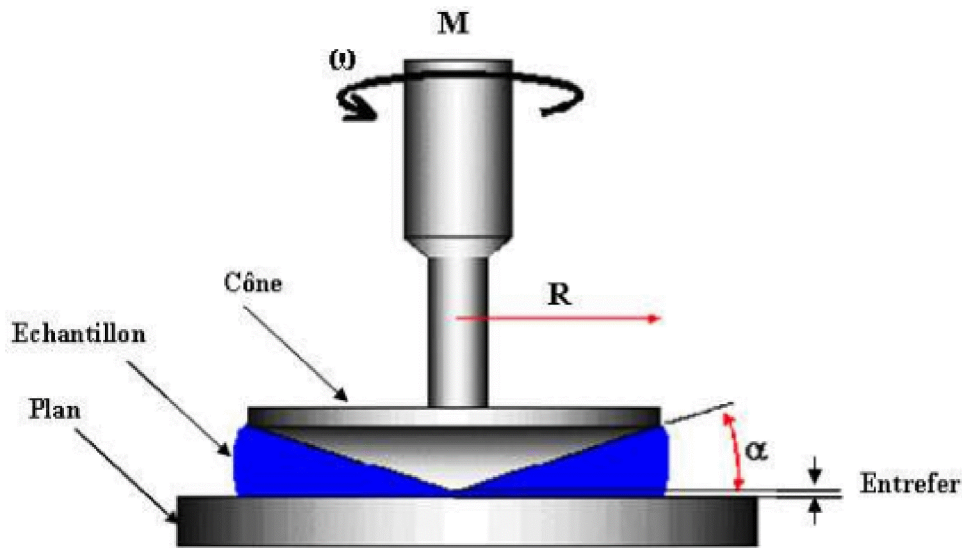
Suivent les caractéristiques des rhéomètres utilisés, on peut étudier des substances de viscosités très variables, elles peuvent s'étendre de  $10^{-3}$  Pa.s à  $10^4$ , et de  $10^{-3}$  Pa.s a  $10^7$  Pa.s.

Leurs principaux inconvénients résident dans le fait d'avoir besoin d'un volume important d'échantillon et l'impossibilité d'étudier des substances à très haute viscosité (plus de  $10^7 \text{Pa}\cdot\text{s}$ ).

➤ **Rhéomètres rotatifs à cône/plateau [9]**

Bien que moins répandu que le rhéomètre cylindrique, ce type de rhéomètre possède de très grandes qualités qui font de lui un concurrent et un complément indispensable au rhéomètre cylindrique.

La substance étudiée est emprisonnée entre un plateau et un cône de révolution de rayon  $R$ , dont l'axe est perpendiculaire au plan du plateau, et dont le sommet est situé sur le plateau. L'angle  $\psi$  entre la génératrice du cône et le plateau est petit, il est toujours inférieur à  $5^\circ$  et peut descendre jusqu'à  $0.3^\circ$ .



**Figure II.28:** Représentation d'un rhéomètre rotatif à cône plateau.

$$\tau = \frac{3M}{2\pi R^3} \dots \dots \dots (II.23)$$

$$\dot{\gamma} = \frac{\omega_0}{\alpha} \dots \dots \dots (II.24)$$

La viscosité est donnée par :

$$\eta = \frac{3M\alpha}{2\pi R^3 \omega_0} \dots\dots\dots (II.25)$$

Le mouvement laminaire de cisaillement est obtenu en communiquant au cône une vitesse de rotation constante  $\omega_0$ , le plateau quand a lui demeure fixe. La substance se décompose en couches qui sont constituées par des cônes de révolution de même sommet et axe que le cône solide, animées de différentes vitesses angulaires de rotation, variantes de 0 pour celles en contact avec le plateau a  $\omega$  pour celles en contact avec le cône solide.

On peut imposer au cône soit un couple de rotation connu, puis on mesure alors vitesse angulaire de rotation  $\omega_0$ , ou bien le contraire, on impose une vitesse de rotation angulaire  $w_0$ , puis on mesure le couple de rotation correspondant.

A la suite du mouvement relatif des couches les unes par rapport aux autres, il apparait en tout point de l'échantillon une vitesse de cisaillement  $\gamma$  et une contrainte de cisaillement  $\tau$ .

Les rhéomètres rotatifs a cône /plateau sont moins nombreux que les rhéomètres cylindriques, ils ont une très bonne précision et ne requiert qu'un faible volume d'échantillon et permet d'atteindre des vitesses de cisaillement élevées.

La gamme des viscosités qui peuvent être mesurées est voisine de celle des rhéomètres cylindriques (de  $10^{-3}$  Pa.s à  $10^4$ , de  $10^{-3}$  Pa.s a  $10^7$  Pa.s).

Comme inconvénients on peu indiquer que, la symétrie conique de l'écoulement laminaire peu être très sensible, surtout a sommet du cône, en plus du fait que cet appareils ne convient pas a l'étude des matériaux aux structures complexe et fragile qui pourrait être endommager dans le petit volume compris entre le cône et le plateau.

### **b) Rhéomètres de type Poiseuille**

Dans ce type de rhéomètre est utilisée surtout comme «viscosimètre» pour des mesures rapides de la viscosité absolue des liquides newtoniens. Le mouvement laminaire de cisaillement est engendré en imposante une différence de pression entre deux extrémités d'un tube cylindrique de faible section, dans laquelle est contenue la substance.

La différence de pression tend à entraîner le matériau dans un mouvement d'ensemble dans le sens des pressions décroissantes. Ce mouvement d'ensemble est contrarié par le frottement exercé par les parois du tube sur la couche de substance directement en contact, c'est pour ça que le matériau se décompose en couches cylindriques coaxiales de même axe que le tube, animées de vitesses différentes. la couche limite reste au repos.

L'utilisation des rhéomètres de type Poiseuille est spécifiée pour les liquides ayant un comportement newtoniens ou bien très peu différent de celui-ci, ils peuvent aussi être utilisés pour les liquides non newtonien à condition que leurs propriétés rhéologiques soit indépendantes du temps.

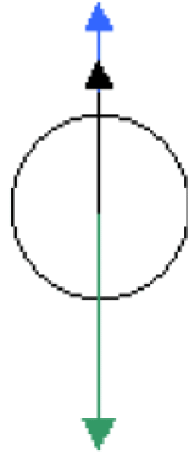
Les rhéomètres de type Poiseuille sont devisés principalement en deux catégories :

- Les rhéomètres capillaires verticaux de type Ostwald, l'écoulement est causé par la simple pesanteur, essentiellement utilisés pour l'étude des liquides newtoniens de faible viscosité.
- Les rhéomètres verticaux ou horizontaux, par l'intermédiaire d'un gaz, un piston, une pompe..., on applique une pression motrice susceptible de varier. ils sont utilisés pour l'étude de liquides plus visqueux de  $10^{-2}$  Pa.s à  $10^7$  Pa.s.

### b) viscosimètres à chute de bille

Une sphère solide rigide de rayon  $R$  et de masse volumique  $\rho$ , tombe sous l'effet de la gravité dans le liquide newtonien étudié, de masse volumique  $\rho$  et de coefficient de viscosité  $\mu$ .

Cette bille est soumise à une force de gravité(en verre), à la poussée d'Archimède(en bleu) et à une force de cisaillement(en noir) provoqué par le liquide sur la surface de la sphère.



**Figure II.28:** Représentation des forces subie par la bille.

Lorsque le régime permanent est atteint, la sphère acquiert une vitesse limite constante. Pour pouvoir déterminer  $\mu$  il faut déterminer la vitesse limite de la bille. Les viscosimètres à chute de bille sont utilisés pour l'étude des liquides rigoureusement newtoniens.

### II.10.2- Rhéomètres à régime transitoire [6]

Ces rhéomètres permettent de déterminer le comportement viscoélastique des matériaux aussi bien liquides que solides.

Dans ce type de rhéomètres l'échantillon est soumis à une sollicitation instantanée qui est maintenue constante, et on étudie son comportement dans les instants qui suivent.

Avant que le régime permanent ne s'établisse, le matériau manifeste un comportement dépendant du temps, et l'étude de ce régime transitoire permet la détermination de ses propriétés viscoélastiques.

On rencontre deux types de rhéomètres transitoires : les rhéomètres à fluage et les rhéomètres à relaxation.

#### a) Rhéomètres à fluage

Fluage, déformation que subit un matériau lorsqu'il est soumis à une contrainte constante et maintenu à une température donnée. De manière générale, l'action d'une charge sur un corps matériel provoque une déformation instantanée de ce corps. Si la contrainte est faible, la

déformation demeure à caractère élastique, le matériau reprenant sa forme initiale lorsque la charge n'est plus appliquée. Si elle est suffisamment élevée, la déformation engendrée s'avère irréversible : on entre alors dans le domaine plastique. Lorsqu'à une température donnée (même bien inférieure à la température de fusion), le matériau est soumis à une contrainte constante dans le domaine plastique, il subit alors une déformation, généralement lente, pendant toute la durée d'application de la charge. Cette déformation caractérise le fluage. En général, le fluage est d'autant plus important que la contrainte appliquée est importante et que la température du matériau est élevée. Les essais de fluage complètent la longue liste d'essais effectués sur les matériaux dans le but de déterminer leur comportement en fonction du temps. En effet, le fluage intervient dans de nombreuses réalisations du génie civil et du génie mécanique

L'échantillon dans ce cas est soumis à une contrainte de cisaillement d'amplitude constante  $\tau$  à partir de l'instant initial  $t = 0$ . La déformation de cisaillement correspondante  $\gamma(t)$  est mesurée, on en déduit alors la fonction de fluage  $f(t)$ , ce qui permet la détermination des propriétés viscoélastiques du matériau.

$$F(t) = \gamma(t) / \tau \dots\dots\dots(\text{II.26})$$

Un rhéomètre à fluage est capable d'imposer une contrainte de cisaillement  $\tau$ , connue ; de mesurer la déformation de cisaillement  $\gamma(t)$  correspondante et d'en suivre l'évolution dans le temps.

Les rhéomètres à fluage les plus répandus sont les rhéomètres rotatifs : cylindriques, les rhéomètres à plateau/plateau utilisés pour l'étude de matériaux très consistants des liquides très pâteux ou bien solides, les rhéomètres à cône/plateau recommandé pour les matériaux plus fluides, ils assurent une meilleure constance de la contrainte de cisaillement  $\tau$  dans l'espace.

Ce type de rhéomètres permet de mesurer des coefficients de viscosités extrêmement élevés pouvant atteindre  $10^{11}$  Pa.s.

### **b) Rhéomètres à relaxation**

Une expérience de relaxation consiste à soumettre l'échantillon initialement au repos à une déformation instantanée qu'on maintient constante et à enregistrer l'évolution des contraintes au cours du temps.

Les tests de fluage des avantages et limites en particulier, la facilité d'analyse pour un spectre de temps de relaxation discret, et réduit, et la difficulté d'analyse dans le cas d'une distribution rapprochée ou bien continue.

### II.10.3. Rhéomètres dynamiques (ou oscillants)

Dans ces rhéomètres les échantillons étudiés sont soumis à des mouvements laminaires de cisaillement d'amplitude variant sinusoidalement dans le temps.

On distingue deux types d'appareils selon que le mouvement est entretenu ou non :

- Les rhéomètres à oscillations forcées qui peuvent fonctionner dans toute une gamme de fréquences ou à une seule en particulier.
- Les rhéomètres à oscillations libres qui permettent de mesurer de faibles viscosités en mesurant un amortissement.

#### a) Rhéomètres à oscillations forcées

##### ➤ Rhéomètres à plateaux

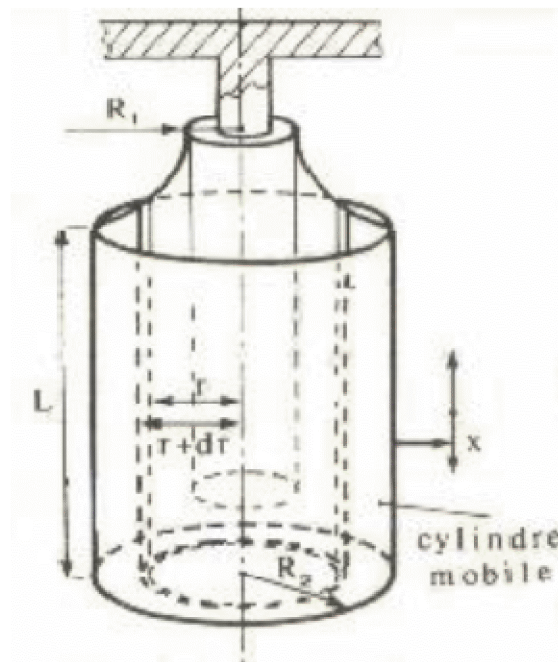
L'échantillon est maintenu entre les deux plateaux par capillarité, l'un des plateaux supporte une grande masse qui l'immobilise.

La force et le déplacement sont transformés en tension par transducteurs électromagnétiques (T.E.M).

Le déphasage est lu à l'oscilloscope, on peut faire varier la fréquence le plus souvent dans le domaine de 10 à 1000Hz.

##### ➤ Rhéomètres à cylindres en translation

Ils ont le même principe mais utilisent une géométrie différente, les deux faces de l'entrefer sont deux cylindres concentriques, l'un est fixe, l'autre a un mouvement de translation sinusoïdal suivant l'axe.



**Figure II.29:** Schéma d'un rhéomètre cylindrique en translation.

Ces rhéomètres permettent la mesure de la force sur la face immobile, ils sont peu précis du fait que la contrainte est déterminée expérimentalement.

### ➤ Rhéomètres cylindriques oscillants

Ce sont des rhéomètres cylindriques sur lesquels on peut imprimer au rotor des mouvements oscillatoires de fréquences généralement comprises entre le dixième et la dizaine d'hertz avec des amplitudes de quelques centièmes de radians.

### ➤ Rhéomètres cône/plateau

Ce sont des rhéomètres pouvant fonctionner en dynamique pour des fréquences de  $3 \cdot 10^{-4}$  Hz à 50 Hz, et des amplitudes d'oscillations de 0.002 rad à 0.03 rad.

### ➤ Rhéomètres plateau/plateau

Aussi utilisé en essais dynamiques, son avantage est de faire varier la distance entre les plateaux très facilement.

Ce sont des rhéomètres à fréquences variable les plus précis, cependant cette précision décroît avec la fréquence.

### **b) Rhéomètres utilisés à la résonance**

Certains rhéomètres, dont le principe est celui des oscillations forcées, ne permettent des mesures de l'amplitude de la force et celle du déplacement qu'à une seule fréquence, la fréquence de résonance.

#### ➤ **Rhéomètres cylindriques résonants**

Il s'agit d'un rhéomètre cylindrique mis en oscillation en utilisant un cadre parcouru par un courant alternatif de fréquence variable et placé dans un champ magnétique.

Le cylindre mobile plonge dans le liquide étudié contenu dans une cuve cylindrique. Il suffit alors de chercher expérimentalement la fréquence du courant à la résonance. Bonne précision, mais ils ne travaillent pas à fréquence variable, ils ne peuvent pas servir à une étude complète de la viscoélasticité. Ces appareils sont simples, et précis, généralement la résonance est déterminée avec une

### **c) Les appareils à oscillations libres**

Les appareils de ce type sont des rhéomètres cylindriques, dont le cylindre intérieur est rappelé par un fil de torsion auquel il est suspendu. On enregistre le déplacement angulaire de ce cylindre.

Ces rhéomètres sont utilisés pour des corps newtoniens de faibles viscosités liquides et gaz pour lesquels il est plus facile de mesurer un amortissement qu'un couple.

Les rhéomètres dynamiques ne sont d'un emploi simple que si l'inertie de l'échantillon est négligée, en générale en diminuant l'inertie elle diminue.

### **Conclusion**

Dans ce chapitre, nous avons exposé des généralités sur la rhéologie et les différents comportements que l'on peut rencontrer en rhéologie expérimentale. Dans ce qui suit, nous avons passé en revue les différents rhéomètres et géométries utilisés dans le domaine de la rhéologie selon le besoin.

### Introduction

En physique et en mécanique ; l'adhésion est l'ensemble des phénomènes physico-chimiques qui se produisent lorsque l'on met en contact deux matériaux, dans le but de créer une résistance mécanique à la séparation. Une fois le contact établi, l'énergie nécessaire pour réaliser la séparation s'appelle énergie d'adhésion. Dans l'adhésion d'un liquide sur un solide fait intervenir trois forces élémentaires : forces de van der Waals, forces capillaires, forces électrostatiques.

### III.1. Adhésion [10]

#### III.1.1. Forces de van der Waals

Les champs dus au mouvement dipolaire d'un atome sont à l'origine des forces de van der Waals. Cette partie développe le calcul de ces forces dans le cas d'une géométrie sphère-plan

##### ➤ Potentiel de Lennard-Jones

Les forces de van der Waals sont calculées à partir de potentiels énergétique. En atomes, la modélisation de l'énergie d'interaction conduit à un potentiel d'interaction en  $1/r^6$

$$\Phi(r) = \frac{C_{vdw}}{r^6} \dots \dots \dots (III.1)$$

Avec  $C_{vdw}$  une constant physique dépendante des atomes considérés et disponibles dans la littérature. Ce potentiel représente l'énergie d'interaction de deux atomes (ou molécules) Séparé(e)s d'une distance  $r$ . (il génère une force attractive et tend par conséquent à faire fusionner les deux atomes considérés en un seul. Ce modèle doit donc être complété par un potentiel répulsif afin de maintenir les atomes à une distance à laquelle leurs nuages électroniques ne s'interpénètrent pas.

Deux alternatives existent pour modéliser la répulsion. La première consiste à ajouter un terme fortement répulsif lorsque deux atomes sont très proches. Lorsque les atomes sont éloignés, la force qui en dérive doit de plus décroître assez rapidement avec la distance pour être négligée devant la partie de la force qui dérive du potentiel en  $1/r^6$ . L'ajout d'un potentiel en  $1/r^{12}$  remplit ces conditions et est très largement utilisé. Le potentiel d'interaction est alors appelé potentiel de Lennard-Jones et s'écrit :

$$\phi(r) = \epsilon_0 \left(\frac{r_0}{r}\right)^{12} - 2\epsilon_0 \left(\frac{r_0}{r}\right)^6 \dots\dots\dots(III.2)$$

➤ **Discussion à propos du modèle de forces de van der Waals**

• **Force à distance et limite au contact**

Les forces de pull-off sont dues aux forces d'adhésion au contact. Les forces de van der Waals sont l'une de ses composantes et doivent par conséquent être calculées dans le cas où les objets sont en contact. Or, de par leur principe et leur formulation, les forces de van der Waals sont des forces qui n'existent qu'à distance. La notion de forces de van der Waals entre des objets en contact nécessite donc d'être explicitée. Du point de vue macroscopique, le point de contact est un point supposé appartenir aux deux solides en contact. Cette conception du contact n'est pas compatible avec le concept des forces de van der Waals et doit être reformulée. Du point de vue nanoscopique, chaque objet est constitué d'un nombre fini d'atomes qui ne peuvent pas s'interpénétrer. Il existe donc nécessairement une distance séparant deux objets considérés comme étant au contact. Seul ce modèle de contact est compatible avec les modèles de forces. Si la distance qui sépare deux atomes est inférieure à leur distance d'équilibre dans le vide  $r_0$ , le potentiel de Lennard-Jones prévoit une force de répulsion prépondérante devant la force d'attraction. Cependant, ces distances sont mal connues et sont, suivant les cas rencontrés dans la littérature, situées entre 0,2 nm et 0,4 nm. Nous considérerons donc dans la suite de ce document que deux objets en contact sont en fait espacés d'une distance  $r_0 = 0,3$  nm. Lors de l'identification des modèles, la valeur de certains paramètres doit être adaptée afin de minimiser l'écart avec les mesures expérimentales. Or, la majorité des paramètres est connue avec une faible incertitude.

• **Hypothèses de travail**

La sommation par paires décrite par la théorie d'Hamaker définit l'énergie d'interaction  $\Pi_c$  entre deux solides 1 et 2 due aux forces de van der Waals comme la somme des énergies d'interaction de chaque couple d'atomes appartenant aux deux solides :

$$\Pi_c = \sum_i \sum_j \phi(r_{ij}) \dots\dots\dots(III.3)$$

où les atomes de  $\Omega_1$  (resp.  $\Omega_2$ ) sont indicés par  $i$  (resp.  $j$ ) et où  $r_{ij}$  est la distance entre ces atomes. Si la distribution atomique est supposée uniforme et constante sur l'ensemble des solides  $\Omega_1$  et  $\Omega_2$ , la densité atomique  $\beta_i$  du solide  $\Omega_i$  peut donc être définie. L'équation (III.3) peut être transformée pour obtenir un modèle quasi-continu :

$$\begin{aligned} \Pi_c &= \int_{\Omega_1} \int_{\Omega_2} \beta_1(r_i) \beta_2(r_j) \Phi(r_{ij}) d\Omega_1 d\Omega_2 \\ &= \beta_1 \beta_2 \int_{\Omega_1} \int_{\Omega_2} \Phi(r_{ij}) d\Omega_1 d\Omega_2 \dots \dots \dots (III.4) \end{aligned}$$

L'hypothèse d'uniformité du matériau est parfaitement vérifiée dans le cas d'un matériau cristallin non déformé, mais est discutable dans le cas de matériaux amorphes. Pour les matériaux amorphes les plus réguliers comme le verre, l'erreur due à la simplification de l'équation (III.4) reste acceptable. De même, il est possible de montrer que les variations de volume dues aux déformations ont un effet négligeable sur le calcul de l'énergie d'interaction. L'hypothèse d'uniformité des matériaux n'est utilisée que pour la simplification de l'équation (III.4).

