

Avancées expérimentales dans les contacts JKR dynamiques

V. LE HOUEROU^a, E. CHARRAULT, C. GAUTHIER, R. SCHIRRER

a. Institut Charles Sadron (ICS) – CNRS UPR022, 23 rue du Loess – BP 84047, F-67034 Strasbourg cedex 2

Résumé :

Un dispositif expérimental de « JKR dynamique » a été développé. Il permet l'accès aux phénomènes interfaciaux de deux objets qui entrent en contact et se décolent à des vitesses élevées. Des essais cycliques entre une sphère de poly(diméthylsiloxane) (PDMS), et des surfaces planes de PDMS ont été réalisés à différentes fréquences et températures et à atmosphère contrôlée. L'évolution du rayon de contact en fonction de la force appliquée a été analysée et sous certaines conditions de température et de fréquences d'essais, une hystérésis d'adhésion est observable corrélée au facteur de perte du matériau. Le volume en jeu dans la dissipation visco-élastique est discutée sous deux aspects : celui de l'énergie d'activation associée aux phénomènes observés et celui de l'indépendance relative des résultats au volume de l'échantillon.

Abstract :

A new and original experimental device for “dynamic JKR” tests has been developed. It allows us to study adhesive dynamic contacts under a cyclic normal load. Contacts between PDMS hemispheres and PDMS plane surfaces were studied at different frequencies and temperatures and at controlled atmosphere. The evolution of the radius of contact has been analysed in function of the applied load. Depending on the experimental conditions, it had been possible using the JKR model to determine the hysteretic value of the work of adhesion. The visco-elastic dissipative volume has been investigated in the light of two different considerations: activation energy associated to deformation phenomena and relative independence of results to the volume sample.

Mots clés : contact dynamique adhésif, visco-élasticité, JKR dynamique, hystérésis d'adhésion, PDMS

1 Introduction

Une bonne compréhension des contacts adhésifs est nécessaire pour une grande variété d'applications. En effet, les contacts adhésifs jouent un rôle central dans de nombreux cas technologiques comme la fonctionnalisation de surface, les peintures, les adhésifs, la lubrification, les systèmes micro-mécaniques, les interactions de surfaces biologiques, le contrôle du frottement,... En fait, l'adhésion n'est plus négligeable quand une de ces conditions est valable : i) matériaux solides très souples ou/et ii) contacts à très petite échelle.

L'objectif de ce travail est de proposer une analyse permettant de distinguer les dissipations d'énergie de surface (adhésion) et de volume (viscoélasticité) lors d'un contact dynamique adhésif normal entre un hémisphère de PDMS et une surface rigide plane, rendue possible grâce à un appareil, le « JKR dynamique ». En ajustant la fréquence de la charge oscillante appliquée ainsi que la température des expériences, nous pouvons solliciter de manière plus ou moins importante les propriétés viscoélastiques des matériaux en contact. Selon certaines conditions, on observe une hystérésis d'adhésion dont la valeur est déterminée par l'analyse dynamique adhésive basée sur le modèle adhésif de JKR [1].

Après la description du dispositif expérimental et des matériaux utilisés, un résultat typique d'un essai de JKR dynamique est présenté suivi de l'analyse dynamique adhésive. Les évolutions des hystérésis d'adhésion sont présentées et discutées en fonction de la fréquence de sollicitation et de la température. Deux séries différentes de tests ont permis d'étudier la zone dans laquelle la dissipation visqueuse a lieu. Des conclusions à ce propos sont avancées et discutées.

2 Partie expérimentale

2.1 L'appareillage expérimental

Le banc d'essais « JKR dynamique » (figure 1) permet de mettre en contact une calotte sphérique avec un substrat plan fixé horizontalement en appliquant une force dont le signal et la fréquence (de 0,02 à 10 Hz) sont ajustables. La température à l'intérieur de l'enceinte de mesure est variable de - 30 °C à 60 °C. Les données mesurées lors d'une expérience sont le rayon de l'aire de contact a , ainsi que la force appliquée P . L'observation se fait par l'intermédiaire d'une caméra CCD et d'un microscope placés au-dessus de la lame horizontale.

