Contacts adhésifs sur surfaces texturées d'élastomères : effet d'échelle

V. HISLER^{a, b}, M. PALMIERI^a, V. LE HOUEROU^b, C. GAUTHIER^b, M. NARDIN^a, M-F. VALLAT^a et L. VONNA^a

a. Institut de Science des Matériaux de Mulhouse (IS2M-CNRS), Université de Haute Alsace, 15, rue Jean Starcky BP2488, 68057 Mulhouse Cedex, France b. Institut Charles Sadron (ICS-CNRS), Université de Strasbourg, 23 rue du Loess BP 84047 67034 Strasbourg Cedex 2, France

Résumé:

Les contacts adhésifs dont une des surfaces est micro-texturée à l'aide de motifs a soulevé une attention considérable ces deux dernières décennies. La compréhension fondamentale de ces contacts est primordiale car elle permettrait de contrôler les propriétés d'adhésion des matériaux par texturation plutôt que par fonctionnalisation chimique. Néanmoins le rôle précis des paramètres majeurs qui gouvernent ce type de contacts reste à identifier clairement.

Nous allons discuter les conditions de formation d'un contact entre des hémisphères élastiques en PDMS et des surfaces micro-texturés avec des piliers hexagonaux souples, également en PDMS. Nous avons mis en œuvre le test « JKR » qui relie l'énergie d'adhésion à l'aire de la surface de contact entre l'hémisphère et l'échantillon plan. Toutefois, ce dispositif expérimental permet, outre une utilisation "quasi-statique" classique, d'explorer en fréquence le comportement du contact : un mode dynamique a été développé à cet effet qui travaille en chargement cyclique. Ceci permet d'analyser l'effet de la sollicitation fréquentielle en fonction des paramètres des surfaces texturées.

Dans un contexte de tests statiques, nous décrivons le rôle structural des piliers et discutons un phénomène d'hystérèse de contact après un chargement et un déchargement, exclusivement due au contact entre les plots et sans influence sur le comportement du contact sur plots.

Dans un deuxième temps, nous montrons que la variation du rapport d'aspect des motifs de texturation de surface conduit à un comportement invariant lors de la formation d'un contact entre un hémisphère et un substrat souple élastique : l'homothétie géométrique à l'échelle étudiée conduit à des comportements au contact similaires en mode statique ainsi que dynamique.

Abstract :

Adhesive contacts whose one of surface is microstructured using pattern has raised a considerable attention in the past two decades. Fundamental understanding of these contacts is important because it would permit to control the adhesion properties by micropatterning the substrate rather than by chemical functionalization. However, the precise role of the major parameters that govern this type of contact remains to be clearly identified.

We will discuss the conditions for the formation of a contact between the elastic hemisphere made of PDMS and microstructured surfaces with hexagonal pillars, also in PDMS. The "JKR" test connects the adhesion energy to the contact surface area between the hemisphere and the sample plan. However, this specifically developed device allows a "quasi-static" classic use, but also explores the contact behavior in frequency: a dynamic mode has been developed that works in cyclic loading. This allows to analyze the effect of load frequency based on the parameters of textured surfaces.

In the context of static tests, we describe the structural role of pillars and discuss the hysteresis phenomenon of contact after loading and unloading, exclusively due to contact between the pillars with no influence on the behavior on the top of pillars.

In a second step, we show that the variation of the aspect ratio of pattern surface texturing leads to an invariant behavior when the formation of contact between the hemisphere and the flexible elastic substrate: the geometric scaling study leads to similar contact behavior in static and dynamic mode.

Mots clefs : Surfaces microstructurées, échelle, comportement, hystérèse

1 Introduction

La nature offre de nombreux exemples de surfaces présentant des topographies pouvant contrôler les phénomènes de mouillage ou d'adhésion. Les surfaces micro-structurées sont étudiées afin de reproduire les propriétés de super hydrophobicité et autonettoyante du lotus et autres plantes. Depuis plusieurs travaux ont discutés précisément des topographies optimales requises pour obtenir ces comportements. La super hydrophobicité et d'autres phénomènes conduisent à des surfaces présentant des micros topographies. Les pattes du gecko sont un exemple bien connu d'une surface micro-structurée concue pour conférer à cet animal des propriétés d'adhérence particulières lui permettant de se déplacer dans toutes les positions, quelle que soit l'orientation de la surface support. Plusieurs études ont été réalisées pour comprendre la mécanique complexe de telles surfaces adhésives [1-3]. Mais plus généralement, le phénomène d'adhésion, au travers des surfaces micro-structurées, peut être appliqué dans d'autres conditions, telles que l'impression [4], la micromécanique et même des biomatériaux [5]. L'origine des propriétés précédentes réside essentiellement dans la division de la zone de contact des matériaux. La séparation du contact est également essentielle pour générer les forces d'adhésion comme c'est le cas du gecko [1, 2, 6-8]. Dans le cas des matériaux viscoéléstiques, une pression excessive, ou cisaillement, peut induire une déformation des structures fibrillaires à l'origine des fortes propriétés adhésives conduisant à une modification de la zone de contact et donc les propriétés adhésives [9]. Nous allons exposer les propriétés d'un contact entre une surface microstructurée et un hémisphère, tout deux élastiques. Nous montrons ici que des mêmes forces de chargements, supérieures à celles définies dans la littérature, peuvent conduire à des aires de contact similaires pour des séries de surfaces possédant des paramètres topographiques qui varient homothétiquement d'un substrat à l'autre.

