

GROUPE FRANCAIS DE RHEOLOGIE  
18e Colloque Annuel - Paris 1983

METHODES ET APPAREILS  
DE MESURES RHEOLOGIQUES

*METHODS AND DEVICES  
FOR RHEOLOGICAL MEASUREMENTS*

Textes réunis par  
Christian HUET et Stéphane RICHEMOND

18e Colloque Annuel du Groupe Français de Rhéologie

COMITE D'HONNEUR

HONORARY COMMITTEE

Maurice JOLY

Bernard PERSOZ

Pierre HABIB

Robert COURTEL

Anciens Présidents du Groupe

COMITE D'ORGANISATION

Président : Christian HUET, Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, Paris

Secrétaire : Stéphane RICHEMOND, Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, Paris

Trésorier : Jean-Paul BOMBLED, Centre d'Etudes et de Recherches de l'Industrie des Liants Hydrauliques, Paris

avec la participation des Elèves de l'Ecole Nationale des Ponts et Chaussées

Edition: Groupe Français de Rhéologie

12, rue Brancion - F 75015 PARIS

ISBN 2-905774-00-2

Laboratoire de Mécanique Physique

Université Paris 12 - F 94010 CRETEIL

CAHIERS DU GROUPE FRANCAIS DE RHEOLOGIE

t.VI n°4

18e Colloque Annuel du Groupe Français de Rhéologie

Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, Paris

30 novembre, 1er et 2 décembre 1983

METHODS ET APPAREILS  
DE MESURES RHEOLOGIQUES

METHODS AND DEVICES  
FOR RHEOLOGICAL MEASUREMENTS

Textes réunis par

Christian HUET

Directeur du Centre d'Enseignement et de Recherches  
en Matériaux de Construction

Professeur à l'Ecole Nationale des Ponts et Chaussées

Président du Groupe Français de Rhéologie

et

Stéphane RICHEMOND

Maître de Conférences à l'Ecole Nationale des Ponts et Chaussées  
Secrétaire-Adjoint du Groupe Français de Rhéologie

## SOMMAIRE

### CONTENTS

Pages

#### ALLOCATION D'OUVERTURE

OPENING SPEECH

C. HUET

9

#### PREMIERE JOURNEE

##### VISCOSIMETRE ROTATIF A CYLINDRES COAXIAUX ENTRAINE PAR UN LIQUIDE MAGNETIQUE

ROTATING VISCOMETER DRIVEN BY A MAGNETIC LIQUID  
J.P. BRANCHER, M. LUCIUS

13

##### UN VISCOSIMETRE POUR L'ETUDE DES HUILES DE MOTEUR SOUS GRADIENT DE VITESSE ELEVEE

A VISCOMETER FOR THE STUDY OF MOTOR OILS SUBMITTED  
TO HIGH VELOCITY GRADIENTS  
G. ROUSSEL, J. du PARQUET

23

##### METHODE DE MESURE DU TEMPS CARACTERISTIQUE DES SOLUTIONS DILUEES DE POLYMERE

EXPERIMENTAL METHOD FOR THE DETERMINATION OF  
THE CHARACTERISTIC TIME OF DILUTED POLYMER SOLUTIONS  
A. AMBARI, C. DESLOUIS, B. TRIBOLLET

41

##### REALISATION D'UN VISCOSIMETRE A CYLINDRES COAXIAUX DE LABORATOIRE ACHIEVEMENT OF A LABORATORY COAXIAL VISCOSIMETER

A. DOUSTENS, J.M. ARIBERT, F. SEVIER, S. SFILIO

51

##### MESURE DE LA VISCOSITE ELONGATIONNELLE D'UNE SOLUTION DILUEE DE POLYMERE

MEASUREMENT OF THE EXTENSIONAL VISCOSITY  
OF A DILUTED POLYMER SOLUTION  
A. AMBARI, D. BENSEDDIK, E. GUYON

65

##### SUR UNE METHODE GLOBALE D'APPROCHE DE CERTAINES CARACTERISTIQUES D'UN MATERIAU METALLIQUE DANS LE DOMAINE THERMO-ELASTO-PLASTIQUE

ON A GLOBAL APPROACH METHOD TO SOME CHARACTERISTICS  
OF A METALLIC MATERIAL IN THE THERMO-ELASTO-PLASTIC FIELD  
R. MAZET

77

##### MESURES DES PROPRIETES RHEOLOGIQUES DYNAMIQUES DES TISSUS BIOLOGIQUES MEASUREMENTS OF THE DYNAMICAL RHEOLOGICAL PROPERTIES OF BIOLOGICAL TISSUES

D. GEIGER, D. TREVISAN, C. ODDOU

83

##### CARACTERISATION DES MATERIAUX PAR L'ETUDE DES VIBRATIONS TRANSVERSALES FORCEES DES BARRES DOUEES D'AMORTISSEMENT STRUCTURAL

CHARACTERISATION OF MATERIALS THROUGH THE STUDY OF  
TRANSVERSAL VIBRATIONS OF BARS WITH STRUCTURAL DAMPING  
J.L. LALUBIN, F. LEVRON, P. LOUDETTE, B. JUGE

95

	Pages
PROPRIETES VISCOELASTIQUES DES SOLIDES DETERMINEES PAR DES METHODES DE PROPAGATION D'ONDES TRANSITOIRES <i>TRANSIENT WAVE PROPAGATION METHODS FOR THE DETERMINATION OF THE VISCOELASTIC PROPERTIES OF SOLIDS</i> R.H. BLANC	107
DISPOSITIF EXPERIMENTAL POUR L'ETUDE DU CHOC D'ALLIAGES DE POLYMERES PAR FLEXION DYNAMIQUE <i>EXPERIMENTAL DEVICE FOR THE STUDY IN DYNAMICAL BENDING OF POLYMERIC ALLOYS</i> S. SAHRAOUI, J.L. LATAILLADE	136
MESURE DES COEFFICIENTS ELASTIQUES COMPLEXES DE MATERIAUX ANISOTROPES A L'AIDE D'UN INTERFEROMETRE ULTRASONORE ASSISTE PAR ORDINATEUR <i>MEASUREMENTS OF COMPLEX ELASTIC COEFFICIENTS OF ANISOTROPIC MATERIALS THROUGH A COMPUTER ASSISTED ULTRASONIC INTERFEROMETER</i> B. HOSTEN, M. DESCHAMPS	145
<b>DEUXIEME JOURNEE</b>	
LES INSTRUMENTS DE MESURES POUR ESSAIS DYNAMIQUES APPLICATION AU LABORATOIRE ET EN PRODUCTION : <i>MEASUREMENTS DEVICES FOR DYNAMICAL TESTING : LABORATORY AND PRODUCTION APPLICATIONS</i> A. FRANCK	157
PRESENTATION D'UN NOUVEAU TYPE DE RHEOMETRE : LE RHEOMETRE A BILLE <i>A NEW TYPE OF RHEOMETER : THE BALL RHEOMETER</i> B. GAUTHIER MANUEL	175
QUELQUES METHODES D'EVALUATION DES PROPRIETES RHEOLOGIQUES TRANSITOIRES DES CORPS VISCOELASTIQUES EVOLUTIFS <i>SOME METHODS FOR THE EVALUATION OF TRANSIENT RHEOLOGICAL PROPERTIES OF VISCOELASTIC BODIES WITH VARYING PROPERTIES</i> G. MARIN, J.P. MONTFORT, Ph. MONGE	185
UTILISATION D'UN CAPTEUR OPTIQUE POUR L'ETUDE DES PHENOMENES DE PROPAGATION D'ONDES DANS LES MILIEUX SOLIDES <i>USE OF AN OPTICAL SENSOR FOR THE STUDYING OF WAVE PROPAGATION PHENOMENA IN SOLID MEDIA</i> S. BRETONNIERE, J.P. DESROCHE	193
METHODES POUR LA CARACTERISATION RHEOLOGIQUE DES ONDES MICRONISEES <i>METHODS FOR THE RHEOLOGICAL PROPERTIES OF MICRONIC POWDERS</i> T. MATHIA, F. LOUIS	201
THERMOGRAPHIE INFRAROUGE DES SABLES CISAILLES <i>INFARED THERMOGRAPHY OF SHEARED SANDS</i> M. P. LUONG	235
ETUDE CRITIQUE DES ESSAIS CLASSIQUES DE FLUAGE ET DE RELAXATION DU BETON DURCI <i>CRITICAL STUDY FO THE CLASSICAL CREEP AND RELAXATION TESTS OF HARDENED CONCRETE</i> P. ACKER, A. BARRAL	243

	Pages
INSTALLATION DE FLUAGE POUR TEMPERATURES ELEVEES <i>CREEP TESTING EQUIPMENT FOR HIGH LEVEL TEMPERATURE</i> J.P. CHARPENTIER	253
PESONS POUR LA MESURE DE RELAXATION DE CABLES DE FORTE PUISSANCE <i>LOAD CELLS FOR RELAXATION MEASUREMENTS OF HEAVY DUTY ROPES</i> S. BRETONNIERE, J.P. GOURMELON	261
AMELIORATION DES APPAREILS D'ESSAIS TRIAXIAUX POUR LES SOLS ET BETONS <i>IMPROVMENTS OF TRIAXIAL TESTING DEVICES FOR SOILS AND CONCRETE</i> J.C. ROBINET, M. MOHKAM, T. DOAHN, J.M. TORRENTI	267
APPAREILLAGE MODULAIRE POUR L'ETUDE DES ARGILES MOLLES NATURELLES <i>MODULAR APPARATUS FOR THE STUDY OF SOFT NATURAL CLAYS</i> D. DEVEAUX, D. AMOROS	279
<b>TROISIEME JOURNEE</b>	
DETERMINATION DES CARACTERISTIQUES MECANQUES DES ROCHES A HAUTE TEMPERATURE A PARTIR DE L'ESSAI DE POINCON <i>DETERMINATION OF MECHANICAL PROPERTIES OF ROCKS UNDER HIGH TEMPERATURE BY MEANS OF PUNCHING TEST</i> J. BERGUES, J.P. CHARPENTIER, P. HABIB	293
APPAREIL DE CISAILLEMENT DES SOLS PAR TORSION D'UN CYLINDRE CREUX <i>APPARATUS FOR THE TESTING OF SOILS THROUGH TORSION OF A HOLLOW CYLINDER</i> J.C. ROBINET, Y. GOLCCECH, M. DEFFAYET, D. FAU	303
NOUVELLES METHODES DE MESURE DE LONGUEUR DE FISSURE EN COURS DE PROPAGATION DANS LES MATERIAUX FRAGILES NON CONDUCTEURS <i>NEW METHODS FOR LENGTH MEASUREMENTS OF EVOLUTING CRACKS IN BRITTLE NON CONDUCTING MATERIALS</i> E. MOREL, J.P. HENRY	313
MACHINE DE CISAILLEMENT BIAXIAL DES PANNEAUX DE MAÇONNERIE <i>BIAXIAL SHEARING APPARATUS FOR MASONRY</i> J.C. ROBINET, J.M. TORRENTI, M. SABAITI	321
CONCEPTION D'UNE MACHINE DE TRACTION BIAXIALE : APPLICATION A L'ETUDE DU COMPORTEMENT DU PAPIER <i>DESIGN OF A BIAXIAL TRACTION MACHINE AND APPLICATION TO THE STUDY OF PAPER BEHAVIOUR</i> S. DUBROCA, J. POUYET, J. POUSTIS, J.L. LATAILLADE	329
METHODE DE MESURE DES CARACTERISTIQUES VISCOELASTIQUES D'UNE RESINE FILMOGENE <i>MEETHOD FOR MEASURING THE VISCOELASTIC BEHAVIOUR OF A FILM FORMING RESIN</i> J. BOUTON AV GINDRE	339
METHODE INFORMATISEE POUR LA CARACTERISATION DU COMPORTEMENT DU PAPIER DANS UN DES STADES DE SA TRANSFORMATION <i>SOFT SYSTEM ANALYSING THE PAPER BEHAVIOUR IN ONE OF ITS CONVERSION STAGES</i> J.C. POMMIER, J. POUSTIS	351
APPAREILLAGE POUR L'ETUDE DE FILMS BITUMINEUX SOUS FAIBLE EPAISSEUR <i>APPARATUS FOR THE INVESTIGATION OF THIN FILMS OF BITUMEN</i> F. DERKX, J. CAMPIN, C. SUCH	365

LES COLLOQUES ANNUELS DU GROUPE FRANCAIS DE RHEOLOGIE (1965-1985)  
THE ANNUAL COLLOQUIA OF THE FRENCH GROUP OF RHEOLOGY (1965-1985) 384

LE GROUPE FRANCAIS DE RHEOLOGIE  
THE FRENCH GROUP OF RHEOLOGY 385

#### ALLOCUTION D'OUVERTURE

C. HUET, Président du Groupe Français de Rhéologie

Opening speech

Mesdames, Messieurs, mes Chers Collègues,

Je vous souhaite la bienvenue à ce 18e Colloque national annuel du GFR, consacré cette année aux méthodes et appareils de mesures rhéologiques.

Ce thème important n'avait, jamais été traité en tant que tel dans la série de nos Colloques. Par ailleurs, la nécessaire brièveté des communications que les chercheurs sont amenés à faire dans différentes manifestations leur font souvent privilégier la présentation des résultats au détriment de la description des moyens par lesquels ceux-ci ont pu être obtenus. Et pourtant cette description des moyens, des méthodes, des appareillages permet de mettre en évidence les difficultés parfois considérables que présente la détermination des comportements rhéologiques des matériaux. Ceci est d'une importance fondamentale non seulement pour garantir, grâce à la possibilité d'une étude critique, la validité de ces résultats, mais aussi pour permettre les échanges et transferts de connaissances indispensables au progrès général.

C'est pourquoi il est apparu l'an dernier au Conseil du Groupe qu'il était particulièrement utile et opportun de consacrer spécialement la totalité de l'un de nos Colloques à ce thème important.

Que ce projet répondait à l'attente des rhéologues est attesté par le grand nombre des projets de communications reçus, dont 33 furent retenus. Ceci nécessita de porter à 3 journées la durée du Colloque initialement prévu pour 2 jours. Par ailleurs, le nombre de personnes présentes dans cette salle et d'inscriptions reçues, attestent également l'intérêt soulevé par ce thème.

Il est vrai que sans méthodes convenablement conçues et sans appareils convenablement élaborés, l'activité rhéologique ne serait que jeu stérile.

Le Groupe en était depuis longtemps conscient et envisageait de longue date d'accentuer son action à ce sujet. C'est par exemple dans cet optique, que le Groupe a créé la catégorie des membres correspondants spécialement destinée aux fournisseurs d'appareillages de rhéologie.

L'initiative récente prise par l'un des membres du Groupe de proposer au Conseil la création en son sein d'une commission spécialisée pour l'étude de ce thème et des actions qui pourraient être entreprises à ce sujet, devrait d'ailleurs permettre dans l'avenir d'amplifier l'activité du Groupe en ce domaine.

Le thème qui nous réunit aujourd'hui se caractérise évidemment par la variété des sujets abordés aussi bien que par la difficulté des problèmes à résoudre.

Parmi les conférences que vous pourrez suivre au cours de ces trois journées, 7 communications seront consacrées aux fluides, 7 aux conditions dynamiques de sollicitation, 3 aux conditions extrêmes de température ou d'intensité de sollicitation mécanique, 5 seront consacrées aux sollicitations multi-axiales et 4 seront consacrées aux structures ou phénomènes superficiels. Par contre une seule communication est consacrée dans ce Colloque à l'étude directe des effets thermiques. Ceci nous fera d'autant plus apprécier la communication sur la thermographie infra-rouge qui vous sera ainsi présentée et qui ouvre la voie sans doute à ce qui semble être appelé à un grand développement en cette période où les problèmes d'énergie prennent une importance chaque jour accrue.

Malgré un appel explicite, une seule communication est consacrée à un travail critique sur les méthodes d'essais existantes, travail d'où émergent d'ailleurs de nouvelles propositions. Quoi qu'il en soit, les journées que nous vous proposons apparaissent, dès la lecture du programme, d'une très grande densité en même temps que d'une grande importance pratique. C'est pourquoi, sans plus attendre, je déclare ouvert le 18e Colloque du GFR.

Avant de passer la parole à Monsieur JOLY, Directeur de Recherches honoraire au CNRS et Ancien Président du Groupe, qui a bien voulu accepter de présider la première session, je vous signale encore que le thème du 19e Colloque annuel est déjà fixé. Il aura lieu en novembre 1984 et sera consacré à la Rhéologie des matériaux anisotropes. Des appels aux communications et feuilles de pré-inscription seront mises à votre disposition au cours du présent Colloque.

Je vous rappelle enfin que ce Colloque s'accompagne d'une exposition de matériels par des fournisseurs ou des auteurs de communications. Cette exposition se tient dans le hall d'entrée, sous les bustes des précurseurs de la Rhéologie que sont entre autres NAVIER, CAUCHY, VICAT, SAINT-VENANT ou TRESCA, qui tous furent Elèves ou Enseignants dans cette Ecole.

J'en profite pour remercier dès maintenant Monsieur HIRSCH, Directeur de l'Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, laquelle, depuis maintenant plusieurs années, accueille notre Colloque annuel.

## PREMIERE JOURNEE

## VISCOSIMETRE ROTATIF A CYLINDRES COAXIAUX ENTRAINE PAR UN LIQUIDE MAGNETIQUE\*

ROTATING VISCOMETER DRIVEN BY A MAGNETIC LIQUID

J.P. BRANCHER, M. LUCIUS - LEMTA 2, rue de la Citadelle - 54000 NANCY

### RESUME

Nous présentons ici, un système original d'entraînement d'un viscosimètre de Couette, basé sur la mise en rotation d'un liquide magnétique placé dans un champ magnétique tournant. Pour l'instant ce dispositif est utilisé en hérorhéologie.

### ABSTRACT

In this paper, we present a Couette viscometer driven by a magnetic liquid moving in a rotating magnetic field. This apparatus is intended for rheological studies of blood.

### 1. INTRODUCTION

Les problèmes qui se posent en hérorhéologie, nécessitent lors de leurs études expérimentales, l'utilisation de dispositifs particuliers. Il est intéressant de travailler à contrainte imposée pour déterminer par exemple le seuil d'écoulement ou de disposer d'un système de débrayage performant pour étudier la phase de ralentissement d'un écoulement de Couette. Le viscosimètre que nous présentons ici répond à ces exigences. Son entraînement n'est pas réalisé par un système mécanique mais par un champ magnétique tournant (à la vitesse  $\omega_0$ ) agissant sur du ferrofluide (cf. [1]) constituant en quelques sorte la partie mobile du viscosimètre. L'action du champ magnétique sur un cylindre de ferrofluide (immérgé dans le liquide à tester) induit une rotation en bloc  $\omega$  stable, de ce dernier. Le fonctionnement est de type asynchrone avec un glissement  $g = 1 - \omega/\omega_0$  qui varie de 0 lorsque le frottement sur le cylindre mobile est nul, à 1 pour des frottements très importants.

Cette plage de variation doit nous permettre en particulier de déterminer le seuil d'écoulement du sang par le calcul du couple à  $g = 1$ . Le débrayage s'obtient en annulant brutalement le champ magnétique et la faible inertie du système doit permettre de mettre en évidence les effets de mémoire évanescence qui pourraient apparaître.

\*Communication au 18e colloque du Groupe Français de Rhéologie [30 nov-2. Déc. 1983].

## 2. PRINCIPE DE FONCTIONNEMENT

Le principe repose sur la mise en rotation d'un liquide magnétique placé dans un champ magnétique tournant.

Un liquide magnétique ou ferrofluide est une suspension colloïdale de grains magnétiques. L'application d'un champ  $\vec{H}$  constant dans le temps fait apparaître une aimantation volumique de la forme :  $\vec{M} = \chi(H)\vec{H}$  où  $\chi(H)$  est la susceptibilité apparente. Elle dépend de l'intensité du champ. Pour les champs faibles la loi linéarisée s'écrit  $\vec{M} = \chi_0 \vec{H}$ ,  $\chi_0$  est de l'ordre de 0,1 - 0,5. Pour les champs forts le milieu se sature :  $\vec{M} = M_s \vec{H}/H$ . L'aimantation de saturation  $M_s$  est de l'ordre de quelques centaines de Gauss.

En dynamique, la loi d'aimantation n'est pas isotrope et s'écrit (cf. [1]).

$$(1) \begin{cases} \vec{H} \cdot \vec{v} = \frac{M}{\chi} + \tau \frac{dM}{dt} \\ \vec{H} - (\vec{H} \cdot \vec{v}) \vec{v} = \tau' (\vec{\omega} - \vec{\Omega}) \wedge \vec{M} \end{cases}$$

où  $\vec{v} = \frac{d\vec{M}}{dt}$ ,  $\frac{d\vec{v}}{dt} = \vec{\omega} \wedge \vec{v}$ ,  $\frac{d}{dt}$  est la dérivée particulaire et  $\vec{\Omega}$  le vecteur tourbillon.

$\tau$  et  $\tau'$  sont deux constantes de temps liées à deux phénomènes de relaxation contrôlés respectivement par le rapport des énergies d'agitation thermique et dissipation visqueuse et par le rapport couple magnétique et couple de frottement du liquide porteur sur les grains en suspension.

si  $\vec{H}$  est uniforme, d'intensité constante, tournant à la vitesse  $\omega_0$ , il existe alors une solution synchrone, déphasée de  $\delta$ , uniforme, d'intensité constante lorsque le liquide est entraîné en bloc ( $\vec{\Omega} = \text{constante}$ ).

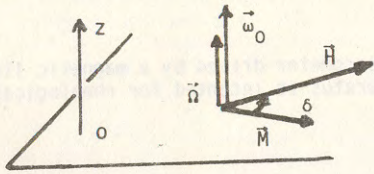


Figure 1

Le couple qui s'exerce sur un volume  $A_0$  de ferrofluide, baignant dans un fluide non magnétique se calcule par intégration du moment de la densité surfacique d'effort définie sur la frontière  $\partial A_0$  (cf. [1]). Dans le cas présent on obtient simplement :

$$(4) \vec{C}_m = \mu_0 \vec{M} \wedge \vec{H} A_0$$

La composante du couple  $C_m$  sur  $oz$  est alors

$$C_m = \mu_0 M H A_0 \sin \delta$$

d'après (2) on obtient :

$$(5) C_m = \mu_0 \tau' (\omega_0 - \Omega) M^2 A_0 \text{ où } M \text{ est donné par (3).}$$

Si le ferrofluide est contenu dans un cylindre circulaire, on montre (cf. [2]) que si le champ appliqué est uniforme, le champ propre (créé par le ferrofluide) est aussi uniforme, même si l'aimantation n'est pas parallèle au champ. D'autre part, si la température est uniforme, un liquide magnétique homogène, n'a pas de mouvement relatif par rapport au cylindre qui le contient. On peut alors utiliser le calcul précédent. Le cylindre doit alors être soumis à un

couple résistant qui équilibrera le couple magnétique afin de maintenir une rotation uniforme. Dans le cas du viscosimètre présenté ici, c'est le couple de frottement du liquide non magnétique extérieur qui s'opposera au couple magnétique moteur.

## 3 - DESCRIPTION DE L'APPAREIL

Le viscosimètre (cf. Figures 2,3) est constitué de deux cylindres coaxiaux. Le cylindre intérieur est rempli de liquide magnétique et est placé dans le cylindre de plus grand diamètre préalablement rempli du liquide à étudier, de telle sorte que le cylindre intérieur tout en étant pratiquement immergé puisse flotter. Le système est alors soumis à un champ magnétique tournant créé par deux bobines d'Helmholtz orthogonale alimentées par des courants en quadrature. Le liquide magnétique, ainsi que le cylindre intérieur sont alors animés d'un mouvement de rotation dont la vitesse permet d'accéder à la viscosité apparente. Le cylindre intérieur est centré grâce aux efforts de tension superficielle. On peut aussi utiliser un champ vertical constant pour centrer l'équipage mobile.

La partie mobile n'est soumise qu'aux seules contraintes exercées par le liquide que l'on teste. Le couple moteur est imposé par l'intensité du courant alimentant les bobines (à fréquence donnée). On mesure le cisaillement  $\gamma$  et on traite le signal suivant le schéma de la figure 4.

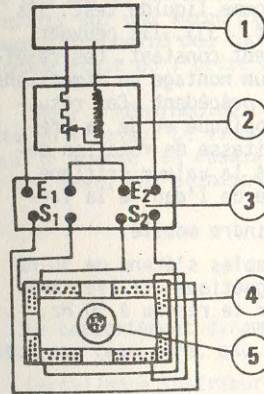


Figure 2  
1, générateur basse fréquence; 2, déphaseur; 3, amplificateur.  
4, bobines d'Helmholtz; 5, cylindres coaxiaux.