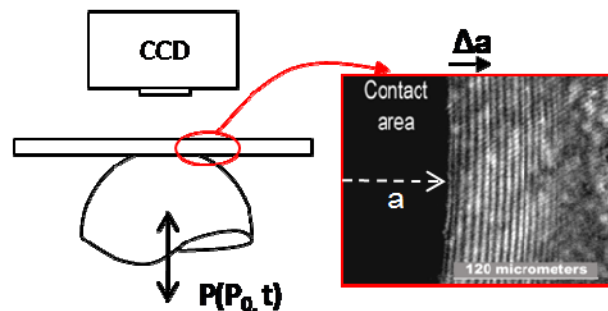


FIG. 1 – Schéma du dispositif expérimental : le JKR dynamique.

2.2 Préparation des échantillons

Les échantillons de PDMS sont préparés à partir des produits Rhodia RTV 141 A et B. Après mélange des deux composants et agitation pendant 5 minutes à température ambiante, le mélange est placé sous vide afin d'être dégazé. Le mélange est alors versé dans des moules sphériques puis chauffé dans une étuve à 100 °C pendant 1 heure. Les hémisphères de PDMS obtenus sont nettoyés (extraction de chaînes non réticulées) puis collés sur une lamelle de verre afin d'être utilisés dans l'appareillage JKR dynamique. Leur rayon est de 12,5 mm et leur rugosité moyenne est de l'ordre de 20 nm. Afin d'explorer la dépendance des résultats au volume de l'échantillon, trois hémisphères tronqués (figure 2), numérotés de #1 à #3, ont été élaborés et nettoyés. Leurs dimensions sont reportées dans le tableau 1. Des films minces de PDMS ont été déposés par tire-film (37 µm) sur des lamelles de microscopes en verre.

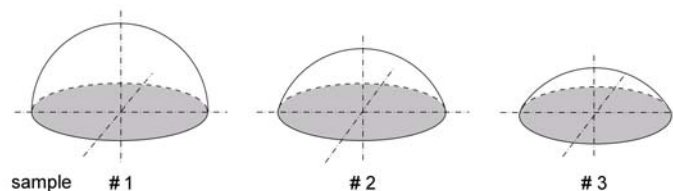


FIG. 2 – Géométries des hémisphères tronqués en PDMS (rayon de 12,5 mm).

échantillon #	h (mm)	V (mm ³)	$V\%$ de l'hémisphère
1	12.11 ± 0.05	3900 ± 90	95 % ± 2 %
2	6.23 ± 0.05	1270 ± 30	31 % ± 1 %
3	3.42 ± 0.05	420 ± 20	10 % ± 1 %

TAB. 1 – Dimensions des différents échantillons et comparaison de leur volume par rapport à un hémisphère complet.

2.3 Tests réalisés

Une première série de tests a été réalisée à des fréquences allant de 0,02 à 1 Hz et à température constante (- 30, 0, 30 ou 60 °C) pour une unique géométrie d'échantillon (#2).

Une seconde série de tests a consisté à faire des essais à la température ambiante : les hémisphères tronqués (#1 à #3) ont été étudiés dans des conditions similaires de sollicitation en fréquence.

3 Résultats et discussion

3.1 Résultat type et principe de l'analyse

La représentation classique utilisée est celle de la figure 3 : $a^3 = f(P)$. Elle permet l'ajustement des portions de compression et décompression avec le modèle JKR [2] dont la formule est la suivante :

$$a^3 = \frac{R}{K} \left[P + 3\pi WR + \sqrt{6\pi WRP + (3\pi WR)^2} \right] \quad (1)$$

Le modèle dans lequel a est le rayon de contact et P la force normale appliquée, dépend de trois paramètres : R le rayon de la bille en contact avec le plan, K la constante d'élasticité du système et W l'énergie d'adhésion.

