

# Nouvelle approche expérimentale pour l'analyse de la recouvrance viscoélastique d'un polymère vitreux non transparent.

**A. RUBIN<sup>a,b</sup>, D. FAVIER<sup>b</sup>, M. GIRAUDEL<sup>b</sup>, P. DANIEAU<sup>c</sup>, J-P. CHAMBARDE<sup>c</sup>, C. GAUTHIER<sup>a,b</sup>**

a. Université de Strasbourg – UFR de Physique et Ingénierie – Strasbourg (67) – France

b. CNRS – Institut Charles Sadron (UPR22) – Strasbourg (67) – France

c. HOLO 3 - Saint-Louis (68) - France.

[anne.rubin@ics-cnrs.unistra.fr](mailto:anne.rubin@ics-cnrs.unistra.fr)

## Résumé :

*L'objectif de cette étude est la compréhension des mécanismes rhéologiques pilotant la recouvrance d'une surface polymère ou composite préalablement soumise à une contrainte normale par un indenteur sphérique rigide. Pour réaliser cette étude, le premier point clé est la méthode de caractérisation expérimentale de la recouvrance. Notre équipe a développé un ensemble de dispositifs expérimentaux dédiés à l'étude des mécanismes physiques pilotant la mécanique du contact sur surfaces de polymères transparents sans être modèle dépendant dans l'analyse. L'étape actuelle est d'étendre cette étude aux polymères non transparents ou aux nanocomposites avec un second montage où l'application de la charge est assurée par un appareil UMT (Bruker) et la mesure de la recouvrance de l'empreinte est obtenue par une technique de déflectométrie optique Holomap® développée par le CRITT Holo3. Ce montage permet d'étudier les cinétiques de recouvrance viscoélastique/viscoplastique.*

## Abstract :

*Engineering polymers may undergo creep during their service life, even at low stress level. The aim of this work is to study the kinetics recovery of glassy polymeric surfaces after a creeping step obtained by surface confinement under a rigid spherical tip. To perform this study a tricky point is the experimental characterization technique used to measure the recovery phase. Our team developed a set of experimental devices dedicated to physical mechanisms analysis which control contact mechanics on polymeric surfaces without being model dependant. A first set-up developed for transparent polymer gives the evolution of the true contact area versus the time for the creep phase and the evolution of the volume of the residual imprint for the recovery phase. The current step is to transfer our knowledges to non-transparent polymers. A second set-up was developed where the recovery imprint is obtained via an optical deflectometry technique. This set-up allows the analysis of viscoelastic/ viscoplastic recovery kinetics of non transparent polymer surfaces.*

**Mots clefs : rhéologie, surface, polymère, fluage, recouvrance.**

## 1 Introduction

L'objectif de cette étude est la compréhension des mécanismes rhéologiques pilotant la recouvrance d'une surface polymère ou composite préalablement soumise à une contrainte normale générée par un indenteur sphérique rigide. Dans beaucoup d'applications les polymères techniques sont soumis à des contacts statiques entraînant un fluage dans le contact. Il est donc intéressant de comprendre le lien entre la microstructure du système polymère et sa cinétique de recouvrance de surface en fonction d'une déformation imposée. Cette connaissance permettra à terme de pouvoir adapter la microstructure du système polymère en vue d'un contrôle fin de la cinétique de recouvrance.