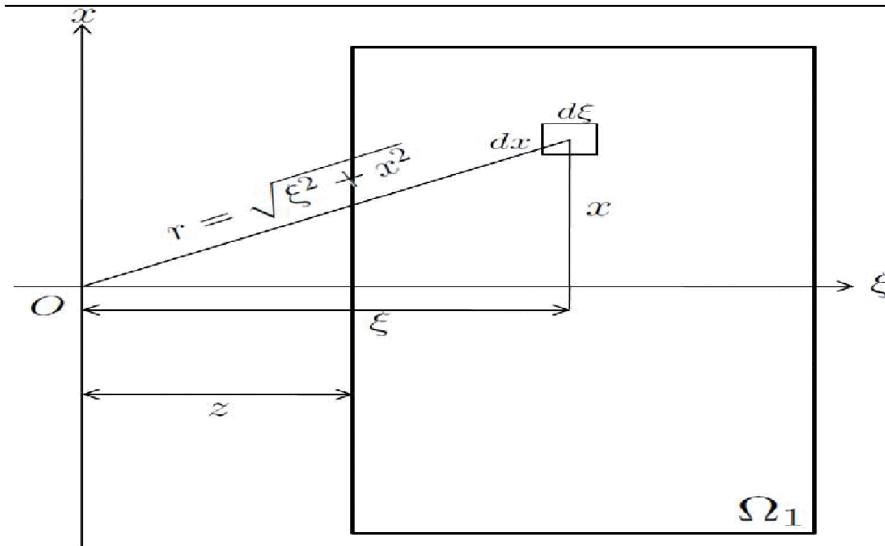
➤ **Intégration du potentiel de Lennard-Jones entre une molécule et un plan infini**

L'objectif est de calculer l'énergie d'interaction  $\Pi_c$  (éq. (III.4)) entre une sphère et un plan. Ce calcul se fait en deux temps. L'énergie élémentaire d'interaction  $\Pi_c$  entre une molécule et un objet  $\Omega_1$  est d'abord calculée puis celle-ci est exploitée pour le calcul de l'énergie globale d'interaction  $\Pi_c$ .

Dans la suite de cette partie, le plan  $\Omega_1$  est supposé infini et rigide. La première partie du calcul consiste à déterminer l'énergie d'interaction  $\Pi_c$  associée à une molécule placée à une distance  $z$  du plan  $\Omega_1$  (voir Fig. III.2a). Le plan est ainsi découpé en une somme d'éléments différentiels en forme de couronne de rayon  $x$ , situés à une distance  $\xi$  de la molécule, et de section  $dx d\xi$ . L'énergie s'écrit donc :

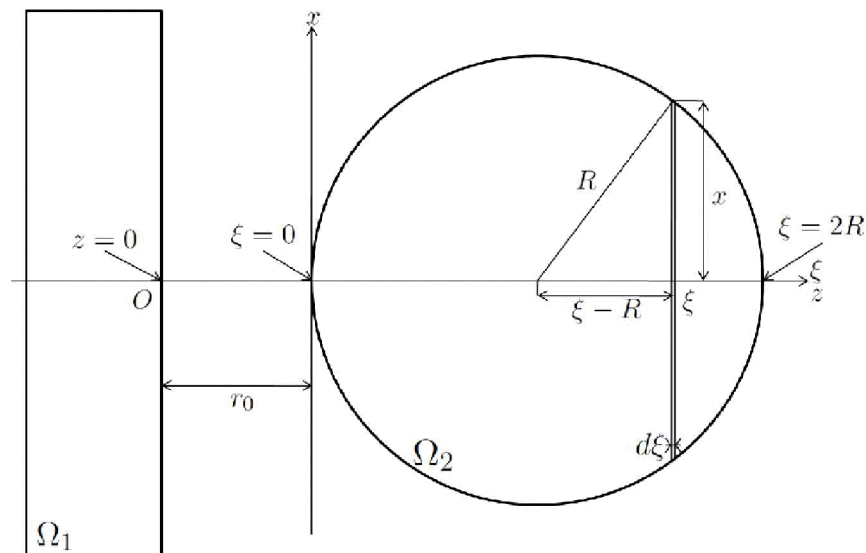
$$\begin{aligned} \Pi_c &= \beta_1 \int_{\Omega_1} \frac{-C_{vdw}}{r^6} d\Omega_1 \\ &= \beta_1 \int_{\xi=z}^{+\infty} \int_{x=0}^{+\infty} \frac{-C_{vdw}}{\sqrt{\xi^2+x^2}} 2\pi x dx d\xi \\ &= -\frac{\pi C_{vdw} \beta_1}{6 z^3} \dots \dots \dots (III.5) \end{aligned}$$

La molécule considérée est une partie quelconque d'un objet pouvant interagir avec le plan  $\Omega_1$ . Cette expression ne dépend que de la distance entre la molécule et le plan grâce à l'hypothèse du plan infini. Elle n'est donc pas influencée par la géométrie du solide  $\Omega_2$  et peut être exploitée pour modéliser l'interaction d'un objet quelconque avec un plan rigide.



(a) L'énergie d'interaction de van der

Waals  $\Pi_c$  est d'abord calculée entre une molécule et un plan infini...



(b) ... avant d'être intégrée sur l'ensemble

de la sphère pour calculer l'énergie globale d'interaction  $\Pi_c$ .

**Figure III.1:** Éléments géométriques utilisés pour calculer l'énergie d'interaction d'une sphère et d'un plan. Les forces de van der Waals dérivent de cette énergie.

L'hypothèse du plan infini a une influence réduite car les forces de van der Waals peuvent être rapidement négligées (pour une distance supérieure à leur rayon de coupure  $r_c$ ). L'hypothèse de plan rigide a tendance à minimiser la surface de contact avec la sphère et donc la force globale calculée. Ces hypothèses simplifient l'étude analytique et peuvent être évitées en utilisant une modélisation par la méthode des éléments finis. Elles sont toutefois utilisées dans un premier temps pour étudier les tendances des modèles.

➤ **Intégration du potentiel entre une sphère et un plan infini**

Les hypothèses d'homogénéité des milieux émises au début de cette partie autorisent l'utilisation du principe de sommation par paires. Or, les atomes ou molécules qui ne sont pas en surface de l'objet sont séparés du plan par le matériau qui compose  $\Omega_2$  et non par le milieu extérieur. Cet écrantage des forces de van der Waals n'est pas pris en compte par la sommation d'Hamaker. Cependant, la décroissance rapide des forces de van der Waals avec la distance d'interaction limite l'influence de cette nouvelle hypothèse.

L'énergie d'interaction peut donc être calculée à partir de l'équation (III.5). Dans l'exemple traité ici, le solide  $\Omega_2$  est une sphère de rayon  $R$ , à l'équilibre et en contact avec le plan (voir (Fig. III.1 (b))). L'hypothèse formulée dans la section discussion à propos du modèle de forces de van der Waals impose que la sphère soit à une distance  $r_0$  du plan. L'énergie d'interaction est donc :

$$\begin{aligned} \Pi_c &= \beta_1 \beta_2 \int_{\Omega_2} -\frac{d\Pi_c}{dr_0} d\Omega_2 \\ &= -\frac{\pi C_{vdw} \beta_1 \beta_2}{6} \int_{\xi=0}^{2R} \frac{\pi(R^2 - (\xi-R)^2)}{(r_0 + \xi)^3} d\xi \\ &= -\frac{\pi^2 C_{vdw} \beta_1 \beta_2}{6} \left[ \text{Ln} \left( \frac{r_0}{2R + r_0} \right) + \frac{2R(R+r_0)}{r_0(2R+r_0)} \right] \dots\dots\dots(III.6) \end{aligned}$$

Il apparaît ainsi que l'énergie d'interaction est proportionnelle au coefficient d'Hamaker défini par :

$$A = \pi^2 C_{vdw} \beta_1 \beta_2 \dots\dots\dots(III.7)$$

Les forces de van der Waals qui s'exercent entre une sphère et un plan dérivent du potentiel de l'équation (III.6) et s'écrivent alors :

$$F_{sp}^{vdw} = -\frac{d\Pi_c}{dr_0} = -\frac{2R^3A}{3r_0^2(2R+r_0)^2} \dots\dots\dots(III.8)$$

Cette équation reste valable dans le cas particulier où la distance entre la sphère et le plan vaut  $r_0 = 0,3$  nm. Cette distance correspond à l'espace entre deux objets en contact. À partir de cette définition du contact, les forces de van der Waals peuvent donc être explicitées pour des objets en contact. La notion de forces de van der Waals peut donc être étendue aux solides en contact. La définition du contact, et notamment la détermination de la valeur de  $r_0$ , restent cependant des problèmes ouverts.

De plus, tout objet de taille micrométrique en contact avec un plan vérifie  $R \gg r_0$ . La force d'interaction (éq (III.8)) peut alors être simplifiée à l'échelle microscopique par :

$$F_{sp}^{vdw} = -\frac{AR}{6r_0^2} \dots\dots\dots(III.9)$$

Cette équation n'est pas seulement valable au contact mais pour toute sphère séparée d'un plan par une distance négligeable devant son rayon. Elle ne dépend que de la nature des matériaux et de la taille de la sphère.

#### ➤ Cas d'autres géométries

Les calculs précédents peuvent être effectués de la même manière avec d'autres géométries. Les équations du tableau (III.1) s'appuient sur la même formulation du problème et sur des hypothèses sous jacentes. Celles-ci doivent être scrupuleusement vérifiées pour une exploitation de ces dernières. La force d'interaction entre deux sphères peut par exemple être régie par une loi en  $1/z^2$  pour des sphères proches alors qu'elle suit une loi en  $1/z^7$  lorsque les sphères sont éloignées.

<b>Objets</b>	<b>Hypothèse</b>	<b>Force</b>
plan/plan <sup>ab</sup>	$z \ll h$ (épaisseur du plan)	$F = - \frac{A}{6\pi z^3}$ (par unité de surface)
sphère /plan <sup>bc</sup>	$z \ll R$	$F = - \frac{AR}{6 z^2}$
sphère/sphère <sup>ab</sup>	$z \ll R$	$F = - \frac{AR}{12 z^2}$
sphère (particule)/sphère <sup>b</sup>	$R \ll z$	$F = - \frac{2AR^3}{3 z^4}$
sphère/sphère (particules <sup>b</sup> )	$R \ll z$	$F = - \frac{96AR^6}{9 z^7}$

**Table III.1** – Forces de van der Waals entre des objets à géométrie simples.

### III.1.2 Forces capillaires

Les modèles de forces capillaires sont d'abord développés dans le cas général puis dans le cas particulier de la géométrie sphère/plan. Cette partie s'appuie principalement sur les travaux de P.

➤ **Étude du cas général**

Les ménisques capillaires (Fig. III.2) sont à l'origine de deux forces. La première, la force de Laplace  $F_L$  est due à la différence de pression entre l'intérieur et l'extérieur du ménisque  $L_1$  (Fig. III.3). La seconde,  $F_T$  est la tension à l'interface de la ligne triple i.e. à l'interface liquide/solide/gaz. Les forces capillaires sont obtenues en écrivant l'équilibre des forces appliquées à un solide  $\Omega_1$  :

$$F^{cap} = F_L + F_T \dots\dots\dots(III.10)$$

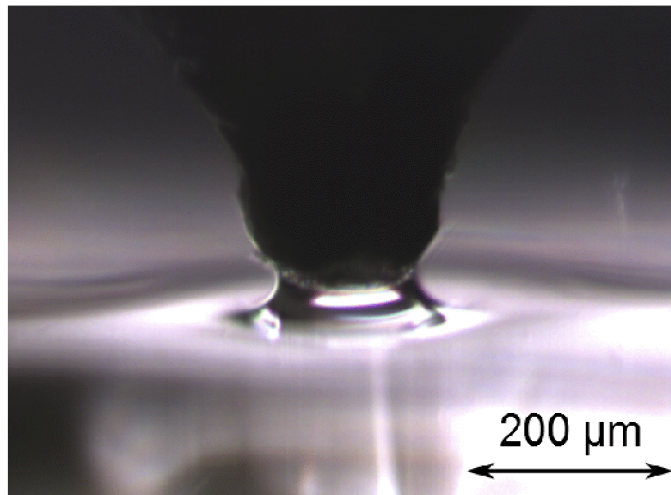


Figure. III.2. Ménisque capillaire entre une pointe et une goutte de liquide.

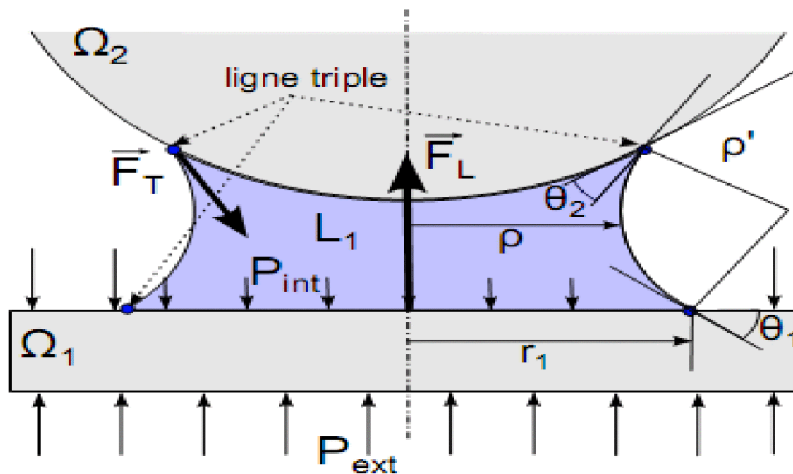


Figure. III.3 Forces exercées par un ménisque capillaire.

La force de Laplace  $F_L$  est due à la différence de pression  $\Delta P = P_{int} + P_{ext}$  entre l'intérieur et l'extérieur du ménisque qui s'applique sur la surface de l'interface solide/liquide  $A_{SL}=r_1^2$ . Cette pression  $\Delta P$  s'exprime en fonction de la courbure moyenne  $C$  du ménisque et de la tension de surface:

$$\Delta P = 2C\gamma \dots\dots\dots (III.11)$$

La force de Laplace s'écrit donc :

$$F_L = \Delta P A_{SL} = \Delta P \pi r_1^2 = 2 \pi r_1^2 \gamma C \dots\dots\dots (III.12)$$

Elle dépend donc de la courbure moyenne du ménisque qui s'exprime en fonction des rayons de courbure principaux  $\rho$  et  $\rho'$  qui sont respectivement dans un plan parallèle et orthogonal au substrat (voir Fig. III.3) :

$$C = \frac{1}{2} \operatorname{div}(\vec{n}) = \frac{1}{2} \left( \frac{1}{\rho'} + \frac{1}{\rho} \right) \dots \dots \dots (III.13)$$

La force de tension de surface  $F_T$  s'applique uniquement sur la ligne triple. Dans le cas d'un problème axisymétrique, la ligne triple se situe à une distance  $r_1$  du centre du ménisque et la tension à son interface est :

$$F_L = \oint \gamma \sin(\theta_1) ds = 2\pi r_1 \gamma \sin(\theta_1) \dots \dots \dots (III.14)$$

où les angles de contact  $\theta_1$  et  $\theta_2$  ainsi que la tension de surface sont des caractéristiques dépendantes des matériaux utilisés.

De plus, à l'échelle micrométrique, la variation de pression gravitationnelle peut être négligée devant la pression capillaire. La pression est ainsi constante dans le liquide rendant la courbure de l'interface constante (éq. (III.11)). Ceci se traduit par un profil de ménisque circulaire (dans un plan passant par l'axe de symétrie du problème). La forme générale des ménisques micrométriques est alors connue à une variable près. La valeur des forces capillaires peut être déduite de la seule connaissance du volume d'eau du ménisque ou de la courbure  $\rho'$ .

➤ **Calcul simplifié des forces capillaires entre une sphère et un plan**

Le calcul des forces capillaires peut être simplifié en une expression analytique simple dans le cas de ménisques créés par condensation de l'humidité ambiante entre une sphère et un plan. Dans des conditions usuelles d'humidité, le rayon de courbure principale du ménisque  $\rho' = r_k$  est de l'ordre de quelques nanomètres. Sa valeur est donc négligeable face à celle de l'autre rayon de courbure principale du ménisque  $\rho$ . L'algorithme présenté au paragraphe précédent n'est donc plus nécessaire au calcul de la courbure moyenne du ménisque (éq. (III.13)) qui peut donc être simplifié.

La différence de pression entre l'intérieur et l'extérieur du ménisque s'exprime alors en fonction de l'humidité à partir de l'équation (III.12) :

$$\Delta P = 2C\gamma \frac{\gamma}{r_k} \dots\dots\dots (III.15)$$

Le rayon du ménisque capillaire  $r_1$  doit être calculé pour déterminer les forces capillaires. Comme dans l'algorithme présenté précédemment, ce dernier doit être établi de manière géométrique à partir de la connaissance du rayon de Kelvin  $r_k$ , des angles de contact  $\theta_1$  et  $\theta_2$  et du profil de la sphère. Ce problème précédemment résolu par une méthode numérique peut être simplifié en supposant que proche du contact, l'angle d'inclinaison de la sphère est négligeable devant l'angle de contact  $\theta_2$ . Dans le cas d'une sphère non déformée, la surface devient :

$$A_{S1} = \pi r_1^2 = 4 \pi R \gamma \cos \theta \dots\dots\dots (III.16)$$

La force de Laplace entre une sphère non déformée et un plan est donc :

$$F_L = \Delta P A_{S1} = 4 \pi R \gamma \cos \theta \dots\dots\dots (III.17)$$

Cette force peut être comparée avec celle qui s'exerce sur la ligne triple,  $F_L = 2\pi r_1 \gamma \sin \theta$  (éq. (III.14)). À l'échelle microscopique, le rayon de la sphère est grand devant celui du ménisque. Donc, si l'angle de contact n'est pas proche de  $\pm \frac{\pi}{2}$ , la force de Laplace est prédominante et les forces capillaires sont alors :

$$F_c = F_L = 4 \pi R \gamma \cos \theta \dots\dots\dots (III.18)$$

La force de capillarité calculée pour une sphère non déformable ne dépend donc pas de l'humidité ambiante. Cette propriété est simplement due à la géométrie particulière de notre problème. Dans le cas d'un contact sphère/plan l'augmentation de l'humidité entraîne bien une augmentation de la taille du ménisque capillaire mais cette augmentation est contre balancée par une diminution de la pression dans le ménisque.

Dans un cas réel, les défauts de forme et la rugosité des objets induisent, pour les forces capillaires qui les lie, une dépendance à l'humidité.

III.1.3 Forces électrostatiques

➤ Origines des forces électrostatiques

Une force appelée électrostatique résulte de l'action d'une charge A sur une charge B. Suivant le signe de ces charges, de valeur respective  $q_A$  et  $q_B$ , cette force peut être attractive ou répulsive. La loi de Coulomb (Fig.III.4) exprime la force exercée par la charge A sur la charge B en fonction de leur valeur respective et de la distance  $r=|\overline{AB}|$  qui les sépare :

$$\vec{F}_{A/B} = \frac{1}{4 \pi \epsilon_R \epsilon_0} \frac{q_A q_B}{r^2} \vec{v}_{AB} \dots \dots \dots (III.19)$$

où  $\epsilon_0 = 8,85 \text{ Fm}^{-1}$  est la permittivité du vide,  $\epsilon_R$  est la permittivité relative du milieu séparant A et B et  $\vec{v}_{AB}$  est le vecteur unitaire parallèle à  $\overline{AB}$ .

La force exercée par la charge A sur la B n'est pas influencée par la présence d'autres charges. Le principe de superposition est donc applicable aux forces électrostatiques. Ces forces pourront donc être sommées par paires, de la même manière que les forces de van der Waals. Il convient donc de connaître la distribution de charges dans les objets étudiés pour pouvoir calculer la force qu'ils l'un sur l'autre. Le type de distribution dépend des matériaux: les charges sont réparties en surface des matériaux conducteurs

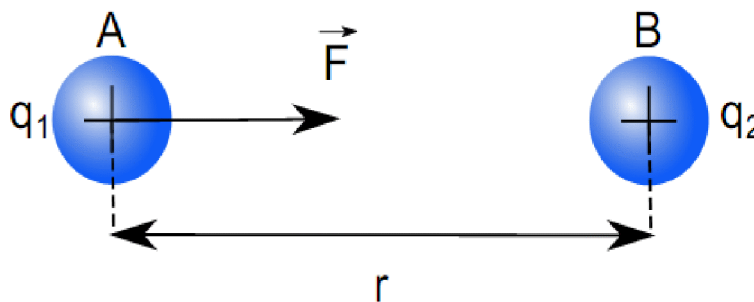


Figure III.4 : Force électrostatique entre deux particules A et B de charge respective q1 et q2 séparées par une distance r.

alors qu'elles peuvent se déplacer dans une couche plus épaisse dans les matériaux semi-conducteurs. Les charges libres piégées sur des matériaux isolants sont plus complexes à appréhender. Elles sont localisées aléatoirement dans l'ensemble du volume. La mauvaise circulation des charges empêche l'équilibre des charges avec les objets en contact.