2 Matériaux et méthodes

Les substrats à motifs sont fabriqués par coulée de polydiméthylsiloxane PDMS (Sylgard 184, Dow Corning, USA) sur chaque moule en silicium correspondant. Une fois durci après réticulation du PDMS à 80 °C pendant 24 heures), ils sont décollés et prêt à l'emploi. Une fois le procédé de fabrication terminé, ils ont un module d'élasticité de $E = 3.6 \pm 0.2$ MPa. Leurs épaisseurs peuvent varier de 0.5 mm à 2 mm en fonction de la quantité de PDMS utilisée pour le moulage. Les piliers des surfaces étudiées dans ce travail sont hexagonaux et disposés en maille hexagonale (Figure 1).



Figure 1 - Schéma des piliers et de leur répartition a), et des dimensions des plots b)

Les largeurs *L* des piliers sont 4 μ m, 8 μ m, 16 μ m, 32 μ m, 64 μ m, et 128 μ m, et la distance entre plot *D* est la même que la largeur *L* pour chaque échantillon. De cette manière, la fraction de surface globale des piliers reste la même (25%) quelle que soit la largeur *L* des plots, et donc de *D*. De plus, deux hauteurs de piliers ont été considérées, $h = 4 \mu$ m et $h = 16 \mu$ m.

Par la suite nous définirons les surfaces par leur rapport *L/h*. Pour les expériences, les échantillons sont placés sur une lame de verre classique. Quant à l'hémisphère, elle est obtenue par coulée du PDMS (RTV 141, Bluestar Silicones France SAS, France) dans un moule, pour un rayon de 12.5 mm. La cuisson se réalise à 80 °C pendant 3 heures. Son module d'élasticité est $E = 2.0 \pm 0.1$ MPa. Les propriétés d'élasticité des matériaux ont été déterminées à l'aide d'un viscoanalyseur MetravibVA4000 à 10 Hz.

Le dispositif "JKR" est utilisé pour caractériser les aires de contacts et le caractère adhésif de ces matériaux (Figure 2).



Figure 2 - Schéma du dispositif "JKR"

L'hémisphère est fixée sur un support, relié au capteur de force, avant d'établir le contact avec la surface horizontale. L'observation du contact se fait par l'intermédiaire d'une caméra CCD à travers la surface transparente.

3 Résultats et discussion

La figure 3 montre les trois modes observables de contact entre l'hémisphère et les surfaces structurées.



Figure 3 - Modes de contact entre l'hémisphère et les surfaces structurées

Ils dépendent de la hauteur h et de la largeur de plot L. Le mode a) est caractérisé par un contact unique sur le haut des plots ou l'aire de contact est décrite par le rayon a_t . A l'opposé du premier mode, le second est caractérisé à la fois par un contact sur le sommet et la surface inférieur qui entoure les piliers. C'est un rayon de contact qui arrive "en retard" et est appelé a_i (rayon de contact intime). Le troisième mode c) comprend donc les deux précédents. Ce rayon de contact retard parvient avec une force plus grande au centre du premier. En effet l'apparition du contact intime a besoin d'une force nécessaire pour que les plots soient comprimés dans l'hémisphère et/ou dans le substrat. Dans le tableau 1 et 2, se trouve un résumé des modes observés pour les forces considérées (< 9 N).

Largeur de plot <i>L</i>	4 µm	8 µm	16 µm	32 µm	64 μm	128 μm
Mode de contact	Mode a)	Mode c)		Mode b)		

Largeur de plot <i>L</i>	4 μm	8 µm	16 µm	32 µm	64 μm	128 µm	
Mode de contact	Mode a)			Mode c)			

Ces observations montrent que la largeur de plot et donc l'espacement entre plot influe sur le mode de contact entre l'hémisphère et la surface structurée. Dans le cas des piliers de 4 µm de hauteur, une transition de mode de contact a) au b) est observable avec une augmentation du rapport d'échelle des plots. Une transition de mode est aussi remarqué pour les surfaces où les piliers ont une hauteur de 16 µm. En effet dans ce cas, le contact reste uniquement au sommet des plots pour des largeurs *L* de 4 µm, 8 µm et 16 µm, donc pour des rapports $L/h \le 1$.