## 2 Dispositif expérimental

Pour réaliser cette étude, le premier point clé est la méthode de caractérisation expérimentale de la recouvrance. Notre équipe a développé un ensemble de dispositifs expérimentaux dédiés à l'étude des mécanismes physiques pilotant la mécanique du contact sur surfaces de polymères sans être modèle dépendant dans l'analyse. Un premier montage adapté aux polymères transparents permet la mesure de l'aire de contact réelle lors du fluage et du volume résiduel de l'empreinte lors de la recouvrance. Les travaux de thèse de T. Chatel [1] sur PMMA ont permis d'identifier les comportements viscoélastiques linéaires ou non en fonction de la déformation, de la température, du temps de fluage... L'apparition dans le contact d'une déformation permanente localisée bloquerait les écoulements lors de la phase de recouvrance. L'étape actuelle est d'étendre cette étude aux polymères non transparents ou aux nanocomposites avec un second montage. La difficulté instrumentale principale est de pouvoir suivre l'évolution de l'empreinte pendant la phase de fluage puis pendant la phase de recouvrance. Pour la phase de recouvrance, la solution retenue est de mesurer la topographie de l'empreinte par une technique de déflectométrie optique Holomap® développée par le CRITT Holo3. Cette technique optique nécessite que les empreintes soient de tailles millimétriques avec des pentes pas trop abruptes. Pour ce faire le contact échantillon / indenteur est assuré par des indenteurs de grands rayons soumis à de fortes charges (UMT Tribolab - Bruker,  $1\text{N} < F_n < 1000\text{N}$ ). L'intérêt de ces indenteurs de grands rayons est double puisqu'ils vont permettre également de visualiser le contact à travers l'indenteur pendant la phase de fluage et d'imposer des déformations faibles dans le contact.

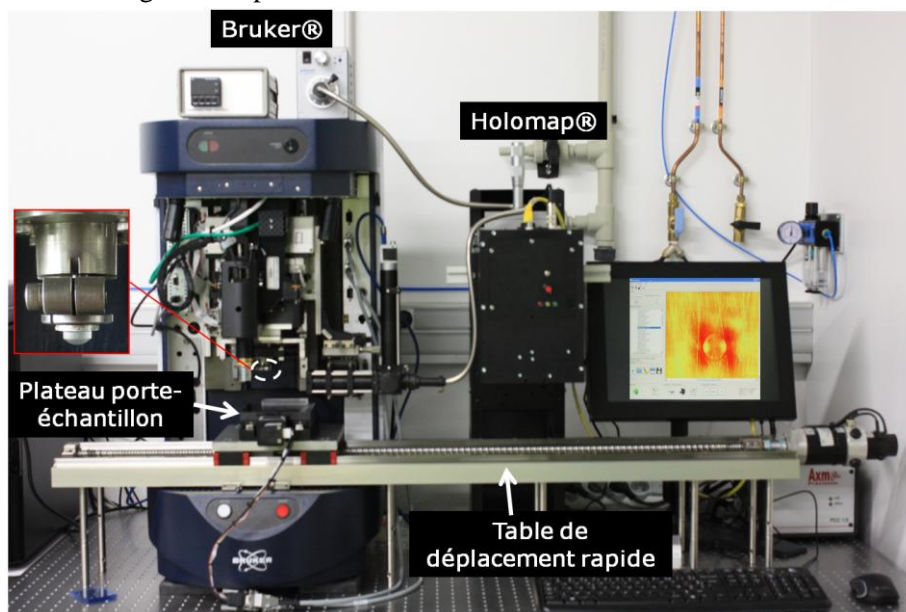


Figure 1 : nouveau banc de mesure dédié aux polymères non transparents.

Une expérience se déroule de la façon suivante : l'échantillon, placé sous la tête de l'UMT Tribolab, est soumis à une étape de fluage par via un indenteur sphérique rigide de grand diamètre ( $3\text{mm} < R < 51\text{ mm}$ ). Après un temps de fluage déterminé, l'indenteur est retiré et le plateau porte-échantillon déplace l'échantillon sous la tête de mesure Holomap à la vitesse de  $500\text{ mm/min}$ . La mesure de la recouvrance de l'empreinte est alors déclenchée environ  $2\text{s}$  après la fin de la phase de fluage et les mesures sont programmées à intervalles de temps logarithmique.

### 3 Résultats et discussions

#### 3.1 Validation du montage

Une première étape a été la validation du montage en comparant :

- des profils d'empreintes entre un profilomètre mécanique et l'appareil Holomap® ;
- les résultats obtenus sur du PMMA de l'ancien montage décrit dans [1] et ce nouveau montage.

Des empreintes plastiques ont été réalisées sur échantillons non transparents (ABS, fournis par Mäder) afin de valider la capacité de mesures de l'appareil avec la précision attendue. La figure 2a compare les profils d'une empreinte plastique obtenus avec un profilomètre mécanique et l'appareil Holomap®. Pour des empreintes de diamètres millimétriques l'objectif est pleinement atteint. Dans l'état actuel du développement de l'appareil Holomap® la reconstruction du relief à partir des pentes limite les mesures à des pentes inférieures à  $17^\circ$ .