➤ **Cas particulier de la géométrie sphère plan**

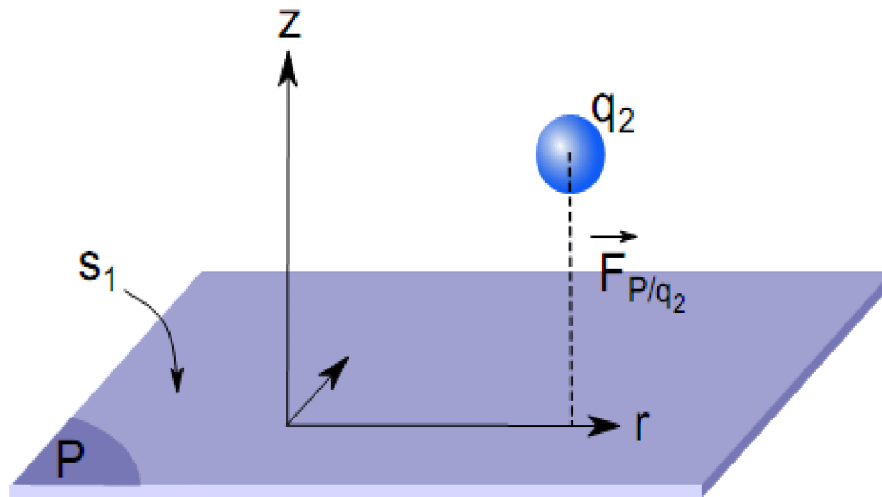
Les forces électrostatiques entre une sphère de rayon R et un plan supposé infini, de charges surfaciques respectives  $\sigma_2$  et  $\sigma_1$ , peuvent être calculées à partir de l'équation (III.19). Comme pour les forces de van der Waals, le calcul débute par la force  $\vec{F}_{p/q_2}^{es}$  exercée par le plan sur une charge  $q_2$ . Dans la suite du calcul, cette charge est associée à un élément différentiel de surface  $dS_2$  ( $q_2 = \sigma_2 dS_1$ ) et la force correspondante est intégrée sur l'ensemble de la sphère afin d'obtenir la force électrostatique  $\vec{F}_{p/q_2}^{es}$ . En se basant sur les notations de la figure (III.5), la force exercée par le plan sur la charge  $q_2$  est égale :

$$\vec{F}_{p/q_2}^{es} = \frac{1}{4 \pi \epsilon_R \epsilon_0} \int_{S_1} \frac{q_2 \sigma_1}{r^2 + z^2} \frac{\vec{M}_1 \vec{M}_2}{\sqrt{r^2 + z^2}} dS_1 \dots \dots \dots (III.20)$$

Cette expression ne dépend pas de la position de la charge  $q_2$ . La force électrostatique exercée par le plan sur la sphère est égale à :

$$F_{sp}^{es} = \frac{2\pi R^2 \sigma_1 \sigma_2}{\epsilon_R \epsilon_0} \dots \dots \dots (III.21)$$

Elle est donc directement proportionnelle à la charge totale de la bille et ne dépend pas de sa distance au plan. La modélisation d'une force  $F_{sp}^{es}$  indépendante de la distance au plan provient de l'hypothèse d'un plan infini rarement validée expérimentalement. Ainsi, lors de nos expériences, une dépendance de cette force à la distance d'interaction. Ce modèle ne reflète donc pas le comportement exact des micro-objets mais donne, en première approximation, une évaluation des forces électrostatiques.



**Figure III.5:** Forces électrostatiques entre une particule de charge  $q_2$  et un plan de charge surfacique  $\sigma_1$ .

### III.2. Cohésion

Cohésion (physique), ensemble des forces d'interaction qui lient entre eux les atomes ou molécules d'un corps. La cohésion diffère de l'adhérence, qui est une interaction entre les surfaces de corps différents.

#### ➤ Origine des forces de cohésion

Les forces à l'origine de la cohésion des corps sont de quatre types. Dans le cas des matériaux atomiques, les atomes peuvent établir des liaisons covalentes, ioniques ou métalliques. Les matériaux moléculaires, quant à eux, assurent leur cohésion par des forces électrostatiques faibles, appelées forces de Van Der Waals. Les liaisons établies entre les atomes ou les molécules d'un corps sont caractérisées par une énergie de liaison égale à l'énergie qu'il faut fournir pour détruire cette liaison. Plus cette énergie est élevée, plus la liaison est forte et la cohésion importante.

#### ➤ Forces de cohésion et états de la matière

Les forces de cohésion expliquent l'existence des différents états de la matière. Lorsque ces forces d'interaction sont nulles, les particules sont indépendantes les unes des autres et sont libres de se déplacer dans n'importe quelle direction. Cet état théorique caractérise un gaz parfait. Dans un gaz réel, la cohésion est faible, en revanche, elle est forte et règne dans toutes les parties d'un liquide ou d'un solide.

Les forces d'attraction entre atomes ou molécules qui assurent la cohésion sont d'autant plus fortes que les distances entre particules sont faibles. La cohésion dans les liquides se manifeste par une tension de surface. Celle-ci est due aux forces d'attraction exercées par les molécules situées dans le liquide sur les molécules de surface. Cela a pour effet de réduire la surface libre du liquide. De même, lors d'une solidification, les molécules se rapprochent encore, jusqu'à occuper des positions fixes. L'interaction entre les atomes, molécules ou ions est telle qu'ils ne peuvent uniquement vibrer autour de leurs positions d'équilibre. À l'inverse, en augmentant la température d'un solide, on augmente l'agitation des atomes qui vont pouvoir briser les liaisons établies avec leurs voisins : le solide fond. La température à laquelle cette rupture des liaisons a lieu, appelée point de fusion, est caractéristique de chaque matériau, de même que toutes les autres températures de changement d'état. Ainsi, suivant l'énergie de liaison du composé, qui dépend de sa nature chimique, il faut fournir une énergie différente pour détruire la cohésion de l'ensemble ; ceci explique qu'à une température donnée, des corps différents se présentent souvent dans des états différents

### ➤ **Développement de la cohésion (prise de la colle)**

Après assemblage des deux matériaux ou substrats, la colle doit durcir ou sécher, afin de donner une liaison solide, mécaniquement résistante entre les deux matériaux : c'est le phénomène de prise de la colle. Le mode de prise des colles et adhésifs dépend de leur nature physique et chimique. Plusieurs méthodes peuvent être utilisées pour obtenir la prise

### **III.3. Adhérence**

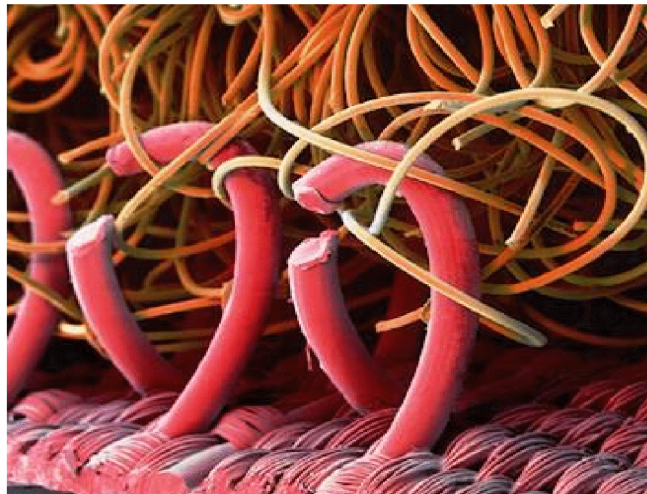
L'adhérence désigne l'ensemble des forces qui s'exercent entre deux substances en contact étroite et les empêchent de glisser l'une contre l'autre. Ces substances sont généralement deux solides mais l'une d'entre elles peut également être un liquide ou un gaz.

La valeur de l'adhérence se mesure par l'énergie nécessaire pour rompre les liaisons intermédiaire ou intermoléculaires qui s'opposent au glissement.

L'adhérence ne doit pas être confondue avec l'adhésion qui désigne les phénomènes de physico-chimiques aboutissant à la réalisation des collages.

L'adhérence concerne de nombreux domaines industriels en pleine expansion (en particulier les industries de pneumatiques, de peintures, de colles et adhésifs). Toutefois, les

applications des propriétés d'adhérence au niveau industriel résultent encore essentiellement de la connaissance empirique des matériaux utilisés.



**Figure III.6:** Boucles et crochets auto-agrippants observés au microscope électronique leur exceptionnelle adhérence

➤ **Origine de l'adhérence**

A courte distance, les atomes exercent entre eux une attraction, la force de van der Waals. Cette force s'oppose au mouvement relatif des surfaces en contact.

➤ **Modélisation de l'adhérence**

En absence l'adhérence ; la force de contact  $\vec{R}$  qu'exerce un objet sur l'autre est perpendiculaire à la surface de contact. Du fait de l'adhérence, cette force peut être incliné par rapport à la normale ; on peut aussi décompose le vecteur force en un vecteur normal  $\vec{N}$  et un vecteur normal  $\vec{T}$

$$\vec{R} = \vec{N} + \vec{T} \dots \dots \dots (III.22)$$

En situation d'adhérence, T peut être non nul.

Si l'intensité de la force tangentielle dépasse une certaine valeur, les surface se mettent à glisser lune contre par rapport à l'autre ; on quitte le domaine de l'adhérence pour rentrer dans celui du frottement. Cette intensité limite  $T_{max}$  dépend de nombreux facteurs. Le modèle le plus simple est la loi de coulomb.

Notons que l'on peut prédire l'intensité de la force tangentielle limite, mais la force tangentielle peut prendre une valeur arbitraire, éventuellement nulle, tant quelle ne dépasse pas cette valeur. On s'intéresse en général au cas limite

$$\|\vec{T}\| = T_{\max}$$

### III.4. Tests d'adhésion

#### Introduction

L'intérêt principal de l'adhésion est de générer une résistance à la rupture. Toute la question est donc de savoir par quel mécanisme est avec quelle efficacité un joint adhésif résiste à la rupture, quel que soit le type de sollicitation subie.

Nous verrons dans cette partie comment on peut mesurer l'adhésion des matériaux sensible à la pression

Est nous intéresserons tout particulièrement au test de " prob-tack " qui sera le test utilisé durant toute cette étude.

#### III.4.1. évaluation de l'adhésion [11]

On distingue un certain nombre de tests classiques qui permettant de propager artificiellement une rupture dans un matériau pour mesurer sa résistance.

Les préférences d'un PSA sont généralement déterminées par trois tests :

- **La résistance au cisaillement.** Ce test évalue les propriétés dites de « cohésion » du joint adhésif : contrairement aux liquides, un adhésif doit pouvoir soutenir de grandes contraintes en cisaillement sous déformation excessives.
- **Le pelage,** qui permet de tester les propriétés d'adhésion aux temps longs: on mesure la force(ou l'énergie) à fournir pour décoller l'adhésif d'une surface.

- **Le tack**, ou collant instantané, qui permet de mesurer le pouvoir adhésif aux temps courts. Comme pour la plage. l'énergie nécessaire pour séparer deux surfaces mais ce test évalue en plus l'aptitude de l'adhésif à créer rapidement des interactions avec la surface (à mouiller la surface).

Les trois tests sont complémentaires. Ils permettent d'évaluer l'adhésion, la cohésion et le collant instantané mais le test de tack, à lui seul, permet d'obtenir des données intrinsèques des adhésifs PSA, impliquant les trois propriétés précédemment citées.

### III.4.1. 1. Test de cohésion

Le test de résistance au cisaillement consiste à coller sur une substance rigide l'adhésif, préalablement enduit sur un support flexible, et à soumettre le système positionné verticalement à la traction d'une masse constant  $m$ . on mesure alors le temps  $t$  nécessaire à la rupture de l'assemblage (voir la figure III.7)

Ce test évalue la résistance au fluage de l'adhésif et nous informe sur les propriétés cohésives de l'adhésif aux temps longs. Le paramètre expérimental important est ici le poids imposé.

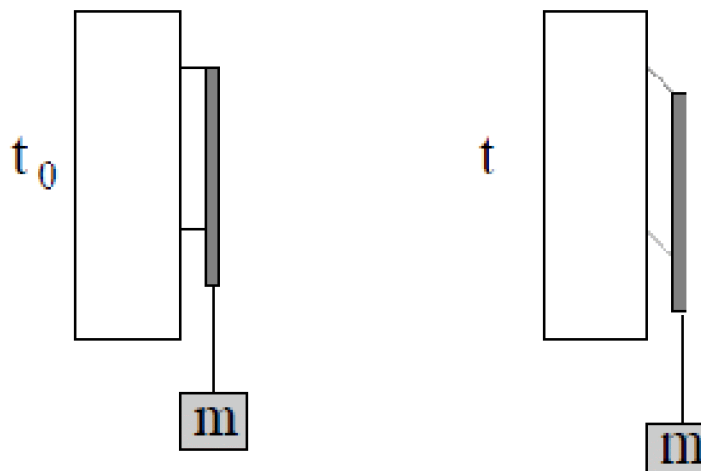


Figure III.7: Test de résistance au cisaillement

### III.4.1. 2. Test de pelage

Le test du pelage est très utilisé industriellement car simule au plus près le décollement d'une bande adhésive.

Un film fin d'adhésif probablement enduit sur un support flexible est collé sur une substance rigide. Après un temps de contact assez long (typiquement une demi-heure), le ruban adhésif est retiré à une vitesse  $V$  et sous un angle donné  $\Theta$  (souvent 90 ou 180 degrés) par rapport au plan du substrat (voir la figure III.8).

On mesure alors la force ou l'énergie qu'il faut fournir pour décoller l'adhésif.

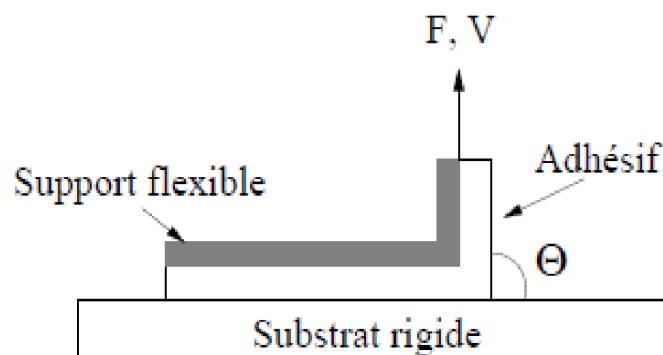


Figure III.8: Test de pelage

Les résultats obtenus dépendent de nombreux paramètres expérimentaux ( $\Theta$ ,  $V$ , nature chimique, flexibilité du support, module élastique du substrat, épaisseur de l'adhésif, température de l'expérience.....)

### III.4.1. 3. Test de tack

Le tack d'un adhésif est défini comme « sa capacité à établir instantanément des d'intensité mesurable avec une surface sous l'effet d'une faible pression de contact.

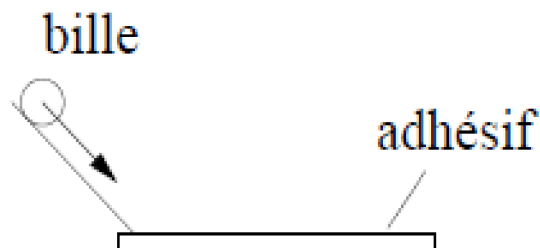
Par définition donc, les matériaux qui ont du tack sont collants au toucher. Toutes les méthodes permettant de mesurer le tack d'un matériau cherchant donc à reproduire de

manière quantifiable le test « du puce » qui est mis en contact avec la surface de l'adhésif puis retiré ultérieurement.

Les principales méthodes expérimentales utilisées pour quantifier le tack peuvent être divisées en deux catégories :

Tout d'abord il existe les méthodes qui mesurent une seule valeur caractéristique du tack du matériau et qui permettent la comparaison rapide des différents adhésifs testés. Les paramètres expérimentaux de ces expériences sont raisonnablement reproductibles mais ne peuvent généralement pas être contrôlés de manière indépendante. Ces tests sont :

- a) **Le tack à la bille**, le plus ancien dans lequel on lâche une bille en acier sur un plan incliné. La bille acquiert de l'énergie cinétique en roulant et arrive sur un plan horizontal recouvert d'adhésif. La distance parcourue par la bille sur l'adhésif est reliée à son tack : plus la distance parcourue par la bille sera courte, plus l'adhésif aura le tack.



**Figure III.9:** *Tack à bille*

- b) *Le tack à boucle* : qui permet de mesurer la force maximale à exercer pour séparer une bande adhésive souple mise en contact avec un substrat.

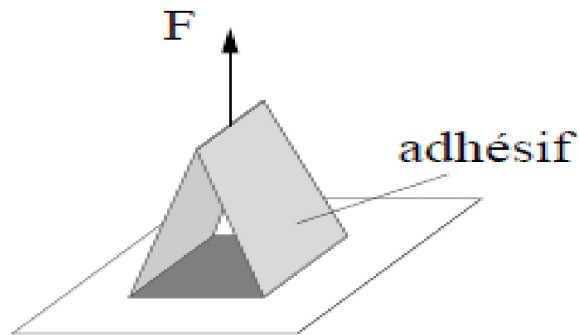


Figure III.10 : tack à la boucle.

### c) Le teste de « probe-tack »

Les méthodes dites de « probe-tack » ont été développées dans le but de tester de manière reproductible les propriétés de tack et d'accéder aux caractéristiques intrinsèques de l'adhésif.

La mise au point d'essais dont les paramètres sont mieux contrôlés que le déplacement d'une bille ou le collage aléatoire d'une bandelette s'avère nécessaire à la caractérisation des PSA.

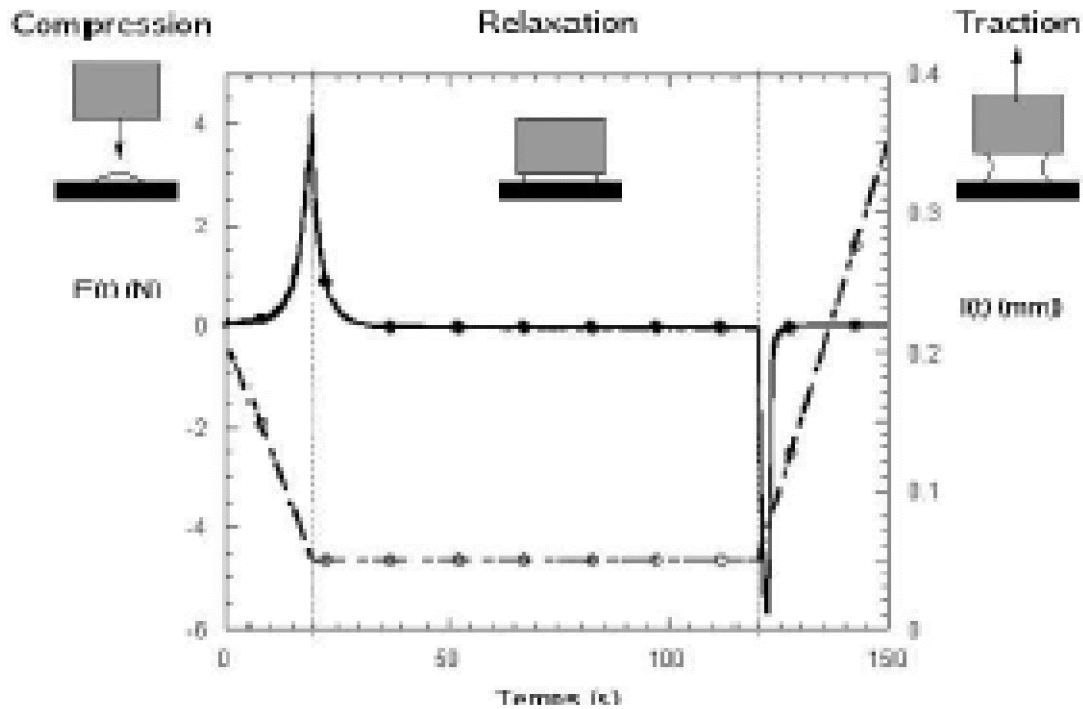
Le principe de ces tests consiste à mettre en contact la surface d'un poinçon rigide avec un film adhésif plan et à enregistrer l'évolution de la force au cours de l'étape de séparation. L'intégration de la courbe représentant la force en fonction du déplacement du poinçon conduit à l'énergie de tack. Le test permet de faire varier de nombreux paramètres expérimentaux (température, vitesse de mise en contact, temps et pression de contact, vitesse de séparation, nature chimique, rugosité et géométrie du poinçon), conduisant ainsi à la détermination de paramètres fondamentaux pour la compréhension du phénomène de tack. La géométrie du poinçon est, soit plane, soit sphérique: ceci implique des différences de distribution des contraintes appliquées sur la surface de l'adhésif, plus homogène et moins complexe pour la géométrie plane et plus propice à la réduction des défauts de contact adhésif/poinçon pour la géométrie sphérique.

Les mécanismes de mise en contact et de séparation sont distincts, selon la géométrie utilisée, mais des données identiques sont extraites des courbes de tack (évolution de la force au cours du temps) pour l'interprétation des propriétés des adhésifs.

### ❖ Description du test de « probe de tack »

Le test de prob-tack simule l'étape de formation et de rupture de lieu adhésif il se déroule généralement en trois étapes :

- ✓ **Une étape de compression** : on approche une sonde (indenteur) à une vitesse  $V_a$  d'un film mince d'adhésif (typiquement d'une épaisseur de  $100\mu\text{m}$ ) jusqu'à ce que celle-ci exerce une force de contact nominale  $F_C$ .
- ✓ **Une étapes de relaxation** : on laisse la sonde en contact avec l'adhésif pendant un temps  $t_c$ . Cette étape s'effectue classiquement soit à déplacement constant (le déplacement de la sonde est stoppé lorsque  $F=F_C$ , la force a tendance à diminuer légèrement par la relaxation de l'adhésif), soit à la force  $F_C$  constante (le déplacement est asservi de sorte à maintenir  $F_C$  constante). Ces deux premières étapes visent à établir rapidement le contact entre la sonde et l'adhésif.
- ✓ **Une étape de traction** : on éloigne la sonde à vitesse constante  $V$ . Les différents paramètres  $V_a$ ,  $F_C$ ,  $t_c$  et  $V$  peuvent être variés indépendamment les uns des autres et durant chacune des étapes on mesure l'évolution de la force ainsi que la position de la sonde en fonction du temps.



**Figure III.11.** Courbe expérimentale de tack obtenue durant un test de prob-tack à indicateur plat. On mesure la force et la position de la sonde en fonction de temps.