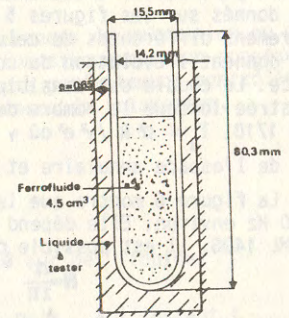


Figure 3



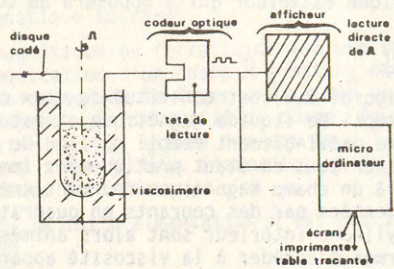


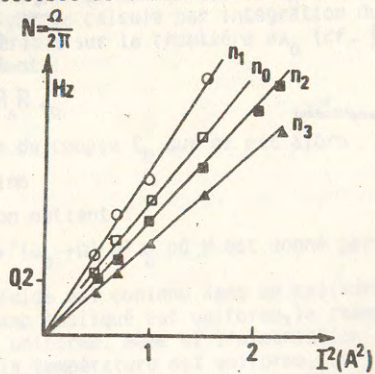
Figure 4

#### 4 - ESSAIS

Le ferrofluide utilisé est du FML 140 Gauss de la Georgia Pacific Corporation.

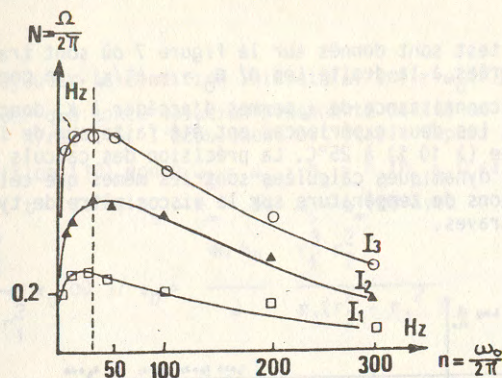
Des premiers essais ont été réalisés avec de l'eau comme liquide test. Ils ont servi tout d'abord à vérifier l'approche théorique. (Cf. [3]). Ils peuvent d'autre part servir à étalonner l'appareil en fonctionnement constant. Les résultats donnés sur les figures 5 et 6 ont été effectués sur un montage de dimensions légèrement différentes de celui décrit dans le paragraphe précédent. Ces résultats donnent l'évolution du couple en fonction du champ appliqué et de la fréquence. Le couple est sensiblement proportionnel à  $\Omega$  la vitesse de rotation enregistrée lorsque le nombre de Taylor  $T_a$  reste inférieur à la valeur critique  $T_c \sim 1710$ .  $T_a = \Omega^2 R / \gamma^2 e^3$  où  $\gamma$  est la viscosité cinématique de l'eau,  $e$  la largeur de l'espace annulaire et  $R$  le rayon extérieur du cylindre mobile.

La figure 6 montre que la plage de fréquences utilisables s'étend de 30 Hz à 100 Hz environ. Elle dépend exclusivement du liquide magnétique utilisé. Avec le FML 140G, il est possible de travailler directement sur le réseau à 50 Hz.



-  $n = \Omega/2\pi$ ,  $n_1 = 30$  Hz,  $n_2 = 100$  Hz,  $n_3 = 200$  Hz,  $n_0 = 10$  Hz, en trait plein : courbes théoriques  
I est l'intensité du courant d'alimentation des bobines d'Helmholtz (I est proportionnel à H).

Figure 5



- en trait plein : courbes théoriques pour des courants d'alimentation :  $I_1 = 0,7A$ ;  $I_2 = 1A$ ;  $I_3 = 1,2A$ .

Figure 6

Les résultats expérimentaux des essais en fonctionnement constant coïncident relativement bien avec l'approche théorique du paragraphe 2. D'autre part, après avoir étalonner l'appareil avec de l'eau à 25°C, des essais ont été effectués sur des huiles newtoniennes de viscosité connue. Les résultats obtenus sont satisfaisants sur une large plage de vitesse de rotation correspondant à une large plage d'intensité des courants d'alimentation des bobines. La vitesse minimale obtenue était de l'ordre de 1/50Hz, la vitesse maximale de l'ordre de 2 Hz.

Pour l'hémorhéologie, il faut effectuer des expériences de relaxation ou de mise en vitesse. Le viscosimètre a donc été testé en fonctionnement non constant. Pour le moment les essais de mise en vitesse ne sont pas parfaitement contrôlés et les tests ont principalement portés sur des expériences de relaxation.

Le comportement dynamique de l'appareil est étudié sur des liquides Newtoniens (eau pure, eau sucrée, ...).

Le cylindre intérieur est lancé à la vitesse  $\Omega_0$ , puis, à l'instant  $t_0$  le couple magnétique est supprimé. On enregistre alors la phase de ralentissement du cylindre. En négligeant les effets de bord, l'équation du mouvement du cylindre s'écrit sous la forme :

$$J \frac{d\Omega}{dt} = -K \Omega$$

où  $J$  est le moment d'inertie de l'équipage mobile

et  $K$  le coefficient de frottement ( $d\Omega$  au liquide test).

$K$  est constant pour un liquide newtonien, on doit donc obtenir une réponse exponentielle de la forme :

$$\Omega = \Omega_0 e^{-\frac{\Delta t}{\tau_0}} \quad \text{où } \Delta t = t - t_0 \quad \text{et } \tau_0 = \frac{J}{K}$$

Deux exemples de test sont donnés sur la figure 7 où sont tracées les réponses  $\log \Omega / \Omega_0$  comparées à la droite  $\log \Omega / \Omega_0 = -\Delta t / \tau_0$ . On connaît  $J$  ( $= 807 \text{ g x mm}^2$ ) et la connaissance de  $\tau_0$  permet d'accéder à  $K$ , donc à la viscosité du liquide testé. Les deux expériences ont été faite sur de l'eau pure à 25°C et de l'eau sucrée (à 10 %) à 25°C. La précision des calculs est de l'ordre de 1 %. Les viscosités dynamiques calculées sont les mêmes que celles mesurées dans les mêmes conditions de température sur le viscosimètre de type Couette. "Low Shear 30" de Contraves.

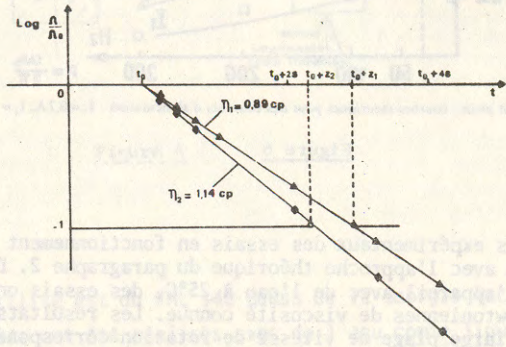


Figure 7

## 5. UTILISATION DU VISCOSIMETRE ET PERSPECTIVES

### 5.1. Etalonnage

Le viscosimètre est étalonné en régime stationnaire et en régime transitoire avec un liquide newtonien, en utilisant la procédure du paragraphe 4. Dans le cas général en régime transitoire, l'équation régissant le mouvement du liquide newtonien contenu dans l'espace annulaire s'écrit :

$$\nu \frac{d}{dr} \left( r^3 \frac{\partial \omega}{\partial r} \right) = r^3 \frac{\partial \omega}{\partial t} \quad (6)$$

où  $\omega = \omega(r, t)$  est telle que la vitesse azimutale  $V_\theta = r\omega$  est la viscosité cinématique.

Les conditions aux limites sont :

$$\omega(r_2, t) = 0 \quad (7)$$

$$J \left( \frac{\partial \omega}{\partial t} \right)_{r=r_1} = C_m - C_v \quad (8)$$

où  $C_v$  est le couple de frottement en explicitant  $C_v$  dans (8) on obtient :

$$\left( \frac{\partial \omega}{\partial t} \right)_{r=r_1} = \frac{C_m}{J} + \frac{2\pi r_1^3 h}{J} \mu \left( \frac{\partial \omega}{\partial r} \right)_{r=r_1} \quad (9)$$

où  $\mu$  est la viscosité dynamique et  $h$  la hauteur mouillée.

Il convient d'ajouter la condition initiale  $\omega(r, 0) = \omega_0(r)$  (10)

On peut remarquer que toute solution permanente de (6) et (7) peut s'écrire  $\omega_s = h_s [1/r^2 - 1/r_2^2]$ . Si l'écoulement est établi depuis longtemps, au temps  $t = 0$ , la condition (10) donne  $\omega_s = \omega_0$ ,  $h_s = h_0$  ( $h_0 = 0$  si le fluide était au repos). Lorsque  $t \rightarrow +\infty$ ,  $h_s \rightarrow h_\infty$  et  $\omega_s \rightarrow \omega_\infty(t)$  avec

$$h_\infty = \frac{C_m r_1^2 r_2^2}{J r_2^2 - r_1^2} \tau_0 \quad \text{ou} \quad 1/\tau_0 = \frac{4\pi h \mu}{J} \frac{r_1^3 r_2^2}{r_1(r_2^2 - r_1^2)}$$

La résolution de (6) avec les conditions (7), (9), (10) a été faite dans [4] :

$$\omega(r, t) = h_\infty (1/r^2 - 1/r_2^2) + \frac{h_0 - h_\infty}{\tau_0} (1/r_1^2 - 1/r_2^2) + \sum_{i=1}^{+\infty} \frac{N_{11}(r\alpha_i, r_2\alpha_i)}{\alpha_i T(r_1\alpha_i, r_2\alpha_i)} e^{-t/\tau_i \tau_0}$$

où les fonctions  $N_{11}$  et  $T$  sont des combinaisons de fonctions de Bessel de première et deuxième espèces; les  $\alpha_i$  sont les racines d'une équation transcendente faisant intervenir ces mêmes fonctions et les  $\tau_i$  sont définis par  $\alpha_i^2/\nu$

Une étude détaillée a montré (cf [4]) que sur une large plage de variation, de la géométrie et de la viscosité, un seul temps caractéristique régissait ces régimes stationnaires, temps que l'on obtient par la résolution de ces équations en négligeant l'inertie du fluide. On obtient alors pour un échelon de couple  $C_m$  une réponse de la forme  $\omega(r_1, t) = \omega_\infty(r_1) [1 - e^{-t/\tau_0}]$  et pour la phase de ralentissement  $\omega(r_1, t) = \omega_\infty(r_1) e^{-t/\tau_0}$ .

### 5.2. Utilisation du viscosimètre pour des fluides non newtoniens à mémoire instantanée

En enregistrant la phase de ralentissement du viscosimètre qui suit l'annulation brutale du couple magnétique, on peut déterminer le rhéogramme  $\sigma = f(\dot{\gamma})$ .

En effet, pour un entrefer petit devant le rayon du cylindre mobile  $\dot{\gamma} \approx r_1 \frac{\Omega}{e}$

D'autre part, la contrainte tangentielle est donnée par

$$\sigma = \frac{J}{2\pi r_1^2 h} \frac{d\Omega}{dt}$$

A l'aide du capteur optique de vitesse on relève  $\Omega(t)$  on en déduit  $\dot{\gamma}$ . En dérivant le signal  $\Omega(t)$  on obtient  $\sigma$ .

La méthode peut aussi s'appliquer pour une étude de mise en vitesse mais il faudra s'assurer que  $\tau_0$  est nettement supérieur à la constante de temps du circuit électrique (créant le champ) et à la constante de temps d'aimantation  $\tau$  du ferrofluide qui n'intervient pas dans l'expérience de relaxation, mais qui est en général petite.

### 5.3. Utilisation pour des fluides viscoélastiques (à mémoire évanescente)

Supposons que le liquide à tester réponde à un modèle de viscoélasticité linéaire finie, cas particulier de fluides simples de Noll [5] [6], le tenseur des contraintes s'écrit alors :

$$\vec{T} = -p\vec{I} + \int_0^{+\infty} \mu(s) \vec{G}(s) ds$$

où  $\vec{G}$  est le gradient des déformations relatives construit à partir du tenseur droit de Cauchy-Green.

Le mouvement est régi dans ce cas par l'équation :

$$\frac{\partial}{\partial r} [ r^3 \int_0^{+\infty} f(\sigma) \frac{\partial \omega}{\partial r} (r, t - \sigma) d\sigma ] = 0 \quad (\text{on néglige l'inertie du fluide})$$

$$\omega(r, t) = \omega_0(r) \quad \text{pour } t < 0$$

$$\omega(r_2, t) = 0, \quad t > 0$$

$$\frac{\partial \omega}{\partial t} (r_1, t) = k_1 \int_0^{+\infty} f(\sigma) \frac{\partial \omega}{\partial r} (r_1, t - \sigma) d\sigma$$

où  $f(\sigma)$  est la fonction mémoire  $f(\sigma) = \int_0^{+\infty} \mu(s) ds$

par exemple : si le fluide est newtonien  $f(\sigma) = \mu \delta(\sigma)$  ( $\delta$  est la distribution de Dirac).

La transformée de Carson-Laplace de la fonction  $\omega(r_1, t)$  prend alors la forme

$$\hat{\omega}(r_1, p) = \omega_0(r_1) \frac{p}{p + \frac{f(p)}{\tau_0 p}}$$

où  $\hat{\omega}(r_1, p) = p \int_0^{+\infty} \omega(r_1, t) e^{-pt} dt$ , est la transformée de  $f$ .

On utilisera le montage pour accéder à la fonction mémoire : on enregistre  $\omega(r_1, t) = \alpha(t)$ . On en fait une approximation par une combinaison d'exponentielles, on calcule  $\hat{\omega}(r_1, p)$  et on en déduit  $f$  donc  $\mu$ .

On peut aussi dans une expérience de relaxation construire le rhéogramme  $\sigma(t) = f(t, \dot{\gamma}(t))$ . Cependant, le matériau se souvient de son passé cinématique et la valeur de  $\sigma$  dépend du chemin cinématique suivi. Aussi faut-il s'attendre à des valeurs différentes pour un même  $\dot{\gamma}$  lors d'expériences de mise en mouvement ou de relaxation.

Le caractère thixotrope du sang implique des essais en stationnaires et des essais en régime transitoire.

Les premiers essais ont été faits en stationnaire et donnent les résultats de la figure 8 où est souligné le caractère rhéofluidifiant du sang. Actuellement une étude est menée en collaboration avec le Centre Régional de Transfusion sanguine à Nancy afin de déterminer le seuil d'écoulement et la réponse lors de la phase de ralentissement afin de mieux comprendre la cinétique d'agrégation et de désagrégation des hématies.

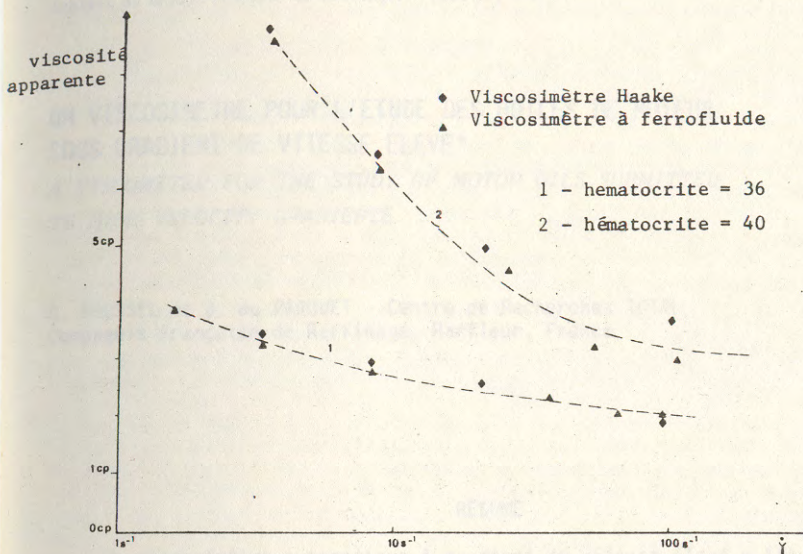


Figure 8

### BIBLIOGRAPHIE

- [1] J.P. BRANCHER  
"Les liquides magnétiques"  
Communication au Groupe Français de Rhéologie, le 3 Mars 1983.
- [2] J.P. BRANCHER  
Thèse d'Etat - INPL (Nancy) 1980.
- [3] J.P. BRANCHER - J.P. DENIS  
"Phénomènes de relaxation dans les ferrofluides"  
CRAS. Série II, t. 292, (mai 1981)
- [4] J.C. RAVEY, M. DOGNON, M. LUCIUS  
"Transient Rheology in a new type of couette apparatus"  
Rheologica Acta 19, 51-59 (1980)
- [5] W. NOLL, C. TRUSDELL  
"The non linear fields in mechanics"  
Ency. of Ph. Vol. III/3, Springer Verlag (1965)
- [6] M. LUCIUS  
"Principes de détermination théorique et expérimentales des fonctions mémoires de certains fluides non newtoniens"  
Symposium franco-polonais de rhéologie sur les problèmes non linéaires de mécanique, Cracovie, p. 372-380 (1977).

## UN VISCOSIMETRE POUR L'ETUDE DES HUILES DE MOTEUR SOUS GRADIENT DE VITESSE ELEVE\*

A VISCOMETER FOR THE STUDY OF MOTOR OILS SUBMITTED  
TO HIGH VELOCITY GRADIENTS

G. ROUSSEL et J. du PARQUET - Centre de Recherches TOTAL  
Compagnie Française de Raffinage, Harfleur, France

### RESUME

Un viscosimètre automatique à gradient de vitesse élevé a été mis au point en vue d'étudier le comportement rhéologique des huiles pour moteurs dans la gamme des températures de 80 à 150°C et pour des gradients de vitesse allant de  $5 \times 10^4$  à  $1,2 \times 10^6 \text{ s}^{-1}$  au niveau de viscosité de 10 mPa.s.

Une étude bibliographique suivie d'une analyse thermique du viscosimètre de Couette permet de montrer comment les variations d'entrefer ont été minimisées. Grâce aux performances de la régulation de température et au dessin de l'appareil aucune correction thermique n'est nécessaire dans toute l'étendue de la mesure. L'instrument fournit les rhéogrammes viscosité - logarithme du gradient de vitesse en sept minutes à partir d'un échantillon de 10 millilitres. La répétabilité est de 2 à 3 %.

### ABSTRACT

An automobile high shear rate viscometer has been developed in order to study the rheological behaviour of engine oils in the range of 80 to 150°C and at shear rates varying from  $5 \times 10^4$  to  $1.2 \times 10^6 \text{ s}^{-1}$  at a 10 mPa.s viscosity level.

A literature study and a thermal analysis of the Couette viscometer explain how variations of the oil gap have been minimized. Thanks to the control of temperature and to the design of the apparatus no thermal corrections are necessary through the full range of operation. The instrument provides the flow curves viscosity - logarithm of shear rate within seven minutes using a 10 millilitre sample. The repeatability is 2 to 3 %.

\* Communication au Groupe Français de Rhéologie, le 30.11.83

## 1. INTRODUCTION

On peut attribuer à Couette le développement du premier viscosimètre à cylindres coaxiaux en 1890.

Jusqu'en 1940, les travaux sont restés le fait de chercheurs isolés. L'intérêt des viscosimètres coaxiaux était de bien simuler le fonctionnement des paliers lisses. L'attention des chercheurs était focalisée sur les problèmes d'échauffement par dissipation visqueuse dans les films d'huile épais où la viscosité variait en raison du profil de température non uniforme.

Entre 1940 & 1948, le traitement théorique des phénomènes thermiques dans le film d'huile, supposé d'épaisseur constante, a atteint sa pleine maturité. Simultanément, l'apparition des fluides à polymères, à comportement non newtonien, a donné une nouvelle motivation à la viscosimétrie sous fort gradient de vitesse.

De 1949 à 1977, l'industrie pétrolière, rejointe par l'industrie de l'automobile, a été l'initiateur et le coordinateur des travaux dans ce domaine :

- 1949/1950 : Symposium API/ASTM sur la "Viscosité à Gradient de Vitesse Elevé",
- 1960 : Symposium API/ASTM sur la "Viscosimétrie Non Newtonienne",
- 1973 : Symposium SAE/ASTM sur la "Viscosimétrie et ses Applications aux Lubrifiants pour l'Automobile".

Progressivement, la profession automobile [1] s'est avisée que la classification SAE des huiles pour moteurs, selon leur viscosité, n'avait pas suivi l'évolution des produits ni l'évolution des conditions de service. En particulier dans le domaine des températures élevées, la température de 100°C était-elle encore représentative des conditions de fonctionnement des paliers, des ensembles segment-chemise, des systèmes came-poussoir ? Compte tenu des pertes de viscosité temporaires des huiles à polymères à fort gradient de vitesse, la viscosité mesurée au tube était-elle représentative de la viscosité vue par le moteur dans les conditions de cisaillement extrême ?

A partir de 1977 et du premier Symposium SAE/ASTM "Relation entre la Viscosité des Huiles pour Moteurs et la Performance des Moteurs", les événements se sont précipités et les réunions se sont multipliées.

Avec l'apparition des soucis d'économie d'énergie et des huiles lubrifiantes très fluides, un problème nouveau est apparu : celui de la garantie d'un niveau de viscosité minimal pour la sécurité des paliers lisses, des segments et des cames. Un consensus officieux paraît s'être réalisé sur les objectifs à atteindre : mesurer la viscosité des huiles pour moteur à 150°C (c'est-à-dire dans une gamme de 3 à 6 mPa.s) et à un gradient de vitesse de 10<sup>6</sup> secondes réciproques. Compte tenu des progrès réalisés dans les domaines de la régulation et de la métrologie, ces objectifs sont aujourd'hui à portée de la main.

Le but de la présente communication est de présenter un viscosimètre pour l'étude des huiles pour moteurs sous gradient de vitesse élevé. Il s'agit d'un viscosimètre de type Couette, appelé FAVOR (Fully Automatic Viscometer for Oil Rheology).

Mais avant de décrire cet instrument et ses performances, nous essaierons de montrer comment, au cours de l'histoire, les problèmes thermiques ont été reconnus, abordés, traités. Ceci permettra sans doute de mieux situer la portée des solutions technologiques proposées aujourd'hui.

## 2. RAPPEL HISTORIQUE

### 2.1. Origine

Les viscosimètres à cylindres sont souvent appelés "viscosimètres de Couette", même dans les pays anglo-saxons. Il n'est pas inintéressant de rappeler la motivation de Couette [2] lorsqu'il publie en 1890 ses "Etudes sur le Frottement des Liquides" : "Le coefficient de frottement intérieur est-il une grandeur physique bien définie ?". Si tel était le cas, ce coefficient devrait être indé-

pendant de l'instrument de mesure utilisé. Effectivement, l'"appareil à cylindres" construit par Couette permet de retrouver tous les résultats déjà obtenus au cours d'"expériences avec des tubes" :

- existence de deux régimes d'écoulement, l'un laminaire, l'autre turbulent,
- à l'intérieur du régime laminaire, existence d'une très bonne corrélation entre les coefficients de frottement interne mesurés avec les tubes ou l'appareil à cylindres.

Si le problème a été ainsi tranché et la viscosité selon Newton universellement acceptée, un certain nombre de difficultés n'ont pas tardé à se manifester concernant la "constance" de cette grandeur physique, notamment en fonction de la température et du gradient de vitesse.

### 2.2. Prise en compte des effets thermiques

On peut dire en gros que de 1900 à 1940 l'attention des chercheurs a été retenue par la grande susceptibilité à la température de la viscosité des huiles minérales lubrifiantes. La question qui se posait déjà l'époque était celle de la capacité de charge des paliers lisses, compte tenu des échauffements dus à la dissipation visqueuse d'énergie : la variation de la viscosité avec la température à l'intérieur du film d'huile était prise en compte. Dans ce domaine, il faut mentionner les travaux importants de Kingsbury : dès 1901, Kingsbury, de Philadelphie, avait construit un viscosimètre rotatif à "bouchon conique" dans lequel le couple était mesuré sur l'arbre. La faible conicité du rotor et du stator (1 pour 100) permettait de faire varier l'entrefer à l'aide d'une vis micrométrique, tout en conservant un comportement proche de celui des cylindres coaxiaux.

L'appareil fut perfectionné en 1933 [3] afin de permettre la mesure instantanée de la vitesse et de réaliser des mesures au vol pour minimiser les échauffements. L'appareil pouvait aussi fonctionner en machine à palier avec une charge de 4,5 tonnes pour un diamètre de 76 mm et une largeur de 95 mm. Des gradients de vitesse de 1,5 × 10<sup>5</sup> s<sup>-1</sup> ont ainsi été réalisés. En outre, Kingsbury a proposé une méthode graphique pour résoudre les équations du problème d'échauffement, à savoir :

$$\text{- la loi de Newton} \quad \tau = \eta \dot{\gamma} = \eta \frac{du}{dr} \quad (1)$$

$$\text{- la loi de Fourier} \quad H = \tau (u - u_0) = -K_1 \frac{dt}{dr} \quad (2)$$

$$\text{- une loi quelconque} \quad \eta = \eta(t) \quad (3)$$

$$\text{- une loi quelconque} \quad K = K_1(t) \quad (4)$$

Le calcul correspondant au régime de température stabilisé était conduit en se donnant a priori les valeurs des températures  $t_d$  sur le rotor et  $t_a$  à la surface du stator. Ces températures étaient calculées au temps  $t$  de la mesure du couple, à partir d'une formule approchée, valable pour une source de chaleur variable sur un massif semi-infini. Les cylindres étant réalisés dans les mêmes matériaux, il était supposé que les températures aux parois étaient les mêmes.