Le rayon de l'hémisphère est de 12,5 mm. La constante K est calibrée à l'aide d'un essai quasi-statique (i.e. à 0,02 Hz) sur notre système PDMS (hémisphère) contre PDMS (films mince sur plan) pour lequel nous connaissons W : l'énergie de Dupré nous donne 44 mJ/m². W reste alors l'unique variable pour les essais en fréquence.

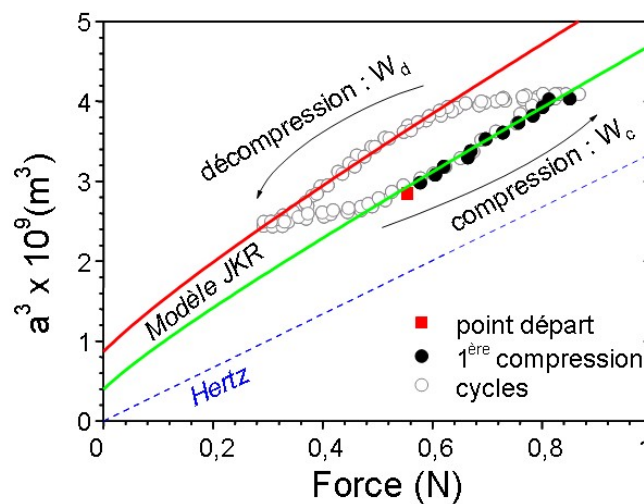


FIG. 3 – Principe d'analyse d'un contact dynamique adhésif entre une lentille de PDMS et la surface d'une lame de verre à $T = 30$ °C et $f = 1$ Hz. Les ajustements par le modèle JKR des courbes de compression et de décompression (détermination de W_c et W_d) sont représentés.

L'énergie d'adhésion W peut être décrite à l'aide du modèle JKR. Ainsi, une énergie d'adhésion de compression, notée W_c , et une énergie de décompression, notée W_d peuvent être déterminées donnant lieu à une hystérésis d'adhésion définie comme étant la différence des deux :

$$\Delta W = W_d - W_c \quad (3)$$

L'intervalle de confiance associé a été estimé à 5 mJ/m².

3.2 Première série d'essais : effet de la température et de la fréquence

Les résultats d'expériences réalisées à température ambiante pour différentes fréquences (sur 4 décades de 0,02 Hz à 10 Hz) sont représentés sur la figure 4. Contrairement aux essais à faibles fréquences (0,02 Hz) où les chemins de compression et décompression sont identiques, indiquant une parfaite réversibilité [3, 4], lorsque la fréquence des essais augmente cette réversibilité disparaît laissant place à des boucles d'hystérésis s'élargissant avec la fréquence (1 Hz, 10 Hz). Ces hystérésis d'adhésion sont les témoins d'un processus dissipatif d'énergie dont l'origine volumique est liée à la viscoélasticité des matériaux élastomères. En effet, les deux solides en contact étant de mêmes matériaux, la dissipation de surface est nulle.

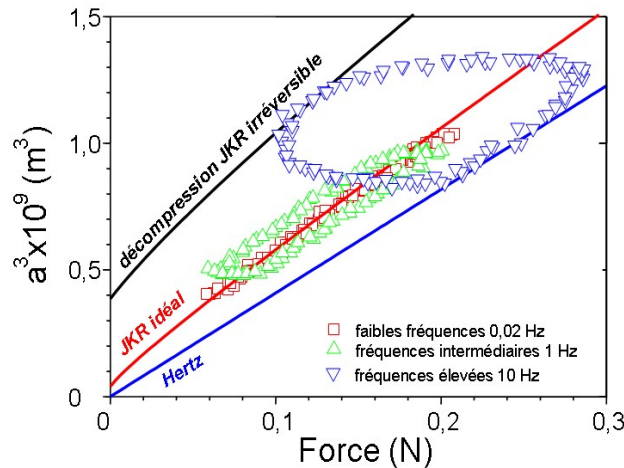


FIG. 4 – Elargissement de la boucle d’hystérésis d’adhésion avec la fréquence du test lors d’un contact PDMS-PDMS à $T = 30\text{ °C}$. A faible fréquence, les chemins de compression et décompression sont identiques (JKR réversible). A fréquences élevées un cycle d’hystérésis apparaît.

