

CH VIII Spectrométrie mécanique

I. Introduction :

La spectrométrie mécanique dynamique, est une méthode de mesure de la viscoélasticité. Cette méthode d'analyse thermique permet l'étude et la caractérisation des propriétés mécaniques de matériaux viscoélastiques, tels les polymères.

Un instrument de la SMD permet de déterminer les grandeurs physiques suivantes :

- les modules complexes de Young (noté E^*) et la viscosité complexe (η^*) ;
- le facteur d'amortissement aussi appelé facteur de perte, tangente delta ($\tan \delta$) ;
- la température de transition vitreuse (T_v) qui dépend de la fréquence.

En analyse mécanique dynamique, un échantillon est soumis à une contrainte ou à une déformation oscillatoire (sinusoïdale). En régime dynamique, les propriétés mécaniques d'un matériau dépendent de la déformation, de la fréquence d'excitation et de la température ; ces paramètres sont contrôlés par l'instrument de DMA.

Les applications de la DMA sont nombreuses et concernent différents secteurs d'activité : acoustique (produits insonorisants) ; industries textile, papetière, agroalimentaire ; transports (pneumatiques, sièges, adhésifs, composites, etc.).

II. Rhéométrie (Rhéologie)

La **rhéologie** (du grec *rheo*, couler et *logos*, étude) est l'étude de la déformation et de l'écoulement de la matière sous l'effet d'une contrainte appliquée.

Dans la pratique, la rhéologie est une extension des disciplines telles que l'élasticité et la mécanique des fluides newtoniens, aux matériaux dont le comportement mécanique ne peut être décrit par ces théories classiques.

1. Définitions :

a. Nombre de Deborah

Le **nombre de Deborah** est un nombre sans dimension, utilisé en rhéologie pour caractériser la fluidité d'un matériau. Tous les matériaux même solides s'écoulent si on les observe sur une longue durée. Le nombre de Deborah est défini comme le rapport entre le temps de relaxation, caractérisant la fluidité intrinsèque d'un matériau, et l'échelle de temps caractéristique d'une expérience (ou d'une

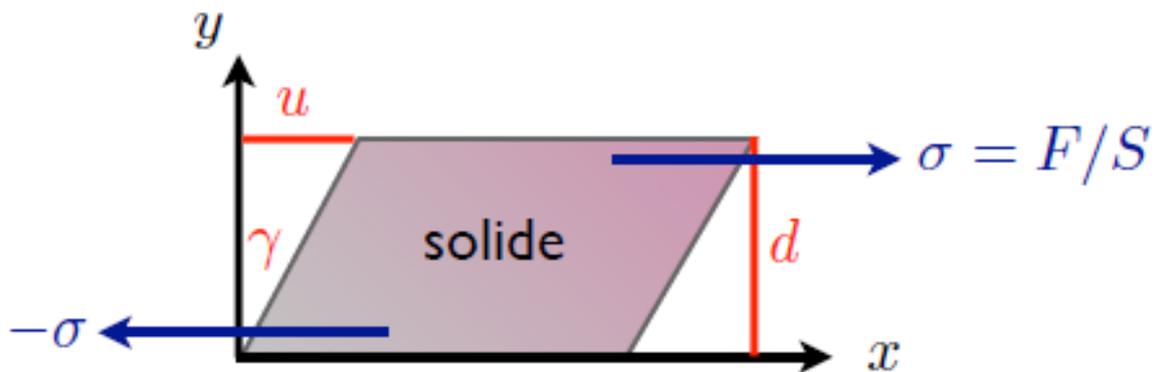
simulation numérique) testant la réponse du matériau. Plus le nombre de Deborah est petit, plus le matériau apparaît fluide.

On note : $De = \frac{t_c}{t_p}$

où t_c est le temps caractéristique de relaxation du matériau et t_p est le temps caractéristique de l'expérience (entre 10^{-2} et 10^3 secondes).

Cisaillement d'un solide : loi de Hooke

module de cisaillement $\sigma = G \frac{u}{d}$



[déformation] $\gamma = \frac{u}{d}$

[loi de Hooke] $\sigma = G\gamma$

b. Vitesse de cisaillement ($\dot{\epsilon}$) :

$\dot{\epsilon} = d\epsilon/dt$ = dérivée par rapport au temps de la déformation de cisaillement (ϵ)

c. Equation rhéologique d'état

$\epsilon = f(\tau)$ relation entre la contrainte de cisaillement (τ) et la déformation de cisaillement (ϵ), relation qui dépend des propriétés et de la nature du matériau.

d. Viscosités

$\mu = \tau / \dot{\epsilon}$ Viscosité dynamique (Unités = (Pa.s) (MKSA)

μ est fonction : de la température T, de la pression P extérieures de la contrainte de cisaillement τ et de la vitesse de cisaillement $\dot{\epsilon}$.