Des solutions analytiques au problème de Kingsbury ont été apportées par Bratt [4], Nahme [5] et surtout Hagg [6], en 1944, en admettant  $K_1$  indépendant de la température et une loi simplifiée de viscosité/température :

$$\text{- loi de Reynolds} \quad \eta = \eta_a \exp - \beta (t - t_a) \quad (3')$$

$$\text{- loi approchée} \quad K_1 = \text{constant} \quad (4')$$

Du point de vue expérimental, Hagg a construit un viscosimètre à cylindres coaxiaux dont il refroidissait le stator : il cherchait ainsi à s'approcher du cas théorique simple où toute la chaleur est évacuée par le stator tandis qu'à l'équilibre, la température du rotor est homogène et égale à la température maximale du film d'huile. Dans ses expériences, le jeu variait de 15 à 30 μm et la

※ Les nombres entre crochets renvoient au paragraphe "Bibliographie".

※ La liste des symboles est donnée en annexe.

vitesse de 10 000 à 16 500 tr min<sup>-1</sup>. Pour un gradient de vitesse de  $2,3 \times 10^6$  s<sup>-1</sup> et une viscosité de 5 mPa.s l'écart de température entre les cylindres était de 18°C. Les résultats ont permis de valider les calculs et de démontrer que les huiles essayées avaient un comportement visqueux newtonien.

En effet, durant la deuxième Guerre Mondiale, les huiles à polymères avaient fait leur apparition et les travaux de Bondi [7] indiquaient qu'au-delà d'une contrainte critique de  $5 \times 10^5$  barye ( $10^7$  s<sup>-1</sup> pour 5 mPa.s) les huiles minérales pures elles-mêmes devaient présenter un effet rhéofluidifiant.

Au Congrès International de Mécanique Appliquée de Paris, en 1946, le Pr. Blok [8] a présenté une synthèse critique des résultats publiés concernant les mesures de viscosité sous fort gradient de vitesse dans les viscosimètres rotatifs. Sa conclusion était que, dans le domaine de gradient de vitesse exploré, seules les huiles à polymères présentaient l'effet rhéofluidifiant annoncé. Par la même occasion, Blok a apporté une clarification dans le traitement théorique de Hagg. Tous les résultats de Hagg sont en effet exprimés en fonction de la vitesse  $u_0$  dans la couche où la température est maximale. Or le flux thermique à travers le stator est

$$H_a = \tau u_0 \quad (5)$$

tandis que la puissance totale dissipée par unité de surface du film est :

$$H = H_a + H_d = \tau U \quad (6)$$

Il en résulte que le rapport  $p$  ou  $f = \frac{u_0}{U}$  a une signification physique intéressante : c'est la fraction de la puissance totale dissipée dans le film qui est évacuée à travers le stator :

$$f = \frac{u_0}{U} = \frac{H_a}{H} \quad (7)$$

En considérant le rapport de la viscosité effective  $\eta_e$ , telle qu'elle résulte de la mesure du couple, à la viscosité à la température superficielle du stator  $\eta_a$  et en introduisant le carré adimensionné de la vitesse linéaire  $U$  du rotor

$$N = \frac{\beta \eta_a}{K_1} U^2 \quad (8)$$

Blok a ainsi pu résumer tous les calculs de Hagg relatifs aux températures stabilisées, à l'aide d'un réseau de courbes  $\frac{\eta_e}{\eta_a}$  en fonction de  $N$ , avec le coefficient  $f$  comme paramètre.

Comme l'avaient déjà remarqué Kingsbury et Hagg, les échauffements et les contraintes ne dépendent pas de l'épaisseur du film mais seulement de l'énergie cinétique introduite dans le système. C'est probablement cette constatation qui a amené la plupart des auteurs à négliger le rôle de l'épaisseur du film d'huile. Or, en ce qui concerne la viscosimétrie à gradient de vitesse élevé, l'importance du paramètre  $N$  montre que pour obtenir un gradient de vitesse  $\dot{\gamma} = \frac{U}{h}$  donné, on a tout intérêt à réduire  $h$  à  $N$  constant plutôt qu'à augmenter  $U$  et donc  $N$  à  $h$  constant.

De plus, dans le cas particulier du diagramme de Blok, le calcul de  $\frac{\eta_e}{\eta_a}$  à partir du rapport des contraintes correspondantes est tout simplement erroné si l'entrefer varie à la suite d'une dilatation différentielle des cylindres. Or, on verra plus loin que c'est un des grands problèmes des viscosimètres à cylindres coaxiaux.

### 2.3. Premier Symposium API/ASTM

Alors que jusque là les travaux réalisés étaient l'oeuvre de pionniers isolés, à partir de 1949 les initiatives ont été sollicitées par les besoins ressentis dans l'industrie, en raison du développement commercial rapide des fluides et lubrifiants contenant des additifs divers.

Le Comité D2 de l'ASTM (American Society for Testing Materials) et le Comité Produits Pétroliers de l'API (American Petroleum Institute), organise en 1949/1950 un Symposium sur la Viscosité à Gradient de Vitesse Elevé [9]. Il s'agissait de publier les résultats d'une étude financée grâce au produit des ventes d'huile

les étalons de viscosité de l'API et de comparer les résultats des méthodes existantes les plus prometteuses :

- le viscosimètre à capillaire PRL (Pennsylvania Research Laboratory),
- le viscosimètre à cylindres coaxiaux de Kingsbury exploité par Needs.

Les conclusions étaient que les deux méthodes donnaient des résultats concordants entre  $8 \times 10^4$  et  $8 \times 10^5$  s<sup>-1</sup> pour les deux huiles à polymères API 103 et API 104.

La méthode "au vol" de Kingsbury avait été remplacée, entre temps, par Needs par une méthode plus compliquée, impliquant des mesures à différentes vitesses et avec des jeux aussi faibles que possible. A notre connaissance, c'est la première fois que l'on a sciemment réduit l'épaisseur du film d'huile pour minimiser l'échauffement d'une part, et pouvoir négliger les variations de viscosité dans l'entrefer d'autre part. C'est aussi la première fois que l'on a mentionné une diminution du jeu due à la dilatation du rotor, diminution sensible seulement lorsque le jeu était inférieur à 4  $\mu$ m. Contrairement au viscosimètre à capillaire PRL dont la pompe à piston dégradait les polymères, aucune dégradation ne fut constatée avec le viscosimètre Kingsbury.

Depuis le Symposium API/ASTM, de très nombreux travaux sur la viscosimétrie des lubrifiants non newtoniens ont été publiés. Nous en avons déjà évoqué les étapes. Nous nous contenterons ici d'en mentionner les principaux développements technologiques.

### 2.4. Viscosimètre de Barber et viscosimètres dérivés

Contrairement à ce que l'on aurait pu attendre, le viscosimètre de Kingsbury est tombé dans un oubli complet, avant de réapparaître, sous une forme simplifiée en 1978. La raison en est le succès obtenu par le viscosimètre conçu par Barber et ses collègues [10] en 1955.

Barber a fait une étude bibliographique sérieuse du problème de l'échauffement. Il en a déduit une approche originale, qui a débouché sur la conception du viscosimètre "idéal", ou tout au moins considéré comme tel encore parfois aujourd'hui.

Tout d'abord, formules à l'appui, Barber confirme l'intérêt, à gradient de vitesse constant, de réaliser un entrefer aussi faible que possible : l'écart de température entre le rotor non refroidi et le stator est ainsi divisé par 100 quand le jeu est divisé par 10. Avec un écart de température de 0,18°C, il était parfaitement justifié de considérer les valeurs moyennes de la viscosité et de la conductivité thermique dans l'épaisseur du film d'huile.

La grande innovation de Barber a été de proposer un dispositif de mesure réalisant l'égalité des flux thermiques à travers les parois des cylindres. Citons l'auteur : "le rotor est alésé et le diamètre de l'alésage est calculé en sorte que la résistance thermique de la surface du film à la surface de l'alésage soit égale à la résistance thermique depuis la surface du film jusqu'à la surface extérieure du stator. L'alésage du rotor et la surface extérieure du stator sont maintenus à la même température par le fluide réfrigérant ; le flux de chaleur axial est minimisé par des barrières thermiques appropriées aux extrémités des cylindres. Dans ces conditions, le gradient de température dans le film est réduit à un quart des valeurs données précédemment (cas où le rotor n'est pas refroidi) ; la dilatation différentielle est nulle, pourvu que les deux cylindres soient réalisés dans le même matériau et que le gradient de température axial puisse être rendu négligeable".

L'analyse de Barber l'amenait donc à réaliser un viscosimètre dans lequel  $f=0,5$ . Il condamnait les viscosimètres rotatifs antérieurs dans lesquels une des deux voies d'évacuation de la chaleur produite dans le film était restreinte : cela visait évidemment le viscosimètre de Hagg, construit pour réaliser  $f=1$  et, moins évidemment, le viscosimètre Kingsbury dont ni le stator, ni le rotor, n'était refroidi.

Nous verrons plus loin que le cas  $f=0,5$  est beaucoup plus favorable que le cas  $f=1$  du point de vue de la dilatation différentielle ; mais il était erroné de dire que celle-ci était annulée quand  $F=0,5$ .

Les résultats expérimentaux présentés par Barber concernaient entre autres les huiles-étalons API 103 et API 104 : ils étaient considérés comme satisfaisants parce qu'en accord avec les résultats de Needs sur le viscosimètre Kingsbury. On notera que le gradient de vitesse maximal atteint était de  $4,5 \times 10^5 \text{ s}^{-1}$  au niveau de 3 mPa.s. Aucun résultat avec le jeu de 1,27  $\mu\text{m}$ , permettant de réaliser  $10^6 \text{ s}^{-1}$  n'était présenté.

En 1960, Bonner et Gyer [11] ont présenté, au Symposium API/ASTM sur la Viscosimétrie non Newtonienne, des résultats de mesure de chute de viscosité réversible et irréversible obtenus avec des huiles à polymères dans un viscosimètre rotatif de type Barber.

La géométrie du rotor et du stator était conservée. Un jeu de 1,27  $\mu\text{m}$  permettait de réaliser des essais à  $10^6 \text{ s}^{-1}$  en continu pendant quatre heures pour obtenir une dégradation permanente. Citons encore les auteurs : "L'épaisseur effective du film a été trouvée proportionnelle au taux de transfert de chaleur à travers le stator, décroissant lorsque la vitesse du rotor, et par conséquent lorsque la charge thermique, augmente". Ce résultat, confirmé plus tard par les calculs de J. Wall, rendait nécessaire d'étalonner l'instrument à l'aide d'une huile newtonienne, à chaque niveau de viscosité, pour déterminer le gradient de vitesse et la viscosité réelle des huiles à polymères.

En 1971, Crépeux [12] a également utilisé un viscosimètre de type Barber. Le problème thermique était traité en faisant les mesures au vol, c'est-à-dire en lançant le moteur et en adoptant le couple maximal enregistré avant que les effets thermiques ne le fassent décroître. Des mesures jusqu'à  $10^6 \text{ s}^{-1}$  ont ainsi été réalisées.

De 1959 à 1965, Porter et ses collaborateurs ont également fait un usage intensif d'un viscosimètre Barber modifié. Mais avec Manrique [13], en 1975, l'instrument a encore été perfectionné : meilleure précision d'usinage, meilleur contrôle de la température, arbres d'entraînement autocentreurs, sortie sur calculateur. Un jeu de 0,6  $\mu\text{m}$  aurait permis d'atteindre le gradient de vitesse record de  $3 \times 10^6 \text{ s}^{-1}$  avec une huile fluide. Cependant, les seuls résultats présentés concernent des huiles minérales pures et on constate une chute de viscosité à partir de  $2 \times 10^5 \text{ s}^{-1}$  au niveau de 2,8 mPa.s. A notre connaissance, aucune autre publication relative à cet appareil n'est intervenue depuis.

Il faut attendre 1979 pour trouver un nouveau perfectionnement du viscosimètre Barber. Renonçant à contrôler le jeu en cours d'essai, Wright et Mather [14] ont contourné la difficulté en équipant leur instrument d'un système de mesure de la capacité diélectrique du film d'huile dans l'entrefer. La méthode a permis d'estimer ainsi la valeur moyenne de l'épaisseur du film d'huile, sauf à basse vitesse, où le rotor n'était pas centré, et avec les huiles lubrifiantes dopées dont la conductivité électrique est trop élevée pour permettre la mesure de capacité. Un étalonnage de la valeur du jeu a pu néanmoins être établi à partir des mesures réalisées avec des huiles minérales pures, newtoniennes, de viscosités connues. Pour réduire les effets thermiques, les mesures ont été effectuées au vol, en vingt à trente secondes. Malgré tous ces raffinements, Wright fut obligé d'appliquer des corrections empiriques aux résultats expérimentaux. Pour expliquer cette situation, l'existence de sauts de température à l'interface huile/métal fut évoquée mais non démontrée.

En 1981, J. Wall [15] présente la première analyse complète de la dilatation différentielle dans les viscosimètres rotatifs. Il confirme l'intérêt manifeste de la solution de Barber, qui refroidit également le rotor et le stator ( $f=0,5$ ) par rapport à la solution de Hagg qui ne refroidit que le stator ( $f=1$ ). Nous reviendrons plus loin sur l'analyse de Wall.

## 2.5. Viscosimètres rotatifs à film épais

Il n'y a eu que peu de tentative pour développer des instruments à entrefer élevé. Il n'est toutefois pas inintéressant d'examiner ces réalisations.

Au Symposium sur la Viscosité non Newtonienne de 1960, Merrill [16] a présen-

té un viscosimètre à cylindres coaxiaux conçu en 1954 et perfectionné par M. Brookfield. Il s'agit probablement du premier viscosimètre automatique, capable de fournir en vingt secondes un rhéogramme (containte/gradient de vitesse). Une dynamo tachymétrique permettait de mesurer la vitesse qui était programmée de façon linéaire à la montée comme la descente. L'aller et retour se faisant en vingt secondes. Le stator était monté sur palier à air et une jauge de contrainte permettait de mesurer le couple exercé sur le système. Les signaux électriques de vitesse et de couple permettaient d'obtenir en temps réel, sur un enregistreur XY, la courbe d'écoulement donnant la contrainte en fonction du gradient de vitesse.

Avec un jeu de 152  $\mu\text{m}$  et un diamètre de 55,88 mm, il était nécessaire d'atteindre 5000  $\text{tr min}^{-1}$  pour obtenir  $10^5 \text{ s}^{-1}$ . En régime stabilisé et avec des huiles de viscosité maximale de 5 mPa.s, le calcul donnait un échauffement maximal de 0,68°C avec rotor et stator refroidis. La limite inférieure de viscosité était déterminée par l'apparition des tourbillons de Taylor : en théorie 2,8 mPa.s, en pratique 1,9 mPa.s.

Le comportement parfois étrange des solutions de polymères utilisées tend à faire croire que les problèmes thermiques n'étaient pas aussi bien contrôlés que le pensaient les auteurs.

En 1978, Den Herder et ses collaborateurs [17] ont présenté une méthode de mesure de la viscosité à gradient de vitesse élevé à l'aide d'un palier flottant. Autour d'une broche de précision tournant à 10 400  $\text{tr min}^{-1}$ , les auteurs ont placé un palier flottant, avec un jeu de 13  $\mu\text{m}$  permettant d'atteindre un gradient de vitesse fixe de  $10^6 \text{ s}^{-1}$ . Le stator et le rotor étaient immergés dans un récipient contenant de l'huile; le rotor étant percé d'un trou axial et d'un trou diamétral, il en résultait une circulation naturelle d'huile. Compte tenu des valeurs du jeu et de la vitesse, des élévations de température allant jusqu'à 10°C étaient notées et corrigées. Moyennant quoi, l'appareil semble donner des résultats exploitables.

## 2.6. Viscosimètres relatifs à jeu variable

En 1978, Pike [18] présenta un viscosimètre simple pour gradient de vitesse élevé. L'instrument était dérivé d'un appareil utilisé pour la détermination de l'aptitude au démarrage des huiles pour moteurs. Une légère conicité de 1 à 160 était donnée au rotor et au stator, montés sur un viscosimètre Ferranti-Shirley. Ce dernier servait de système d'entraînement et de mesure de couple ; de plus, la vis micrométrique utilisée normalement pour régler la distance du plateau à la pointe du cône d'un viscosimètre cône-plateau, permettait de faire varier l'entrefer du nouveau viscosimètre. L'analogie avec le viscosimètre de Kingsbury est complète, avec en plus deux méplats sur le rotor, facilitant, semble-t-il, l'autocentrage. La vitesse du rotor étant fixe, la variation du gradient de vitesse était réalisée en faisant varier l'entrefer. Il était nécessaire de tester une huile de viscosité voisine connue pour obtenir, sans correction thermique, les valeurs du gradient de vitesse et de la viscosité. Le prototype ne permettait pas de dépasser  $0,4 \times 10^6 \text{ s}^{-1}$ . Cet appareil a servi longtemps de référence.

Deux versions commerciales de cet instrument, permettant d'atteindre  $10^6 \text{ s}^{-1}$  font l'objet actuellement d'études de répétabilité et reproductibilité [19][20].

## 2.7. Viscosimètres absolus à cylindres coaxiaux

En 1982 ont été présentés à la SAE deux viscosimètres absolus. C'est-à-dire pour lesquels les variations de jeu étaient enfin maîtrisées.

L'un de ces instruments [21] est parvenu à ce résultat en ayant recours à un jeu très faible (1,44  $\mu\text{m}$ ) et à un matériau choisi pour son faible coefficient de dilatation, tout en présentant de bonnes propriétés de résistance au grippage et à l'usure : il s'agit du carbure de tungstène fritté, soudé à l'arbre et au bâti du stator par des couches intermédiaires d'or et de platine. Au niveau de 10 mPa.s, la valeur de l'entrefer ne varie pas jusqu'à 1 à  $2 \times 10^6 \text{ s}^{-1}$ .

Simultanément les auteurs [22] ont présenté un viscosimètre qui atteint les mêmes performances que le précédent avec des solutions faisant davantage appel à la géométrie qu'à la nature des matériaux. Ce viscosimètre a en outre l'avantage d'être entièrement automatisé et de fournir un rhéogramme en quinze minutes, sans correction de température ou d'entrefer.

L'instrument que nous allons décrire plus en détail maintenant est l'aboutissement d'un effort de développement continu qui s'est manifesté par les communications d'E. Roseberg en 1972 [23] et en 1977 [24]. Le premier viscosimètre atteignait un gradient de vitesse de  $0,9 \times 10^6 \text{ s}^{-1}$ . La température du stator était contrôlée par un fluide de refroidissement. Les mesures se faisaient point par point après stabilisation de la température. Il fallait une journée pour établir un rhéogramme et des corrections empiriques, fonction de l'énergie dissipée, devaient être appliquées. Dans les limites d'une viscosité de 10 mPa.s, il était possible d'obtenir des résultats cohérents avec une précision de  $\pm 5\%$ .

Une amélioration importante fut introduite en augmentant la vitesse de façon continue. A cause du temps de réponse du système de contrôle de température, la durée d'un essai ne pouvait être moindre que 90 minutes. Cette procédure, développée par A. Godet, a été décrite en 1978 [25]. Mais des corrections empiriques étaient encore nécessaires.

Depuis cette époque, la mesure de la température de l'huile a été améliorée. Le temps de réponse de la régulation de température a été réduit à un point tel que la durée d'essai est ramenée à sept minutes. Toute correction empirique est devenue inutile jusqu'à  $1,2 \times 10^6 \text{ s}^{-1}$  au niveau de 10 mPa.s. L'appareil a été baptisé "FAVOR" : Fully Automatic Viscometer for Oil Rheology.

Il emprunte à Barber [9] l'utilisation d'un jeu réduit permettant de considérer la viscosité constante dans l'épaisseur du film, sans toutefois descendre au niveau du micromètre. Il emprunte à Merrill [16] l'idée de la programmation de la vitesse et à Manrique [13] l'idée d'interfacer l'appareil avec un ordinateur numérique. Les nouveautés apportées résident dans la mesure et la régulation de la température, le contrôle de la constance du jeu. Elles permettent de délivrer en temps réel, et sans correction de quelque sorte que ce soit, les courbes de viscosité dynamique en fonction du logarithme du gradient de vitesse.

### 3. EQUATIONS POUR LES VISCOSIMETRES DE COUETTE A FILM MINCE

#### 3.1. Echauffement dans les films minces

L'intérêt des films minces est de minimiser les variations de température dans l'entrefer. On peut donc admettre que la viscosité  $\eta$  et la conductivité  $K_1$  sont constantes dans l'entrefer. Dans ces conditions, la loi de Newton (équation (1)) et la loi de Fourier (équation (2)) s'intègrent facilement. En tenant compte de la définition de  $f$  donnée par Blok (équation (7)), et avec les symboles adoptés sur la figure 1, on a :

- Ecart de température entre le stator et le rotor :

$$t_d - t_a = \frac{\eta U^2}{K_1} \times (f - \frac{1}{2}) \quad (8)$$

- Ecart de température maximal par rapport au stator :

$$t_m - t_a = \frac{\eta U^2}{K_1} \times f^2 \quad (9)$$

On retrouve immédiatement les conclusions de Needs [9] :

- puisque  $U = \dot{\gamma} h$ , pour atteindre un gradient de vitesse donné, il y a tout intérêt à diminuer le jeu à vitesse constante plutôt qu'à augmenter la vitesse à jeu constant.

On retrouve aussi les conclusions de Barber [10] :

- la solution  $f=0,5$  minimise l'écart maximal de température,  
- par rapport au cas  $f=1$ , l'écart maximal de température est divisé par quatre,  
- la solution  $f=0,5$  assure l'égalité des températures de surface des parois

$$t_a = t_d.$$

#### 3.2. Profil de température dans les parois des cylindres

Les calculs classiques, déjà utilisés par Hagg [6] pour obtenir par extrapolation la température de surface des parois, conduisent aux formules suivantes adaptées de J. Wall [15], appelant  $k_m$  la conductivité thermique du matériau :

- Ecart de température dans le stator :

$$t_a - t_b = \frac{\eta \dot{\gamma} h a \ln b/a}{k_m} \times f \quad (10)$$

- Ecart de température dans le rotor :

$$t_a - t_c = \frac{\eta \dot{\gamma} h a \ln d/c}{k_m} \times (1 - f) \quad (11)$$

Dans le cas du viscosimètre de Barber ( $F=0,5$ ), les écarts de température à travers les deux cylindres sont égaux :  $t_a - t_b = t_d - t_c$ .

#### 3.3. Variation de l'entrefer

Utilisant les résultats de calcul de dilatation des cylindres publiés par Timoshenko en 1958 [26], J. Wall [15] a devancé les auteurs et publié le premier une formule permettant de calculer la variation d'entrefer due à la dilatation différentielle. La formule suivante, adaptée de la formule de J. Wall, donne en régime stabilisé la variation relative du jeu, en fonction de la puissance dissipée et de son partage entre stator et rotor, ainsi que des caractéristiques géométriques des cylindres et des propriétés du matériau :

$$\frac{\Delta h}{h} = (\eta \dot{\gamma}^2) a^2 \frac{\alpha}{2 k_m} [f \phi_{ab} - 2 f \ln \frac{b}{a} + (1 - f) \phi_{cd}] \quad (12)$$

$$\text{avec } \phi_{ab} = 1 - \frac{2 a^2}{b^2 - a^2} \ln \frac{b}{a} \quad (13)$$

$$\text{et } \phi_{cd} = 1 - \frac{2 c^2}{d^2 - c^2} \ln \frac{d}{c} \quad (14)$$

On note que pour un rayon donné  $a$ , la variation relative  $\frac{\Delta h}{h}$  est indépendante de  $h$ , alors qu'en pratique les rétrécissements notables d'entrefer n'ont été observés qu'avec des entrefers faibles. Ceci est probablement la conséquence des défauts géométriques des surfaces des cylindres (défaut de circularité, défaut de concentricité avec l'axe de rotation, rugosité de surface...). La valeur minimale de l'entrefer utilisable dépend donc de la qualité et de la précision de l'usinage.

Pour un gradient de vitesse maximal donné, la valeur du rayon  $a$  est alors imposée par la vitesse maximale du moteur ( $a = \frac{\dot{\gamma} h}{\Omega}$ ).

En ce qui concerne le matériau, il est évident que l'on a intérêt à avoir un coefficient de dilatation aussi faible que possible et une conductivité thermique aussi élevée que possible, tout en assurant de bonnes propriétés de résistance à l'usure et au grippage.

Le seul terme sur lequel on peut espérer jouer est le terme entre crochets qui fait intervenir les paramètres géométriques des cylindres et le coefficient  $f$ . Malheureusement ces paramètres ne sont pas indépendants ; en pratique, la solution optimale doit être recherchée empiriquement.