Afin de tenir compte de l’effet de la fréquence et ainsi des effets viscoélastiques du PDMS lors des essais de JKR dynamiques, un couplage avec les variations de $\tan(\delta)$ en fonction de la fréquence (déterminées par la technique DMTA) doit être effectué. En effet, l’énergie de dissipation due aux propriétés visco-élastiques du polymère peut être représentée par le facteur de perte $\tan(\delta)$ qui a été déterminé par la technique DMTA. Ces mesures ont été effectuées à des températures allant de -30 °C to 60 °C et différentes fréquences : 0,02, 0,2 et 2 Hz. La figure 5 montre l’évolution de $\tan(\delta)$.

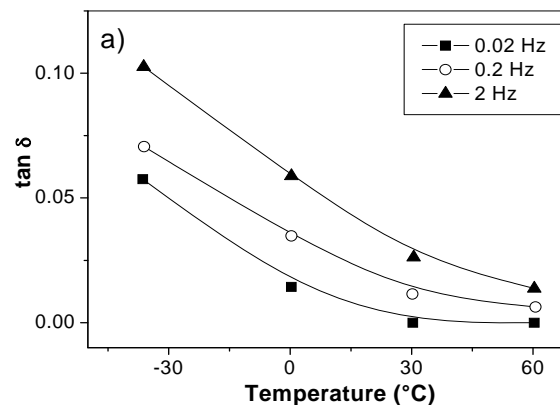


FIG. 5 – Evolution du facteur de perte $\tan(\delta)$ du matériau PDMS en fonction de la température et de la fréquence.

A faible fréquence, lorsque la température de l’essai est largement supérieure à la température de transition vitreuse, le réseau de PDMS est considéré comme élastique (0,02 Hz, 30 °C). En conséquence il ne peut y avoir dissipation dans le volume $\Delta W = 0$, l’intégralité de l’énergie élastique stockée est restituée. Augmenter d’avantage la température rend le réseau encore plus élastique entraînant de ce fait une dissipation d’énergie très faible ($T = 60\text{ °C}$ et 0,1 Hz). Au contraire, lorsque l’on se rapproche de la transition vitreuse (c’est-à-dire quand la température diminue où la fréquence augmente), le facteur de perte devient de plus en plus important indiquant que les propriétés viscoélastiques du matériau ne sont plus négligeables. En conséquence, la dissipation d’énergie lors d’un essai augmente jusqu’à atteindre une valeur de 2 J/m^2 à $T = -30\text{ °C}$ et $f = 10\text{ Hz}$.

Deux raisons font penser que la dissipation d’énergie déterminée par de tels essais PDMS-PDMS rigide a pour origine la viscoélasticité du réseau utilisé et n’est pas liée à une quelconque dissipation de surface. La première est évidente si l’on considère la définition de l’énergie de surface de Dupré qui écarte l’implication d’éventuelles formations de nouvelles liaisons ou d’interactions entre les deux surfaces chimiquement identiques. La deuxième est la réversibilité de l’essai à faible fréquence, indiquant qu’il ne peut y avoir interdigitation entre d’éventuelles chaînes pendantes des deux surfaces [5-7].

Les évolutions des valeurs de ΔW en fonction de la température et de la fréquence sont linéaires en représentation log-log et reportées sur la figure 6. En utilisant une équation basée sur le principe d'Arrhénius, il est possible avec les relations temps-température d'estimer l'énergie d'activation. La valeur obtenue est d'environ 27 kJ/mol. Le calcul de l'énergie d'activation à l'aide des résultats obtenus en DMTA donne $E_a \approx 400$ kJ/mol. Cette valeur est caractéristique d'un phénomène associé à la température de transition vitreuse des polymères et ainsi à un phénomène « volumique ».