### ❖ Les géométries de « probe de tack »

#### ✓ *Probe Tack à poinçon plat*

Le poinçon plat utilise afin d'étudier l'influence de la température sur les propriétés de tack des PSA, ainsi que le contrôle et/ou la mesure de l'aire réelle de contact, il permet d'exercer une distribution uniforme des forces sur tout le film adhésif. La déformation de ce dernier est homogène et facilite la compréhension des mécanismes complexes mis en jeu. Cependant, le parallélisme entre la sonde et le film doit être parfait, ce qui est difficile à réaliser expérimentalement. L'aire de contact entre la sonde et le poinçon peut en être affectée. Le premier test, « Polyken Probe-tack » a été mis au point par Hammond (*Hammond, 1964*). Diverses améliorations ont ensuite été apportées à ce modèle (enceinte thermorégulée, déplacement contrôlé, ...) (*Zösel, 1985*). Devant la difficulté à régler le parallélisme du système, la mesure de l'aire réelle en contact a fait son apparition à l'aide de systèmes optiques. Deux types de montage ont été mis au point. Le premier consiste à filmer, à travers un substrat en verre, l'interface adhésif/substrat et de corréliser les images avec la courbe de force (*Lakrouf, 1999*). Cela a permis d'observer des micromécanismes de séparation. Le

second type de montage est basé sur la réflexion d'un faisceau lumineux à travers un prisme utilisé comme poinçon (*Tordjeman, 2000*). Le pégosimètre à prisme ou Mechano-Optical Tack Tester (MOTT) permet de connaître l'aire réelle de contact et de la relier à la force de tack.

#### ✓ *Probe Tack à poinçon sphérique : test "JKR"*

Le test à poinçon sphérique a été développé par Johnson, Kendall et Roberts et il est appelé test JKR du nom de ses inventeurs (*Johnson, 1971*). Cette géométrie permet d'éliminer les problèmes dus au parallélisme du montage et d'étudier quantitativement les interactions interfaciales du matériau. Le décollement a généralement lieu par propagation de fissure, auquel on associe le paramètre interfacial  $G$ , taux d'énergie restituée (*Crosby, 1999*). La rupture interfaciale a lieu pour  $G > G_c$ , où  $G_c$  est l'énergie critique au-delà de laquelle une fissure amorcée peut se propager. Les tests de JKR sont complémentaires aux tests de « probe-tack » à poinçon plat. Les premiers informent sur l'interface de l'adhésif et les seconds sur la contribution volumique de l'adhésif aux fortes déformations.

#### ✓ **Autres types de Probe Tack [12]**

Un test original de "nanopégosité" (*Portigliatti M., 2000*) fait l'usage d'une pointe d'AFM (cône dont l'aire de contact mesure 35 nm de diamètre) pour étudier les propriétés de tack à l'échelle nanométrique sur des films de latex. Le mode "contact" permet de contrôler la force normale de contact appliquée ; la fréquence de balayage détermine les vitesses d'approche et de séparation ainsi que le temps de contact. La mesure de la profondeur d'indentation (~ 20 nm) donne une indication de l'aire de contact entre la pointe et l'adhésif.

Le comportement de particules de latex ayant différents environnements (multi-couche, mono-couche ou particule isolée) et différentes morphologies ( $T_g$ , degré de réticulation et énergie de surface modulés) peut être analysé grâce à l'allure des courbes de tack.

#### ❖ *La courbe de tack*

##### ✓ *Les paramètres accessibles*

La courbe de tack représente l'évolution de la force de tack pendant l'étape de traction. Elle peut être définie par les coordonnées brutes, la force en fonction du temps, ou en utilisant des paramètres normalisés. La contrainte est définie comme la valeur de la force divisée par la surface réelle de contact, ou à défaut, par l'aire totale de la surface du poinçon ( $S$ ), et le

déplacement ( $l$ ) comme le produit du temps par la vitesse de séparation (Figure III-12). La force de tack ( $F_{tack}$ ) est définie comme le maximum de la courbe de force. Lorsque la séparation est complète, à  $t_{max}$ , la force mesurée est nulle et l'allongement, correspondant à  $l_{max}$ , est maximal. L'intégrale de l'aire sous la courbe de contrainte en fonction de l'allongement représente l'énergie de tack  $G_{tack}$ , l'énergie nécessaire à la séparation du système poinçon/film adhésif. Cette courbe permet de quantifier les propriétés de tack à travers les valeurs de  $F_{tack}$ , et de  $G_{tack}$

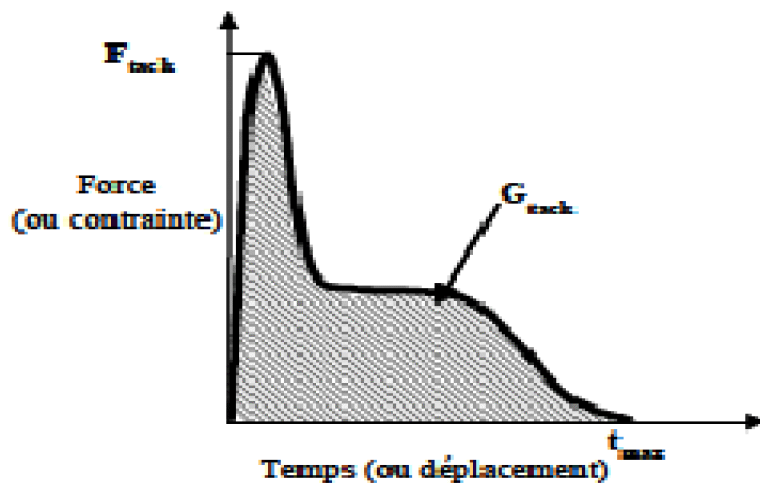
En supposant  $t=0$  au début de la phase de séparation, on a

$$G_{tack}(j/m^2) = \frac{v_{sép}}{S_{réel}} \int_0^{t_{max}} F(t) dt = \int_0^{l_{max}} \sigma(l) dl \dots\dots\dots(III.23)$$

et

$$\sigma(Pa) = \frac{F(N)}{S(m^2)} \dots\dots\dots(III.24)$$

$$l_{max}(mm) = v_{sép}(mm/s) * t_{max}(s) \dots\dots\dots(III.25)$$



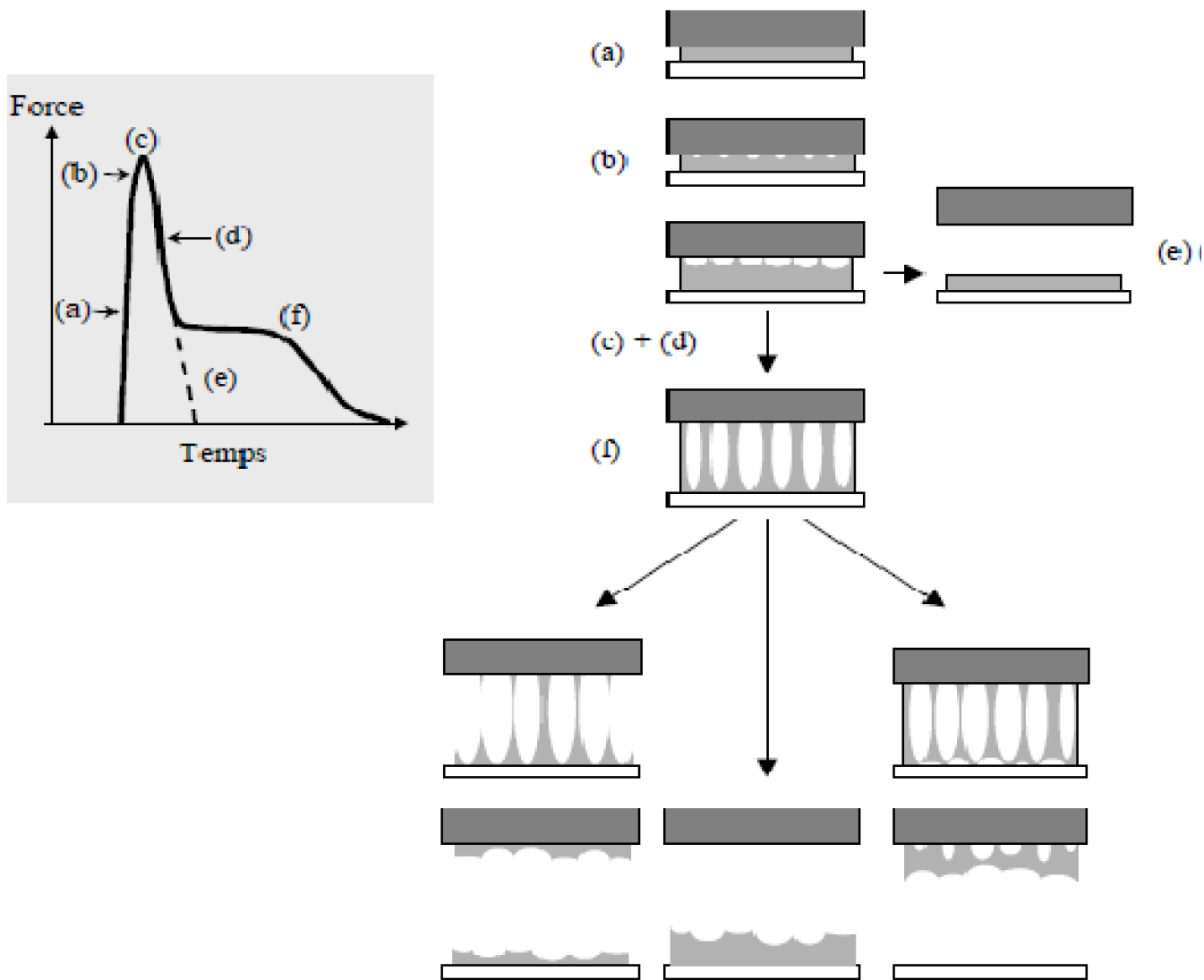
**Figure III.12.** Courbe de tack. Détermination de  $F_{tack}$  et  $G_{tack}$ .

Un autre paramètre important pour les propriétés d'adhésion instantanée est le mode de rupture mais il n'est pas possible de l'extraire de la courbe. Si la rupture a lieu dans la masse de l'adhésif, on parle de rupture cohésive, et si la rupture a lieu à l'interface poinçon/adhésif ou adhésif/substrat, on parle de rupture adhésive. La détermination du mode de rupture se fait visuellement.

✓ **Allures de courbe et mécanismes associés.**

La courbe de tack décrit d'abord un pic où la force passe par un maximum, puis, très souvent, elle décrit un plateau et, enfin, la force chute brutalement pour devenir nulle. Chaque partie de cette courbe correspond à des phénomènes précis qui ont lieu dans le film adhésif lors du décollement). Les différentes phases observées lors du décollement sont (Figure III.12):

- (a) La force (ou la contrainte) augmente linéairement avec le déplacement du travers. Cela correspond à une déformation homogène du film adhésif.
- (b) La force varie moins rapidement et de manière non linéaire. Cette zone est associée à la nucléation des cavités à l'interface adhésif/poinçon (ou très proche de celle-ci), qui sont assimilables à des amorces de fissures interfaciales. L'origine de ce phénomène de cavitation serait due au fait que des bulles microscopiques sont piégées à l'interface lors de la mise en contact du poinçon avec l'adhésif (Gay, 1999). La distribution aléatoire des cavités sur toute l'interface confirme que la mise en contact s'effectue de manière uniforme. D'autre part, la taille des cavités augmente sous l'effet de la pression hydrostatique exercée dans l'adhésif pendant la phase de décollement.
- (c) La force atteint un maximum ( $F_{\text{tack}}$ ). Cette étape correspond à la fin de la nucléation des cavités et au début de leur croissance latérale (plan orthogonal au plan de traction).
- (d) La force diminue. Les cavités continuent de croître latéralement jusqu'à atteindre une certaine taille. Cette chute de la force est associée à la propagation interfaciale des fissures, qui se propagent plus ou moins facilement selon les propriétés rhéologiques de l'adhésif. L'allure de la courbe de tack dépend alors des propriétés de l'adhésif et des conditions du test, impliquant deux modes de rupture.
- (e) Les cavités peuvent croître jusqu'à leur coalescence. La rupture est alors interfaciale et la force décroît jusqu'à devenir nulle. Le comportement de l'adhésif est de type élastique.



**Figure III.13.** Comportement des adhésifs PSA lors de la phase de séparation.

(f) La taille des cavités croît dans le sens de la traction. Les parois des bulles s'étirent et un phénomène de fibrillation apparaît. Il est associé à la présence du plateau. Sous l'effet de la dépression des cavités, l'air pénètre entre les parois qui finissent par rompre en formant des murs isolés. La force chute alors jusqu'à la rupture du lien : soit par rupture cohésive ( $f_1$ ), soit en donnant lieu à une rupture adhésive ( $f_2$ ). Il peut également y avoir un décollement de l'adhésif de son support ( $f_3$ ) par nucléation des cavités localisées au pied des fibrilles où les contraintes sont particulièrement élevées.

La taille des fibrilles peut atteindre plusieurs millimètres alors que le film adhésif ne dépasse pas quelques dizaines de micromètres. La présence du plateau peut contribuer pour beaucoup dans la valeur de l'énergie de tack. Les travaux de Lakrouit ont porté sur une famille

d'adhésifs acryliques. Une étude similaire a été menée sur des mélanges de copolymères diblocs et triblocs de type SI, SIS mettant en évidence les différents mécanismes de séparation mis en jeu en fonction des conditions de test et des mélanges (*Brown, 2002*).

#### ✓ Les différentes approches pour déterminer l'énergie de tack [13]

La compréhension du phénomène de tack nécessite la connaissance des interactions mises en jeu lors de la phase de contact et de la restitution d'énergie lors de la phase de séparation. Deux approches complémentaires existent : une approche thermodynamique et une approche rhéologique.

##### a) Approche thermodynamique

L'approche thermodynamique permet d'évaluer le travail (réversible) des forces d'adhésion lors de la mise en contact du poinçon et du film adhésif. Dans les conditions d'équilibre, le travail thermodynamique d'adhésion ( $W_{adh}$ ) entre un adhésif, se comportant comme un liquide de tension superficielle  $\gamma_a$ , et la surface du poinçon est donné par (*Young, 1805 ; Dupré 1869*) :

$$W_{adh} = \gamma_a (1 + \cos \theta) \dots \dots \dots (III.26)$$

avec  $\theta$  : angle de contact d'une gouttelette d'adhésif mise en contact avec le poinçon.

Selon la même approche, l'énergie de cohésion d'un liquide ( $W_{coh}$ ) est donnée par :

$$W_{coh} = 2\gamma_a \dots \dots \dots (III.27)$$

Lorsque  $W_{adh}$  est proche de  $W_{coh}$ , l'adhésif mouille bien le poinçon. Le travail thermodynamique d'adhésion permet de constituer un classement des adhésifs mais il ne permet en aucun cas de quantifier le tack. Les valeurs expérimentales mesurées ( $G_{tack}$ ) sont très supérieures aux valeurs  $W_{adh}$  prédites par cette approche. En effet, l'énergie de tack mesurée tient compte, non seulement des forces interfaciales, mais également du comportement en masse de l'adhésif et des pertes d'énergie visco-élastiques qu'il subit. La contribution volumique semble majoritaire. Des travaux réalisés à partir de test de pelage (*Kaelble, 1969*) ont non seulement mis en évidence que les grandeurs théoriques étaient loin

des valeurs expérimentales mais également que la nature des ruptures observées étaient différentes de celles prédites.

#### b) Approche rhéologique

Un modèle tendant à tenir compte à la fois de la contribution surfacique et de la contribution volumique a été établi (gent, 1972) :

$$G=W_{adh} \Phi(aTv) \dots\dots\dots(III.28)$$

$\Phi$ : fonction visco-élastique qui dépend de la vitesse de sollicitation et de la température (à travers le facteur de translation  $aT$ ) qui représente la dissipation irréversible d'énergie pour des déformations homogènes de l'adhésif

Une nouvelle expression de  $G$  a été donnée en tenant compte des phénomènes d'extraction de chaînes ou d'interactions physiques observées expérimentalement, lors d'une propagation de fissures à faible vitesse (*Shull, 1998*) :

$$G=G_0[1+ \Phi (aTv)] \dots\dots\dots(III.29)$$

Avec  $G_0$  qui tend vers  $W_{adh}$  quand la vitesse de propagation de fissure tend vers 0  
Les tests JKR (Crosby, 1999) donnent la relation :

$$G=G_0 [1+(\frac{v}{v^*})^n] \dots\dots\dots(III.30)$$

où  $v$  est la vitesse de propagation de la fissure et,  $n$  et  $v^*$ , sont des paramètres ajustables en fonction du polymère et du test.

Cette relation est valable dans le cas de déformations assez faibles et homogènes. Dans le cas de grandes déformations, l'équation (2) est toujours valable mais les expressions de  $G_0$  et  $\Phi$  ne dépendent plus de manière simple du matériau.

### c) Les paramètres qui influencent le tack

#### ✓ Propriétés visco-élastiques des matériaux

A partir d'observations expérimentales, Dahlquist (*Dahlquist, 1966*) a montré qu'il existe une valeur du module élastique au-delà de laquelle les propriétés de tack sont moins bonnes. Cette limite, appelée « Critère de Dahlquist », correspond à une valeur du module élastique  $E$  inférieur à  $10^6 \text{Pa}$  (ou  $G' = E'/3$ , inférieur à  $3 \cdot 10^5 \text{Pa}$ ).

Les travaux de Chang (*Chang, 1991*) ont permis d'affiner les contributions de  $G'$  et  $G''$  sur les propriétés de tack et cela à partir des valeurs de  $G'$  et  $G''$  déterminées à deux fréquences caractéristiques  $\omega_1$  liée à la sollicitation lors du décollement (généralement aux fréquences élevées) et  $\omega_2$  correspondant à la sollicitation lors de la mise en contact (généralement dans les basses fréquences). Les valeurs de  $G'$  et  $G''$  varient entre  $10^3$  et  $10^6 \text{Pa}$  avec une zone optimale entre  $10^4$  et  $10^5 \text{Pa}$ , en accord avec le critère de Dahlquist (Figure III.14).

La fenêtre visco-élastique permet de qualifier rapidement les adhésifs mais en aucun cas, elle ne peut remplacer une courbe rhéologique complète. D'autre part, les courbes rhéologiques n'ont de sens que pour les faibles déformations alors que les adhésifs sont très souvent sollicités aux grandes déformations. Ainsi les analyses rhéologiques et les tests de « probe-tack » des adhésifs PSA sont des analyses complémentaires.

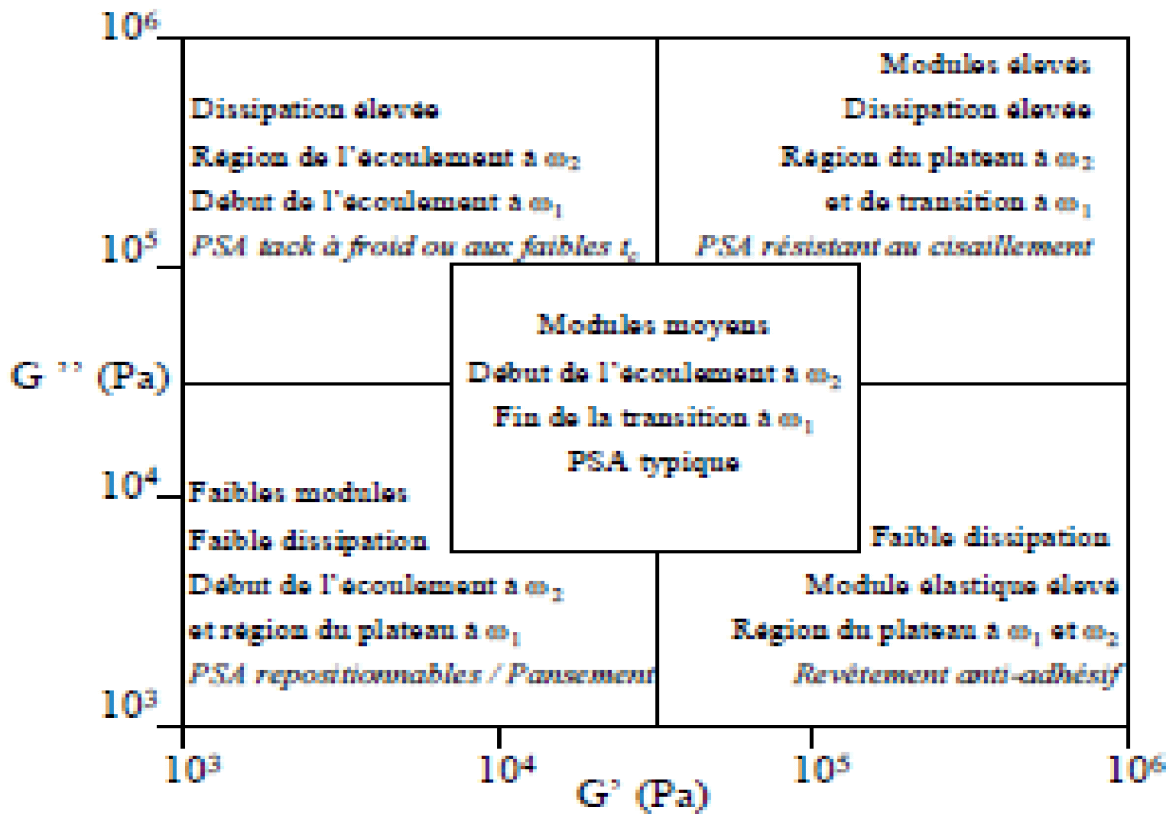


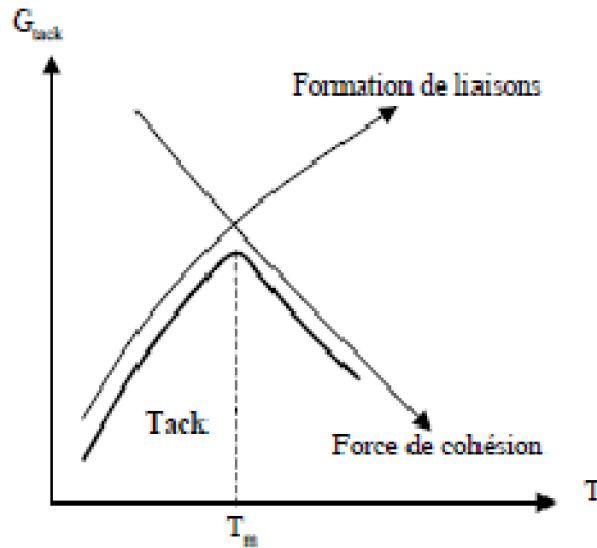
Figure III.14 : Concept de la fenêtre visco-élastique.