#### 3.4. Application au viscosimètre de Barber

Considérons le cas du viscosimètre de Barber. A fin d'assurer la symétrie des flux de chaleur, Barber a choisi :

$$\frac{b}{a} = \frac{d}{c} = 3$$



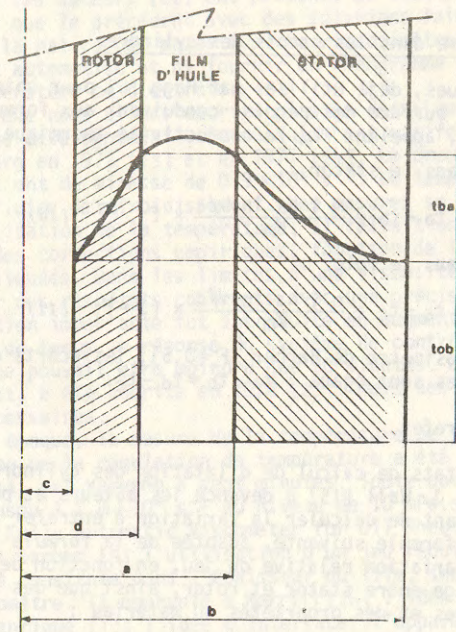


Figure 1 : Symétrie des flux de chaleur dans le viscosimètre de Barber

Dans ces conditions, la figure 2 montre l'avantage d'obtenir automatiquement  $f=0,5$ . Mais on voit aussi que si la situation est améliorée par rapport au cas où  $f=1$ , il est impossible d'annuler la variation d'entrefer.

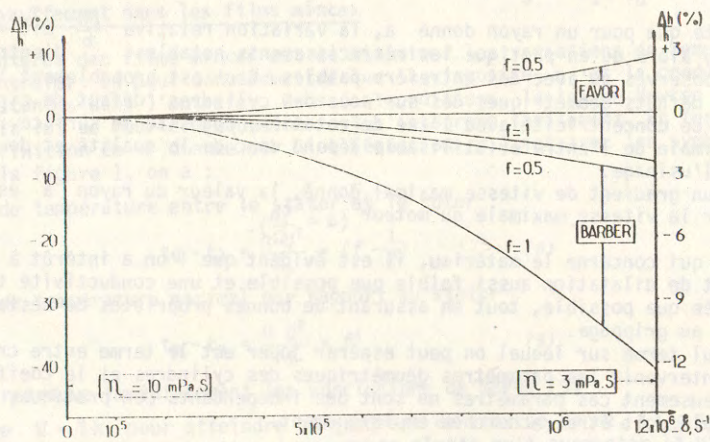


Figure 2 : Variation d'entrefer

Contrairement à ce qu'affirmait Barber, la symétrie des flux thermiques n'annule pas la dilatation différentielle des cylindres : chaque cylindre étant soumis au même gradient de température (figure 1) le stator, qui a un diamètre moyen plus grand que celui du rotor, se contracte davantage que ce dernier sous

l'effet du fluide de refroidissement. Il en résulte obligatoirement un rétrécissement de l'entrefer.

### 3.5. Principe de base du viscosimètre FAVOR

Bien que le viscosimètre FAVOR ne fonctionne pas en régime stabilisé, il essaie de tirer parti de l'analyse thermique précédente. Puisque la symétrie des flux thermiques aboutit à une impasse technologique, la recherche de l'échauffement minimal doit être abandonnée tout en restant dans des limites acceptables.

Ensuite, il faut tirer parti de la dissymétrie des flux thermiques pour compenser la différence des diamètres moyens des cylindres par la différence des gradients thermiques dans les cylindres.

Ainsi, en acceptant un échauffement de  $0,4^{\circ}\text{C}$  au lieu de  $0,16^{\circ}\text{C}$  à  $1,2 \times 10^6 \text{ s}^{-1}$  au niveau de  $10 \text{ mPa.s}$ , il a été possible de réduire considérablement les variations d'entrefer.

La figure 2 montre que même si le rotor n'était pas refroidi ( $f=1$ ) la contraction du jeu serait inférieure à celle qui se produit dans le viscosimètre de Barber avec le refroidissement symétrique des cylindres. A l'inverse, si le refroidissement symétrique était appliqué au viscosimètre FAVOR ( $f=0,5$ ) il y aurait une dilatation du jeu du même ordre de grandeur. Comme en pratique la valeur réelle de  $f$  est comprise entre 0,5 et 1, on comprend que la variation de l'entrefer en fonction de la puissance dissipée soit très faible et qu'aucune correction thermique ne soit nécessaire.

Ainsi la barrière technologique qui limitait l'application des viscosimètres à cylindres coaxiaux a pu être repoussée. Mais la barrière thermique subsiste. Si on veut augmenter la viscosité ou le gradient de vitesse, on retombera de toute façon sur un échauffement interne de l'huile, qui nécessitera des corrections thermiques.

### 4. DESCRIPTION DU VISCOSIMETRE "FAVOR" ET DE LA METHODE D'ESSAI

La figure 3 montre une vue d'ensemble du viscosimètre avec la baie de mesure et le microordinateur. Le bâti est différent de celui du prototype présenté à la SAE en 1982 [25], qui dérivait du viscosimètre original d'E. Rosenberg [24]. Il s'agit d'un nouvel appareil réalisé pour les besoins du Service Lubrifiants du Centre de Recherches TOTAL. La figure 4 en donne le schéma de principe, qui n'a pas changé. Le cylindre intérieur mobile (rotor) est entraîné par un moteur à courant continu dont la vitesse est programmée de 0 à  $3000 \text{ tr min}^{-1}$  grâce à une dynamo tachymétrique et un programmeur. Le couple est mesuré sur l'arbre tournant à l'aide d'un couplemètre de précision du commerce.

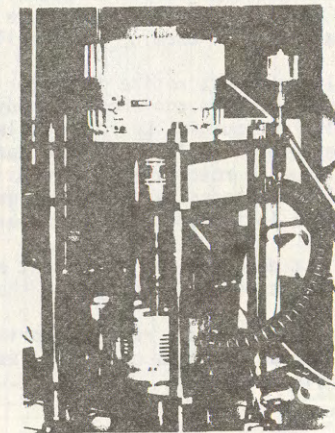


Figure 3 :  
Vue du viscosimètre FAVOR



La figure 6 est un montage qui réunit les rhéogrammes relatifs aux huiles de base newtoniennes utilisées pour étalonner la nouvelle version du viscosimètre FAVOR. On constate qu'elles sont raisonnablement horizontales, ce qui est le signe que l'échauffement de l'huile et la dilatation différentielle des cylindres sont maîtrisés.

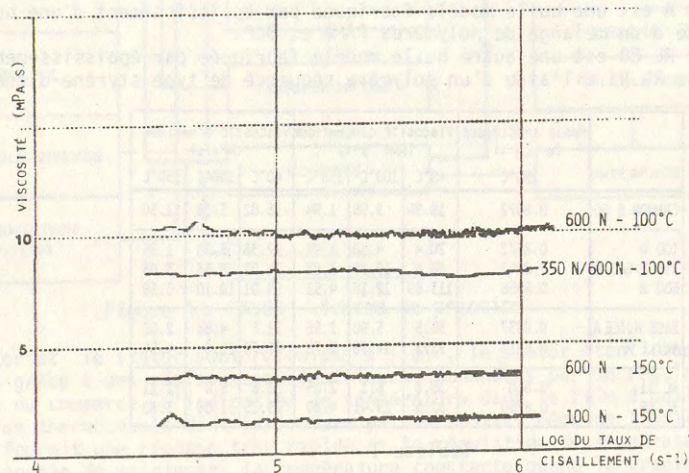


Figure 6 : Rhéogrammes pour différentes huiles de base

La figure 7 montre la corrélation entre les viscosités  $\eta_f$  mesurées à  $10^6$   $s^{-1}$  avec le viscosimètre FAVOR et les viscosités  $\eta_u$  déduites des mesures faites au tube Ubbelohde et des valeurs des masses spécifiques. Compte tenu de la précision des mesures au viscosimètre rotatif (voir plus loin), la droite de régression est confondue avec la première bissectrice des axes. Ceci confirme que la valeur du jeu est indépendante de la température d'essai : sa valeur moyenne est de  $3,4 \mu m$ .

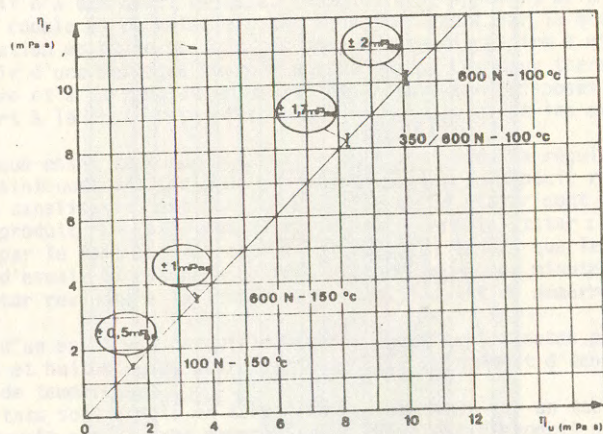


Figure 7 : Etalonnage à l'aide d'huiles newtoniennes

## 7. REPETABILITE DES MESURES

La répétabilité des mesures de viscosité dynamique à  $10^6$   $s^{-1}$  est tout à fait analogue à celle qui avait été établie avec le prototype. Les résultats obtenus avec une huile de base 350 N à  $100^\circ C$  et  $150^\circ C$  sont indiqués dans le tableau II.

- ▶ HUILE DE BASE (350 N) VISCOSITE AU TUBE 7,29 mPa.s à  $100^\circ C$   
2,79 mPa.s à  $150^\circ C$
- ▶ ANALYSE STATISTIQUE (ONZE VALEURS, SEPT JOURS)

mPa.s	VALEUR MOYENNE	ECART-TYPE	
$100^\circ C$	7,29	0,027	A 0,067
$150^\circ C$	2,73	0,017	A 0,040

- ▶ REPETABILITE (95 % DE LA POPULATION) AU NIVEAU DE 7 mPa.s  $\leq \pm 2 \%$   
AU NIVEAU DE 3 mPa.s  $\leq \pm 3 \%$

Tableau II

La répétabilité est toujours meilleure que  $\pm 3 \%$ . Toutefois, il convient de remarquer que la précision des mesures de viscosité dépend beaucoup de la précision des mesures de couple et de vitesse. Toutes choses égales par ailleurs, la précision des mesures à faible gradient de vitesse est plus faible que la précision annoncée à fort gradient de vitesse.

## 8. RESULTATS OBTENUS AVEC LES HUILES A POLYMERES

Les résultats obtenus avec l'huile A à  $100^\circ C$  sont présentés sur la figure 8. On devine l'existence d'un second plateau newtonien, situé à un niveau très supérieur à celui de la viscosité de l'huile de base.

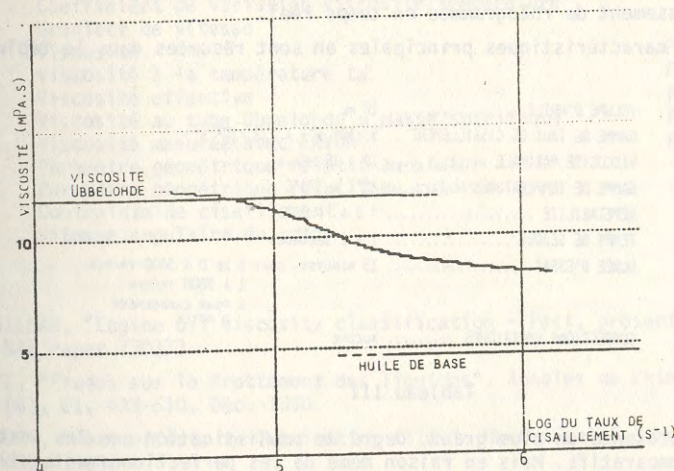


Figure 8 : Huile A -  $100^\circ C$

La figure 9 montre un résultat typique obtenu à  $150^\circ C$  avec une huile de référence du C.E.C., l'huile RL 88. On constate qu'à cette température les variations absolues de viscosité sont plus faibles et la forme de la courbe est plus difficile à appréhender. Encore une fois, le niveau de viscosité dans la zone de taux de cisaillement de  $10^6$   $s^{-1}$  est très supérieur à celui de l'huile de base sans polymère.

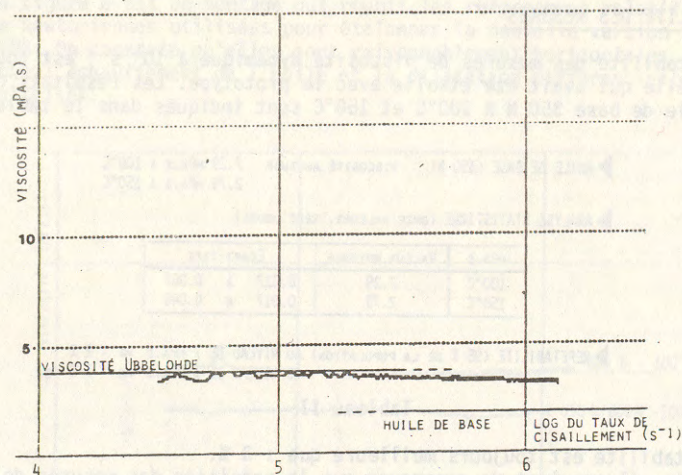


Figure 9 : Huile RL 88 - 150°C

## 9. CONCLUSIONS

Le viscosimètre FAVOR présente un certain nombre d'avantages qui en font déjà un instrument de référence reconnu et intéressant pour les laboratoires de recherche industriels et universitaires :

- appareil absolu (un étalonnage unique est nécessaire),
- établissement de rhéogrammes en temps réel.

Les caractéristiques principales en sont résumées dans le tableau III.

VOLUME D'HUILE .....	10 ML
GAMME DE TAUX DE CISAILLEMENT ..	$5 \times 10^4 \text{ s}^{-1}$ à $1,2 \times 10^6 \text{ s}^{-1}$
VISCOSITÉ MAXIMALE .....	10 à 15 MPa.s
GAMME DE TEMPÉRATURES .....	80°C à 170°C
REPETABILITÉ .....	± 2 à ± 3 %
TEMPS DE SEJOUR .....	1 à 2 SECONDES
DURÉE D'ESSAI .....	15 MINUTES, dont 6 DE 0 à 3000 TR/MIN 1 à 3000 TR/MIN 8 POUR CHANGEMENT D'HUILE
CORRECTIONS EMPIRIQUES .....	AUCUNE

Tableau III

Il présente un plus grand degré de sophistication que les instruments de mesure comparatifs. Mais en raison même de ces perfectionnements, il offre des qualités particulièrement appréciables pour un appareil de contrôle :

- fiabilité mécanique,
- simplicité d'emploi : automatisme de l'essai,
- dépouillement automatique des résultats en temps réel.

## LISTE DES SYMBOLES

Symboles	Désignation	Unité
a	Rayon intérieur du stator	m
b	Rayon extérieur du stator	m
c	Rayon intérieur du rotor	m
d	Rayon extérieur du rotor	m
f	Fraction du flux de chaleur total évacuée par le stator	-
h	Jeu, entrefer	m
$\Delta h$	Variation du jeu	m
r	Rayon	m
t	Température au rayon r	K
$t_a$	Température de la surface intérieure du stator	K
$t_b$	Température de la surface extérieure du stator	K
$t_c$	Température de la surface intérieure du rotor	K
$t_d$	Température de la surface extérieure du rotor	K
$t_m$	Température maximale dans l'huile	K
u	Vitesse de l'huile au rayon r	$\text{m s}^{-1}$
$u_0$	Vitesse de l'huile lorsque $\frac{dt}{dr} = 0$	$\text{m s}^{-1}$
H	Flux de chaleur total	$\text{W m}^{-1}$
$H_a$	Flux de chaleur évacuée par le stator	$\text{W m}^{-1}$
$H_d$	Flux de chaleur évacuée par le rotor	$\text{W m}^{-1}$
$K_1$	Conductivité thermique de l'huile	$\text{W m}^{-1} \text{K}^{-1}$
$K_m$	Conductivité thermique des cylindres	$\text{W m}^{-1} \text{K}^{-1}$
L	Longueur axiale efficace du film d'huile	m
M	Couple mesuré sur l'arbre du rotor	Nm
N	Carré adimensionné de la vitesse	-
U	Vitesse périphérique du rotor	$\text{m s}^{-1}$
$\alpha$	Coefficient de dilatation des cylindres	-
$\beta$	Coefficient de variation viscosité/température	$\text{K}^{-1}$
$\dot{\gamma}$	Gradient de vitesse	$\text{s}^{-1}$
$\eta$	Viscosité	Pa.s
$\eta_a$	Viscosité à la température $t_a$	Pa.s
$\eta_e$	Viscosité effective	Pa.s
$\eta_u$	Viscosité au tube Ubbelohde x masse spécifique	Pa.s
$\eta_f$	Viscosité mesurée avec FAVOR	Pa.s
$\phi_{ab}$	Paramètre géométrique relatif au stator	-
$\phi_{cd}$	Paramètre géométrique relatif au rotor	-
$\tau$	Contrainte de cisaillement	Pa
$\Omega$	Vitesse angulaire du rotor	$\text{s}^{-1}$

## BIBLIOGRAPHIE

- [1] M.L. MacMILLAN, "Engine oil viscosity classification - Past, present and future". SAE Paper 770373.
- [2] M. COUETTE, "Etudes sur le frottement des liquides". Annales de Chimie et de Physique (6), 21, 433-510, Déc. 1890.
- [3] A. KINGSBURY, "Heat effects in lubricating films". Mechanical Engineering (55), 685-688, 1933.
- [4] D. BRATT, J.A. DUNCAN, "Letter to the editor". Mechanical Engineering (56), 120-121, 1934.
- [5] R. NAHME, "Beiträge zur hydrodynamischen Theorie der Lagerreibung". Ingenieur Archiv (11), 191-209, 1940.
- [6] A.C. HAGG, "Heat effects in lubricating films". Journal of Applied Mechanics (11), A72-A76, 1944.
- [7] A. BONDI, "Flow orientation in isotropic fluids". Journal of Applied Physics (16), 539-544, 1945.

- [8] H. BLOK, "Viscosity of lubricating oils at high rates of shear", de Ingenieur (Utrecht), (60), 21, 58-62, 1948.
- [9] Symposium on methods of measuring viscosity at high rates of shear. ASTM Special Technical Bulletin, 111, 1951.
- a) M.R. FENSKE, E.E. KLAUS and R.W. DANNENBRINK, "Viscosity shear behavior of two non-newtonian polymer-blended oils, p. 3.
- b) S.J. NEEDS, "The Kingsbury tapered-plug viscometer for determining viscosity variation with temperature and rates of shear, p. 24.
- c) M.R. FENSKE, E.E. KLAUS and R.W. DANNENBRINK, "The comparison of viscosity-shear data obtained with the Kingsbury tapered-plug viscometer and the PRL high shear capillary viscometer.
- [10] E.M. BARBER, J.R. MUENGER and F.J. VILLFORTH Jr., "A high rate of shear rotational viscometer". Anal. Chem., vol. 27, p. 425, 1955.
- [11] F.J. BONNER and J.F. GYER, "Experiences with a high-shear rate rotational viscometer". Symposium on non-newtonian viscometry, ASTM STP 299, pp. 49-60, 1961.
- [12] A. MAILLARD, A. DELUSARCHE and A. CREPAUX. C.R. Acad. Sci. Paris, 270 (C), 1788, 1970.
- [13] L.A. MANRIQUE Jr. and R.S. PORTER, "An improved Couette high shear viscometer". Rheologica Acta, 14, 926, 1975.
- [14] B. WRIGHT and H. MATHER, "Use of Couette high-shear-rate viscometer for measuring the viscosity of engine lubricants. SAE Paper 790212.
- [15] J.C. WALL, "An engineering analysis of thermal effects in the concentric-cylinder high shear-rate viscometer". SAE Paper 810823.
- [16] E.W. MERRILL, "Viscometry of polymer solutions in a coaxial-cylinder viscometer under high rates of shear". ASTM STP 299, pp. 73-92, 1961.
- [17] M.J. DEN HERDER, J.W. HARNACH and D.W. WESTER, "Oil viscosity of high shear rates measured by a floating journal bearing". SAE Paper 780375.
- [18] W.C. PIKE, F.R. BANKS and S. KULIK, "A simple high shear viscometer - Aspects of correlation with engine performance". SAE Paper 780981.
- [19] D.A. PIASECKY, T.W. SELBY and M.F. SMITH Jr., "Development and performance of a tapered bearing simulator for high shear high temperature viscometry". SAE Paper 818225.
- [20] J. TAYLOR, "Ravenfield viscometer". Presentation to C.E.C./CL 23 Group.
- [21] N. VAN OS, A.K. VAN HELDEN and W. VAN DER BERG, "A new concentric cylinder high shear rate viscometer for measuring the viscosity of engine lubricants". SAE Paper 821245.
- [22] G. ROUSSEL and J. du PARQUET, "Development of a fully automatic viscometer for oil rheology in a broad range of shear rate". SAE Paper 822149.
- [23] E. ROSEMBERG, "Présentation d'un viscosimètre permettant d'atteindre de très forts taux de cisaillement". Congrès Français de Mécanique, 17-20.9.73 (Poitiers), n° 6 E3.
- [24] E. ROSEMBERG, "Mesure de la viscosité à fort gradient de vitesse - Etude d'huiles moteur multigrades". Pétrole & Techniques, 242, 75-83, 1977.
- [25] J. du PARQUET and A. GODET, "Assessment of lubrication conditions in a big-end bearing by temperature measurements - Correlation with high shear viscosity". SAE Paper 780980.
- [26] S. TIMOSHENKO, "Strength of materials. Part II. Advanced theory and problems". Robert E. Krieger Publishing Company, Huntington, New-York, 228-234, 1958.

## METHODE DE MESURE DU TEMPS CARACTERISTIQUE DES SOLUTIONS DILUEES DE POLYMERE

### EXPERIMENTAL METHOD FOR THE DETERMINATION OF THE CHARACTERISTIC TIME OF DILUTED POLYMER SOLUTIONS

A. AMBARI, C. DESLOUIS, B. TRIBOLLET - Laboratoire de Physique des Liquides et Electrochimie, Associé à l'Université Pierre et Marie Curie  
Tour 22 - 4, place Jussieu - 75230 PARIS CEDEX 05

#### RESUME

Dans le cadre de l'étude du comportement rhéologique des solutions diluées de polymères, nous proposons une méthode expérimentale permettant de nous renseigner sur le temps caractéristique de ces solutions. Cette méthode consiste à suivre l'évolution du transfert massique sur un cylindre très fin, par une méthode électrochimique, en fonction du gradient élongationnel maximum ( $S_{max}$ ) atteint à l'amont du cylindre. Nous avons attribué des changements importants du transfert massique au fait que  $S_{max}$  devient voisin de la fréquence caractéristique du fluide. Cette propriété peut être à l'origine d'une méthode de détermination du temps caractéristique d'un fluide très faiblement viscoélastique.

#### ABSTRACT

An experimental method intended to the determination of the characteristic time of dilute polymer solutions is presented here as a tool for a rheological study of such fluids. This method consists in correlating mass transfer to a small cylindrical wire in an electrochemical reaction, and the maximum elongational gradient ( $S_{max}$ ) reached in the upstream vicinity of the cylinder. Drastic changes in the mass transfer behavior have been ascribed to the matching of  $S_{max}$  to the characteristic frequency of the fluid. This property may constitute a way of evaluating the characteristic time of a weakly viscoelastic fluid.

#### 1. INTRODUCTION

Les solutions aqueuses diluées ou semi-diluées de polymère de haut poids moléculaire à chaîne linéaire flexible ont un caractère viscoélastique ne donnant lieu à aucun effet non newtonien avec certains écoulements, en particulier tous ceux de la classe des écoulements viscosimétriques. Cependant, en présence de certains écoulements inhomogènes comportant une composante élongationnelle suffisamment forte, comme ceux rencontrés souvent dans l'industrie (convergent-divergents, milieux poreux, etc...), ces solutions peuvent conduire à des comportements non-newtoniens assez importants. Ceci a été observé lors de l'étude des effets d'entrée dans des conduits capillaires [1] ; ou lors de l'étude du transfert de masse à l'aide d'un disque tournant [2]. Aussi et d'une manière générale lors de

l'étude du transfert d'une quantité scalaire (quantité de mouvement, de chaleur ou de masse) sur de très petits objets de longueur caractéristique :  $d$ , et placés dans un écoulement uniforme  $U_\infty$ , on doit s'attendre à un comportement non-newtonien quand le gradient élongationnel présent à l'amont de l'objet  $S = \frac{U_\infty}{d}$  lié à l'existence d'un point d'arrêt, devient voisin de l'inverse du temps de relaxation de la solution de polymère étudiée. Cette dernière remarque nous a conduit à étudier le transfert massique sur un cylindre très fin en présence d'une solution diluée de polymère [3].

Lors de cette étude, nous avons pu observer l'apparition d'un comportement non-newtonien à partir d'un certain gradient élongationnel  $S_{\max}^*$  que l'on peut calculer avec suffisamment de précision dans le cas du cylindre, et qui est atteint à l'amont de ce dernier. Comme nous l'avons montré auparavant [3], ce comportement non-newtonien apparaît quand  $S_{\max}^* \cdot \tau \approx 1$  où  $\tau$  est le temps de relaxation de la solution de polymère. Réciproquement, nous pensons que l'apparition de cette anomalie peut nous conduire à une estimation du temps caractéristique des solutions diluées de polymère :  $\tau \approx S_{\max}^{-1}$ . Ce temps caractéristique  $\tau$  qui traduit le caractère viscoélastique des solutions diluées est un autre paramètre rhéologique qui ne devrait pas être omis dans les lois de comportements approximatives de ces solutions et principalement en présence d'un gradient élongationnel très fort que l'on peut rencontrer couramment dans les écoulements inhomogènes.