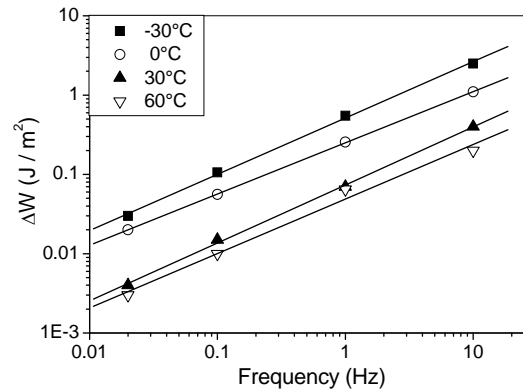


FIG. 6 – Evolution de l'hystérésis d'adhésion lors d'un contact PDMS-PDMS en fonction de la fréquence et de la température.

Il est remarquable que $E_a(\text{JKR}) \ll E_a(\text{spectroscopie})$. Cette grande différence entre la valeur de l'énergie d'activation obtenue pour l'hystérèse d'adhésion ΔW et celle obtenue pour les propriétés viscoélastiques volumiques indique que l'origine de la dissipation d'énergie déterminée lors des essais de JKR n'intéresse pas le volume global des matériaux en contact. Cette différence confirme une hypothèse inhérente aux analyses de mécanique de la fracture : la zone de dissipation d'énergie est localisée au niveau de la surface et du front d'ouverture de la fracture et est de petite taille par rapport aux dimensions de la zone du solide déformée élastiquement (figure 7). En outre, ceci implique que la zone dissipative est considérablement petite comparée à la région déformée élastiquement, ce qui pourrait expliquer pourquoi le modèle JKR, strictement élastique, est encore valable lors de l'analyse des résultats présents.

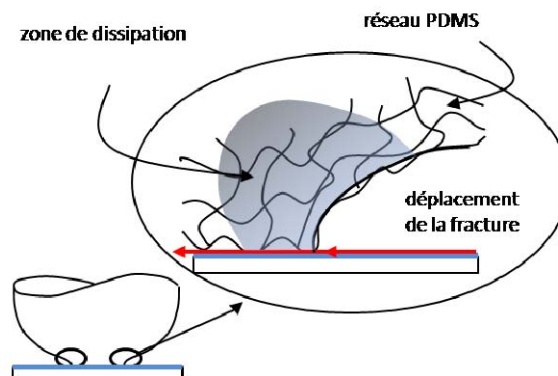


FIG. 7 – Zone de dissipation d'énergie durant un contact entre une lentille de PDMS et une surface rigide de PDMS.

3.3 Deuxième série d'essais : dépendance au volume de l'échantillon

Cette série d'essais a été conduite à la température ambiante et à différentes fréquences (0,02, 0,07, 0,2 et 0,7 Hz) sur les hémisphères tronqués. Leurs volumes varient de 430 à 3900 mm³ (voir tableau 1), i.e. de 10 % à 95 % du volume d'un hémisphère complet. Ces tests explorent ainsi la dépendance des résultats au volume de l'échantillon quand ce dernier décroît d'un ordre de grandeur.

La figure 8 résume les résultats. Premièrement, l'énergie perdue dans le cycle de chargement/déchargement et qui est liée au comportement visqueux du matériau semble suivre une évolution proportionnelle en fonction du logarithme de la fréquence. Ceci est cohérent avec les résultats de la première série d'essais (voir figure 6). Aucune hiérarchie entre les courbes expérimentales n'a été trouvée dans nos conditions

d'observation puisque les points expérimentaux pour une même fréquence sont confondus au regard de l'intervalle de confiance. Cette indépendance des résultats au volume de l'échantillon (décroissance d'un ordre de grandeur) montre que la dissipation visqueuse n'est pas affectée par cette variation de volume. Cela confirme donc que la zone dissipative est concentrée au voisinage du périmètre de contact.