✓ Les paramètres expérimentaux qui gouvernent le tack

a) La température

Une température optimale de tack,  $T_m$ , a été définie pour laquelle le compromis entre la cohésion de l'adhésif et sa capacité à créer des liaisons est le meilleur (Figure III.15). Cette température se situe généralement 50 à 70°C au-dessus de  $T_g$ .

- Pour  $T < T_m$ , compte tenu de la rigidité du polymère, l'aire de contact est limitée. Lorsque la température augmente, l'aire de contact augmente mais le matériau devient plus flexible.
- Pour  $T > T_m$ , le matériau a perdu une partie de sa cohésion et, lors de la phase de séparation, la rupture devient cohésive. Pour des temps de contact longs, la température du test n'a d'influence que lors de la phase de décollement.



**Figure III.15:** Représentation schématique de l'influence de la température sur le tack  
(Adapté de Zösel, 1991).

### b) La vitesse de sollicitation

A cause du caractère visco-élastique des adhésifs PSA, la vitesse de sollicitation modifie les propriétés des PSA au même titre que la température. La vitesse de séparation est liée à une fréquence caractéristique  $\omega_1$  (telle que  $\omega_1 = v_{sep}/h_0$ ,  $h_0$  est l'épaisseur du film adhésif) à laquelle  $G'$  et  $G''$  peuvent être évalués. De même qu'il existe une température optimale de tack, il existe une vitesse  $v^*$  de transition d'un régime de séparation avec des fibrilles avec un régime sans fibrille, au-delà de laquelle les propriétés de tack diminuent brutalement (Zösel, 1998).

### c) Temps et pression de contact

Le temps et la pression de contact influencent l'aire de contact entre l'adhésif et le poinçon. L'énergie de tack est proportionnelle au rapport entre l'aire réelle de contact et l'aire de contact maximale atteinte lorsque le contact est parfait. De même, pour des temps et des pressions de contact faibles, la rugosité peut être un facteur qui limite l'aire de contact et diminue la valeur de l'énergie de tack (Zösel, 1997).

Temps de contact ( $t_c$ )

On peut distinguer trois cas (Creton, 1996) :

1)  $t_c < \tau_e$  (cas le plus courant lors des tests de tack, à temps court) :  $G'(t)$  varie alors en

$$G_n^0 \left( \frac{\tau_e}{t_c} \right)^{\frac{1}{2}} \dots \dots \dots (III.31)$$

2)  $\tau_e < t_c < \tau_d$  : dans ce domaine,  $G'$  est constant et égal à  $G_n^0$ , le module sur le plateau viscoélastique,

3)  $t_c > \tau_d$  : le temps de contact est tel que le polymère est un liquide visqueux. Le contact s'établit instantanément.

Pression de contact ( $P_c$ )

Selon les valeurs de  $P_c$ , on distingue deux cas (Creton, 1996) :

- Pour les faibles valeurs de  $P_c$  (cas où la force induite par les interactions interfaciales n'est pas négligeable devant  $P_c$ ), l'énergie de tack varie en  $(E/E^*)^{\frac{1}{2}}$  où  $E^*$  est défini comme le module de l'adhésif pour un contact parfait et une pression de contact nulle.

- Pour les valeurs élevées de  $P_c$ , l'énergie de tack varie comme l'inverse du module élastique  $G'(t_c)$  et si  $t_c < \tau_e$ , elle varie comme  $(t_c)^{\frac{1}{2}}$ .

**d) Epaisseur du film adhésif**

Une valeur critique  $h^*$  d'épaisseur de film a été déterminée expérimentalement (Satas, 1989), au-delà de laquelle l'énergie de tack devient constante. Un volume adhésif sollicité lors du test est défini à partir de  $h$ , l'épaisseur du film, et la surface de contact. Ainsi,  $h^*$ , qui caractérise un matériau dans des conditions de test définies, permet d'établir un volume d'adhésif nécessaire pour relaxer les contraintes appliquées lors du test.

Cette étude permet de prédire la rupture en fonction du confinement, qui est variable selon le test utilisé. Dans le cas du JKR,  $a/h$  est inférieur à l'unité et, dans le cas du test à poinçon plat, le film est très confiné,  $a/h \gg 1$ . Les modes de rupture prédits sont alors différents (Crosby, 2000).

### ❖ Rugosité [12]

L'aire de contact réelle dépend de la rugosité du système adhésif/substrat et l'énergie de tack augmente lorsque la taille des défauts de surface diminue. Une étude systématique, à l'aide de topographies de surface contrôlées, sur le PAEH (*Chiche A., 2000*), montre que la contrainte de tack diminue avec la rugosité, ce qui signifie que la contrainte de cavitation est plus faible : des cavités peuvent nucléer en plus grand nombre et subir une extension dans le sens de la déformation, par croissance de fibrilles, au détriment d'une propagation de fissure.

En revanche, pour des températures élevées, l'énergie de tack d'un système rugueux peut dépasser celle d'un système lisse : les conditions de contact parfait sont établies et la rugosité implique une augmentation des interactions sur une surface beaucoup plus importante si l'on tient compte de toutes les aspérités (*Hooker J.C., 1999*).

### ❖ Energie libre de surface de l'adhésif $\gamma_a$

L'énergie d'adhésion est proportionnelle au travail thermodynamique d'adhésion  $W_{adh}$ . Il semblerait qu'il existe une situation optimale (énergie de tack maximale) avec certains substrats, obtenue dès que leur énergie libre de surface apparente ( $\gamma_s$ ) est supérieure ou égale à l'énergie libre de surface de la masse adhésive (*Zösel A., 1985*).

### Conclusion

Ce chapitre nous a permis de présenter des notions sur l'adhésion, la cohésion et l'adhérence. La fin de ce chapitre II concerne les différentes testes d'adhésion et l'influence des autres paramètres expérimentaux

## Introduction

On s'intéresse ici à la caractérisation de comportement rhéologique est les propriétés adhésives qui fait l'objet de notre travail. Afin de présenter ce travail, on a divisé ce chapitre en trois parties. La 1<sup>ère</sup> partie a pour but de présenter les dispositifs expérimentaux utilisés pour cette étude, la 2<sup>ème</sup> partie résume les principaux résultats obtenus avec leur interprétation et la dernière partie si la recherche de la relation entre les propriétés adhésives et comportement rhéologique.

### IV.1. Dispositifs expérimentaux

Dans notre étude, nous avons utilisé un rhéomètre pour mesuré les propriétés de mortier colle à l'état frais, un agitateur et deux balances.

#### IV.1.1. Rhéomètre AR2000ex

L'exécution des essais a été réalisé à l'aide d'un rhéomètre AR 2000Ex de marque TA Instruments, doté d'un système de mesure piloté par un ordinateur. Disponible à l'université de M'hamed Bougara Boumerdès, Département de Génie des Matériaux

Le couple minimum détectable est de  $10^{-7}$  N.m et la résolution sur la position est de  $1\mu\text{m}$ . Le rhéomètre est équipé d'une cellule haute température (jusqu'à  $400^{\circ}\text{C}$ ) ce qui permet aussi d'étudier les polymères fondus.

Il permet d'effectuer des déformations correspondant à des cisaillements simples selon plusieurs modes: contrainte (normale ou de cisaillement) imposée, taux de cisaillement imposé, oscillations, relaxations, seuil d'écoulement, thixotropie, etc....

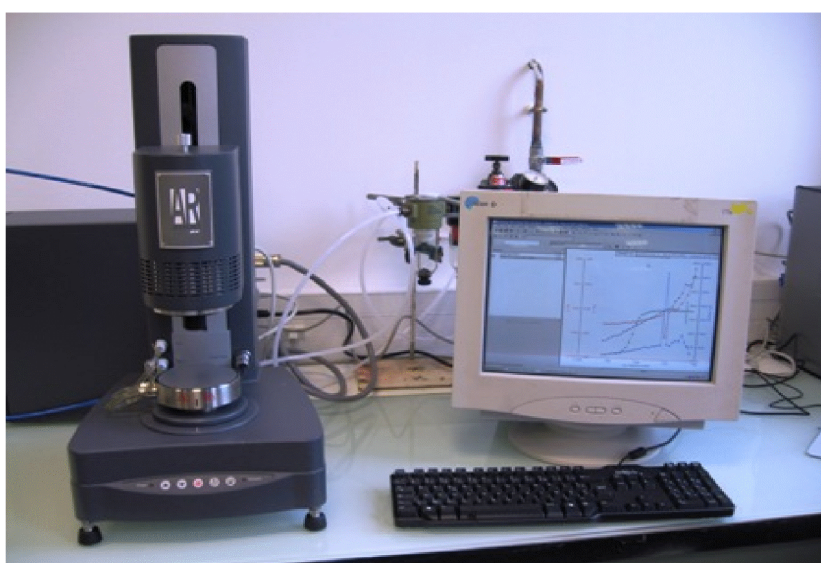


Figure IV.1. Le rhéomètre AR2000ex de TA instrument

### IV.1.2. Balances et Agitateur

#### ➤ Balances

Nous avons utilisé les deux balances (figure IV.2). La gauche est une balance à haute précision utilisée pour mesurer la quantité du matériau et les autres additifs utilisée avec des petites quantités. La capacité maximale de cette balance est 120 grammes.

Pour mesurer la quantité des autres composants c'est-à-dire sable, ciment et eau une autre balance a été utilisée avec une précision de 0.1 gramme et la capacité maximale est autour de 300 grammes.



(a)

(b)

**Figure IV.2.** Balances : (a) haute précision, (b) faible précision.

#### ➤ Mélangeur (agitateur)

Après la préparation des composants du mortier avec quantité prescrite, le mortier sec a été mélangé avec l'eau par un agitateur de l'axe vertical (figure IV.3). Le mélangeur a un rôle important pour obtenir une pâte de mortier colle homogène.



**Figure IV.3.** Mélangeur

### IV.2. Matériaux utilisés

Les mortiers colles sont essentiellement composés de ciment, sable fin, sable siliceux, ether de cellulose et eau. La composition des pâtes étudiées est rapportée dans le (Tableau IV.1).

constituant	Ciment	Sable siliceux	Ether de cellulose				Eau
			1 <sup>er</sup> Essai	2 <sup>eme</sup> Essai	3 <sup>eme</sup> Essai	4 <sup>eme</sup> Essai	
g(masse)	30	70	0,05	0,11	0,33	0,44	30

**Tableau IV. 1.** Composition de mortier étudié

La taille maximale des grains de sable est d'environ 0,5 mm. L'ensemble des mesures ont été effectuées au cours de la période d'induction (environ 2 heures), durant laquelle la cinétique d'hydratation des particules de ciment est assez lente. On peut alors considérer que son influence sur les propriétés adhésives et rhéologiques est négligeable. Pour obtenir une pâte du mortier homogène, le poids minimum du mortier sec doit être 300g pour chaque mélange.

### IV.3. Méthodes

Les expériences que nous avons menées consistent à l'étude de l'influence de l'ajout de polymère sur le comportement rhéologique et les propriétés adhésives de mortier colle

Pour cette étude nous avons effectué plusieurs tests, en faisant varier le pourcentage du polymère de 0.05% à 0.44%.

### **IV.3.1. Préparation de la pâte de mortier colle**

Pour la reproductibilité des essais, la préparation de pâte doit être la même pour tous les essais. Nous avons procédé de la façon suivante:

- (1) Mélanger les composants secs à faible vitesse (60 tr/min) pendant 30s.
- (2) Ajout de la quantité exigée (d'eau + polymère).
- (3) Mélanger le tout à vitesse lente pendant 30s.
- (4) Arrêt de l'agitateur pour 30s. Pendant ce temps, on racle la matière qui est collée sur les murs du récipient.
- (5) A la fin, mélanger à haute vitesse (125 tr/min) pendant 60s.

Avant de verser la pâte dans le rhéomètre, on laisse 5 minutes de relaxation.

### **IV.3.2. Détermination des propriétés adhésives**

#### **IV.3.2.1. Description de l'expérience: Test de « probe-tack »**

Nous avons utilisé tout au long de cette étude le test de « probe-tack » dans le but de tester de manière reproductible les propriétés du matériau colle et d'accéder aux caractéristiques intrinsèques de l'adhésif. Le test varie des nombreux paramètres expérimentaux (force et temps de contact, vitesse de séparation, nature, dosage). Il nous permet d'obtenir la courbe de la force, les paramètres adhésifs, y compris force de l'adhésion, force de la cohésion, et l'énergie de l'échec adhésive.

Le rhéomètre est équipé d'un module plan-plan avec une surface rugueuse pour minimiser le glissement (Figure IV.2). La géométrie plane donne une distribution des contraintes plus homogène et moins complexe, qui permet une application uniforme du cisaillement sur mortier colle. Le diamètre du plan supérieur est de 20 mm, l'entrefer est de 0.7 mm.

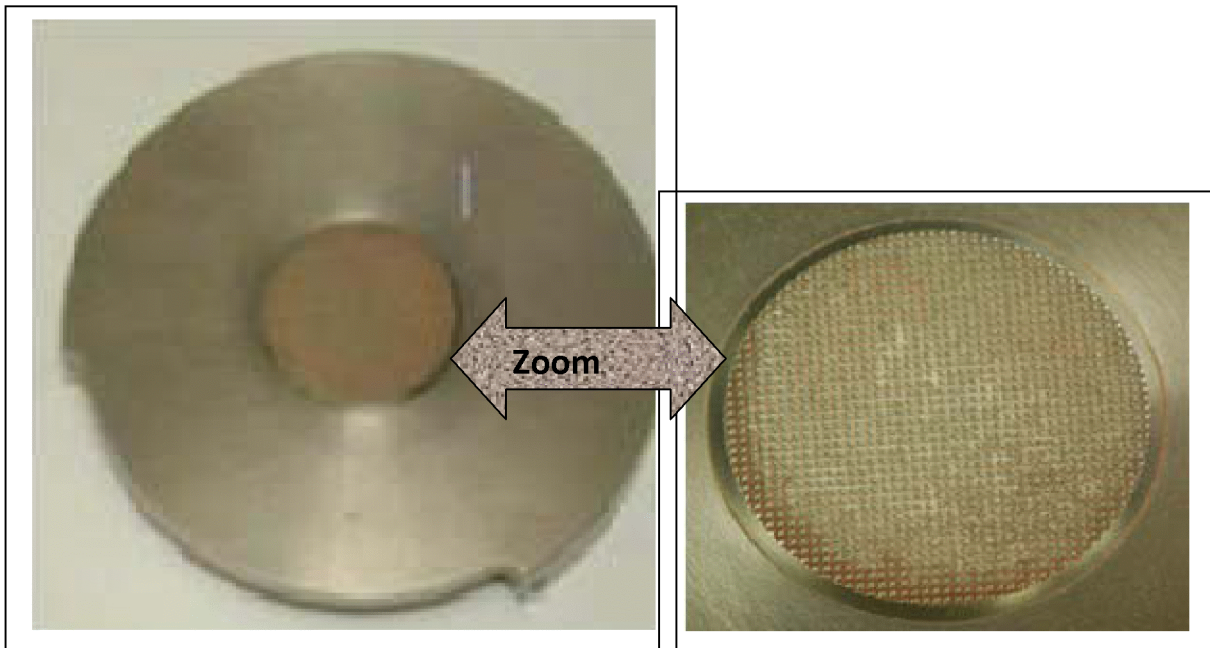


**Figure IV.4.1.** Les rhéomètres (AR2000ex de TA instrument): Schématique usagé pour test « probe-tack ».

Les géométries de dispositif expérimental est schématisé sur les (figures IV.4.1) et (figures IV.4.2).



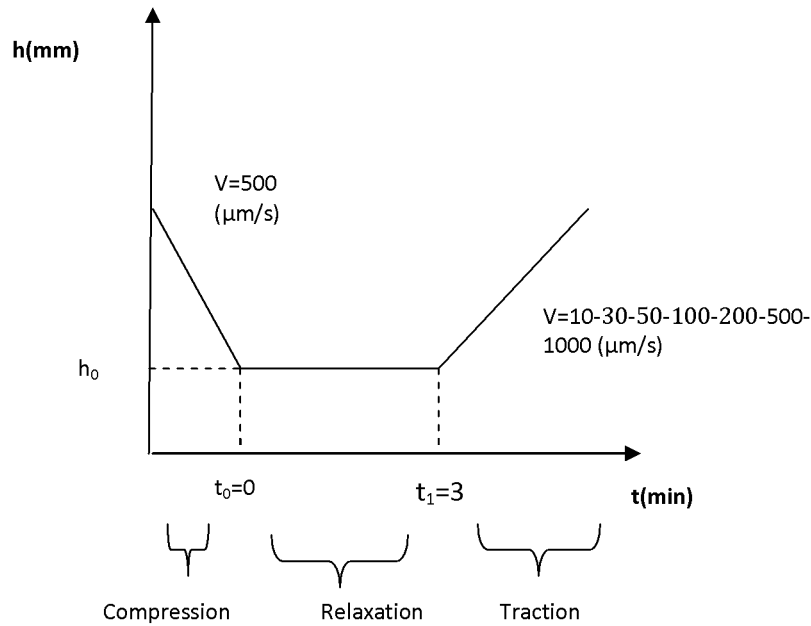
**Figure IV.4.2.** Géométrie du dispositif expérimental : plateaux supérieurs.



**Figure IV.4.2.** Géométrie du dispositif expérimental : plateaux inférieurs.

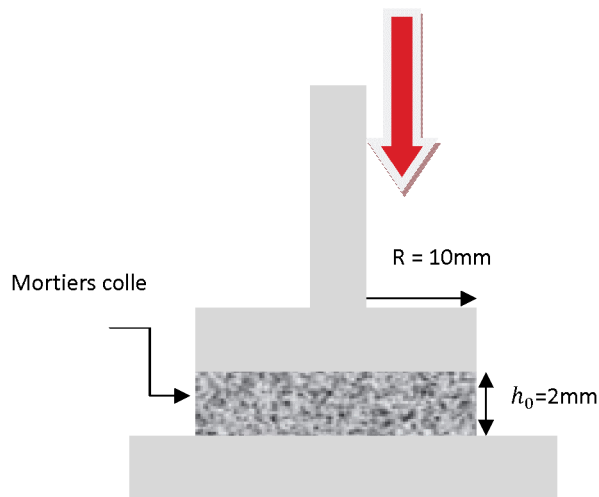
Dans la mesure du « probe-tack », Le poids initial de l'échantillon testé doit être pris le même pour toutes les expériences. Dans notre étude, il a été pris 0.27N. Le diamètre de la galette de mortier (identique au diamètre du plateau supérieure) est de 20mm.

Le principe du test de « probe-tack » consiste à mettre en contact la pâte de mortiers entre les deux géométries et de suivre l'évolution de la force au cours du test (figure IV.4.3). Il se décompose en trois parties :



**Figure IV.4.3.** Test d'arrachement : protocole de mesure.

- La première étape est une étape de compression : avant de commencer l'arrachement, l'indenteur est approché de l'échantillon avec une vitesse d'approche ( $V=500\mu\text{m/s}$ ) pour atteindre une hauteur initiale  $h_0=2\text{mm}$  (voir figure IV.4.4), jusqu'à ce que la force exercée atteigne la force de compression  $F_c$  (non nulle et de valeur imposée) soit mesurée par le capteur de force.



**Figure IV.4.4 :** Test d'arrachement: étape de compression

- Ensuite, pour éviter d'éventuels effets mémoire, le matériau est laissé relaxer durant un temps de contact ( $t_c=3\text{min}$ ) pendant lequel l'indenteur est gardé à position fixe avec une

force  $F_c$ . Le diamètre de la galette de mortier (identique au diamètre du plateau supérieure) est de 20 mm. C'est l'étape de relaxation.

- La dernière étape est l'étape de traction, où l'indenteur est retiré avec une vitesse de séparation (vitesse d'arrachement) qui varie entre (10 et 1000) $\mu\text{m/s}$  (deux ordres de grandeur), voir (Figure IV.4.5), l'évolution temporelle de la force normale est enregistrée.



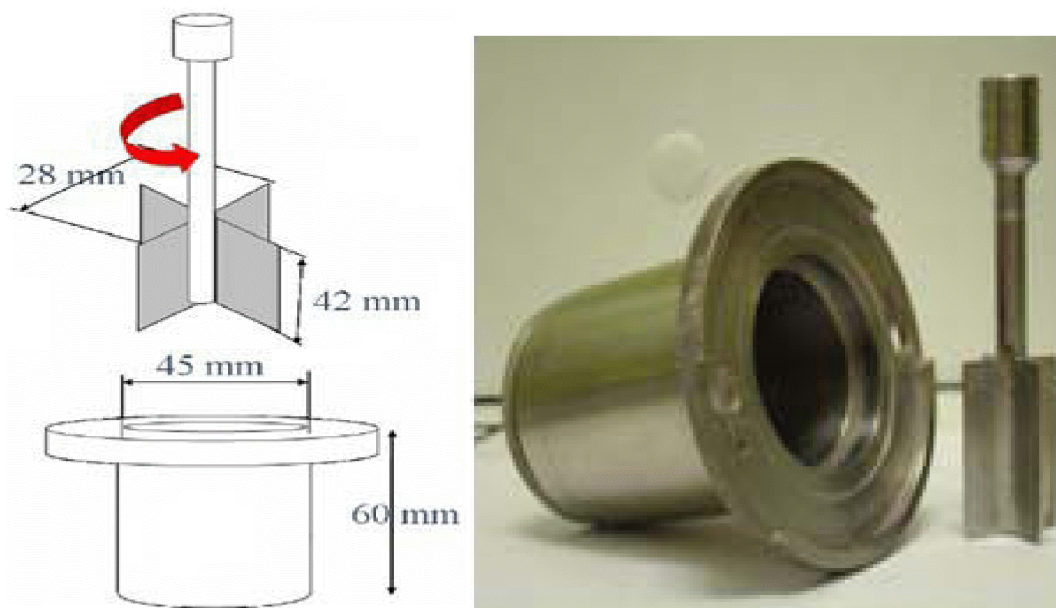
**Figure IV.4.5 :** Test d'arrachement: étape de traction

### **IV.3.3. Détermination des propriétés rhéologiques**

Les propriétés rhéologiques des mortiers sont déterminées en utilisant le même rhéomètre (AR2000ex), équipé d'une géométrie à palettes de 4 lames (Vane) avec une cuve de mesure (Figure IV.5.1.). Cette géométrie est reconnue comme étant bien adaptée pour les suspensions granulaires ou pour les mortiers (Figure IV.5.2).