Viscosité cinématique ($\nu = \mu/\rho$) avec ρ la masse volumique du matériau, Unités = cm^2/s appelé stokes (St) (CGS)

m^2/s (MKSA)

Remarque

Les caractères liquide et solide sont ainsi des propriétés aux temps longs :

- si le matériau, après s'être déformé, résiste finalement, c'est un solide ;
- si au contraire le matériau finit par s'écouler, c'est un liquide.

Au contraire, les caractères élastique et visqueux (ou les comportements intermédiaires, viscoélastiques) se manifestent aux temps courts :

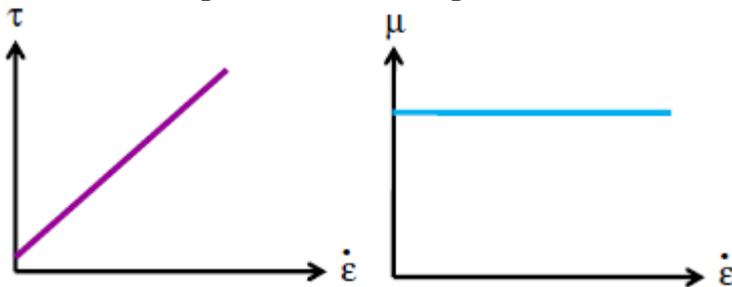
- si la déformation du matériau suit la force ou les contraintes appliquées, alors le matériau est élastique ;
- si c'est la dérivée de la déformation par rapport au temps (taux de déformation) qui suit la force ou les contraintes, alors le matériau est visqueux.

Les caractères liquide et solide d'une part, visqueux et élastique d'autre part, sont décelables pour de faibles contraintes appliquées. Si l'on applique une forte contrainte, un matériau qui semblait solide peut se mettre à s'écouler. Il révèle alors un caractère *plastique*. La *plasticité* est donc caractérisée par un seuil de contrainte (appelé *seuil de plasticité*) au-delà duquel le matériau s'écoule.

2. différents modes d'écoulement

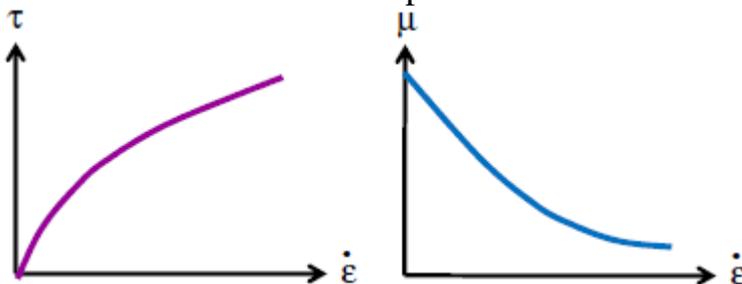
a. Les liquides newtoniens

La viscosité est constante et indépendante de la contrainte et du temps (elle dépend de la température et de la pression)

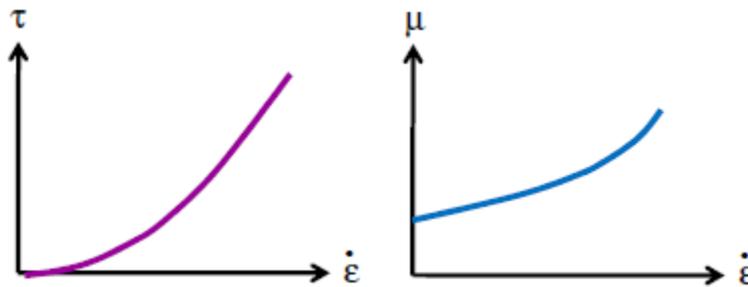


b. Les liquides non newtoniens

- **Fluides rhéofluidifiants** : La déformation commence dès qu'une contrainte est exercée. La viscosité diminue pour des vitesses de cisaillement croissantes



- **Fluides rhéoépaississants** : La déformation commence dès qu'une contrainte est exercée. La viscosité augmente pour des vitesses de cisaillement croissantes



Loi de puissance (Ostwald) :

$$\tau = K \cdot \dot{\epsilon}^n$$

n = indice d'écoulement

$n = 1$ pour fluide newtonien avec $h = K$

$n < 1$ pour fluide rhéofluidifiant

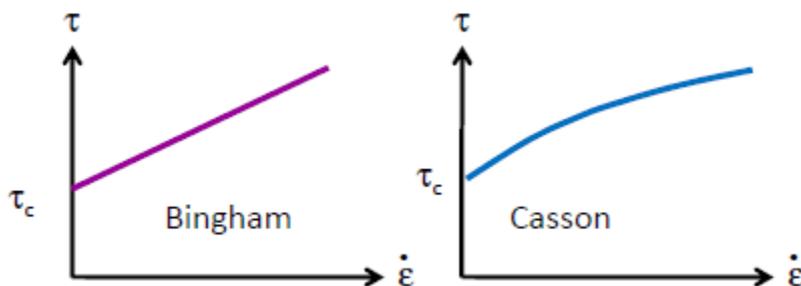
$n > 1$ pour fluide rhéoépaississant

K = indice de consistance

- **Fluides plastiques**

La déformation ne commence qu'à partir d'une certaine valeur de la contrainte :