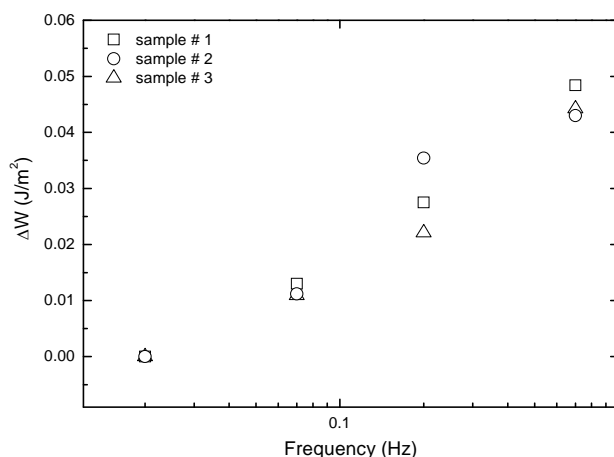


FIG. 8 – Evolution de la dissipation d'énergie en fonction de la fréquence et du volume de l'échantillon.

4 Conclusions

Le « JKR dynamique » permet la détermination des dissipations d'énergie d'origine volumique et de surface lors d'un contact dynamique adhésif entre un hémisphère de PDMS et une surface plane rigide de PDMS. La fréquence ainsi que la température des essais sont ajustables ($0,02 \text{ Hz} < f < 10 \text{ Hz}$ et $-30 \text{ °C} < T < 60 \text{ °C}$). Une hystérésis d'adhésion est identifiable sous certaines conditions.

L'analyse adhésive dynamique, basée sur le modèle adhésif de JKR et sur la calibration du test dynamique par un couplage entre analyse en DMTA et un test JKR réversible à l'équilibre, permet le calcul de l'hystérésis d'adhésion. Cette analyse passe par le traitement des courbes de compression et décompression (mesures des énergies d'adhésion correspondantes W_c et W_d).

Les valeurs d'hystérésis d'adhésion, associées à une dissipation volumique de l'énergie en raison de la nature des matériaux en contact, semblent suivre la même évolution que le facteur de perte $\tan(\delta)$ du PDMS mais la faible valeur de l'énergie d'activation calculée indique que ce phénomène n'est pas seulement d'origine volumique. Ce résultat est confirmé par la relative indépendance des résultats au volume des échantillons considérés. Le volume concerné par la dissipation visqueuse est donc bien restreinte au voisinage du périmètre de contact comme attendu.

Références

- [1] Charrault, E., Gauthier, C., Marie, P. and Schirrer, R., "Adhesive dynamic JKR contact: experiments and principle of analysis" 2009 Langmuir 25 (10), pp. 5847-5854.
- [2] Johnson, K. L., Kendall, K. and Roberts, A. D., "Surface Energy and the Contact of Elastic Solids ". Proceedings of the Royal Society of London. Series A, Mathematical and Physical Sciences, 324 (1971) 301-313.
- [3] Chaudhury, M. K. and Whitesides, G. M., "Direct measurement of interfacial interactions between semispherical lenses and flat sheets of poly(dimethylsiloxane) and their chemical derivatives". Langmuir, 7 (1991) 1013-1025.
- [4] Deruelle, M., Leger, L. and Tirrell, M., "Adhesion at the Solid-Elastomer Interface: Influence of the Interfacial Chains". Macromolecules, 28 (1995) 7419-7428.
- [5] Creton, C., Brown, H. R. and Shull, K. R., "Molecular Weight Effects in Chain Pullout". Macromolecules, 27 (1994) 3174-3183.
- [6] Raphael, E. and De Gennes, P. G., "Rubber-rubber adhesion with connector molecules". The Journal of Physical Chemistry, 96 (1992) 4002-4007.
- [7] Leger, L., Raphael, E. and Hervet, H., "Surface-anchored polymer chains: their role in adhesion and friction". Adv. Polym. Sci, 138 (1999) 185-225.