**Figure IV.5.1.** Le rhéomètre utilisé pour les expériences (AR2000ex de TA instrument) : Schématique usagé pour “Rhéologie”



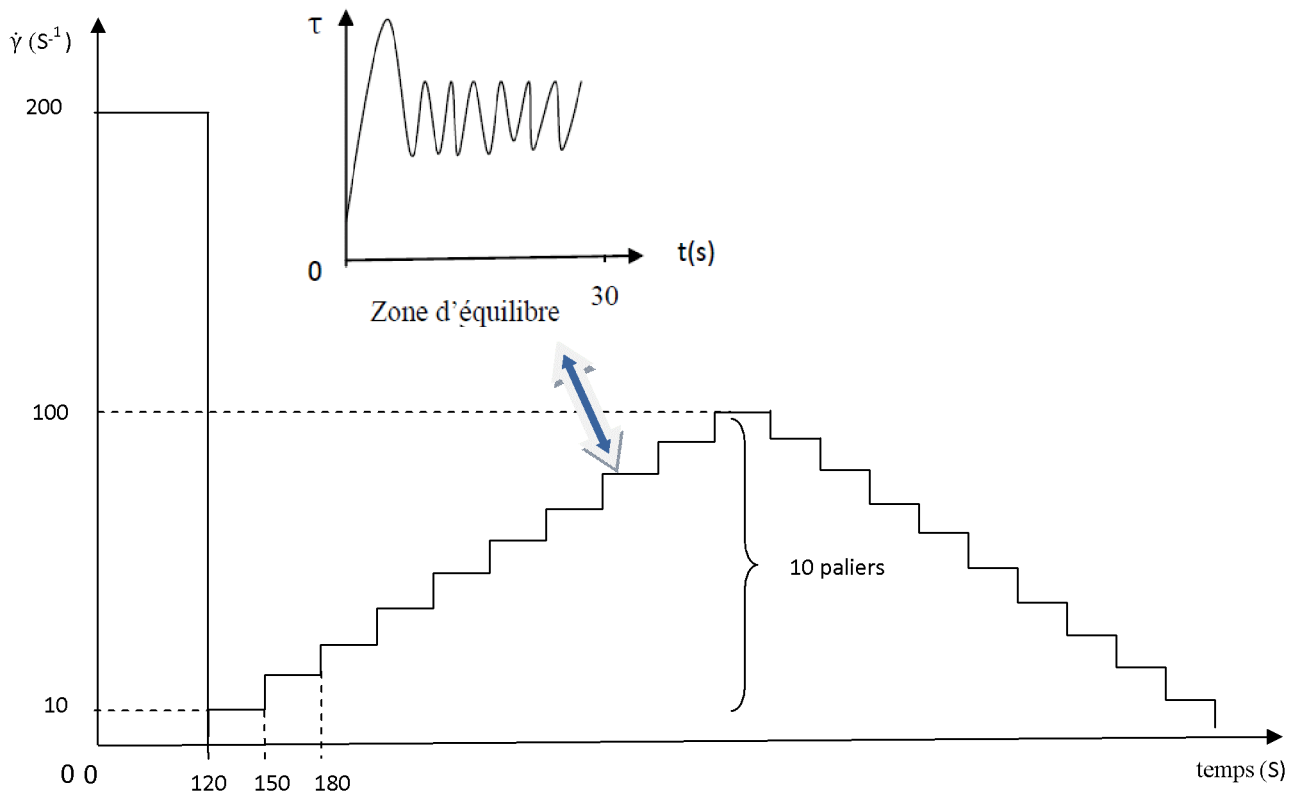
**Figure IV.5.2.** Géométrie à palettes de 4 lames

#### IV.3.3.1. Description de l'expérience

Dans l'expérience de la rhéologie, nous avons utilisé la même procédure qui a été fait pour la préparation de la pâte dans les expériences de l'adhésion.

Après le remplissage de la cuve de mesure de rhéomètre (Figure IV.5.2).

- On commence les essais avec un taux de déformation de  $200 \text{ S}^{-1}$  pendant 2min. cette étape a pour objectif d'effacer l'historique de la pâte.
- Ensuite, on fait varier le taux de déformation de 0 à  $100 \text{ (s}^{-1}\text{)}$  en 10 paliers, chaque palier a une durée de 30 s, la durée totale de l'essai et de 300 s.
- On refait la même expérience, cette fois ci, on diminue le taux de cisaillement de  $100 \text{ s}^{-1}$  jusqu'à  $0 \text{ s}^{-1}$ .
- On refait cette expérience, jusqu'à ce que la courbe en augmentant le taux de cisaillement et celle en diminuant le taux de cisaillement soient confondues (voir figure IV.15.1).



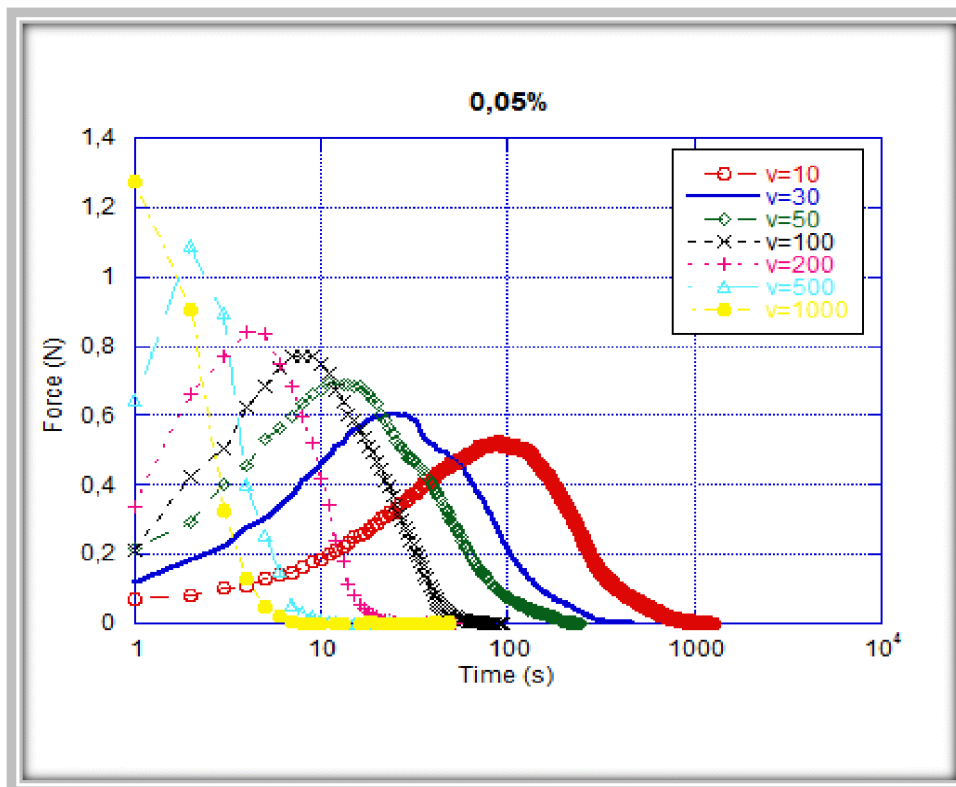
**Figure IV.5.3.** Protocole d'essai de la rhéologie.

#### IV.4. Résultats, interprétation et discussion

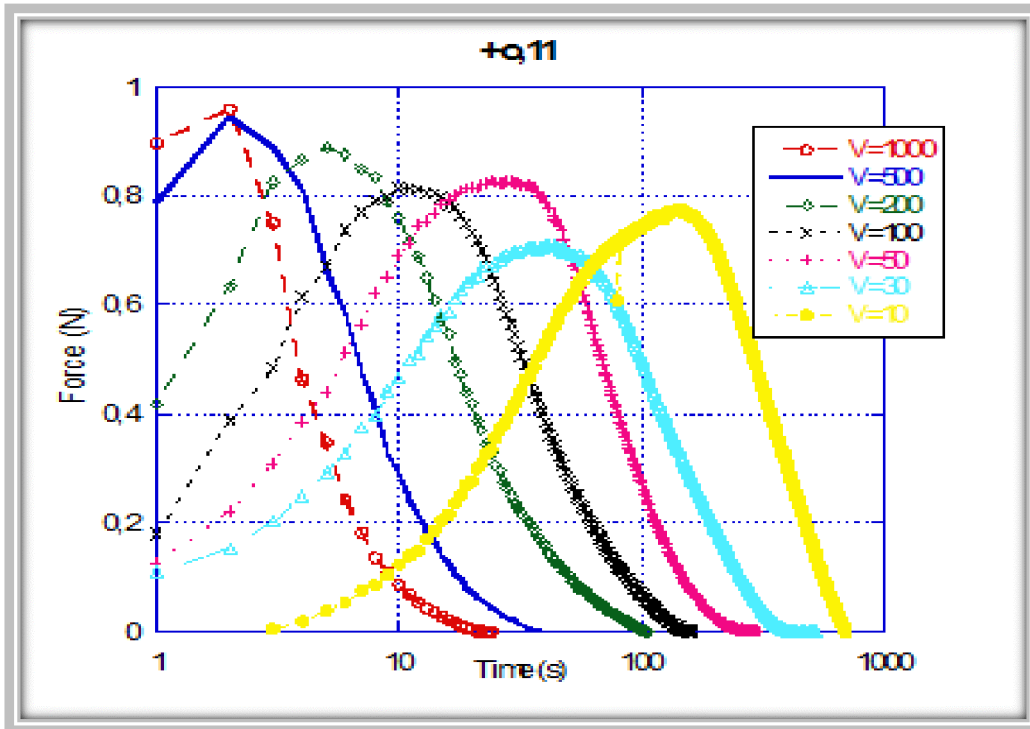
Les différents résultats des essais obtenus à l'aide de notre dispositif décrit précédemment s'illustrent sous forme des courbes ci-après.

##### IV.4.1. Effet des polymères sur les propriétés adhésives

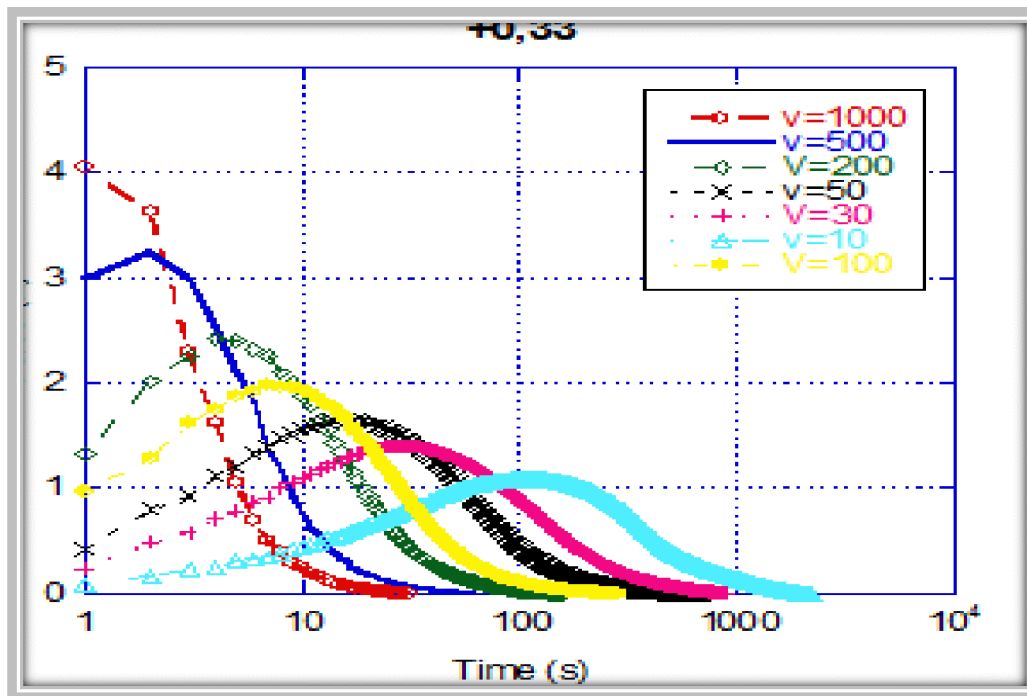
Nous présenterons ci-dessous les évolutions des forces d'arrachement en fonction de temps déterminée pour les différents dosages en polymère 0,05%, 0,11%, 0,33% et 0,44% avec divers vitesses d'arrachement (10, 30, 50, 100, 200, 500 et 1000)  $\mu\text{m/s}$



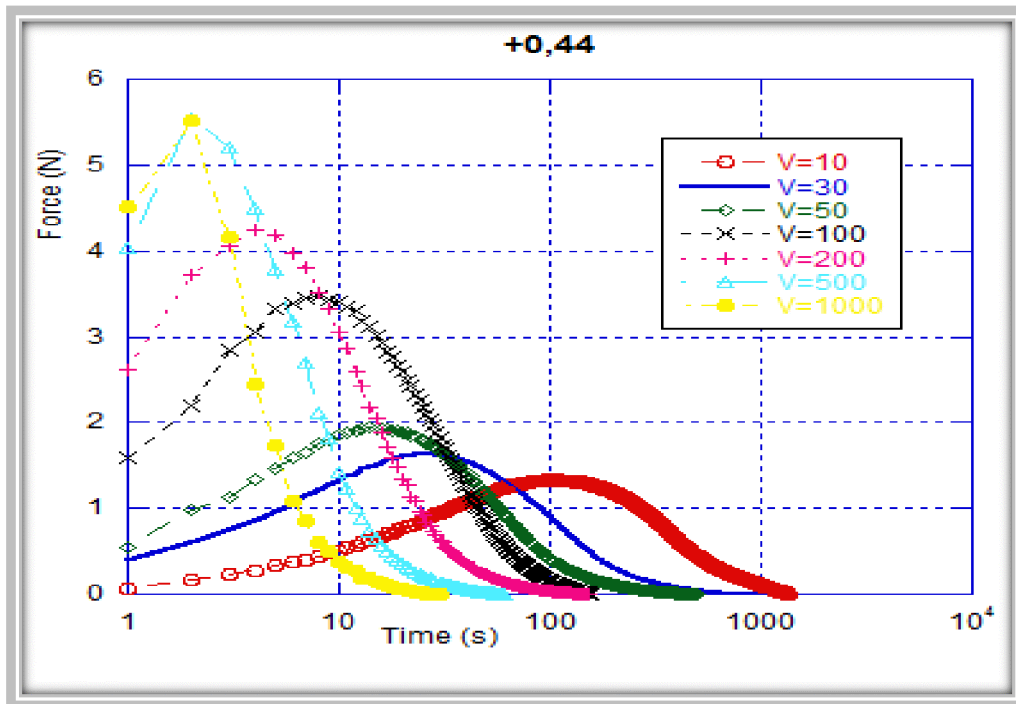
Figures IV.6.1. Évolution de la force en fonction du temps pour des différentes vitesses d'arrachement avec 0.05% de dosages en polymère



**Figures IV.6.2.** Évolution de la force en fonction du temps pour des différentes vitesses d'arrachement avec 0.11% de dosages en polymère



**Figures IV.6.3.** Évolution de la force en fonction du temps pour des différentes vitesses d'arrachement avec 0.33% de dosages en polymère



Figures IV.6.4. Évolution de la force en fonction du temps pour des différentes vitesses d'arrachement avec 0.44% de dosages en polymère

➤ **L'évolution de force d'arrachement pour une vitesse d'arrachement de 100  $\mu\text{m/s}$**   
 Dans les figures précédentes nous avons varié les vitesses d'arrachement pour les différents dosages en polymères, pour déduire les effets de dosage de ce dernier sur le mortier colle nous avons tracé la figure IV.7

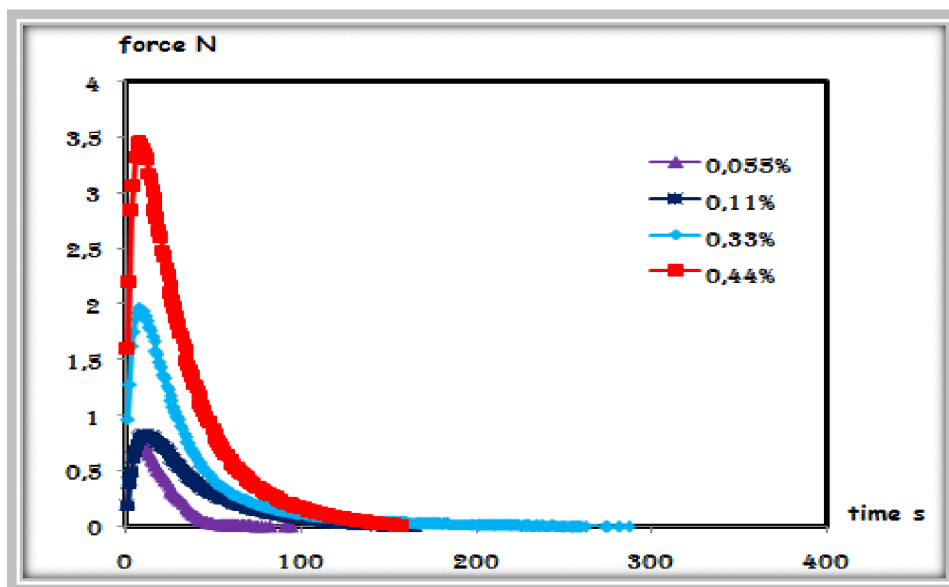
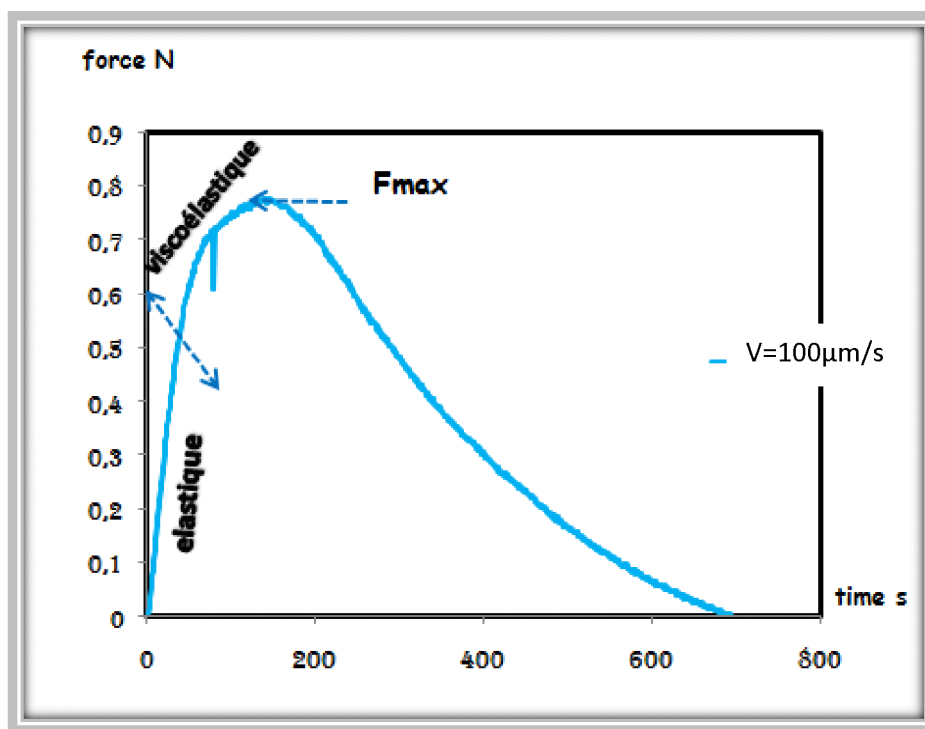


Figure IV.7. L'évolution de la force en fonction du temps pour une vitesse d'arrachement 100  $\mu\text{m/s}$  pour différent dosage ( 0, 05%, 0,11%, 0,33%et 0,44%) en polymère.

A partir de cette figure de l'évolution de la force en fonction du temps pour différent dosage de polymère 0, 05%, 0,11%, 0,33%et 0,44% pour une vitesse d'arrachement 100  $\mu\text{m/s}$ , on constate que lorsque on augmente le dosage, la force d'arrachement augment. Ceci est due a l'augmentation de % en polymère.

Chaque courbe se compose de 3 zones différentes. Dans la première zone l'effort augmente avec la vitesse d'arrachement au cours de temps jusqu'à des valeurs maximal pour tous les dosages de polymère, ce qui indique que le mortier affiche un comportement essentiellement élastique, puis viscoélastique (partie croissante de la courbe).



**Figures IV.8.** Évolution de la force d'arrachement en fonction de temps pour un seul dosage (0,11%) en polymère.

Dans la deuxième zone, l'effort décroît au cours de temps pour les différentes vitesses d'arrachement, ce qui nous permet de dire qu'on a une rupture irréversible et un écoulement du matériau vers le centre des plateaux (Observé lors des essais d'arrachement). L'analyse de cette décroissance de la force dans cette zone permet de caractériser la dynamique de rupture du mortier.

La troisième zone commence dès que le processus de rupture est terminé. La valeur du pic de force  $F_{max}$  est liée à la fois à la dissipation visqueuse (propriété dynamique) et la force de cohésion (propriété statique) qui due essentiellement aux force moléculaire et capillaire.