τ_c = **seuil d'écoulement**



On distingue 2 types de liquides plastiques :

- 1) les liquides de Bingham : Au-delà du seuil d'écoulement τ_c le liquide se comporte comme un liquide newtonien

$$\begin{array}{l} \tau < \tau_c \rightarrow \dot{\epsilon} = 0 \\ \tau > \tau_c \rightarrow \tau = \tau_c + \alpha \cdot \dot{\epsilon} \end{array}$$

α = viscosité plastique

- 2) Les liquides de Casson Au-delà du seuil d'écoulement τ_c le liquide se comporte comme un liquide plastique fluidifiant

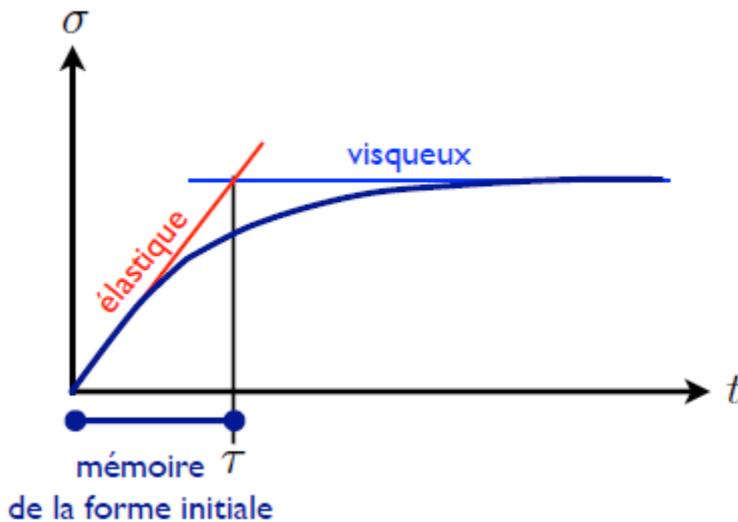
Equation de Herschel - Bulkley

$$\tau < \tau_c \rightarrow \dot{\epsilon} = 0$$

$$\tau > \tau_c \rightarrow \tau = \tau_c + K \cdot \dot{\epsilon}^n$$

3. Viscoélasticité

Maxwell remarque que les fluides sont à la fois visqueux et élastiques. Tout est une question d'échelle de temps.



$$\sigma = \eta \dot{\gamma}$$

$$\sigma = G \dot{\gamma} t$$



$$\tau = \frac{\eta}{G}$$

Le **comportement viscoélastique linéaire** est intermédiaire entre le comportement d'un solide élastique parfait et celui d'un liquide visqueux newtonien;

4. Rhéomètre

a. Définition :

Un **rhéomètre** est un appareil capable de faire des mesures relatives à la rhéologie d'un fluide. Il applique un cisaillement à l'échantillon. Généralement de faible dimension caractéristique, il permet d'étudier fondamentalement les propriétés d'écoulement d'un liquide, d'une suspension d'une pâte, etc., en réponse à une force appliquée.