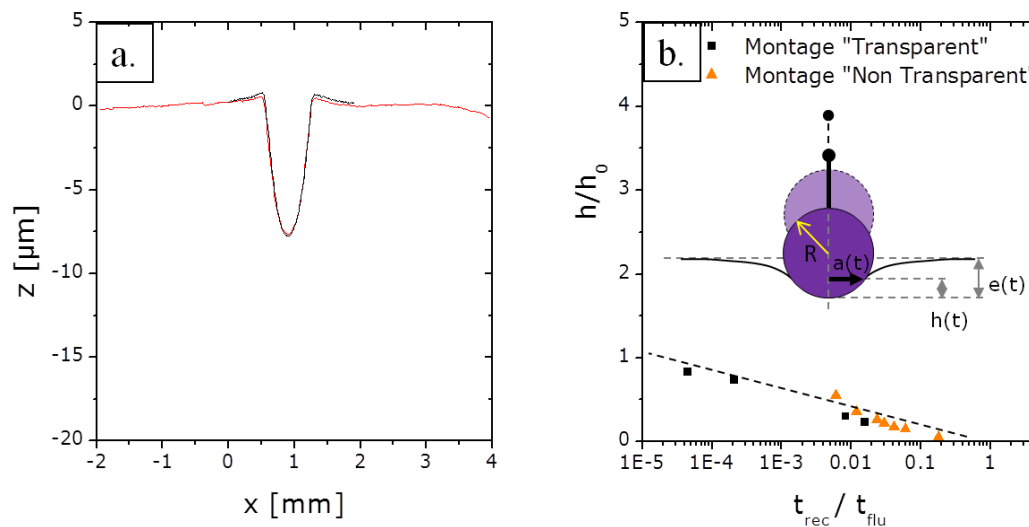


Figure 2 : (a) profils Holomap® (noir) et profilomètre mécanique (rouge) d'une empreinte plastique obtenue avec un indenteur de rayon  $1,5\text{ mm}$  et une force normale  $50\text{N}$  sur un échantillon d'ABS; (b) comparaison de l'évolution de la profondeur d'une empreinte  $h(t)$  sur un échantillon de PMMA soumis à une déformation initiale de  $2\%$  en fonction du temps de recouvrance  $t_{\text{rec}}$  normalisé par le temps de fluage imposé  $t_{\text{flu}}$ , pour le montage historique (■) et le nouveau montage (▲).

Le second point a été de vérifier que dans des conditions de fluage imposé identiques, i.e. pour une déformation  $\epsilon$  en fin de fluage identique ( $\epsilon = 0.2 a/R$  où  $a$  est le rayon de contact et  $R$  le rayon de l'indenteur), la mesure de recouvrance était comparable entre le montage dédié à l'étude des matériaux transparents et le nouveau montage dédié à l'étude des matériaux non transparents. Un exemple

d'évolution de la profondeur  $h$  de l'empreinte normalisée par la profondeur  $h_0$  en fin de fluage en fonction du temps de recouvrance normalisé par le temps de fluage est proposé pour une déformation moyenne imposée  $\epsilon \sim 0.02$  après une phase de fluage de  $10^4$  s (Fig. 2b). Les résultats des deux montages sont en accord.

### 3.2 Mesures sur polymères non transparents

Des tests préliminaires ont été réalisés sur des échantillons de PMMA chargés de 0.05% en poids de nanotubes de carbone. Ces échantillons sont parfaitement opaques et brillants. La figure 3a montre la recouvrance d'une empreinte au cours du temps après une étape de fluage de  $10^4$  s et une déformation en fin de fluage  $\epsilon \sim 0.026$ . La recouvrance de l'empreinte est presque totale. Cela indique que dans le cas proposé de la plasticité apparaît au cours de l'étape de fluage (viscoplasticité). La figure 3b montre l'évolution de la profondeur  $h$  de l'empreinte normalisée par la profondeur  $h_0$  en fin de fluage en fonction du temps de recouvrance normalisé par le temps de fluage de  $10^4$  s pour différentes déformations moyennes imposées. Pour la déformation imposée la plus faible, la recouvrance est totale contrairement aux déformations imposées les plus élevées [2].