A partir des courbes d'arrachement on a déterminé trois types de force ;

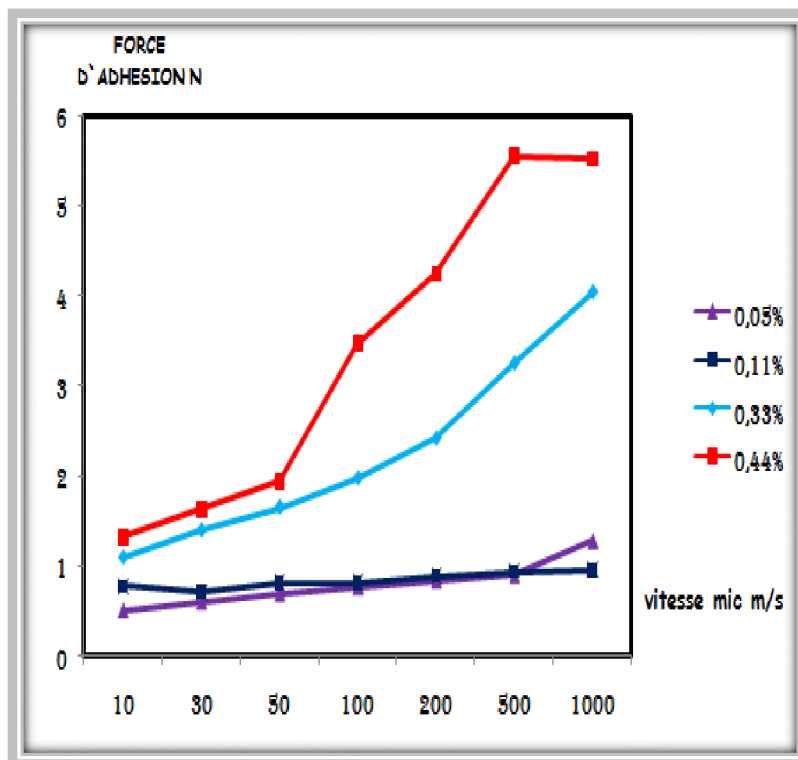
Force d'adhésion ;

Force de cohésion ;

Force d'adhérence.

#### IV.4.1.1.L'adhésion

Force d'adhésion représente la valeur max de la force d'arrachement.. On peut la déterminer à partir des figures précédentes, l'évolutions des forces d'arrachement en fonction de temps pour les différents dosages en polymère 0,05%, 0,11%, 0,33% et 0,44% avec divers vitesses d'arrachement, ce qui nous a permis d'obtenir la figure suivante :



**Figure IV.9.** L'évolution de force d'adhésion en fonction de la vitesse d'arrachement pour différent dosage ( 0,055%,0,11%,0,33%et 0,44%) en polymère

L'évolution du maximum de la force d'arrachement (force d'adhésion) en fonction de la vitesse est déterminée pour les différents dosages de polymère sont représentées sur la

figure IV.9. on remarque que pour les dosages très élevés (0,33%, 0,44%) , la force d'adhésion augmente avec la vitesse d'arrachement, ces augmentations peuvent être attribuées à l'augmentation de la contribution de la composante visqueuse à la force d'adhésion lorsqu'on fait augmenter la vitesse d'arrachement.

Par ailleurs, les courbes sont presque parallèles, ce qui indique que la force d'adhésion ne dépend pas de la vitesse d'arrachement lorsqu'on fait varier le dosage de polymère.

#### IV.4.1.2. Cohésion

Les forces de cohésion correspondent à la valeur maximale du pic de force quand la vitesse tend vers zéro. Les évolutions de ces forces en fonction de la vitesse d'arrachement pour les différents dosages en polymère sont représentées sur les figures suivantes :

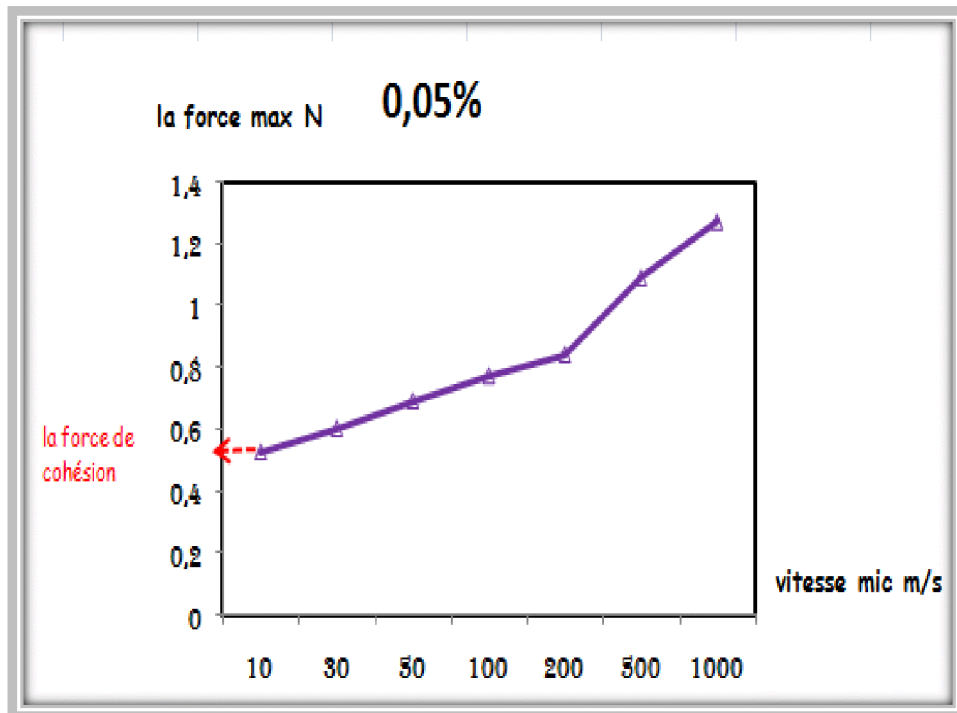


Figure IV.10.1. La force max en fonction de la vitesse d'arrachement pour le dosage 0,05% en polymère

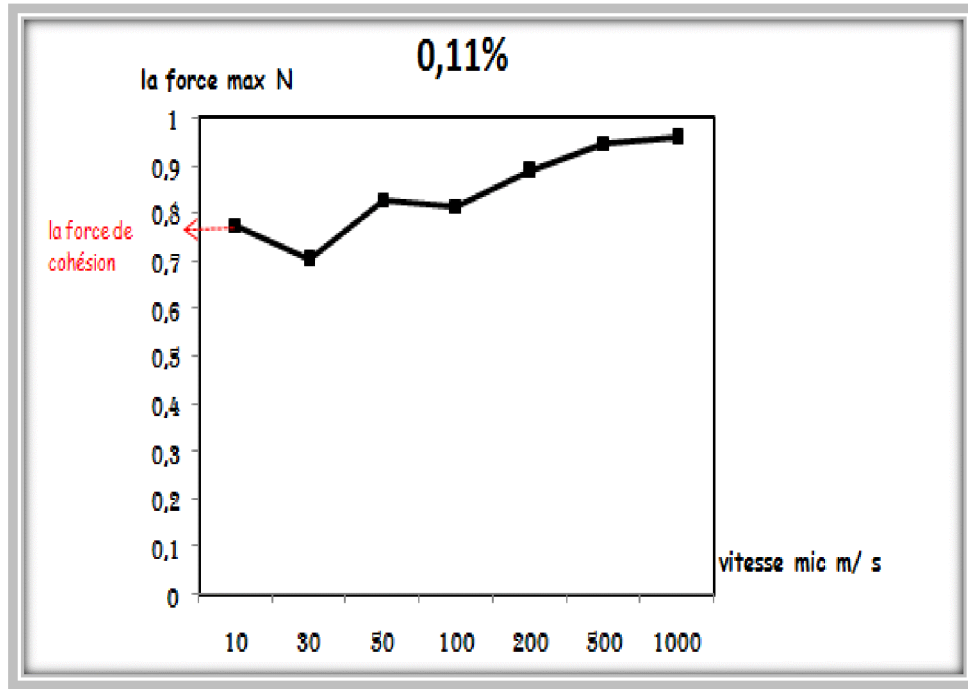


Figure IV.10.2. La force max en fonction de la vitesse d'arrachement pour le dosage 0,11% en polymère

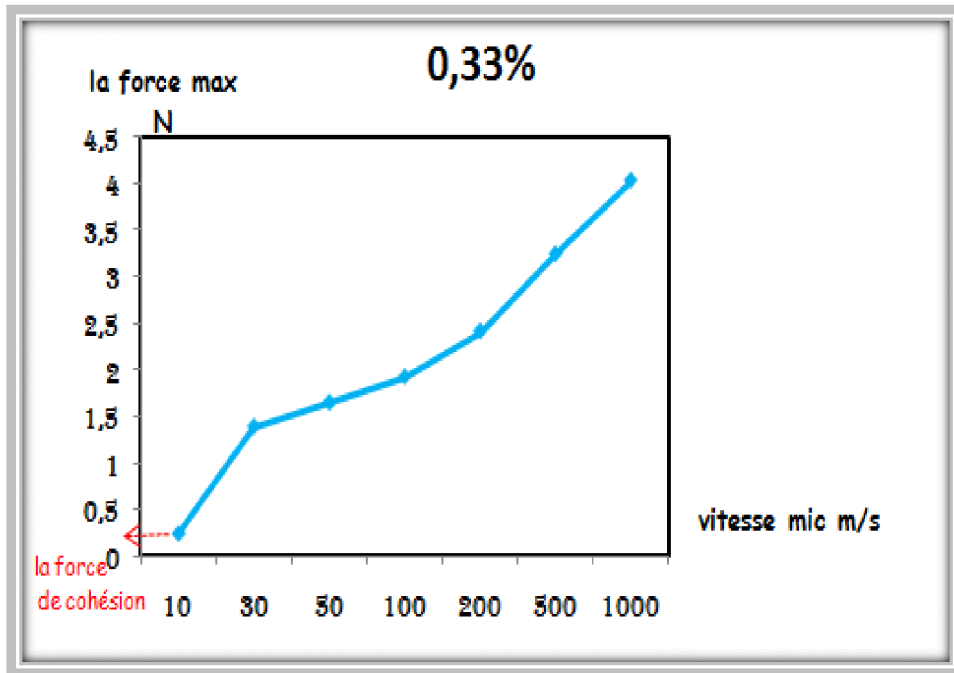


Figure IV.10.3. La force max en fonction de la vitesse d'arrachement pour le dosage 0,33% en polymère

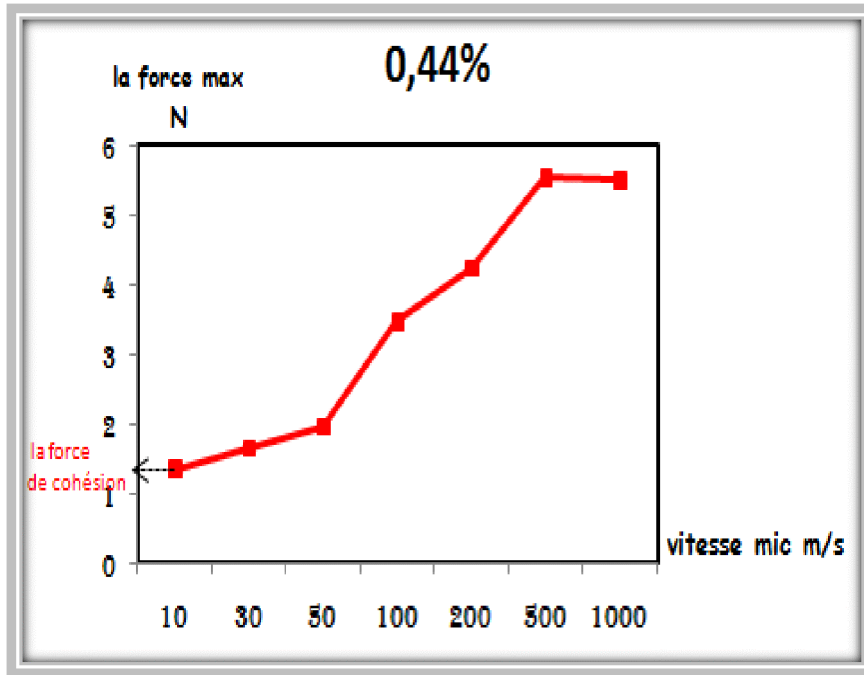


Figure IV.10.4. La force max en fonction de la vitesse d'arrachement pour le dosage 0,44% en polymère

A partir des courbes précédentes (Figure IV.10. (1,2, 3, 4)), nous avons obtenu la courbe de la force de cohésion

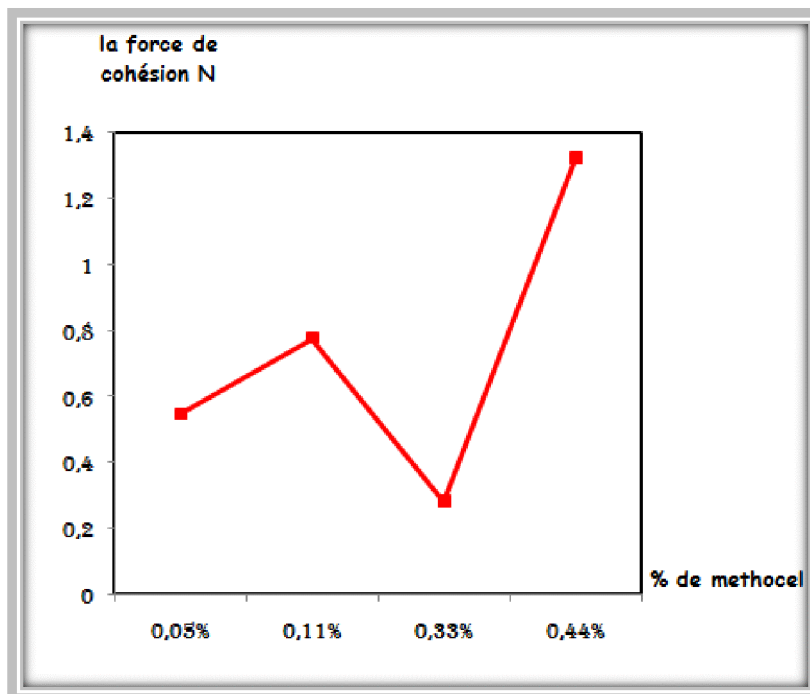


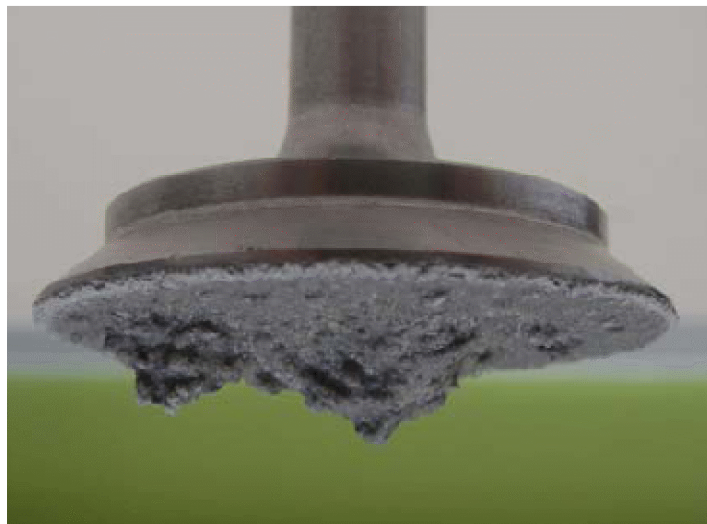
Figure IV.11. Évolution de la force de cohésion en fonction des différents dosages en polymère

On observe que la force de cohésion augmente avec l'augmentation de % en polymère pour les dosages faible 0,05%, 0,11% et 0.44%, on peut dire que la résistance de mortier augmente lors de l'ajout de polymère, ensuite on observe une diminution de la force de cohésion jusqu'à une valeur critique (on sait pas pourquoi malgré on répète plusieurs fois l'expérience).

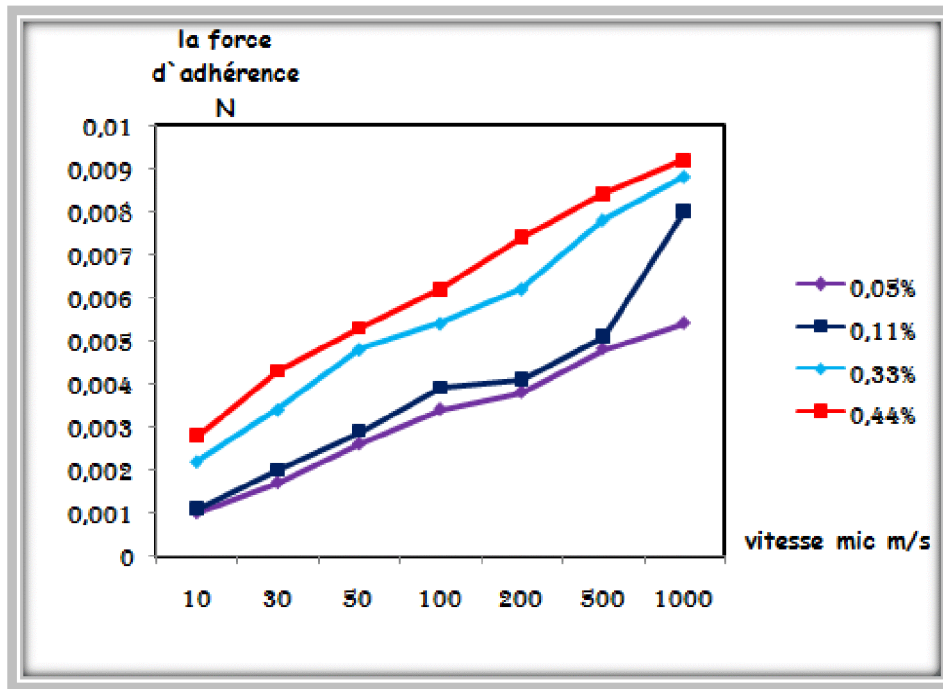
Ce résultat n'est pas un artefact expérimental. Afin d'expliquer ce phénomène une étude plus approfondie est nécessaire

### IV.4.1.3. Adhérence

La quantité du matériau restée collée sur le plateau mobile (plateau supérieur) permet d'avoir la valeur de la force d'adhérence du mortier (figure IV.12.).



**Figure IV.12.** Géométrie plan-plan: plateau supérieur



**Figure IV.13:** L'évolution de la force d'adhérence en fonction de la vitesse d'arrachement pour différents dosage (0,05%, 0,11%, 0,33% et 0,44%) en polymère.

La force d'adhérence est supposée être égale au poids du mortier qui rester collé au plateau supérieure.

On observe une légère augmentation de la force de l'adhérence lors de l'ajout de polymère en faibles % la force d'adhérence augmente légèrement et pour 0,33% et 0,44% la force augmente fortement

A partir de cette courbe, on remarque que la force d'adhérence augmente en fonction de la vitesse d'arrachement et de l'ajout de % en polymère. On peut déduire, que la force d'adhérence est proportionnelle à la vitesse et à la concentration de polymère

#### IV.4.1.4.Énergie adhésive

L'énergie adhésive est déterminée à partir de l'équation suivante :

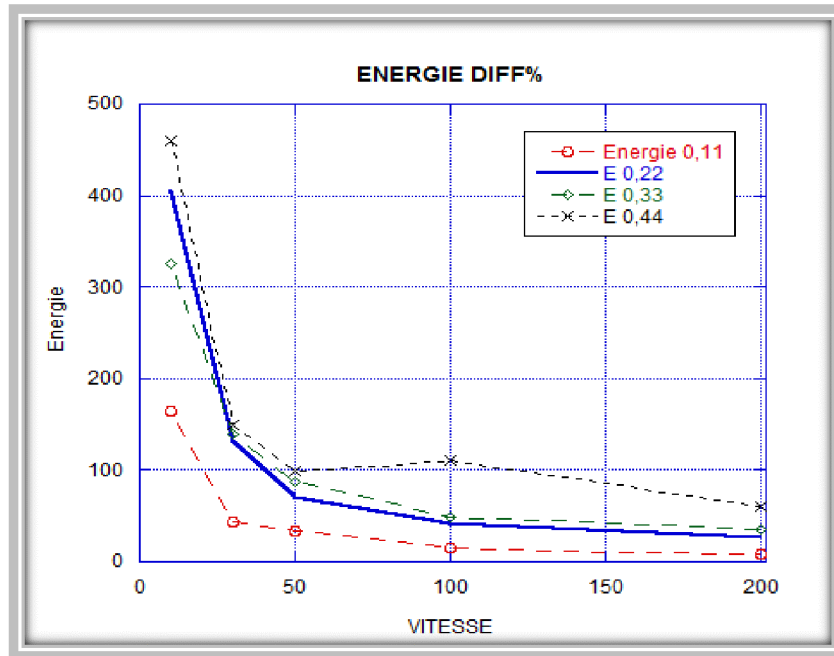
$$W = \int_{h_b}^{h_a} F dh \dots\dots\dots(IV.1)$$

où  $h_a$  et  $h_b$  sont respectivement la distance de l'intervalle de debut et la fin de processus de la séparation. Il peut être réécrit comme suite:

$$W = \int_{t_2}^{t_1} F v dt \dots\dots\dots(IV.2)$$

où  $v$  est la vitesse d'arrehement et  $F$  est la force normale enregistrée pendant la séparation qui commence à  $t_1$ ,  $t_2$  le temps qui correspond a la fin processus de séparation.

La Figure (IV.14) suivante, est obtenue à partir d'équation (IV.1)



**Figure IV.14:** Énergie adhésive en fonction de la vitesse d'arrachement pour différent dosage en polymère

Les résultats sont représentées sur la figure IV.14, on remarque que pour chaque dosage en polymère l'énergie adhésive diminue avec l'augmentation de la vitesse d'arrachement.

#### IV.4.2.Effet du polymère sur les propriétés rhéologiques

Les courbes d'écoulement des mortiers, déterminées à contraintes imposées, pour différents dosages en polymère sont représentées sur les figure IV.13.(1,2,3 et 4).