Les deux types de rayons de contact ne varient pas nécessairement simultanément, c'est pourquoi ils seront considérés de manière indépendante par la suite. Pour les substrats 4/4 et 128/4, les rayons de contacts a_t et a_i varient similairement avec la force de chargement (Figure 4).



Figure 4 - Variation du rayon de contact a_i et a_i pour différents modes de contact

Ceci suggère que ces surfaces structurées sont mécaniquement équivalentes. La rigidité du contact K peut être estimée par la théorie JKR par le tracé de $a^{3/2}/R$ en fonction de $F/a^{3/2}$ selon :

$$F = \frac{Ka^3}{R} - \sqrt{6\pi W Ka^3} \tag{1}$$

avec a le rayon de l'aire de contact, R le rayon de l'hémisphère, W l'énergie d'adhésion et K la constante d'élasticité. Dans le cas de nos surfaces structurées nous trouvons un accord avec la valeur théorique de la constante d'élasticité. Les forces utilisées sont assez élevées, conduisant à des indentations de profondeur d'une centaine de micromètres comparable à la largeur des piliers. La figure 5 montre que pendant la formation du contact entre l'hémisphère et les surfaces structurées, les comportements des rayons de contacts sur le sommet des plots sont identiques, alors que ceux entre plot présentent des comportements différents.

Tableau 2 - Mode de contact pour les piliers de hauteur 16 µm



Figure 5 - Variation des rayons de contact en fonction de la force normale et des substrats

Dans la gamme de forces considérée, on voit une différence entre les rayons a_i et a_t . En effet, les variations des rayons de contact a_i en fonction de la force normale, pour les rapports 8/4, 16/4, 32/16 et 64/16, présentent une hystérèse de contact. Il est intéressant de voir que nous avons trouvé une superposition pour le comportement du rayon de contact intime pour les paires 8/4 *vs* 32/16, 16/4 *vs* 64/16 et 32/4 *vs* 128/16, comme indiqué sur la figure 6.



Figure 6 - Variation du rayon de contact a_i en fonction de la force normale et des paires ayant un comportement d'échelle invariant

Le comportement des paires associées est similaire par une simple relation d'échelle qui comprend la largeur des plots L (distance de séparation) et leur hauteur h:

$$\frac{L_1}{h_1} \equiv \frac{L_2}{h_2} \ avec \ L_2 = \alpha L_1 \ et \ h_2 = \alpha h_1 \tag{2}$$

où α = 4 dans notre cas.

En plus des résultats des comportements invariants d'échelles, nous pouvons nous attendre à une invariance d'autres paramètres physiques, comme le volume total des plots sollicités lors du contact, pouvant participer à la réponse élastique. Un calcul simple montre que pour une aire de contact donnée, une variation du volume des plots pour les deux échantillons respecte le comportement invariant d'échelle. La remarque est similaire pour la constante d'élasticité des piliers.

4 Conclusion

A travers ces analyses, nos observations montrent des comportements invariants d'échelles pour des largeurs et hauteurs de piliers spécifiques. Différents modes de contact ont été détaillés sur les substrats microstructurés, montrant des mêmes transitions pour des rapports d'échelles équivalents. Les résultats montrent que la charge critique pour créer un contact intime est la même pour les motifs ayant une relation affine entre la largeur L (distance entre plot) et la hauteur h des plots. Un phénomène d'hystérèse a été montré et présente le même comportement pour des rapports d'échelles identiques. Ce comportement invariant d'échelle est valable uniquement pour des longueurs spécifiques, les hauteurs de piliers et les rigidités de contact. Nous étudions actuellement les limites mais en utilisant d'autres rapports de plots.

5 Références

- [1] Crosby, A. J.; Hageman, M.; Duncan, A. *Langmuir* **2005**, *21*, 11738-43.
- [2] Greiner, C.; Campo, A. D.; Arzt, E. *Langmuir* **2007**, *23*, 3495-502.
- [3] Lafuma, A.; Quéré, D. *Nature Materials* **2003**, *2*, 457-60.
- [4] Zhang, H.; Ding, W.; Law, K.-Y.; Cetinkaya, C. Powder Technology 2011, 208, 582-589.
- [5] Anselme, K.; Bigerelle, M. International Materials Reviews 2011, 56, 243-266.
- [6] Zhao, B.; Pesika, N.; Rosenberg, K.; Tian, Y.; Zeng, H.; McGuiggan, P.; Autumn, K.; Israelachvili, J. *Langmuir* **2008**, *24*, 1517-24
- [7] Jin, K.; Tian, Y.; Erickson, J. S.; Puthoff, J.; Autumn, K.; Pesika, N. S. *Langmuir* **2012**, *28*, 5737-42.
- [8] Spolenak, R.; Gorb, S.; Arzt, E. Acta biomaterialia 2005, 1, 5-13.
- [9] Gillies, A. G.; Fearing, R. S. *Langmuir* **2011**, *27*, 11278-81.