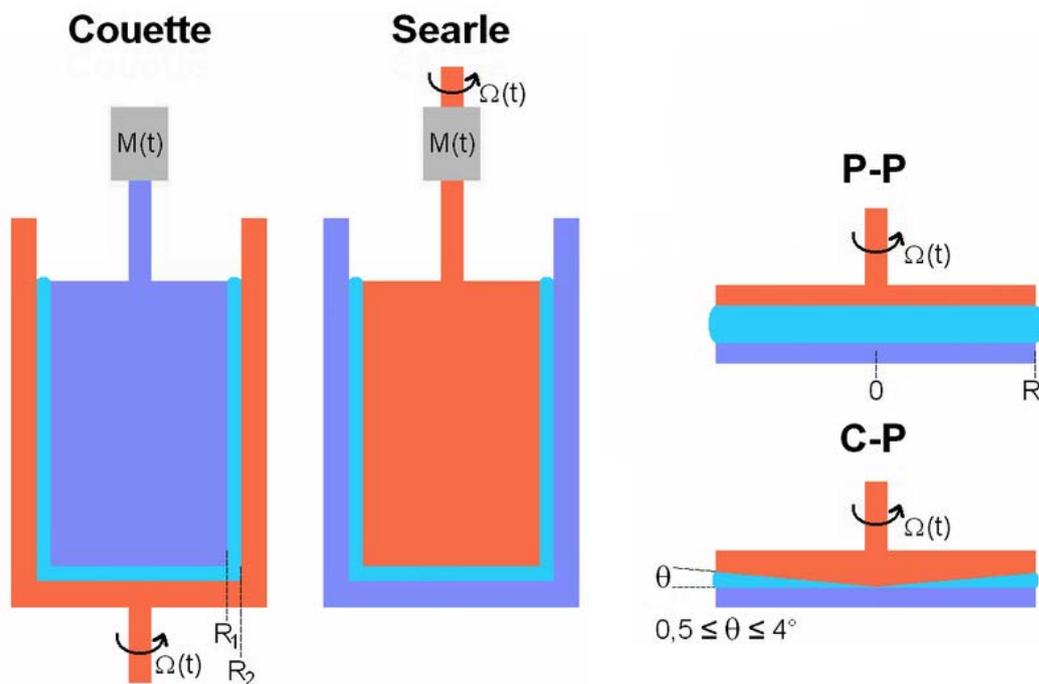
b. Mesures

Un rhéomètre permet de connaître les grandeurs fondamentales taux de cisaillement $\dot{\gamma}$, contrainte de cisaillement $\tau(t)$ et viscosité. Certains modèles permettent, en appliquant une sollicitation sinusoïdale (mode oscillation), de déterminer les grandeurs viscoélastiques intrinsèques de la matière, qui dépendent notamment du temps (ou de la vitesse angulaire ω) et de la température. Sont par exemple mesurés :

- la viscosité dynamique, η , en fonction du taux de cisaillement (tracé de la *courbe de viscosité*), de la température, du temps, etc. ;
- la contrainte tangentielle τ en fonction du taux de cisaillement (*courbe d'écoulement*) ; en mode oscillation (essai dynamique) :
 - la viscosité complexe η^* qui est comparable à la viscosité en rotation ;
 - le module de cisaillement complexe G^* (accès aux modules de conservation G' et de perte G'') et la complaisance complexe J^* ($= 1 / G^*$) ;
 - le déphasage entre la force et le déplacement, appelé angle de phase ou angle de perte δ et le facteur d'amortissement $\tan \delta$, pour la détermination de transitions (T_g , ...).

L'appareil permet de décrire le comportement de l'échantillon à l'état liquide (plus ou moins visqueux) ou pâteux, à la limite du solide.

c. Typologie



On distingue les types de géométrie de rhéomètre suivants :

- cylindres coaxiaux (Searle ou Couette). On montre que si le rapport entre le rayon extérieur R_2 et le rayon intérieur R_1 est inférieur à 1,05, on peut considérer $\dot{\gamma}$ comme constant et prendre sa valeur moyenne $\dot{\gamma}_m$. Le rhéomètre de type Searle, très courant, est adapté aux échantillons fluides : le cylindre intérieur offre une grande surface de contact, pour augmenter le couple résistant et donc la sensibilité.

$$\boxed{\eta = \frac{K \cdot M}{\omega_0}} \quad \text{avec} \quad \boxed{K = \frac{1}{4 \cdot \pi \cdot h} \left(\frac{1}{R_1^2} - \frac{1}{R_2^2} \right)}$$

h = hauteur du cylindre

M = couple résistant

K = constante liée à l'instrument

$$\tau(r) = \frac{M}{2 \cdot \pi \cdot r^2 \cdot h} \quad \dot{\epsilon} = \left(\frac{\omega \bar{R}}{R_2 - R_1} \right)$$

$$\bar{R} = \frac{R_2 + R_1}{2}$$

- plateaux parallèles (plan-plan, PP). L'entrefer, modifiable de 0,2 à 3 mm, permet d'étudier des échantillons à « particules » ou chargés (exemple : produit polymère fondu). Le (taux de) cisaillement est variable dans le volume de mesure : nul au centre et maximum à la périphérie ;

- cône-plan (CP). L'angle de cône θ est très faible (en général $0,5 \leq \theta \leq 4^\circ$) pour obtenir $\dot{\epsilon}$ quasi constant dans le volume de mesure. Pour une même vitesse de rotation, plus θ est faible, plus $\dot{\epsilon}$ est élevé.

$$\boxed{\eta = \frac{K \cdot M}{\omega_0}} \quad \text{avec} \quad \boxed{K = \frac{3 \cdot \alpha}{2 \cdot \pi \cdot R^3}}$$

a = angle cône/plateau

M = couple résistant

K = constante liée à l'instrument

$$\tau = \frac{3M}{2 \cdot \pi \cdot R^3} \quad \dot{\epsilon} = \frac{\omega_0}{\alpha}$$

Pour les types PP et CP, le plan inférieur thermorégulé est fixe (stator), la géométrie supérieure tourne (rotor) ou oscille à une faible distance, l'échantillon en faible quantité remplissant le volume de mesure.