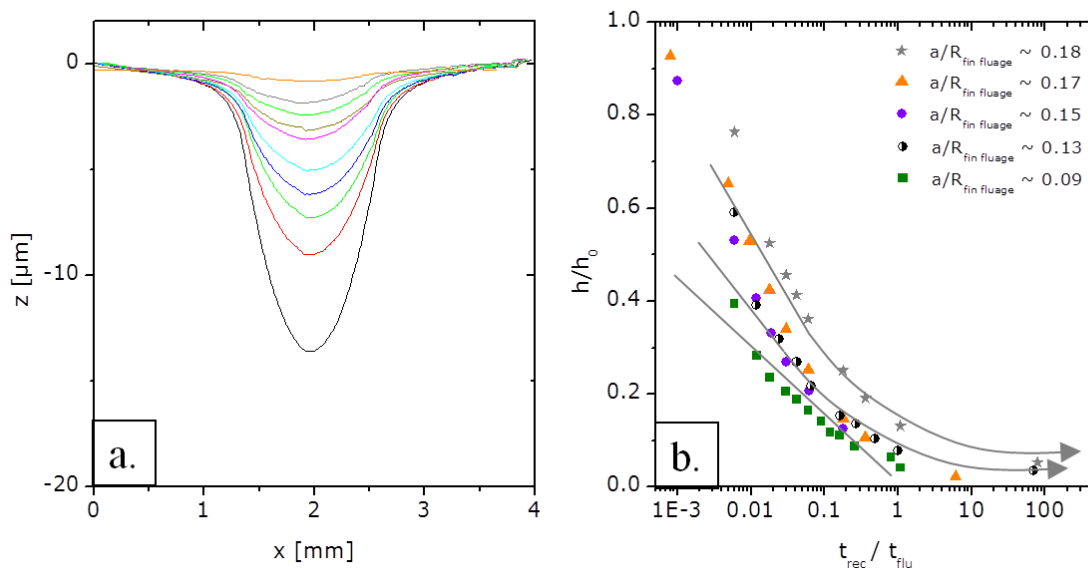


Figure 3 : (a) profils Holomap® de la recouvrance d'une empreinte sur PMMA/MWCNT 0.05% en poids après une phase de fluage de  $10^4$  s ( $R = 5$  mm,  $F_n = 100$  N,  $a/R_{\text{fin fluage}} \sim 0.13$ ) ; (b) évolution de la profondeur de l'empreinte  $h(t)$  normalisée par la hauteur  $h_0$  en fin de fluage en fonction du temps de recouvrance normalisé par le temps de fluage de  $10^4$  s pour différentes déformations.

L'étape actuelle est d'étudier les lois de comportement phénoménologique de cette recouvrance viscoélastique / viscoplastique en fonction du type de fluage imposé à partir du modèle de Maxwell généralisé.

## 4 Conclusions et perspectives

Un nouveau banc de mesure permettant l'analyse de la recouvrance sur des polymères non transparents a été validé en comparant :

- des mesures de la topographie de surface par déflectométrie optique ou par profilométrie mécanique ;
- des mesures de recouvrance sur PMMA avec le montage dédié aux matériaux transparents et avec le nouveau montage dédié aux matériaux non transparents.

Des premiers essais de recouvrance ont été réalisés sur un polymère opaque et brillant (PMMA chargé) et ont montrés que la recouvrance pouvait être viscoélastique ou viscoélastique / viscoplastique en fonction de l'état de déformation atteint pendant la phase de fluage. Des études d'approfondissement sont en cours.

Ce nouveau montage permettra d'étudier la recouvrance de matériaux complexes (matériaux composites, matériaux cicatrisants) afin de corrélérer la rhéologie à la structure de la matière par des lois phénoménologiques classiques.

## Références

- [1] T. Chatel, C. Gauthier, H. Pelletier, V. Le Houérou, D. Favier, R. Schirrer, Creep of the contact with a spherical tip and recovery of the imprint on amorphous polymer surfaces, J. Phys. D: Appl. Phys. 44 (2011) 375403(10p).
- [2] A. Rubin, D. Favier, M. Giraudel, P. Danieau, J-P. Chambard, C. Gauthier, en préparation, avril 2015.