## 2. TECHNIQUE ET DISPOSITIF EXPERIMENTAL

Nous avons adopté une méthode électrochimique pour l'étude du transfert de masse. Ceci a permis d'éviter certains problèmes rencontrés lors de l'étude du transfert thermique [4,5] ; car il nous semble qu'il serait prudent d'éviter les importants gradients thermiques ( $\delta T_{\min} \approx 14^\circ$ ) utilisés dans ce dernier cas, et qui engendrent une convection naturelle d'autant plus importante par rapport à la convection forcée que  $Re$  est faible. Ces gradients thermiques peuvent affecter, dans ces conditions, d'une manière non négligeable, les paramètres rhéologiques de la solution étudiée et notamment son temps de relaxation.

### 2.1. Méthode électrochimique

La mesure est effectuée sur une microsonde en platine (ici la partie active du cylindre) par l'analyse du courant électrique résultant d'une réaction de réduction électrochimique très rapide [ici :  $\text{Fe}(\text{CN})_6^{3-} + e^- \rightleftharpoons \text{Fe}(\text{CN})_6^{4-}$ ]. Les espèces de cette réaction sont mis en solution en très faible concentration ( $C_{\text{ox}} = C_{\text{red}} = 10^{-2} \text{ M}$ ) en présence d'un électrolyte support indifférent, du KCl (1 M), pour rendre négligeables les courants de migration. La surface de la microélectrode étant infiniment petite par rapport à la contre-électrode, le courant mesuré correspond effectivement au transfert massique au niveau de la microsonde et est assuré uniquement par des processus diffusionnels au voisinage de cette dernière.

Lorsque la différence de potentiel entre les électrodes, imposée par la régulation (ici un simple convertisseur courant-tension), est suffisante, le déficit en ions oxydant, dû à la réduction cathodique, ne peut être compensé par l'apport des ions par diffusion convective. Dans ces conditions, l'intensité du courant mesuré  $I$  atteint une valeur limite  $I_d$  [6] indépendante du potentiel.

Sur la figure 1, nous avons reporté le courant  $I$  en fonction de la d.d.p. imposée entre l'électrode de travail (E.T.) et la contre-électrode (C.E.) pour différents nombres de Reynolds  $Re = \frac{U_\infty \cdot d}{\nu}$  où  $U_\infty$  est la vitesse dans la conduite en l'amont du cylindre,  $d$  le diamètre de ce dernier, et  $\nu$  la viscosité cinématique de la solution.

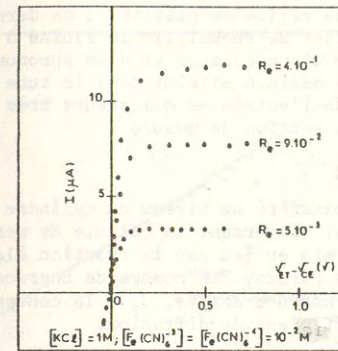


Fig. 1 : Courbes - courant/potentiel - pour différents nombres de  $Re$ , dans le cas de la réaction  $\text{Fe}(\text{CN})_6^{3-} + e^- \rightleftharpoons \text{Fe}(\text{CN})_6^{4-}$  sur un fil de platine.  $[\text{Fe}(\text{CN})_6^{3-}] = [\text{Fe}(\text{CN})_6^{4-}] = 10^{-2} \text{ M}$  Solution KCl [1 M] dans l'eau.  $Re = \frac{U_\infty \cdot d}{\nu}$

### 2.2. Dispositif Hydrodynamique

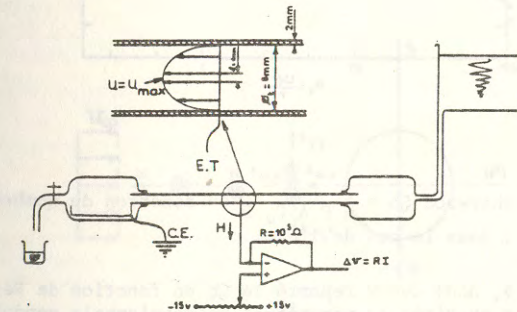


Fig. 2 : Dispositif expérimental. La partie du fil au centre du tube agit comme électrode de travail (E.T.). La contre-électrode (C.E.) est une grille de platine.

Afin d'assurer l'écoulement autour d'un cylindre en champ uniforme de vitesse  $U_\infty$ , nous avons pris un tube en plexiglass de diamètre intérieur  $d_t = 8 \text{ mm}$  percé suivant un diamètre, le long duquel un fil cylindrique en platine ( $d \approx 50 \mu\text{m}$ ) est placé puis collé (fig. 2). Le fil a été isolé électriquement avec du vernis sauf sur une longueur  $l = 1 \text{ mm}$  centrée autour de l'axe du tube. Ceci permet de réaliser un écoulement uniforme sur toute la partie active (électrode de mesure) qui voit donc une vitesse à l'infini  $U = U_{\max} = 2 U$  ( $U$  est la vitesse débitante du tube

avec une erreur relative égale à  $(\frac{1}{d})^2 \approx 1,6 \%$  ; le tube est placé entre un réservoir amont relié à une cuve à niveau constant et un réservoir aval contenant la contre-électrode (grande grille en platine) ; ce dernier débouche à l'air libre par un robinet permettant de recueillir le fluide à sa sortie afin de mesurer le débit massique à l'aide d'une balance et d'un chronomètre.

Le nombre de Reynolds maximum atteint dans le tube est  $Re_t = \frac{\bar{U} d_t}{\nu} \approx 100$  ; le fil est placé à  $30 d_t$  de l'entrée ce qui assure très largement un profil établi de Poiseuille, dans la section de mesure.

### 3. RESULTATS EXPERIMENTAUX

Le flux de matière transféré au niveau du cylindre est obtenu par la mesure de l'intensité  $I$  du courant traversant la cellule de mesure d'après  $J = \frac{I}{nF}$  où  $n$  est le nombre d'électrons mis en jeu par la réaction électrochimique ( $nF$  (ici  $n = 1$ ),  $F$  est le nombre de Faraday. Le nombre de Sherwood est défini par :  $Sh = \frac{J d}{C_0 D}$  où  $S$  est la surface active,  $C_0$  : la concentration en volume de l'actif réactif  $S$ ,  $C_0$  et  $D$  son coefficient de diffusion.

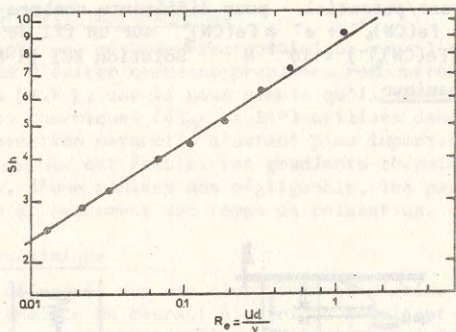


Fig. 3 : Nombre de Sherwood  $Sh = \frac{I d}{n F A C_0 D}$  en fonction du nombre de Reynolds  $Re = \frac{U_{\infty} d}{\nu}$ , dans le cas de l'eau.

Sur la figure 3, nous avons reporté le  $Sh$  en fonction de  $Re$  dans le cas de l'eau. Ces résultats exprimés en paramètres adimensionnels conduisent à :  $Sh = 0,76 Sc^{1/3} Re^{0,28}$  pour  $4 \cdot 10^{-3} < Re < 7$  où  $Sc = \nu/D$  est le nombre de Schmidt. Ces résultats restent en bon accord avec ceux obtenus dans le cas thermique [7].

Sur la figure 4, nous avons reporté nos résultats expérimentaux en terme de paramètres directement accessibles, c'est-à-dire le courant limite de diffusion  $I_d$  en fonction de la vitesse  $U_{\infty}$  ; ceci dans le cas de l'eau comme dans le cas de solutions diluées de polyoxyde d'éthylène (Polyox Coagulant  $M_w \approx 5 \times 10^6$ ). Pour les 3 concentrations utilisées  $C = 50$  ppm, 100 ppm et 200 ppm, on peut noter qu'à partir d'une certaine vitesse critique  $U^*$ , dépendant légèrement de la concentration en polymère, le transfert massique ne suit plus le même comportement qu'en solution newtonienne alors que des mesures de viscosité de cisaillement de ces solutions conduisent à un comportement pratiquement newtonien aux gradients de vitesse utilisés. Ainsi, nous nous écartons d'un comportement newtonien à partir d'une vitesse critique  $U^*$  dépendant de la concentration en polymère en raison du caractère viscoélastique que confèrent les macromolécules à la solution.

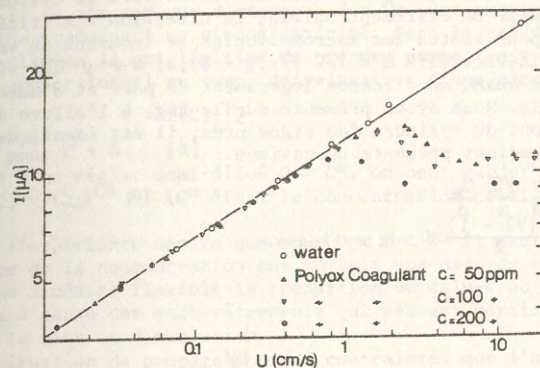


Fig. 4 : Courant limite de diffusion  $I$  en fonction de la vitesse d'écoulement  $U_{\infty}$  dans le cas de l'eau (0) et des solutions de polyoxéthylène "coagulant", pour différentes concentrations  $C$ .

### 4. INTERPRETATION ET DISCUSSION

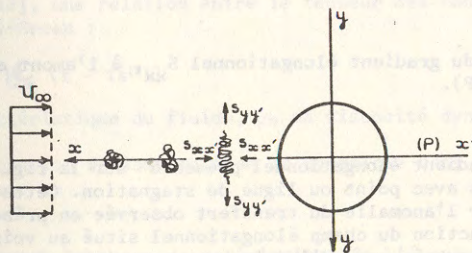


Fig. 5 : Croquis de la déformation d'une macromolécule convectée vers le cylindre.

A l'amont du cylindre et dans le plan de symétrie (P) fig. 5, les macromolécules voient un écoulement purement élongationnel (pour raison de symétrie la vorticité est nulle sur ce plan). Si on part du champ de vitesse obtenu par Lamb, par la résolution de l'équation de Navier-Stokes dans l'approximation d'Oseen, on arrive à un gradient élongationnel :

$$S_{xx} = U_{x,x} \Big|_{y=0} = -\frac{U}{\alpha} \left\{ \frac{1}{r} - \frac{a^2}{r^3} \right\}$$

$$S_{xx} = -S_{yy}$$

$a = d/2$  étant le rayon du cylindre,  $r$  la coordonnée radiale sur (P),  
 $\alpha = 1/2 - \gamma + \ln \frac{8}{Re} \quad (\gamma = 0,5772 : \text{cte l'Euler})$

Dans ces conditions, une macromolécule convectée vers le cylindre dans le plan (P) se trouve subir un étirement suivant la direction  $x'x$  (fig. 5). Il en est presque de même pour toutes les macromolécules se trouvant au voisinage du plan (P). En effet, la vorticit   $\omega = 1/2 |v_x, y - v_y, x| \propto r^2 y$  qui vient affecter cette  longation pure quand on s' carte l g rement de part et d'autre du plan (P), reste n gligeable. Nous avons pr sent  sur la fig. 6 l'allure du gradient  longationnel   l'amont du cylindre (au signe pr s, il est identique   celui obtenu   l'aval). Ce gradient pr sente un maximum :

$$(1) \quad S_{\max} = \frac{4}{9} \frac{\sqrt{3}}{\alpha} \frac{U_{\infty}}{d}$$

  une distance  $ro = \frac{(V\sqrt{3} - 1)}{2} d$  du cylindre.

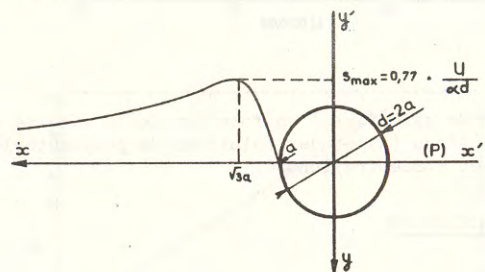


Fig. 6 : Variation du gradient  longationnel  $S_{xx'}$    l'amont et dans le plan de sym trie (P).

L'allure du gradient  longationnel pr sent  sur la fig. 6 est commune   tous les  coulements avec point ou ligne de stagnation. Cette description nous permet d'interpr ter l'anomalie du transfert observ e en pr sence des macromol cules, comme l'action du champ  longationnel situ  au voisinage amont du cylindre qui a pour cons quence d'induire une transition du type forme pelote   forme  tir e des cha nes macromol culaires flexibles, comme cela a  t  pr vu par Degennes [8]. Cette transition aurait lieu quand  $S_{\max} \tau_z \approx 1$  ( $\tau_z$  est le temps de relaxation de Zimm en bon solvant [9]). Or, les valeurs exp rimentales de  $S_{\max}$    partir desquelles on s' carte du comportement newtonien sont telles que :  $S_{\max} = 2.10^{-2} \text{ s}, 2.10^{-2} \text{ s}$  et  $6 \times 10^{-2} \text{ s}$ , qui correspondent respectivement    $C = 50, 100$  et  $200 \text{ ppm}$  des inverses de ces gradients critiques, sont du m me ordre de grandeur que le temps de Zimm  $\tau_z \approx 10^{-2} \text{ s}$  dans le cas du "Polyox Coagulant" [9].

L'interpr tation que nous venons de donner et qui est bas e sur des consid rations purement mol culaires ne se trouve pas du tout en contradiction avec une interpr tation bas e sur des consid rations macroscopiques. En effet, du point de vue de la rh ologie macroscopique, nous pouvons dire qu'  l'amont du point d'arr t, une particule fluide venant de l'infini se trouve soumise   une forte d formation principalement au voisinage du cylindre. Ceci est d    une forte acc l ration convective. La relation entre les contraintes et les d formations pour cette particule fluide visco lastique n'est pas une relation lin aire (fluide Newtonien). Les contraintes pr sentent plut t un caract re non stationnaire au sens

Lagrangien du terme li  d'une part   cette acc l ration convective et au caract re visco lastique du fluide qui se caract rise par un tr s l ger retard sur la transmission des contraintes. Cette instationnarit  due   l'existence d'une vitesse  $\dot{\gamma}$  finie de transmission des contraintes dans le cas d'un fluide visco lastique [10] se fait sentir sur une distance :  $\delta = \dot{\gamma} \tau$  o   $\tau$  est le temps caract ristique du fluide traduisant sa visco lasticit . Dans le cas des solutions dilu es ou semi-dilu es il est l gitime de prendre comme temps caract ristique du fluide un temps proportionnel au temps de relaxation d'une macromol cule isol e

$$\tau = f(C) \cdot \tau_z$$

avec :  $f(C) \rightarrow 1$  pour  $C \rightarrow 0$  [9].

Dans le cas d'un r gime semi-dilu   $C > C^*$ , on peut garder la relation pr c dente avec  $f(C) \approx \left(\frac{C}{C^*}\right)^{1,5}$  [9] ( $C^*$   tant la concentration critique du d but d'enchev trement).

Cependant, l'exp rience montre que pour  $0 < C < C^*$  il peut subsister une l g re d pendance de la concentration due au fait que dans de tels syst mes polym riques   cha ne lin aire flexible la transition du dilu e au semi-dilu e n'est pas tr s franche   cause des enchev trements qui peuvent persister pendant tr s longtemps apr s la mise en dissolution.

Devant la situation de propagation des contraintes que l'on vient de d crire plus haut, il appara t donc deux r gimes : celui dans lequel les contraintes ont le temps de se propager et qui correspond    $[U] < \dot{\gamma}$ , et celui pour lequel il appara t un front d'onde sur une distance  $\delta$  et qui correspond    $[U] > \dot{\gamma}$ ;  $[U]$   tant le "saut" de vitesse observ  par le fluide. Cette vitesse  $\dot{\gamma}$  a  t  d j   obtenue par diff rents chercheurs [10-11] et a pour expression :

$$\dot{\gamma} = \sqrt{v_0 / \tau}$$

o   $v_0$  est la viscosit  cin matique du fluide visco lastique et  $\tau$  son temps caract ristique. L' paisseur de l'instationnarit  est  $\delta = \dot{\gamma} \tau = \sqrt{v_0 \tau}$ . Ces r sultats sont souvent utilis s dans la litt rature [12] et peuvent  tre retrouv s facilement par une simple analyse dimensionnelle. En effet, dans l'hypoth se d'un fluide mat riellement simple, qui correspond avec une bonne approximation au comportement des solutions dilu es de polym re, nous avons, d'apr s une analyse adimensionnelle donn e par Truesdell [13], une relation entre le tenseur des contraintes  $\underline{\Sigma}$  et le tenseur droit de Cauchy-Green :

$$\underline{\Sigma} = \frac{\mu_0}{\tau} \int_{s^{**} = \infty}^{s^{**} = 0} \underline{H} : \underline{C}_t (t - \tau s^{**})$$

o   $\tau$  est le temps caract ristique du fluide,  $\mu_0$  sa viscosit  dynamique   gradient nul.

Par ailleurs, l' quation fondamentale de la dynamique dans laquelle on n glige les forces de volumes est :

$$\rho \ddot{\underline{x}} = \text{div } \underline{\Sigma}$$

Si on prend donc comme longueur caract ristique de l' coulement la distance  $\delta$ , le long de laquelle se fait sentir l'acc l ration convective c'est- -dire le long de laquelle s'effectue une grande variation de vitesse  $[U]$ , et comme temps caract ristique de l' coulement le temps  $\theta$  pendant lequel s'effectue ce "saut" de vitesse - A noter que  $[U] = \delta / \theta$  - Ainsi on arrive   l'expression suivante :

$$\ddot{\underline{x}} = \Lambda \text{div} : \left\{ \int_{s^{**} = \infty}^{s^{**} = 0} \underline{H} : \underline{C}_t (t - \tau s^{**}) \right\}$$

$$\text{avec } \Lambda = \frac{\mu_0}{\rho \tau} \times \frac{1}{[U]^2}$$

ce qui fait appara tre une vitesse caract ristique  $\dot{\gamma} = \sqrt{\mu_0 / \rho \tau}$  correspondant   la vitesse de propagation des contraintes. On obtient aussi une longueur caract ristique  $\delta = \sqrt{\mu_0 \tau / \rho}$  correspondant   la distance maximum le long de laquelle l'instationnarit  des contraintes peut se faire sentir.

Dans le cas de notre exp rience on a  $v_0 = 10^{-2} \text{ St}$ ,  $\theta = \tau_z = 10^{-2} \text{ s}$  ce qui

{1} Nom commercial (Soci t  Union Carbide) du polyox thyl ne de masse molaire  $5.10^4$



conduit à  $\dot{\gamma} \approx 1$  cm/s et  $\delta \approx 100$   $\mu$ m. Cependant, la vitesse à l'amont du cylindre varie de  $U_{\infty}$  à 0, principalement au voisinage du cylindre, ce qui correspond à  $[U] \approx U_{\infty}$ . Dans ces conditions, on peut comparer  $U \approx 1$  cm/s à la valeur de  $U_{0.8} \approx 0,8$  cm/s à partir de laquelle on commence à s'écarter d'un comportement newtonien [fig. 4].

$\delta \approx 100$   $\mu$ m s'est avérée aussi du même ordre de grandeur que la couche hydrodynamique calculée à partir de la fréquence de coupure des fluctuations observées lors de ce comportement non-newtonien [3].

##### 5. CONCLUSION

Outre leur densité  $\rho$  et leur viscosité dynamique  $\mu_0$ , les solutions diluées ou semidiluées de polymère peuvent être caractérisées par un temps caractéristique. Quoique très petit, ce temps peut conduire à des comportements non-newtoniens notables suivant le type d'écoulement, d'où la nécessité d'une estimation de l'ordre de grandeur de ce temps.

L'expérience décrite semble pouvoir répondre à cette exigence en apportant une moindre perturbation au paramètre rhéologique mesuré.

- [1] A. AMBARI "Contribution à la détermination des paramètres rhéologiques des solutions de polymères". Thèse de Doct. Ing. (1979) U.P.M.C. Paris 6.
- [2] H. ABEL, A. AMBARI, C. DESLOUIS et B. TRIBOLLET "Rencontre Internationale sur les écoulements élongationnels." Mulhouse La Bresse (1983).
- [3] A. AMBARI, C. DESLOUIS, B. TRIBOLLET Chem. Eng. Comm. (submitted).
- [4] K.A. SMITH, E.W. MERRILL, H.S. MICKLEY and P.S. VIRK Anomalous pitot tube and hot film measurements in dilute polymer solutions Chem. Eng. Sci. 22, 619, (1967).
- [5] D.F. JAMES and A.J. ACOSTA The laminar flow of dilute polymer solutions around circular cylinders J. Fluid Mech. 42, 269 (1970).
- [6] V.G. LEVICH Physicochemical hydrodynamics, Printice Hall, N.Y. (1962).
- [7] V.T. MORGAN Advance in Heat Transfert, 11, (1975), 199.
- [8] P.G. DE GENNES Coil-stretch transition of dilute flexible polymers under ultrahigh velocity gradients, J. Chem. Phys., 60, 5030 (1974).
- [9] P.G. DE GENNES Scaling concepts in polymer physics, Part A, Cornell Univ. Press, Ithaca and London (1979).
- [10] R.I. TANNER Note on the Rayleigh problem for a visco-elastic fluid, Z.A.M.P., 13, 573 (1962).
- [11] B.D. COLEMAN, M.E. CURTIN and I. HERRERA Waves in materials with memory, Arch. Rot. Mech. Anal., 19, 1 (1965).
- [12] G. ASTARITA, G. MARRUCCI "Principles of Non-Newtonian Fluid Mechanics", Mc Graw-Hill (1974) pp 251-252.
- [13] C. TRUESDELL The natural time of a viscoelastic fluid : its significance and measurement, Phys. of fluid, 7, 1134 (1964).

\*:

\* \*:

\*:

## REALISATION D'UN VISCOSIMETRE A CYLINDRES COAXIAUX DE LABORATOIRE<sup>1</sup> ACHIEVEMENT OF A LABORATORY COAXIAL VISCOMETER

A. DOUSTENS<sup>2</sup>, J.M. ARIBERT<sup>3</sup>, F. SEVIER<sup>4</sup>, S. SFILIO<sup>5</sup>  
Département Génie Civil et Urbanisme - INSA RENNES  
20, avenue des Buttes de Coësmes 35043 RENNES CEDEX

### RESUME

La conception, la construction et la mise au point d'un appareil à cylindres coaxiaux destiné à équiper un Laboratoire de Génie Civil sont présentées et discutées. L'appareil, de grandes dimensions, utilise des moteurs à faible inertie et des capteurs de couples de grande raideur, l'accès est possible à l'intérieur du cylindre intérieur de mesure. Des exemples de mesure sont donnés à la fin de la communication.

### ABSTRACT

Design, building and perfecting of a concentric cylinder instrument destined to a Civil Engineering Laboratory is presented and discussed. This large size apparatus use small inertia engines and very stiff moment transducers. Access is possible to the interior part of the interior cylinder. Examples of measurement are given at the end of the paper.

<sup>1</sup> Communication présentée au 18ème Congrès du Groupe Français de Rhéologie le 30 novembre 1983

<sup>2</sup> Maître Assistant - INSA

<sup>3</sup> Professeur - INSA

<sup>4</sup> Technicien - INSA

<sup>5</sup> Technicien - INSA

## 1. INTRODUCTION

L'appareil dont il est question ici a été construit pour participer à l'équipement d'un laboratoire de Génie Civil. D'autres réalisations ont été effectuées dans ce domaine [1], [2]. En effet, on rencontre dans les différentes techniques propres à cette discipline un grand nombre de fluides de comportements très divers. On peut citer les peintures, colles et enduits, les boues de forage, les coulis d'injection, les mortiers, etc...

L'étude rhéologique de ces fluides intervient soit au niveau de la mise au point de produits nouveaux, soit à celui du contrôle de qualité [3], soit encore pour les besoins de recherches plus générales [4].

Le comportement de ces fluides qui sont pour l'essentiel des suspensions peut être fort complexe (seuil de contrainte, thixotropie) et exige des études précises et soignées.

D'une manière générale, le prototype du viscosimètre à cylindres coaxiaux présenté ici a été conçu dans le perspective de réaliser :

- des essais de comportement pour des fluides, y compris ceux comportant en suspension des grains de dimensions non négligeables ;
- d'être capable de recevoir des équipements complémentaires permettant la mesure d'autres paramètres et à ce titre de rendre possible l'accès à l'intérieur du cylindre intérieur ;
- de se prêter par ses commandes à un pilotage automatique dans le but final d'une gestion par ordinateur.