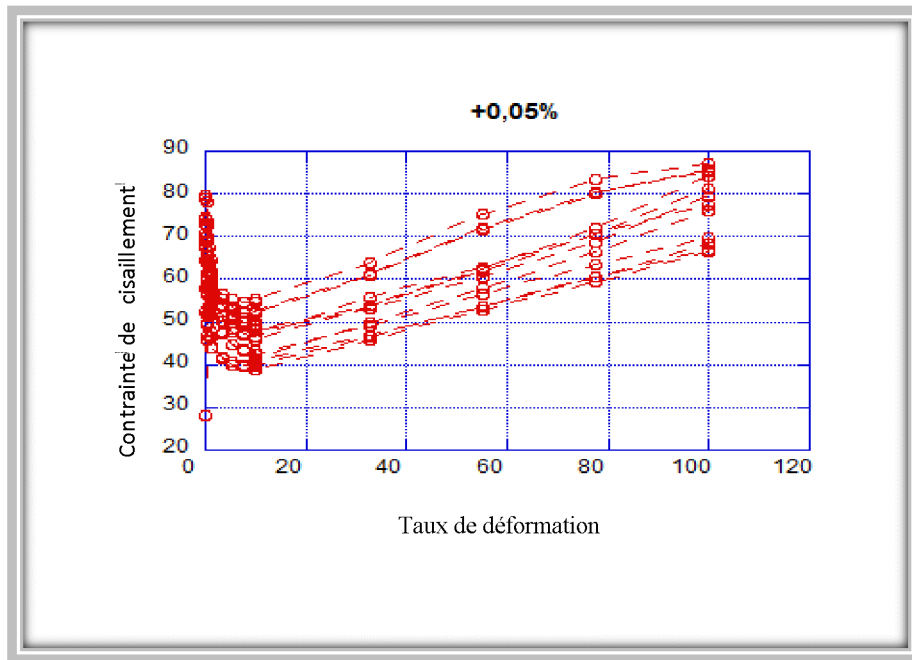


Figure IV.15.1: Contrainte de cisaillement en fonction de taux de déformations pour 0.05% de dosages en polymère

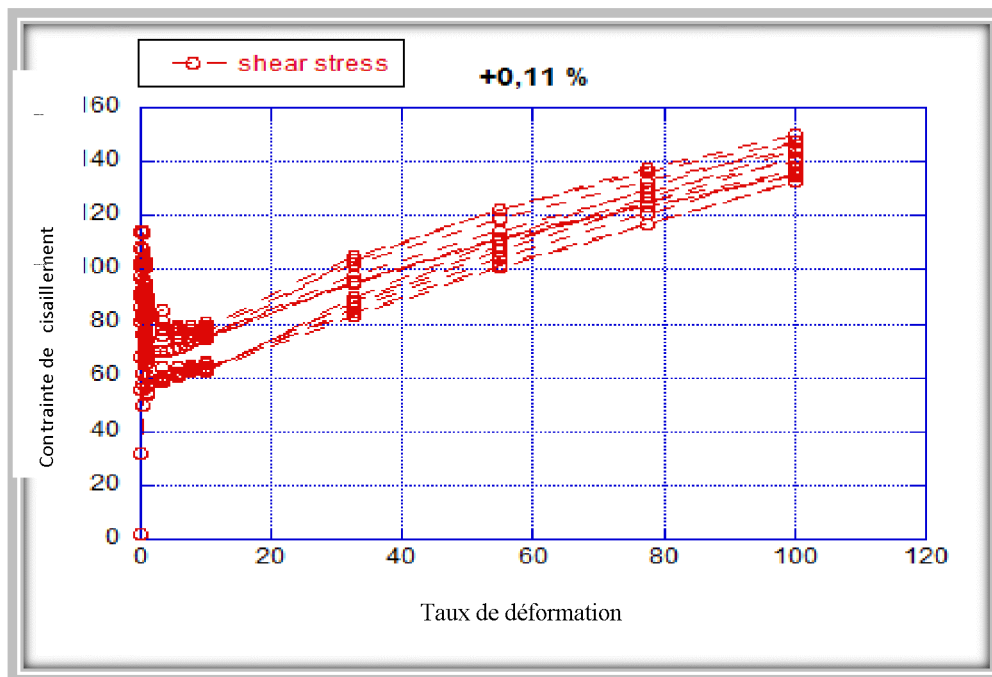


Figure IV.15.2: Contrainte de cisaillement en fonction de taux de déformations pour 0.11% de dosages en polymère

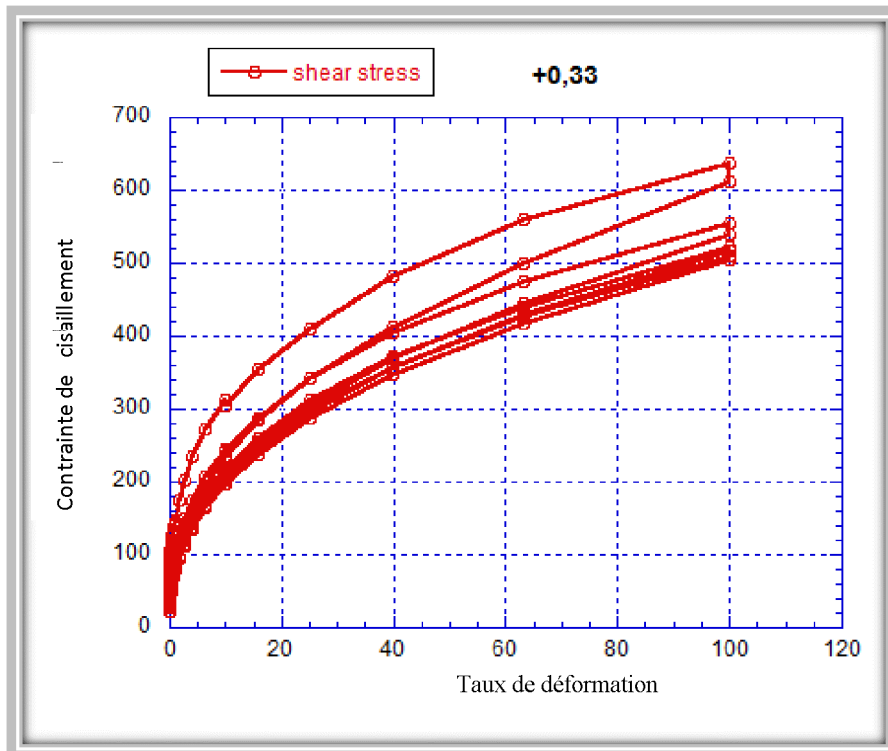


Figure IV.15.3: Contrainte de cisaillement en fonction de taux de déformations pour 0.33% de dosages en polymère

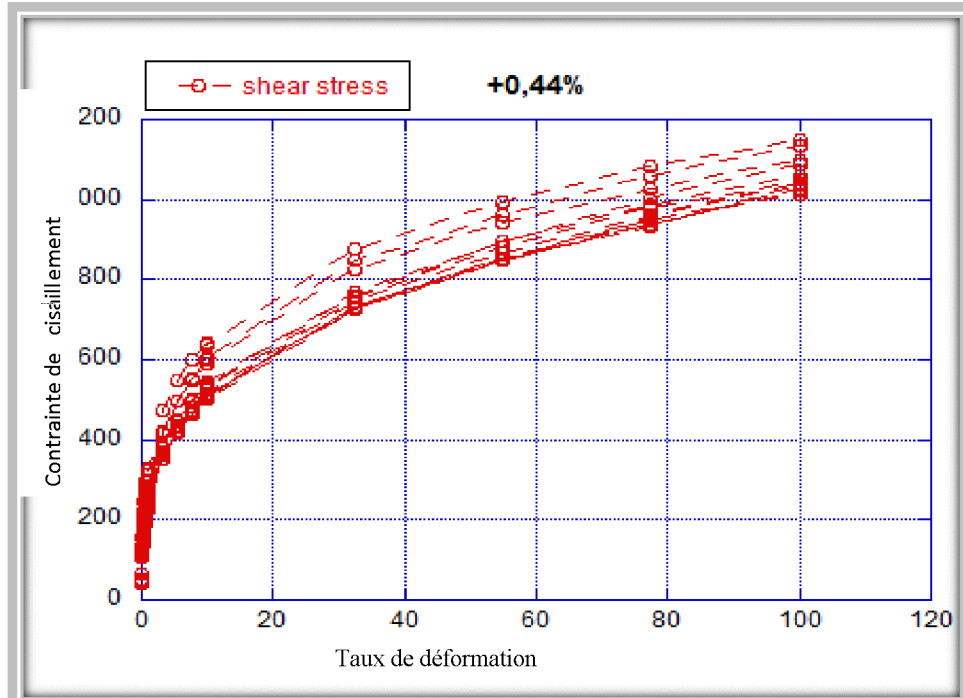


Figure IV.15.4: Contrainte de cisaillement en fonction de taux de déformations pour 0.44% de dosages en polymère

On constate que pour chaque pourcentage (0,05%, 0,11%, 0,33% et 0,44%) en polymère, la contrainte de cisaillement augmente avec l'augmentation de taux de déformation jusqu'à une valeur maximale. Ces courbes contiennent plusieurs cycles car on a répété l'opération plusieurs fois jusqu'à ce que le cycle devienne plus proche (état stationnaire). La forme générale des courbes d'écoulement indique que les mortiers se comportent comme des fluides d'Herschel-Bulkley rhéofluidifiants.

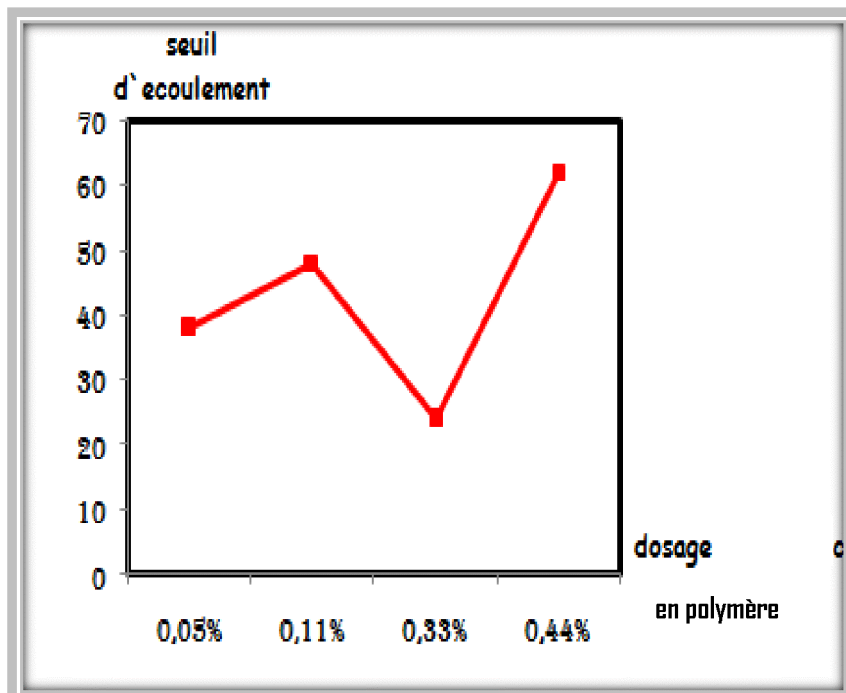
Deux paramètres rhéologiques, la consistance et l'indice de fluidité, sont déterminés en effectuant un ajustement des résultats expérimentaux avec le modèle de Herschel-Bulkley :

$$\tau = \tau_0 + k\dot{\gamma}^n \dots \dots \dots (IV. 3)$$

Avec :

- $\tau_0$  : Seuil d'écoulement
- $\dot{\gamma}$  : Taux de cisaillement
- K : Consistances
- n : Indice de fluidité

**IV.4.2.1. Influence de polymère sur les paramètres rhéologiques**



**Figure IV.16.1 :** Évolution des paramètres rhéologiques en fonction de dosage en polymère: Le seuil d'écoulement

Le seuil d'écoulement correspond à la valeur de la contrainte appliquée pour laquelle on a un taux de cisaillement fini, on constate que le seuil augmente, d'une manière non- linéaire avec le dosage en polymère.

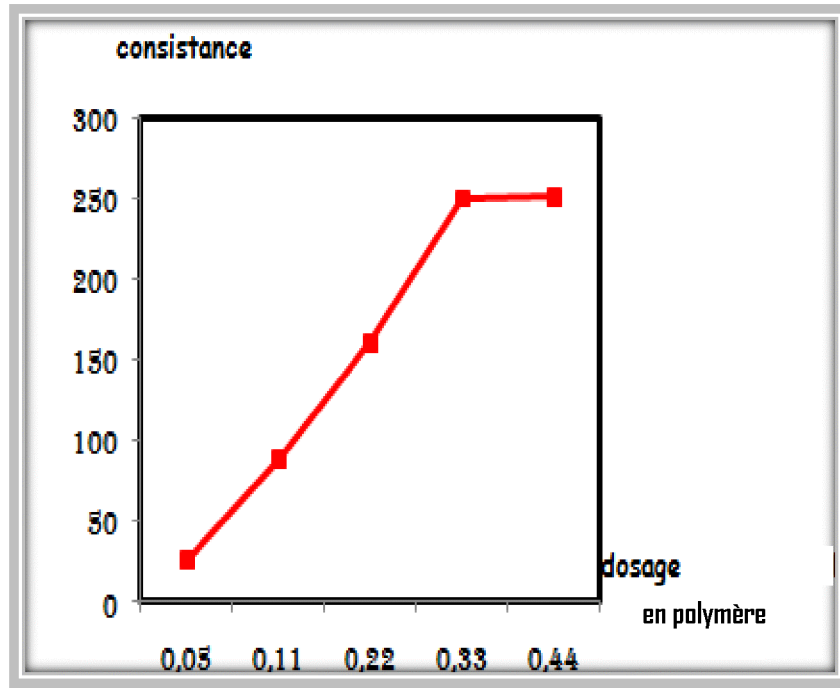


Figure IV.16.2 : Évolution des paramètres rhéologiques en fonction de dosage en polymère: La consistance

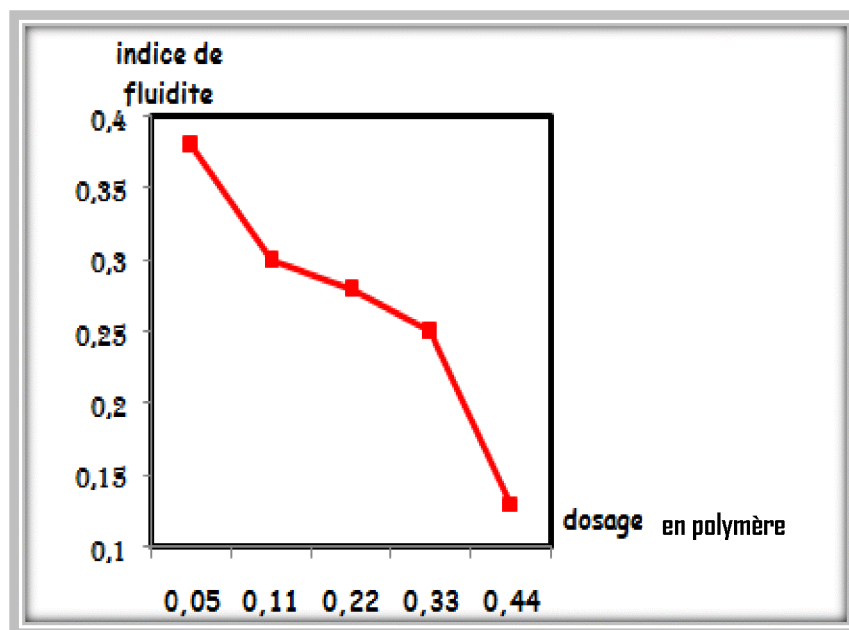


Figure IV.16. 3 : Évolution des paramètres rhéologiques en fonction de dosage en polymère: L'indice de fluidité.

L'évolution de la consistance varie de manière inverse par rapport à l'indice de fluidité, le fait que l'indice de fluidité diminue signifie, le matériau devient de plus en plus rhéofluidifiant lorsqu'on augmente le dosage en polymère, l'augmentation de la sensibilité de la contrainte au taux de cisaillement peut être due à la défloculation des agrégats de polymère induites par l'écoulement [Chaouche et Koch (2001)].

**IV.5.Relation entre les propriétés rhéologiques et adhésives**

Dans le test d'arrachement « probe tack », la distance instantanée entre les plateaux est généralement très petite par rapport au diamètre de l'échantillon. En conséquence la théorie de lubrification, dans laquelle on suppose que l'écoulement est dominé par la composante de cisaillement, peut être utilisée pour déterminer la force d'adhérence ( $F_{max}$ ). Pour les fluides d'Herschel-Bulkley ce calcul a déjà été effectué par Meeten(2002) : [14]

$$F_{max} = \frac{2\pi R^3 \tau_0}{3h_m} + \frac{2\pi K}{n+3} \left(\frac{2n+1}{n}\right)^n \frac{R^3}{h_m} \left(\frac{RV}{h_m^2}\right)^n \dots\dots\dots (IV.4)$$

Avec :

R : rayon du mortier.

$h_m$ : distance instantanée entre les plateaux correspondant à  $F_{max}$ .

V : vitesse d'arrachement.

Par définition la force de cohésion :

$$F_{cohésion} = \lim_{V \rightarrow 0} (F_{max}) = \lim_{V \rightarrow 0} \left[ \frac{2\pi R^3 \tau_0}{3h_m} + \frac{2\pi K}{n+3} \left(\frac{2n+1}{n}\right)^n \frac{R^3}{h_m} \left(\frac{RV}{h_m^2}\right)^n \right] \dots\dots (IV.5)$$

L'équation (IV.4), peut être utilisée pour relier les propriétés adhésives, déterminées à partir du test d'arrachement, aux paramètres rhéologiques du mortier :

$$F_{cohésion} = \frac{2\pi R^3 \tau_0}{3h_m} \dots\dots\dots (IV.6)$$

En effet, la force de cohésion correspond à la valeur de la force donnée par l'expression précédente lorsque la vitesse d'arrachement tend vers 0.

### Conclusion

Les propriétés adhésives des mortiers colles contenant différents dosages en polymère ont été étudiées en utilisant le test d'arrachement. A partir des courbes d'arrachement trois types de force ont été déterminés : l'adhésion, la cohésion et l'adhérence. Nous avons constaté que l'évolution de la force de cohésion en fonction du dosage en polymère varie d'une manière fortement non-linéaire avec la présence d'une valeur critique au dessous laquelle l'effet de polymère est assez faible. D'autres part, l'addition de polymère conduit à la diminution de l'adhérence du mortier sur le support. Du point de vue pratique, les deux observations précédentes impliquent l'existence d'un taux de dosage optimal à trouver afin d'augmenter suffisamment la cohésion (pour éviter le fluage) sans diminuer l'adhérence.

Les contraintes seuil rhéologiques et celles obtenues par le test d'arrachement peuvent être considéré comme complémentaires pour caractériser les propriétés de mise en place des mortiers colles. Une étude plus approfondie est nécessaire pour mieux interpréter les résultats des essais d'arrachement et rhéologiques.

## *Conclusion générale*

Le but de cette étude est d'une part, la détermination des relations qui existent entre les propriétés adhésives et rhéologiques des matériaux colles, d'autre part l'étude de l'influence des polymères (ajout organique) sur ces caractéristiques.

Au terme du travail nous concluons ce qui suit :

- Le comportement rhéologique des matériaux colles étudiés a de type Herschel-Bulkley quelque soit le dosage en polymère.
- L'ajout de polymères influence sur les propriétés rhéologiques notamment sur le seuil d'écoulement, l'indice de fluidité et la viscosité dynamique.
- L'étude de l'adhésion nous a permis de définir 3 forces ( adhésion, adhérence et cohésion).
- Les propriétés adhésives peuvent être liées aux propriétés rhéologiques.

Comme perspective de ce travail nous souhaitons élargir cette étude en incorporant des fibres dans les matériaux colles.

## Références bibliographiques

---

- [1] : Odontologie/enseignement/chap3/site/html/cours.pdf
- [2] : Kaci A, Bouras R, Chaouche M, Andréani, p-A .Brassas H adhesive and rheological proprieties o f mortar joints .Appl rhéol 2009
- [3] :[ELISABETH VIERTING., 2008]
- [4] :Glossaire des matériaux compositesEdition CARMA, octobre 2006.
- [5] : SI TAYEB Fatima, REBAH Souad. « Les comportements rhéologiques des huiles de coupe », mémoire, 2012/2013,
- [6] : Guy Couarraze, Jean –Louis Grossiord. « Initiation a la rhéologie », 3eme édition.2000
- [7] : Mr A. Ouibrahim, Cours de « fluides complexes », 2014
- [8]: Macosko C.W. « Rheology Principes, Measurement, and Applications. V C H Publisher»1994.
- [9]. Kaouther BEN AZOUZ AHMED." Relations entre propriétés rhéologiques et structure microscopique de dispersions de particules d'argile dans des solutions de polymères" thèse de doctorat; université de haute Alsace. 2010.
- [10]: Sébastien ALVO : Etude et mesure des forces d'adhésion à l'échelle microscopique. Thèses doctorat, université pierre et marie curie, 2012.
- [11]: Jérémie TEISSIRE : « Tack de matériaux modèles ». Thèses doctorat, université Bordeaux I,2006.
- [12]: AYMONIER-MARÇAIS : « MODELISATION D'ADHESIFS SENSIBLES A LA PRESSION CORRELATIONS STRUCTURE – PROPRIETES DE TACK DE COPOLYMERES ACRYLIQUES SYNTHETISES PAR VOIE RADICALEIRE EN EMULSION ». Thèses doctorat, université Bordeaux I, *26 novembre 2001.*
- [13]: Amélie BARON : « RELATION STRUCTURE-PROPRIETES D'ADHESION INSTANTANEE ETUDE DE POLYURETHANES GREFFES MODELES ». Thèses doctorat, université Bordeaux I, *5 Décembre 2005.*
- [14] : Kaci A. Bouras R. Phan V.T. Chaouche M. « Propriétés adhésives et rhéologiques des mortiers colles fibrés ». Université de Cergy-Pontoise, L2MGC, EA 4114, F – 95000 Cergy-Pontoise, France, 2011.