Après avoir justifié le choix du type de l'appareil, les différents éléments seront décrits successivement en mettant l'accent sur les difficultés relatives aux centrages des pièces tournantes. Quelques exemples de mesures sont donnés en fin de l'article.

## 2. CHOIX DU TYPE ET DE LA CONFIGURATION DE L'APPAREIL

### 2.1 Les appareils classiques [5], [6], [7]

Parmi les systèmes destinés à mesurer les propriétés rhéologiques, seuls ceux qui dérivent d'un écoulement viscométrique ont été retenus. Un certain nombre de géométries sont utilisées, mais le choix a été limité à l'un des trois types suivants :

- le plan cône
- le capillaire
- les cylindres coaxiaux.

L'appareil plan-cône - Son principe consiste à déformer le fluide entre un plateau et un cône coaxiaux (cf. figure 1-a). Le champ des déformations du fluide dans cette géométrie est homogène si l'angle du cône est suffisamment grand. Ce type d'appareil permet de faire des études d'effets de mémoire et des mesures des trois fonctions viscosimétriques. Malheureusement pour des fluides comportant des particules, l'appareil est inutilisable même en tronquant le cône, ce qui modifie l'écoulement de manière incontrôlable si l'on exagère ce tronçage.

L'appareil capillaire (figure 1-b) - Il exploite l'écoulement dans un tube à section circulaire du fluide à étudier, l'état des déformations n'est pas homogène. Il présente l'avantage de pouvoir atteindre de grandes vitesses de déformation. Cependant, pour des fluides chargés de particules, le diamètre du tube capillaire risque de devoir être choisi trop grand pour qu'une bonne stabilité de l'écoulement soit assurée.

De plus, cet appareil est mal adapté à effectuer des cycles de sollicitations ou des études de thixotropie (mise en contrainte brusque). Enfin, sa mise en oeuvre et son nettoyage sont relativement lourds.

L'appareil à cylindres coaxiaux (figure 1-c) - Le principe de cet appareil est fondé sur la déformation d'un fluide entre deux cylindres coaxiaux dont l'un

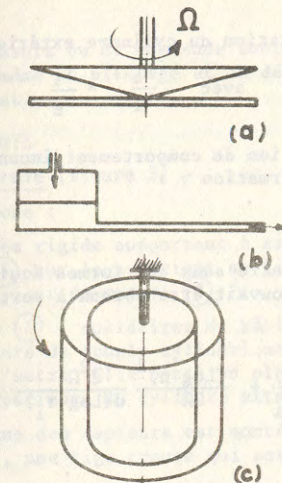


Figure 1

est en rotation par rapport à l'autre.

Le champ des déformations n'est pas homogène mais il présente l'avantage de pouvoir accepter des particules en suspension car on peut choisir l'espace entre les deux cylindres pour que la dimension de la particule puisse être considérée comme négligeable.

Le paragraphe suivant est consacré à une étude plus complète des divers aspects de cet appareil.

### 2.2 Le viscosimètre à cylindres coaxiaux

Dans l'hypothèse où le cylindre intérieur est maintenu fixe et où le cylindre extérieur est tournant (l'hypothèse contraire ne modifiant pas la théorie de l'appareil) on peut mesurer (cf. figure 2) la contrainte exercée sur le cylindre intérieur à partir du couple C.

$$\tau_i = \frac{C}{2\pi r_i h}$$

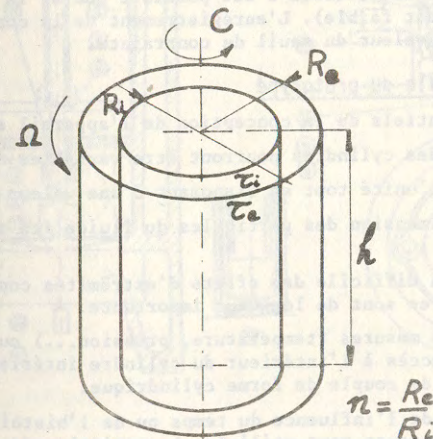


Figure 2

et montrer que la vitesse de rotation du cylindre extérieur est :

$$\Omega = \frac{1}{2} \int_{\tau_i}^{\tau_e} f(x) \frac{dx}{x} \quad (2) \quad \text{avec} \quad \frac{R_e}{R_i} = \frac{\tau_i}{\tau_e} \quad (3)$$

où la fonction  $f(x)$  est la relation de comportement inconnue du fluide reliant la contrainte et la vitesse de déformation  $\gamma$  :

$$\gamma = f(\tau) \quad (4)$$

Divers chercheurs [8] [9] ont montré sous des formes équivalentes qu'un développement en série de la fonction  $f$  pouvait être obtenu à partir de l'enregistrement de  $\tau_i$  en fonction de  $\Omega$  :

$$f(\tau_i) = \frac{\Omega}{\text{Log } n} \left[ 1 + \text{Log } n \frac{d(\text{Log } \Omega)}{d(\text{Log } \tau_i)} + \frac{(\text{Log } n)^2}{3\Omega} \frac{d^2 \Omega}{d(\text{Log } \tau_i)^2} - \frac{\text{Log } n}{45\Omega} \frac{d^4 \Omega}{d(\text{Log } \tau_i)^4} + \dots \right] \quad (5)$$

Dans le cas particulier où les deux rayons sont très proches  $\frac{R_e}{R_i} < 1,02$ , on peut assimiler le champ des déformations à un champ homogène et calculer la vitesse de déformation de la manière suivante :

$$\gamma = \Omega \frac{R_e^2 + R_i^2}{R_e^2 - R_i^2} \quad (6)$$

Ce cas est difficilement réalisable dans la pratique.

Les calculs présentés ne sont valables de plus que dans le cas de cylindres infiniment longs : il faudra donc dans la pratique prendre en compte les erreurs dues aux extrémités.

Dans le cas où le fluide étudié comporte un seuil de contrainte, la formule (5) ne peut être appliquée que si l'écoulement est tel que ce seuil soit dépassé partout. La mesure du seuil doit faire l'objet d'un procédé spécifique : on fait alors tourner très lentement le cylindre extérieur de telle manière que le cylindre intérieur tourne également (ceci n'est possible que si la raideur du capteur de couple est suffisamment faible). L'enregistrement de la contrainte atteint alors une partie qui donne la valeur du seuil de contrainte.

### 2.3 Configuration générale du prototype

Les éléments essentiels de la conception de l'appareil sont les suivants :

- Les dimensions des cylindres pourront être variables de façon à pouvoir maintenir  $\frac{R_e}{R_i}$  proche de l'unité tout en disposant d'une valeur de  $R_e - R_i$  suffisamment grande devant la dimension des particules du fluide (au moins 10 fois, au mieux, 50 fois).

- La détermination difficile des effets d'extrémités conduit à les minimiser et pour cela les cylindres sont de longueur importante.

- Pour effectuer des mesures (température, pression...) ou faciliter la régulation en température, l'accès à l'intérieur du cylindre intérieur est possible ce qui implique un capteur de couple de forme cylindrique.

- Pour des études de l'influence du temps ou de l'histoire, des moteurs à variation très rapide de vitesse sont utilisés. La variation de vitesse est continue pour permettre l'enregistrement automatique.

- Les capteurs de couple ont une raideur suffisante pour que la constante de temps de l'ensemble du capteur et du cylindre intérieur soit négligeable devant le temps d'imposition d'une vitesse de rotation donnée.

- Les signaux de mesure ou de commande sont analogiques pour permettre des essais automatiques ou même un pilotage et un dépouillement par ordinateur moyennant un interface adéquat.

## 3. LES PRINCIPAUX ELEMENTS

### 3.1 Structure générale (figure 3)

L'appareil se compose :

- d'un bâti (1) très rigide supportant à sa partie inférieure (2) les moteurs entraînant le plateau (6) sur lequel vient se fixer et se centrer la partie inférieure du cylindre extérieur de mesure (8) ;

- sur les colonnes (4), solidaires du bâti, coulisse la tête de mesure qui comprend les deux capteurs de couple cylindriques (10) et le dispositif de mise en service de l'un ou l'autre. Elle porte un plateau tournant (7) sur lequel vient se centrer la partie supérieure du cylindre extérieur de mesure ;

- sur la base commune des capteurs est montée au moyen d'une liaison à la CARDAN (figure 4) (15), une tige creuse qui sert de support aux cylindres intérieurs de mesure ;

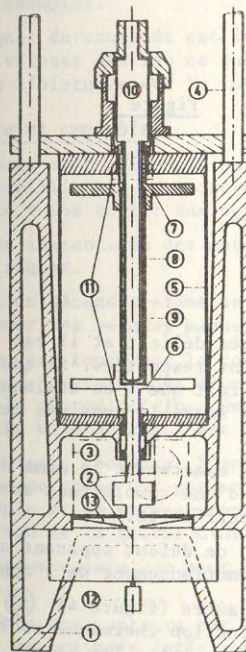


Figure 3

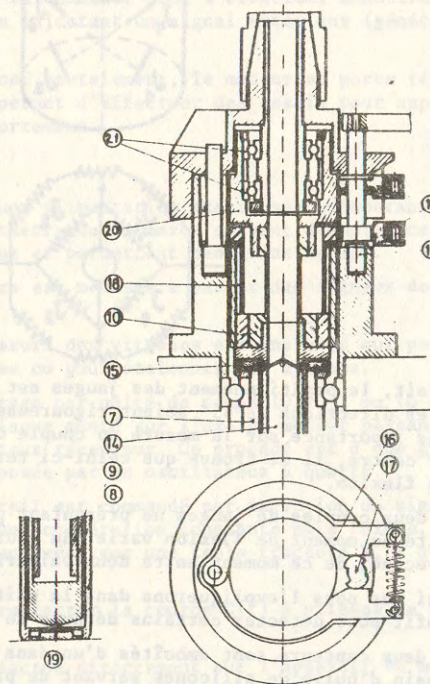


Figure 4

- des joints tournants (figure 3) (11) sont prévus sur les arbres supportant les plateaux (6) et (7) et permettent la mise en place d'une chambre d'eau autour du cylindre extérieur et destinée à la régulation de température.

Chaque cylindre intérieur de mesure comporte à son extrémité une aiguille qui vient se loger (figure 4) (19) dans un micro roulement porté par le plateau inférieur. Le cylindre extérieur (8) comporte un orifice permettant le passage de l'aiguille.

### 3.2 Les capteurs et la tête de mesure

Les capteurs sont constitués de cylindres de ZICRAL, de faible épaisseur, sur lesquels sont collées des jauges de contrainte de telle manière que leur axe fasse une direction de 45° avec l'axe du capteur.

Dans ces conditions, les jauges constituant les branches d'un montage en pont de WHEATSTONE, le capteur est théoriquement insensible aux sollicitations autres que la torsion (figure 5).

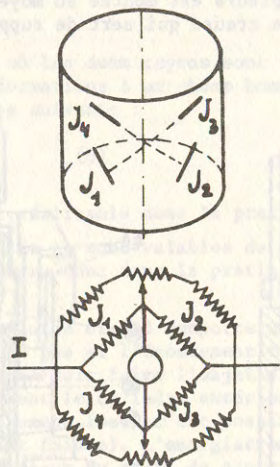


Figure 5

En fait, le positionnement des jauges est très délicat et il est exceptionnel que les directions de 45° soient rigoureusement respectées. Si ceci n'a qu'un effet sans importance sur la mesure du couple du fait que l'on étalonne le capteur, par contre, il se trouve que celui-ci reste sensible dans une certaine mesure à la flexion.

Les deux couples de jauges ne présentant pas exactement le même défaut, la sensibilité au moment de flexion varie (au cours d'une révolution) avec la direction du vecteur de ce moment entre deux valeurs extrêmes.

Ainsi que nous l'expliquerons dans la suite, ce défaut apparent a pu être mis à profit pour détecter certains défauts de fonctionnement de l'appareil.

Les deux capteurs sont emboîtés d'un dans l'autre (figure 4) (10) et plongés dans un bain d'huile de silicones servant de protection thermique en limitant les différences de température qui pourraient apparaître entre les jauges. Les ponts de jauges sont pourvus d'un dispositif permettant de travailler autour du zéro électrique. L'alimentation est effectuée à courant constant.

L'ensemble des deux capteurs est fixé à la tête de mesure par l'intermédiaire de deux roulements à bille (cf. figure 3) (21).

La pièce (20) qui porte les bagues extérieures des roulements est solidaire du petit capteur de couple, elle peut être bloquée en rotation par des mâchoires de frein (16). Dans ce cas seul le petit capteur est en service et subit le moment du cylindre intérieur de mesure sans aucun frottement parasite.

Un second jeu de mâchoires (16) permet de venir bloquer en rotation le gros capteur tout en libérant la pièce (20) qui peut alors tourner. Les sollicitations du cylindre de mesure sont alors transmises au gros capteur à ceci près que lors de la mesure, la rotation de la base du capteur entraîne celle des roulements (21) et donc introduit leur frottement. Ce frottement est négligeable vis à vis de la gamme des couples mesurés par le gros capteur compte tenu de la valeur extrêmement faible de la rotation au cours de la mesure.

### 3.3 L'ensemble moteur

Logé à la partie inférieure du bâti, il comprend deux moteurs (figure 3) (2). Un premier moteur de puissance élevée (3 KW) permet de donner des vitesses de rotations au dessus de 20 tours par minute. Le second moteur, par l'intermédiaire d'un réducteur permet d'atteindre 0,15 tour par minute.

Un système d'entraînement par roue à cliquet permet le passage d'un moteur à l'autre sans discontinuité.

Ces moteurs sont du type à rotor imprimé qui leur confère une inertie extrêmement faible. L'alimentation de chacun est effectuée par un système électronique qui fournit une tension proportionnelle au signal de commande. Une dynamo tachymétrique permet une régulation sur la vitesse par une comparaison de son signal de sortie avec le signal de commande. La commande peut s'effectuer manuellement en agissant sur un potentiomètre ou en injectant un signal extérieur (générateur de rampes par exemple).

Si le signal de commande est imposé brutalement, le moteur se porte très rapidement à la vitesse désirée ce qui permet d'effectuer des essais pour apprécier l'influence de l'histoire sur le comportement.

### 3.4 Mesure et contrôles

Les capteurs sont alimentés par une alimentation stabilisée en courant, la mesure est recueillie par un microvoltmètre du commerce servant d'amplificateur de mesure grâce à une sortie analogique et permettant des gains de 10<sup>6</sup>.

La vitesse instantanée des moteurs est mesurée à partir des signaux des dynamos tachymétriques.

Cependant un second système de mesure des vitesses est installé qui peut être utilisé pour les mesures manuelles ou pour étalonner les dynamos.

Ce système est fondé sur le comptage par unité de temps (0,1, 1 ou 10 secondes) du nombre de perforations d'un disque monté sur l'axe du moteur passant devant un ensemble photoélectrique émetteur récepteur. Ce procédé est d'une grande précision car la base de temps est imposée par un oscillateur à quartz.

Pour les essais courants, l'appareil est commandé par injection du signal d'un générateur de rampe qui permet une accélération constante mais faible. Les mesures de couple et de vitesse sont envoyées sur une table traçante X, Y qui fournit donc le tracé de la courbe C(Ω).

Pour d'autres essais, on peut enregistrer la courbe C(t) à vitesse de rotation constante.

L'étalonnage des capteurs est effectué directement sur l'appareil en montant un plateau sur le cylindre intérieur et en exerçant un couple sur ce plateau au moyen de fils sans raideur passant sur des poulies (figure 6) et auquel on suspend des poids marqués.

Pour effectuer une mesure sur l'appareil, on dépose le fluide à étudier au fond du cylindre extérieur. Le volume d'échantillon est défini avec précision pour obtenir une hauteur voulue entre les cylindres.

Le cylindre intérieur étant monté sur le plateau inférieur, on descend lentement la tête de mesure. Le cylindre extérieur est alors fixé sur le plateau supérieur et son centrage vérifié.

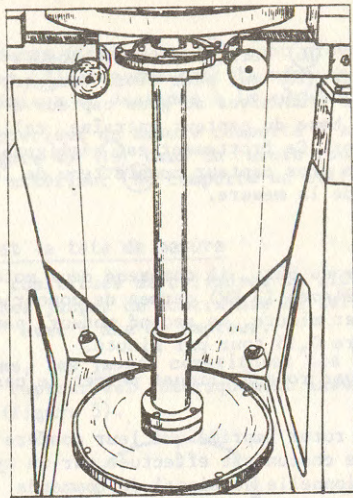


Figure 6

Les divers caractéristiques de l'appareil, ainsi qu'une vue générale, sont rassemblés sur la figure 7.

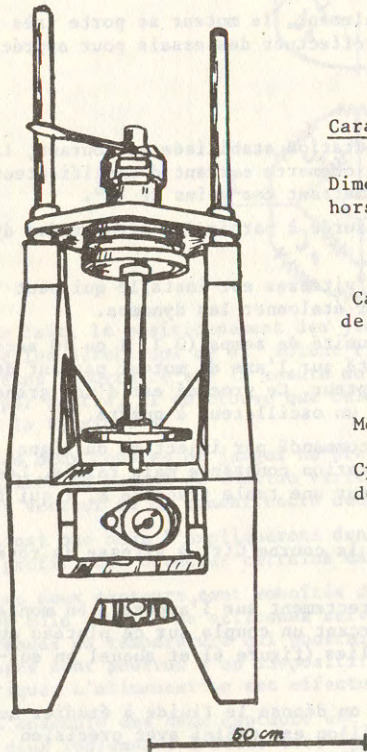


Figure 7

#### Caractéristiques de l'appareil

Dimensions hors tout	{	Hauteur : 1,59 m
		Largeur : 0,50 m
Capteur de couple	{	1 { 0 à 0,8 m.N
		Raideur 719. m.N/rd.
		Sensibilité $250 \cdot 10^{-5}$ n.m/V/mV
	{	2 { 0 à 9 m.N
		Raideur $C_R = 36000$ mXN
		Sensibilité $5000 \cdot 10^{-5}$ N.m/V/mA
Moteurs	{	1 { 0,15 à 20 tours/minute
		15 à 3000 tours/minute
Cylindre de mesure		Hauteur utile maximum 35 cm
		Diamètre de 40 à 250 mm
Cylindres utilisés pour les exemples donnés au paragraphe (5)		
		$R_e = 20$ mm $n = 1,057$
		$R_i = 18,93$ mm

## 4. LES PROBLEMES DE CENTRAGE ET DE PRECISION MECANIQUE

### 4.1 Modalités du montage

Les difficultés de réalisation et de montage d'un tel ensemble sont multiples surtout en raison de la taille des divers éléments.

L'axe des plateaux (6) et (7) (figure 3) sont considérés comme superposés du fait de la méthode d'usinage du bâti : cette direction commune sert de référence sur laquelle doivent s'aligner les axes des cylindres de mesure.

En ce qui concerne le cylindre intérieur :

- on peut au montage ajuster la position de l'axe en partie supérieure en ajustant la position de la tête ;
- en partie inférieure, il faut avec une grande précision centrer le micro-roulement sur le plateau (6) et centrer parfaitement l'aiguille sur le cylindre lui-même.

Le cylindre extérieur est centré à chaque utilisation par un dispositif de réglage prévu sur chaque plateau.

Du fait du grand nombre de ces réglages et des inévitables imprécisions, un certain nombre de cas peuvent se produire qui ont des influences diverses sur la mesure.

### 4.2 Effets géométriques des centrages défectueux

Nous supposons être dans un cas assez général où :

- le cylindre intérieur porte une aiguille non centrée ;
- le micro-roulement est également non centré sur le plateau ;
- le cylindre extérieur est aussi mal centré par rapport au plateau.

La figure 8 indique la configuration que l'on obtient ainsi. Nous appellerons  $\rho_1$  l'excentrement du cylindre extérieur,  $\rho_2$  celui de l'aiguille et  $\delta$  la distance de l'aiguille à l'axe du cylindre intérieur.

A tout instant, au cours du fonctionnement, les points des deux cylindres qui sont les plus rapprochés sont situés sur la ligne des centres.

Nous choisirons un système d'axes tel que Ox soit parallèle à la ligne  $C_i C_a$ .

On montre facilement que la pente de la droite  $C_e C_i$  s'exprime par :

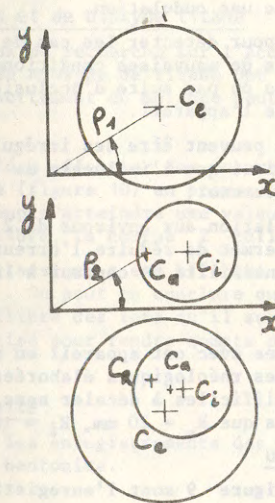


Figure 8

$$m = \operatorname{tg}(\omega t + \theta_0) \frac{1}{1 + \frac{\delta \cos \theta_0}{(\rho_2 \cos \varphi - \rho_1) \cos(\omega t + \theta_0)}} \quad (7)$$

et que la distance  $\Delta$  des points les plus rapprochés des deux cylindres est :

$$\Delta = R_e - R_i - \{\rho_1^2 + \rho_2^2 - 2\rho_1\rho_2 \cos \varphi + \delta[\delta - \rho_1 \cos \theta + \rho_2 \cos(\theta + \varphi)]\}^{1/2} \quad (8)$$

avec :

$$\operatorname{tg} \theta_0 = \frac{\rho_2 \sin \varphi}{\rho_2 \cos \varphi - \rho_1}$$

Il est clair que si  $\delta = 0$  (7) indique que la droite des centres a un mouvement de rotation uniforme et que  $\Delta$  est constant.

Par contre, si  $\delta$  est non nul, en général cette rotation n'est pas uniforme.  $\Delta$  n'est plus constant.

Un cas particulier est celui où  $\rho_1, \rho_2$  et  $\delta$  sont nuls : c'est le cas du centrage parfait.

Un second cas particulier est celui où  $\rho_1 = \rho_2$  et  $\varphi = 0$ .

On a alors  $\Delta$  et  $m$  constants.

#### 4.3 Détection des défauts de centrage

En s'appuyant sur la théorie de la lubrification [10], on peut dire que si les deux cylindres ne sont pas concentriques du fait de la convergence puis de la divergence de l'écoulement, une pression plus importante apparaîtra dans la partie rétrécie et par suite un moment sera exercé sur le cylindre intérieur.

Par contre, si l'espace  $\Delta$  reste le même au cours de la rotation, aucune fluctuation de la valeur du couple n'apparaîtra, bien que cette valeur soit erronée.

Dans le cas où  $\Delta$  varie au cours de la rotation ( $\delta \neq 0$ ) le couple et le moment sur le cylindre intérieur subiront des fluctuations.

Nous avons signalé au paragraphe 3.2 que les capteurs avaient une sensibilité aux moments variable avec la direction du moment : que que soit de défaut de centrage, l'enregistrement portera donc une ondulation.

Cette remarque a été utilisée pour détecter les cas de mauvais centrage et donc éviter de faire des essais dans de mauvaises conditions. Cette ondulation permet également de détecter des cas où par suite d'occlusions d'air le fluide n'est pas correctement en place dans l'appareil.

D'autres causes d'oscillations peuvent être des irrégularités de vitesse de rotation au cours d'une révolution ainsi que l'influence de l'élasticité de la transmission entre le moteur et le plateau.

On arrive à limiter cette ondulation aux environs de 2 % en effectuant des réglages corrects. Une correction permet de réduire l'erreur à une valeur bien inférieure en prenant en compte la sensibilité du capteur à la flexion.

### 5. EXEMPLES DE MESURE [11, 12]

Trois exemples d'essais réalisés avec cet appareil en montrent diverses possibilités et aussi l'intérêt d'études rhéologiques élaborées qui permettent de mettre en évidence des phénomènes difficiles à déceler sans cela. Ces essais ont été réalisés avec des cylindres tels que  $R_e = 20$  mm,  $R_i = 18,93$  mm.

#### 5.1 Mélanges de kaolin et d'eau

Les courbes (1) et (2) de la figure 9 sont l'enregistrement de la variation

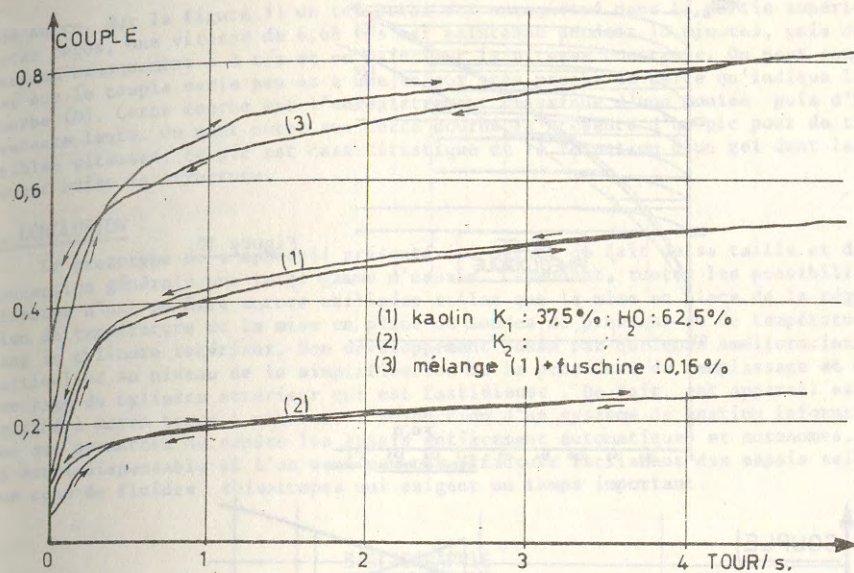


Figure 9

du couple de l'appareil, ils montrent tous deux un phénomène de boucle qui dénote une sensibilité du comportement au temps et à l'histoire des déformations. La courbe 3 qui a le même aspect a été reportée pour montrer l'influence particulièrement importante que peut avoir une variation de  $p_h$  du milieu (provoquée par la fuschine). De telles mesures, si elles permettent d'entrevoir la complexité d'un comportement, ne conduisent pas à des résultats précis. Les exemples qui suivent montrent que des essais viscosimétriques peuvent amener à une connaissance plus approfondie.

#### 5.2 Mélanges de kaolin et de dioxyde de titane

A l'occasion de travaux de recherche sur l'écoulement de fluides de Bingham, des mélanges de kaolin et de dioxyde de titane ont été utilisés. L'essai cité ici vise à apprécier si le comportement du mélange peut être supposé indépendant du temps et de l'histoire.

Des essais ont consisté à effectuer des mesures de couple pour diverses vitesses indiquées en abscisse (figure 10) en provoquant un démarrage brusque, puis en laissant la valeur du couple atteindre une valeur constante. La courbe 1 est celle des états d'équilibre, la courbe 2 celle des valeurs instantanées.

Enfin, un rhéogramme classique a été effectué (courbe 0) qui se révèle très près de la courbe 1. On peut en conclure que le fluide a un comportement très proche de celui d'équilibre dès lors qu'il subit des déformations et que le rhéogramme pourra être utilisé pour rendre compte des propriétés de l'écoulement étudié.

#### 5.3 Mélange eau-bentonite

La figure 11 regroupe les enregistrements des tests rhéologiques effectués sur un mélange d'eau et de bentonite.

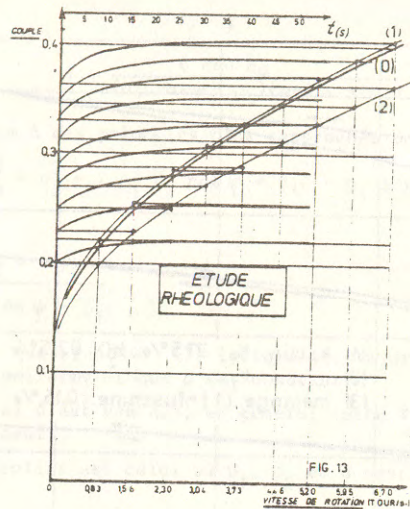


Figure 10

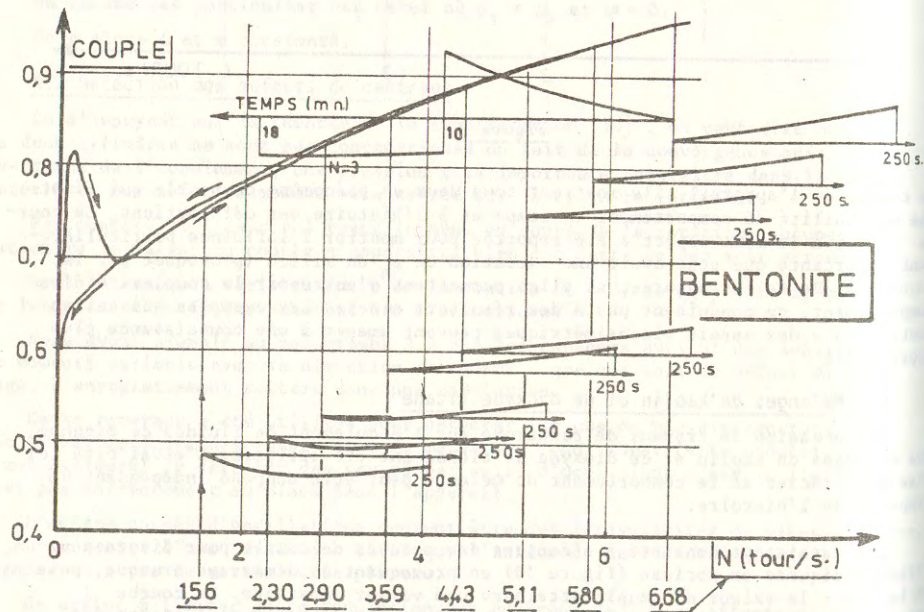


Figure 11

Pour huit vitesses différentes, la variation du couple a été enregistrée sur 250 s après un démarrage brusque. Un repos de deux minutes sépareit deux mesures. La courbe relative à chaque essai est reportée à un petit axe des temps correspondant à chaque vitesse.

On peut voir que le comportement varie à partir d'une vitesse de 3,5 t/s environ : pour des vitesses plus faibles, le couple était décroissant puis croissant; pour des vitesses plus élevées, il est toujours croissant.

Une autre possibilité de l'appareil est le passage brusque d'une vitesse à

une autre. Sur la figure 11 un tel essai est enregistré dans la partie supérieure: après repos, une vitesse de 6,68 t/s est maintenue pendant 10 minutes, puis on descend brusquement à 3 t/s et on maintient la vitesse constante. On peut constater que le couple varie peu et a une valeur très proche de celle qu'indique la courbe (0). Cette courbe est l'enregistrement classique d'une montée puis d'une descente lente. On peut noter sur cette courbe la présence d'un pic pour de très faibles vitesses, ce pic est caractéristique de la formation d'un gel dont le mouvement brise la structure.

## 6. CONCLUSION

Le prototype de l'appareil présenté ici permet du fait de sa taille et de sa conception générale une large gamme d'essais. Cependant, toutes les possibilités offertes n'ont pu être encore utilisées telles que la mise en place de la régulation de température ou la mise en place de sondes de pression ou de température dans le cylindre intérieur. Son développement passe par quelques améliorations en particulier au niveau de la simplification de la procédure de remplissage et de centrage du cylindre extérieur qui est fastidieuse. De fait, cet appareil est destiné à moyen terme à recevoir l'adjonction d'un système de gestion informatique qui permettra de rendre les essais entièrement automatiques et autonomes. Ceci est indispensable si l'on veut pouvoir effectuer facilement des essais tels que ceux de fluides thixotropes qui exigent un temps important.

## BIBLIOGRAPHIE

- [1] J.P. BOMBED - Revue des matériaux 15 - p. 51 (1971).
- [2] O.J. UZOMAKA - Rhéologie acta 13 - p. 12 (1974).
- [3] C. RICARD - Cahiers du Groupe Français de Rhéologie V. 1 - p. 29 (1978).
- [4] C. LEGRAND - Cahiers du Groupe Français de Rhéologie III-2 - p. 82 (1973).
- [5] VAN VASER, LYONS, KIM, COLWELL - Viscosity and flow measurement - Interscience Publishers (1963).
- [6] K. WALTERS - Rheometry CHAPMAN and Hall (1975).
- [7] D.C. BOGUE, J.L. WHITE - Engineering analysis of Non Newtonian fluids - AGARDOGRAPH 144 (1970).
- [8] B.D. COLEMAN, H. MARKOVIZ, W. NOLL - Viscosimetric flow of Non Newtonian fluids - SPRINGER BERLIN (1966).
- [9] I.M. KREIGER, S.H. MARON - Journal of applied physics 25 - p. 72 (1954).
- [10] L.R. Mc KENNEL - Instrument Manual FERRANTI - Section XI (1960).
- [11] M. BENEDINI, H. MARGARITORA - Rheologia acta 13 - p. 289 (1974).
- [12] D.D. JOYE, G.W. POEHLEIN - Transact. Society Rheolg. 15.1 - p. 51 (1971).



MESURE DE LA VISCOSITE ELONGATIONNELLE  
D'UNE SOLUTION DILUEE DE POLYMERE  
MEASUREMENT OF THE EXTENSIONAL VISCOSITY  
OF A DILUTED POLYMER SOLUTION

A. AMBARI\*, D. BENSEDDIK, E. GUYON  
Laboratoire d'Hydrodynamique et Mécanique physique E.S.P.C.I.  
10, rue Vauquelin 75231 PARIS CEDEX 05

\* aussi au Laboratoire de Physique des Liquides et Electrochimie  
Tour 22 - 5e étage - 4, place Jussieu PARIS CEDEX 05

RESUME

Dans le cadre de l'étude du comportement rhéologique des solutions diluées de polymères, nous proposons une méthode expérimentale très simple nous permettant de nous renseigner sur la résistance à l'étirement des macromolécules en solution. Cette méthode consiste à utiliser une fente en mince paroi et de mesurer la dissipation visqueuse qui se trouve due principalement à l'élongation présente dans le champ d'écoulement engendré par cette contraction. Ceci correspond à une mesure de la viscosité d'élongation bidimensionnelle de la solution. Les résultats obtenus sont en accord avec ceux obtenus par ailleurs par Ambari et al [10].

ABSTRACT

An experimental method intended to the study of the resistance to stretching of the macromolecules in dilute solution is presented here as a tool for a rheological study of such fluids. This method consists in the use of the long slit with sharp edges, and in the measure of viscous dissipation which due principally to the extensional flow present in the flow field induced by the slit. The results obtained are in good agreement with those obtained by Ambari et al [10].

## 1. INTRODUCTION

Les mesures de la viscosité élongationnelle sont devenues nécessaires depuis qu'il s'est avéré que la viscosité d'élongation uniaxiale de certains fluides viscoélastiques pouvait avoir un comportement, en fonction du gradient de vitesse, très différent de celui de leur viscosité de cisaillement, mesurée à l'aide d'un viscosimètre de Couette par exemple [1-2]. La situation était différente avec les fluides newtoniens car il est établi qu'il existe une relation de proportionnalité entre la viscosité d'élongation et la viscosité de cisaillement [3]. Pour plus de clarté, il n'est peut-être pas inutile de rappeler quelques définitions et les résultats établis pour les fluides newtoniens. En effet, alors que la viscosité de cisaillement est définie par :

$$\eta_c = \frac{\sigma_{12}}{S_{12}} \quad \text{où } S_{12} (= \frac{\partial v_2}{\partial x_1}) \text{ est le gradient de vitesse de cisaillement et } \sigma_{12} \text{ est la contrainte de cisaillement, on définit la viscosité élongationnelle par :}$$

$\eta_e = \frac{\sigma_{11} - \sigma_{22}}{S_{11}}$  où  $S_{11} (= \frac{\partial v_1}{\partial x_1})$  est le gradient de vitesse élongationnel et  $\sigma_{11} - \sigma_{22}$  est la différence des contraintes normales.

Ainsi, pour un fluide newtonien, on peut établir sans difficulté, dans le cas d'une élongation simple uniaxiale définie par un gradient de vitesse :

$$\overline{\nabla \vec{v}} = \begin{bmatrix} S & 0 & 0 \\ 0 & -\frac{S}{2} & 0 \\ 0 & 0 & -\frac{S}{2} \end{bmatrix} \quad \text{que } \eta_{eu} = 3 \eta_c$$

et dans le cas d'une élongation simple bidimensionnelle définie par un gradient de vitesse :

$$\overline{\nabla \vec{v}} = \begin{bmatrix} S & 0 & 0 \\ 0 & -S & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} \quad \text{que } \eta_{eb} = 4 \eta_c$$

Le premier écoulement correspond à l'étirement d'un éprouvette avec une accélération convective constante. La contrainte de traction est alors égale à  $\eta_{eu} \cdot S_{11}$  (en négligeant les forces capillaires, de gravité ainsi que celles due à l'inertie). En procédant d'une façon semblable, Trouton [3] fut le premier à avoir établi expérimentalement que  $\eta_{eu} = 3 \eta_c$ .

Un deuxième exemple est celui de l'écoulement engendré par un siphon tubulaire qui aspire le liquide à partir d'un grand réservoir mais au-dessus de la surface libre. Cet exemple d'écoulement a été utilisé par [1] et [2] dans le cas des solutions diluées de polymères et a permis de montrer que la viscosité d'élongation uniaxiale  $\eta_{eu}$  qui vaut  $3 \eta_c$  pour un comportement newtonien peut accuser une augmentation allant jusqu'à  $10^3 \eta_c$ , en fonction de  $S_{11}$ , alors que  $\eta_c$  décroît en fonction de  $S_{12}$ .

Autant l'élongation simple uniaxiale a reçu beaucoup d'attention de la part des chercheurs, autant l'élongation simple bidimensionnelle reste un problème ouvert à cause des difficultés expérimentales que présente la mesure de celle-ci. Cet écoulement correspond à l'étirement d'un film large, étiré par deux rouleaux à chacune des deux extrémités, tout en neutralisant l'effet de gravité (en le maintenant à la surface d'un liquide support par exemple). La contrainte de traction sur le film est alors égale à  $\eta_{eb} \cdot S_{11}$ .

Parallèlement à ces méthodes décrites ci-dessus, il se trouve que l'écoulement au travers d'une contraction en mince paroi peut constituer une très bonne approximation des écoulements d'élongation cités auparavant. Ainsi, l'écoulement au travers d'un orifice circulaire en mince paroi, en régime purement visqueux, peut être considéré comme principalement élongationnel ; ce qui est vrai loin des parois de l'orifice ; et comme cette région proche de la paroi contribue peu à la dissipation d'énergie parce que le gradient de vitesse y est faible, la différence de pression  $\Delta P$  entre l'amont et l'aval d'un orifice circulaire en mince paroi et à jet noyé est due pratiquement à la viscosité d'élongation uniaxiale. Ainsi :

$$\Delta P = 3 \eta_c \cdot \frac{Q}{a^3} \quad (1)$$

où  $Q$  est le débit volumique à travers l'orifice et  $a$  son rayon.

Cette relation a été obtenue théoriquement par Sampson [4] pour la première fois et retrouvée par Roscoe [5] qui employa l'analogie électrostatique. Un calcul numérique effectué par Nickell et al [6] ainsi que des résultats expérimentaux obtenus récemment par Pätzold [7] ont pu confirmer d'une manière indirecte l'expression (1).

Après quelques résultats préliminaires avec des orifices et comme nous le justifierons plus tard, nous avons préféré à ce système l'écoulement au travers d'une fente en mince paroi qui présente dans le cas des solutions diluées de polymères certains avantages par rapport à l'orifice circulaire.

## 2. FENTE EN MINCE PAROI

L'écoulement au travers d'une fente en mince paroi peut constituer une très bonne approximation pour un écoulement d'élongation simple bidimensionnelle. En effet, celui-ci possède un plan de symétrie où l'écoulement est purement élongationnel (la vorticité y est nulle par raison de symétrie) ; par contre sur les parois de la fente l'écoulement est de cisaillement simple. Entre les deux, on est en présence d'un écoulement mixte dans lequel le rapport de la vitesse de rotation à la vitesse de déformation croît continûment de zéro à un quand on s'éloigne du plan de symétrie. Ainsi, dans le cas où le rapport de contraction ( $m =$  largeur de la fente/largeur du réservoir) est très petit, on conçoit alors que dans un tel écoulement, on puisse espérer des mesures pratiquement inaltérées par les effets des bords ; car la plus grande partie de l'énergie est dissipée dans une région voisine du plan de symétrie où le gradient de vitesse est maximum, alors que la région proche des parois de la fente contribue peu à la dissipation d'énergie parce que le gradient de vitesse y est faible.

Contrairement à l'orifice, on ne trouve qu'un seul calcul théorique dû à Roscoe [5] toujours par analogie avec l'électrostatique, mais appliqué à un orifice elliptique très allongé, conduisant ainsi à l'expression suivante :

$$\Delta P = C \cdot \eta_c \cdot \frac{Q}{\ell} \cdot \frac{1}{D^2} \quad (2)$$

où  $C = 32/\pi$ ,  $Q$  : le débit volumique total à travers la fente,  $D$  : sa largeur et  $\ell$  : sa longueur.

Par contre, nous ne connaissons aucun résultat expérimental concernant la fente ; d'où l'importance des résultats d'étalonnage en fluide newtonien qui nous permettront une détermination de la constante  $C$ .

A noter que dimensionnellement il est simple d'établir la formule (2) en considérant la fente comme un canal rectangulaire infiniment court et d'une longueur fictive de l'ordre de quelques largeurs de la fente.

### 3. DISPOSITIF EXPERIMENTAL

Nous avons réalisé une fente très étroite en juxtaposant les côtés tranchants de deux demi-lames de rasoir, collées sur une grande fente préalablement réalisée dans une platine mince. Cet artifice nous a permis d'atteindre un écartement  $D = 50 \mu\text{m}$ , tout en maintenant les critères d'une fente en mince paroi, ce qui constituait une grande difficulté expérimentale. La longueur de la fente  $\ell = 30 \text{ mm}$  est suffisamment grande pour permettre de négliger les effets des bords latéraux. La platine a alors été placée entre deux joints plats ; le tout a été ensuite serré entre les extrémités de deux réservoirs parallélépipédiques en plexiglass, suffisamment grands pour assurer les conditions du réservoir infini ( $m = 10^{-3}$ ). L'installation fonctionne en jet noyé, éliminant ainsi les effets de capillarité.

Le principe de la mesure est très simple : il consiste à mesurer la différence de pression ( $\Delta P$ ) entre l'amont et l'aval de la fente en fonction du débit volumique qui la traverse ( $Q$ ). Ce dernier a été mesuré à l'aide d'un chronomètre et d'une éprouvette graduée à la sortie du réservoir aval.  $\Delta P$  a été mesurée à l'aide d'un capteur inductif de pression différentielle de capacité nominale 0,1 bar. Celui-ci mesure la pression au moyen d'une membrane déformable en contact direct, de part et d'autre, avec le liquide. La tension d'alimentation est fournie par un amplificateur de mesure (KWS 3073 de HBM) qui recueille aussi le signal électrique induit par la déformation de la membrane. Le signal est amplifié et envoyé à un voltmètre digital. Ce système a l'avantage de nous permettre de mesurer aussi les fluctuations de pression.

Les différents réglages de l'amplificateur nous ont permis d'obtenir une correspondance directe entre la différence de pression et le signal relevé 1 Pa pour 1 mV : l'étalonnage du capteur à l'aide d'un manomètre à eau donne une droite de pente égale à l'unité (Fig. 1).

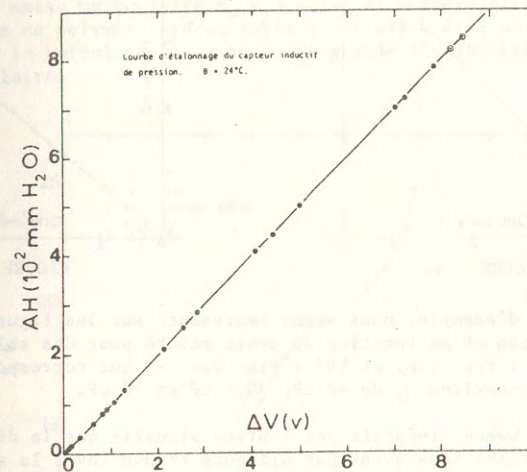


FIGURE 1

L'alimentation du réservoir amont se fait par l'intermédiaire d'un grand réservoir à niveau constant assurant une chute de pression constante pendant la mesure. A noter qu'une version différente qui contrôlerait le débit et non la pression est possible.

### 4. RESULTATS EXPERIMENTAUX ET DISCUSSION

#### 4.1. Détermination de la constante "C" :

Nous avons effectué différentes mesures de la constante  $C$  en utilisant des fluides de viscosité différente obtenus par un mélange d'eau et de Glycérol à différentes concentrations de Glycérol (80%, 70%, 60%, 50% et 25%), dont la viscosité de cisaillement  $\eta_c$  a été mesurée parallèlement, à la température de l'expérience, avec un viscosimètre de Couette (Low shear - Rheomat - 15).

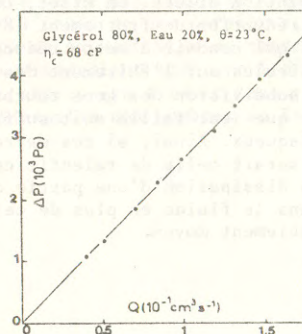


Figure 2.a.

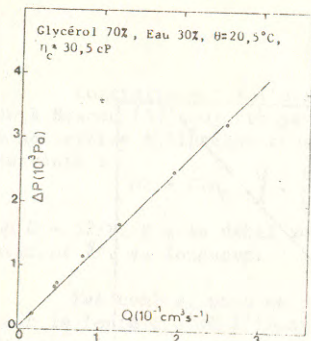


FIGURE 2.b.

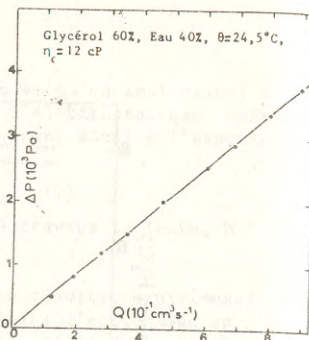


FIGURE 2.c.

A titre d'exemple, nous avons représenté sur les figures 2 la différence de pression  $\Delta P$  en fonction du débit mesuré pour des solutions de 80% : Fig. 2.a., 70% : Fig. 2.b. et 60% : Fig. 2.c. et qui correspondent respectivement à des viscosités  $\eta_c$  de 68 cP, 30,5 cP et 12 cP.

La très bonne linéarité des courbes signifie que la dissipation est purement visqueuse. Nous avons par ailleurs trouvé (avec la solution de 25%) que le régime purement visqueux ne cesse d'exister que pour un Reynolds  $Re > Re_c$  avec  $Re = UD/\nu$  où  $U$  est la vitesse débitante et  $\nu$  la viscosité cinématique.

Les différentes pentes des droites  $\Delta P = f(Q)$  nous ont permis de calculer une valeur moyenne de  $C = 30 \pm 3$ . Cette valeur est très différente de celle obtenue par Roscoe [5] ( $C = 32/\pi$ ). Cependant, il est possible que le passage à la limite d'une fente rectangulaire à partir d'un orifice elliptique très allongé effectué par Roscoe ait laissé subsister le nombre  $\pi$  et que la valeur théorique soit plutôt  $C = 32$ , ce qui nous rapprocherait de la valeur expérimentale trouvée. Avec cette hypothèse, la relation (2) pourrait être écrite différemment afin de la comparer à la relation (1) :

$$\Delta P = 4 \eta_c \frac{Q'}{e} \quad (3)$$

avec  $Q' = QD/1$ , qui représente le débit volumique mesuré sur une longueur de fente égale à  $1D$ , et qui de ce fait est comparable au débit à travers un orifice de diamètre  $D$ ;  $e = D/2$  est comparable au rayon  $a$  de l'orifice.

#### 4.2. Solutions diluées de polymère :

En adoptant ce système de mesure, nous pensions étudier l'effet de l'élongation sur des macromolécules linéaires très flexibles et de haut poids moléculaire, en solution diluée. En effet, celles-ci sont reconnues pour leur efficacité en réduction de frottement [8-9]. Un des mécanismes reconnus jusqu'à présent qui conduit à cette réduction de la turbulence est l'action de ces macromolécules sur l'étirement des tourbillons (Vortex stretching) qui mènent à une subdivision des gros tourbillons en d'autres de plus en plus petits jusqu'à ce que leur taille soit suffisamment faible pour s'annihiler par frottement visqueux. Ainsi, si ces macromolécules résistent à l'étirement leur action serait celle de ralentir cette subdivision qui conduit inévitablement à la dissipation d'une partie de l'énergie cinétique sous forme de chaleur dans le fluide en plus de celle due aux contraintes visqueuses liées à l'écoulement moyen.

Dans ce travail, nous avons utilisé du polyoxyéthylène dénommé Coagulant de masse moléculaire  $\bar{M}_w \approx 5 \times 10^6$  et commercialisé par Union Carbide ; car ce polymère hydrosoluble s'est avéré être un excellent réducteur de la turbulence à cause de sa grande flexibilité et sa grande masse moléculaire.

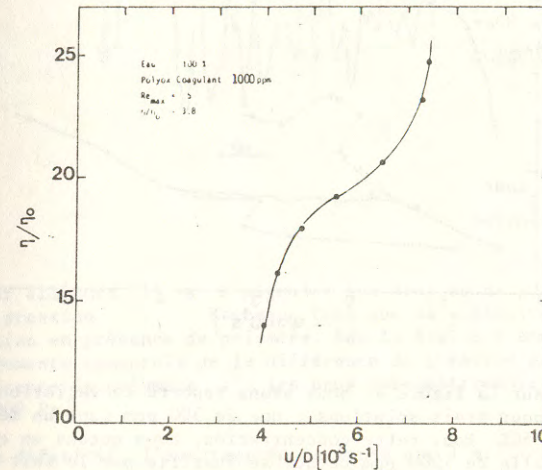


FIGURE 3

Sur les figures 3 et 4, nous avons reporté la viscosité  $\eta$ , due à l'élongation, normalisée par la valeur de la viscosité de cisaillement du solvant  $\eta_0$  : c'est-à-dire  $\eta/\eta_0$ , en fonction du gradient de vitesse  $U/D$  où  $U$  est la vitesse débitante et  $D$  la largeur de la fente. A noter que ce gradient est proportionnel à  $S_{11}$  comme cela est montré dans [11].  $\eta$  est calculée par la formule (2) à partir des mesures de  $\Delta P$  et  $Q$  en prenant pour valeur de la constante  $C$  la valeur trouvée expérimentalement, c'est-à-dire :  $C = 30$ .

Sur la figure 3 qui correspond à une solution aqueuse de 1000 ppm, nous pouvons remarquer que la viscosité d'élongation augmente, continuellement en fonction du gradient de vitesse. Le nombre de Reynolds maximum est de 5, ce qui veut dire que la dissipation est jusque là purement visqueuse. Cependant, la concentration de 1000 ppm correspond plutôt au régime semi-dilué [12] et de ce fait risque de ne pas traduire exactement le comportement des solutions diluées. Pour l'étude de ces dernières, nous avons été obligé d'augmenter la viscosité du solvant afin de rendre importantes les contraintes hydrodynamiques qui viendraient agir sur les macromolécules pour les étirer, sans qu'il soit nécessaire d'avoir recours à des gradients de vitesse très importants correspondant à des nombres de  $Re$  en dehors de la zone purement visqueuse.

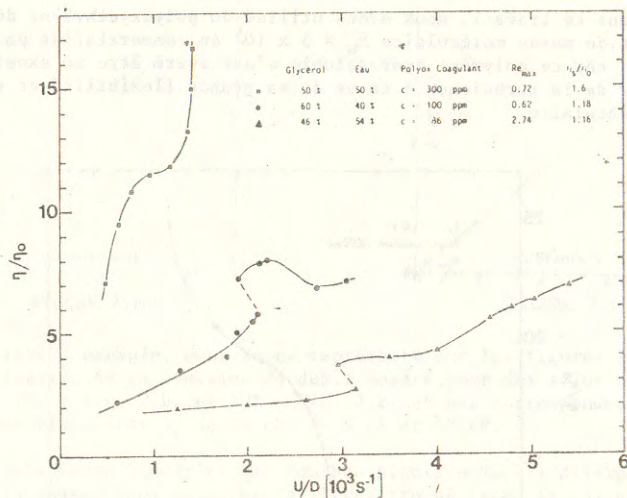


FIGURE 4

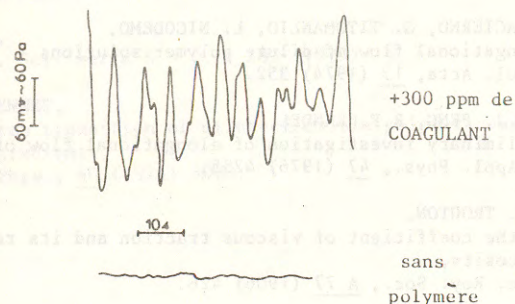
Ainsi sur la figure 4, nous avons reporté la variation de la viscosité d'élongation pour trois solutions : une de 300 ppm dans un mélange d'eau et de Glycérol à 50%. Pour cette concentration, nous notons un comportement identique à celle de 1000 ppm ce qui se justifie par le fait que l'on est toujours en régime semi-dilué ; le régime dilué se situerait en-dessous de 250 ppm [11]. L'évolution de la viscosité des deux autres solutions de concentration 100 ppm et 86 ppm est reportée sur la même figure 4. Celles-ci correspondent respectivement à des solvants de viscosité  $\eta_0 = 12$  cP et de 4,7 cP. Ces deux concentrations n'étant pas très différentes, le grand écart entre les deux courbes se fait bien dans le sens de la différence des viscosités des solvants car ce sont les contraintes hydrodynamiques qui agissent sur l'étirement des macromolécules.

Sur ces deux dernières courbes, on peut noter une discontinuité brutale semblable à celle obtenue par Ambari [13] en régime inertiel. Cette discontinuité est fort probablement due à la transition brutale qui accompagne le changement de conformation de l'état pelote à l'état étirée en présence d'un gradient élongationnel très fort, comme cela a été prévu théoriquement par De Gennes [14].

A noter que cette brutalité de transition puise son origine dans un effet auto-activé suivant lequel plus la macromolécule est étirée, plus elle est perméable, ce qui expose encore plus ses monomères intérieurs aux contraintes hydrodynamiques. En plus de ce comportement singulier, la viscosité d'élongation continue d'augmenter ; ce qui prouve que les macromolécules étudiées résistent bien à l'étirement. Cette conclusion va dans le sens du mécanisme proposé pour la réduction de la turbulence.

Glycerol 50% Eau 50%  
Pour  $\Delta P = 1000$  Pa

FIGURE 5



Par ailleurs, il est à signaler que nous avons pu noter des fluctuations de pression à chaque fois que la viscosité accuse une grande augmentation en présence de polymère. Sur la figure 5 sont représentés les enregistrements temporels de la différence de pression pour le solvant seul et en présence de polymère. Les deux enregistrements ont été effectués à  $\Delta P = 1000$  Pa.

En définitif, l'avantage de la fente sur l'orifice est que l'élongation concerne une population de macromolécules beaucoup plus grande, et toute chose étant comparable par ailleurs on gagne avec la fente beaucoup plus en précision dans la mesure du débit.

## REFERENCES

- [1] D. ACIERNO, G. TITOMANLIO, L. NICODEMO,  
Elongational flow of dilute polymer solutions  
Rheol. Acta, 13 (1974) 352.
- [2] S.T.J. PENG, R.F. LANDEL,  
Preliminary investigation of elongational flow of dilute polymer solutions  
J. Appl. Phys., 47 (1976) 4255.
- [3] F.T. TROUTON,  
On the coefficient of viscous traction and its relation to that of  
viscosity,  
Proc. Roy. Soc., A 77 (1906) 426.
- [4] R.A. SAMPSON,  
On Stokes's Current function  
Phil. Trans. Roy. Soc., A 182 (1891) 449.  
(une erreur typographique apparaît dans son résultat final).
- [5] R. ROSCOE,  
The flow of viscous fluids round plane obstacles  
Phil. Mag., 40 (1949) 338.
- [6] R.E. NICKELL, R.I. TANNER, B. GASWELL,  
The solution of viscous incompressible jets and free-surface flows  
using finite-element methods  
J. Fluid Mech., 65 (1974) 189.
- [7] R. PÄTZOLD,  
Die Abhängigkeit des fließverhaltens konzentrierter Kugelsuspensionen  
von der strömungsform : ein Vergleich der Viskosität in sicher und  
dehnströmungen. Rheol. Acta, 19 (1980) 322.
- [8] J.L. LUMLEY,  
Drag reduction in turbulent flow by polymer additives  
J. Polymer. Sci., Macromolecular reviews, 7 (1973) 263.
- [9] N.S. BERMAN,  
Drag reduction by polymers  
Ann. Rev. Fluid Mech., 10 (1978) 47.
- [10] A. AMBARI, C. DESLOUIS, B. TRIBOLLET,  
Méthode de mesure du temps caractéristique des solutions diluées de  
polymères, 18e Colloque Annuel du Groupe Français de Rhéol., Paris (1983).
- [11] A. AMBARI,  
Thèse de Docteur-Ingénieur : "Contribution à la détermination des  
paramètres rhéologiques des solutions de polymères",  
Paris VI (1979).
- [12] P.G. DE GENNES,  
Scaling Concepts in polymer physics, Cornell University Press,  
Ithaca and London (1979).
- [13] A. AMBARI,  
C.R. Acad. Sci. serie B , t 283 (1979). 4
- [14] P.G. DE GENNES,  
Coil-stretch transition of dilute flexible polymers under ultrahigh  
velocity gradients,  
J. Chem. Phys., 60 (1974) 5030.

SUR UNE METHODE GLOBALE D'APPROCHE DE CERTAINES CARACTERISTIQUES  
D'UN MATERIAU METALLIQUE DANS LE DOMAINE THERMO-ELASTO-PLASTIQUE  
ON A GLOBAL APPROACH METHOD TO SOME CHARACTERISTICS  
OF A METALLIC MATERIAL IN THE THERMO-ELASTO-PLASTIC FIELD

R. MAZET - Professeur honoraire des Universités  
Correspondant de l'Académie des Sciences

RESUME

On envisage l'application de la méthode globale aux matériaux métalliques du commerce. Ceux-ci peuvent être considérés à trois niveaux : macroscopique, microscopique intermédiaire, ultra-microscopique, les deux premiers étant seuls retenus. Des hypothèses simplificatrices permettent d'établir une formule fondamentale reliant, pour une éprouvette de traction "idéalisée", le réseau des courbes d'écoulement classiques  $\sigma(\epsilon, \tau, \dot{\epsilon})$  à un réseau équivalent de courbes  $\theta(\epsilon|\tau, \lambda)$  dans lequel  $\theta$  s'identifie en pratique au taux de plastification de l'éprouvette réelle. La détermination de la "mémoire"  $\lambda(\tau, \dot{\epsilon})$  du matériau conduit à la notion de matériau "normalisé" qui élimine la dispersion entre éprouvettes.

Un exemple de la méthode est fourni par l'alliage AU2GN pour lequel on établit, à partir de l'expérience et de régressions linéaires justifiées, une corrélation utilisable en thermo-élasto-plasticité et vérifiée à moins de 5 % près dans tout le domaine des essais.

ABSTRACT

It is envisaged to apply the global method to metallic materials commercially available. These materials may be considered from three points of view : the macroscopic, the intermediate microscopic and the ultra-microscopic points of view, the first two only being of interest. Simplifying assumptions make it possible to find for an "idealized" traction test-bar a basic formula linking the usual stress-strain curve system  $\sigma(\epsilon|\tau, \dot{\epsilon})$  to an equivalent curve system  $\theta(\epsilon|\tau, \lambda)$  in which  $\theta$  would practically be identical to the plastification rate of the actual test-bar. The determination of the  $\lambda(\tau, \dot{\epsilon})$  "memory" of the material leads to the notion of a "standardized" material which rules out a possible dispersion between test-bars.

An example of this method is supplied by the AU2GN alloy for which a correlation usable in thermo-elasto-plasticity and verified with less than 5 % error in all the tests effected has been found experimentally and from justified linear regressions.

(\*) Communication au Groupe Français de Rhéologie le 30 novembre 1983.

# 1. LA METHODE GLOBALE ET SON APPLICATION AUX MATERIAUX METALLIQUES DU COMMERCE.

## 1.1. Généralités.

La méthode globale, fréquemment utilisée, consiste, lorsqu'on veut étudier un phénomène physique dont on sait a priori peu de chose, à mettre un certain ordre là où, en apparence, il n'y en a pas. Cela conduit à introduire, dans la description supposée du phénomène, des caractéristiques ayant une signification physique, à déterminer ces caractéristiques par des expériences relatives à des cas particuliers simples, enfin à contrôler les prévisions tirées des relations ainsi obtenues en se plaçant dans le cas le plus général possible.

Bien que la physique des métaux et la métallurgie aient fait à notre époque d'énormes progrès, notre propos est d'appliquer la méthode globale à un cas non dénué d'importance dans la pratique, celui des matériaux métalliques d'usage courant tels qu'on les trouve dans le commerce avant usinage. Ils sont supposés avoir subi que des traitements simples (trempe, recuit) et non des traitements raffinés en laboratoire.

Comme il est bien connu, un tel matériau peut être envisagé à trois niveaux: le niveau macroscopique (milieu continu, supposé ici homogène et isotrope), un niveau microscopique intermédiaire (polycristal, monocristal, micro-élément, ce dernier constitutif des deux premiers), le niveau ultra-microscopique (dislocations supposées nombreuses et uniformément réparties). Nous ne considérerons que les deux premiers niveaux et leurs relations.

## 1.2. Le niveau macroscopique.

Au niveau macroscopique d'abord, rappelons les propriétés détectées par une analyse classique: Le cas particulier retenu est l'essai de traction simple, considéré comme spécifique si la température  $T$  et la vitesse de déformation  $\dot{\epsilon}$  ( $\dot{\epsilon}$  étant la déformation rationnelle:  $\dot{\epsilon} = \ln \ell / \ell_0$ ) sont constantes et uniformes. On constate dans l'ordre: une déformation élastique réversible  $\epsilon^e = \sigma / E$  ( $\sigma$ : contrainte,  $E$ : module d'Young - la viscoélasticité est négligée), puis une déformation irréversible, dite "plastique",  $\epsilon^p = \epsilon - \epsilon^e$  apparaissant à partir d'une déformation plus ou moins conventionnelle appelée "limite élastique", enfin le fluage établi (Andrade) qui a lieu asymptotiquement sous une contrainte constante supérieure à un certain seuil et répond à la loi empirique de Bayley - Norton:  $\dot{\epsilon} = E K \epsilon^{1/n}$  ( $K, n$ : constantes ne dépendant que de  $T$ ).

Il existe en outre un phénomène appelé "hésitation de fluage" dont on devra tenir compte.

## 1.3. Le niveau microscopique intermédiaire.

Au niveau simplement microscopique, le milieu est visiblement hétérogène. Nous le considérerons comme un agrégat de micro-éléments enchevêtrés assimilables à de petits solides élastiques ou elasto-plastiques ayant, dans la direction de la sollicitation de traction, des limites élastiques différentes distribuées selon une loi statistique; nous appellerons cela l'"hétéroplasticité" [1]. Les lois de comportement s'écriront pour un micro-élément d'indice  $i$ :

$$\epsilon_i^e = \sigma_i / E, \quad \epsilon_i^p = \epsilon_i - \epsilon_i^e, \quad \dot{\epsilon}_i^p = (\sigma_i / E K)^{1/n}, \quad \epsilon_i \leq \epsilon_{li} \Rightarrow \dot{\epsilon}_i^p = 0 \quad (1)$$

Pour traduire le franchissement de la limite élastique, nous imaginerons qu'une liaison interne du micro-élément se rompt lorsque  $\epsilon_i = \epsilon_{li}$  ("décrochage") entraînant deux conséquences: 1° une relaxation de la contrainte locale  $\sigma_i$ , 2° la transformation simultanée de la déformation acquise (élastique) en déformation irréversible (plastique). Nous admettrons en outre que la relaxation de la contrainte est totale (cette hypothèse simplificatrice n'est pas nécessaire: le décrochage pourrait être incomplet).

Un grand nombre de décrochages se produisant en même temps, ainsi qu'avant et après, la déformation plastique du micro-élément progresse ensuite, dans le milieu qui l'entoure, comme si cette progression était, d'un point de vue statistique, contrariée par une résistance visqueuse se traduisant au niveau macroscopique par la loi de Bayley-Norton.

## 1.4. Formule fondamentale - Détermination de $\lambda$ - Conséquences.

Toutes les sections normales de la partie utile de l'éprouvette sont supposées se comporter semblablement (fibres parallèles). On suppose en outre qu'elles

restent planes, ce qui impose que la vitesse  $\dot{\epsilon}$  soit constante, condition indispensable pour la suite. La relation entre les deux niveaux s'écrit alors:  $\dot{\epsilon}_i = \dot{\epsilon}$ . Définissons le "taux de plastification" comme le rapport

$$\theta(\epsilon | T, \dot{\epsilon}) = \frac{\text{nombre de micro-éléments devenus elasto-plastiques}}{\text{nombre total de micro-éléments}}$$

dans chaque élément de volume (les grandeurs figurant à droite de la barre verticale sont constantes par hypothèse).

En tenant compte de toutes les propriétés connues ou posées plus haut comme hypothèses simplificatrices, on établit pour l'éprouvette "idéalisée" la formule fondamentale [2] [3]:

$$\frac{\sigma}{E} = (1-\theta)\epsilon + \int_0^\epsilon H \left\{ \frac{\epsilon-u}{\lambda} \right\} \theta(u) du \quad (2)$$

Et  $H$  est une fonction calculable de  $\frac{\epsilon-u}{\lambda}$  ne dépendant que de  $n$ .

Nous ne nous occuperons ici que du cas des matériaux métalliques d'usage courant pour lesquels  $n$  est grand et où l'on peut réduire la formule (2) à son expression asymptotique pour  $n$  infini [4]:

$$\frac{\sigma}{E} = (1-\theta)\epsilon + \int_{\lambda}^{\epsilon} (0, \epsilon-\lambda) \theta(u) du \quad (3)$$

qui montre que  $\lambda$  représente sensiblement l'étendue de la déformation précédant  $\epsilon$  en amont de laquelle le passé du matériau est sans influence sur son état actuel. Cette "mémoire", fonction de  $T$  et de  $\dot{\epsilon}$ , est - comme  $K$  et  $n$  - une caractéristique spécifique du matériau.

On appellera désormais fluage la production de déformation plastique définie par la relation (2). Le fluage établi s'obtiendra en faisant tendre  $\epsilon$  vers  $+\infty$ :

$$\left( \frac{\sigma}{E} \right)_{\epsilon \rightarrow \infty} = K \dot{\epsilon}^{1/n} + \lim_{\epsilon \rightarrow \infty} [(1-\theta)\epsilon] \quad (4)$$

généralisation de la formule de Bayley-Norton. Au second membre, le dernier terme définit, pour  $\sigma$ , le seuil du fluage établi dont  $\lambda$  la valeur exacte ne peut être qu'approximée.

Si l'on connaît  $\lambda$ , la relation (2) permet de calculer de proche en proche  $\theta(\epsilon)$  à partir des valeurs expérimentales de  $\sigma(\epsilon)$ . On constate que  $\theta$ , nul pour  $\epsilon = \lambda$ , croît d'abord avec  $\epsilon$ , puis passe par un maximum - dépendant de  $\lambda$  - pour une certaine valeur  $\epsilon_{\lambda}$  sans toutefois pouvoir dépasser 1. Comme tous les micro-éléments finissent par atteindre et dépasser leur limite élastique, si l'on suppose que la distribution de ces limites obéit à une loi statistique normale [4],  $\lambda$  coïncide avec le maximum. Cette condition détermine  $\epsilon_{\lambda}$  et  $\lambda$  et s'exprime par:

$$\begin{cases} \theta(\epsilon_{\lambda} | T, \lambda) = 1 \\ \frac{d\theta}{d\epsilon} \left\{ \epsilon_{\lambda} | T, \lambda \right\} = 0 \end{cases} \quad (5)$$

système d'équations résolu dans la pratique par tâtonnements sur  $\lambda$  [1].

L'intervalle  $(\epsilon_{\lambda}, \epsilon_l)$ , où  $\theta$  croît de 0 à 1, correspond au coude accentué que présente classiquement la courbe contrainte-déformation à la sortie de la phase élastique.

D'autre part, connaissant  $\lambda(T, \dot{\epsilon})$ , il existe, par l'intermédiaire de la relation (2), une correspondance bi-univoque entre la courbe de plastification  $\theta(\epsilon | T, \dot{\epsilon})$  et la courbe contrainte-déformation  $\sigma(\epsilon | T, \dot{\epsilon})$ . Il en résulte que la fonction  $\theta(\epsilon)$  est spécifique du matériau au même titre que la fonction expérimentale  $\sigma(\epsilon)$ . Quel que soit le sens donné à  $\theta$ , la connaissance du réseau des courbes  $\theta(\epsilon | T, \lambda)$  peut remplacer celle du réseau des courbes  $\sigma(\epsilon | T, \dot{\epsilon})$ . Mais, de plus, parce que déduit de la considération de l'éprouvette réelle "idéalisée", peut être regardé comme une représentation utilisable en pratique du taux de plastification de l'éprouvette réelle en fonction de  $\epsilon$ .

## 1.5. Confrontation avec l'expérience. Notion de matériau "normalisé".

Un certain nombre de recoupements viennent étayer cette assertion. Bornons-nous à en citer trois:

a) La valeur de  $\lambda$  définie par (5) vérifie bien une relation de la forme  $\lambda = K \dot{\epsilon}^{1/n}$ . En effet, de cette relation on déduit la suivante:

$$\log \lambda = \log K + (1/n) \log \dot{\epsilon} \quad (6)$$

selon laquelle  $\log \lambda$  doit être une fonction linéaire de  $\log \dot{\epsilon}$ . Cela peut se vérifier par une régression linéaire dans le plan  $(\log \dot{\epsilon}, \log \lambda)$ . On constate ainsi que les



points expérimentaux relatifs à une série d'essais à la température T et à des vitesses  $\dot{\epsilon}$  différentes se répartissent effectivement de part et d'autre d'une droite moyenne optimale dont ils restent très voisins (l'écart affectant  $\log \lambda$  n'atteint pas 0,5 % pour l'AU2GN - voir plus loin). Cette opération fournit en outre les valeurs les plus probables de K et de  $1/n$  à la température des essais.

On ne doit pas perdre de vue le fait que, malgré les précautions prises pour que les éprouvettes soient comparables entre elles et les conditions des essais bien connues, les quantités T,  $\dot{\epsilon}$  et  $\lambda$  sont plus ou moins imprécises. La relation (6), ainsi que d'autres que nous rencontrerons plus loin - est une corrélation plutôt qu'une relation exacte. Pour maintenir une correspondance bi-univoque entre  $\theta(\dot{\epsilon})$  et  $\sigma(\dot{\epsilon})$ , nous devons conserver (6) comme égalité. A cette fin, compte tenu de ce que  $\lambda$ , à T donné, est la mieux déterminée des deux quantités reliées par (6), nous remplacerons  $\dot{\epsilon}$  par  $\dot{\epsilon} = (\lambda/K)^n$  et appellerons éprouvette "normalisée" l'éprouvette fictive correspondant, toutes choses égales par ailleurs, à cette donnée modifiée. Si  $\dot{\epsilon}$  était égal à  $\dot{\epsilon}$  dans tous les essais, la dispersion serait nulle [5].

b) Dans le cas d'une fonte spéciale presque parfaitement "homoplastique" (c'est-à-dire pour laquelle  $\dot{\epsilon}_c$ , déterminé comme plus haut, est très voisin de  $\dot{\epsilon}$ ), la courbe contrainte-déformation ne présente pas de discontinuité apparente et est assez semblable à celle d'un monocristal CFC.

c) La déformation plastique étant irréversible, nous devrions constater que, au delà de  $\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}_l$  (seuil du fluage généralisé),  $\theta$  demeure égal à 1 comme cela se produirait pour un solide parfaitement plastique. L'expérience montre que les choses se passent presque ainsi : Après son maximum,  $\theta$  décroît, mais d'une quantité si petite - moins de 1 % - qu'il ne peut s'agir que d'un phénomène secondaire probablement dû à des décharges locales et apparenté au durcissement observé en métallurgie. Nous l'appellerons "consolidation". Ce phénomène revêt, malgré sa petitesse, une certaine importance, car sa prise en compte permet d'assurer une concordance remarquable entre les valeurs de K mesurées comme ci-dessus et les valeurs du même coefficient déduites d'essais tout différents combinant traction et relaxation [6].

## 1.6. Classification des micro-éléments par $\theta$ .

Pour aller plus loin dans l'application de la méthode globale, nous considérerons désormais, non le taux de plastification  $\theta(\dot{\epsilon}, T, \lambda)$ , mais la fonction réciproque  $\xi(\theta, T, \lambda)$ . Toujours pour introduire plus d'ordre dans le comportement du matériau, nous admettrons qu'il y a, pour les micro-éléments, conservation de l'ordre des limites élastiques  $\dot{\epsilon}_c$ . Les micro-éléments peuvent alors se classer en familles selon la valeur de leur limite élastique ou, ce qui revient au même, selon la valeur de  $\theta$  qui sert de quelque sorte de numéro d'ordre à une famille déterminée. La fonction  $\xi(\theta, T, \lambda)$ , que nous noterons désormais  $\xi(\theta, T, \dot{\epsilon})$ , devient une caractéristique du matériau "normalisée" aisée à déterminer à partir d'une série d'expériences de traction simple.

## 2. APPLICATION DE LA METHODE GLOBALE A L'ALLIAGE AU2GN.

### 2.1. Données expérimentales

Prenons l'exemple de l'alliage AU2GN pour lequel des résultats nombreux ont été obtenus et publiés par Jean-Jacques Laboisse dans une assez vaste gamme de températures et de vitesses de déformation (trente deux essais : valeurs de  $\theta$  échelonnées de 0,2 à 1, de  $\dot{\epsilon}$  échelonnées de  $10^{-5}$  à  $6.10^{-3} s^{-1}$ , de T échelonnées de 25 à 250°C, 288 valeurs de  $\xi$ ) [7].

### 2.2. Passage de l'état élastique à l'état élasto-plastique - Chaleur spécifique d'activation.

Le passage instantané de l'état élastique à l'état élasto-plastique nécessite pour chaque micro-élément un apport d'énergie emprunté d'une part au travail de traction, d'autre part à l'énergie vibratoire moléculaire mise en jeu. Si l'on opère suffisamment loin du zéro absolu, cette dernière est proportionnelle à la température absolue (que désignera désormais T) et a pour expression par unité de masse et par degré :

$$\frac{E[\epsilon_c(\theta, \dot{\epsilon}) - \epsilon(\theta, T, \dot{\epsilon})]^2}{2\rho T}$$

Et  $\rho$  étant respectivement le module d'Young et la masse volumique du matériau à la température T et  $\epsilon_c(\theta, \dot{\epsilon})$  ce qui serait la limite élastique du micro-élément en l'absence de tout apport de chaleur.

Nous supposant dans ce cas, nous écrirons :

$$\frac{E[\epsilon_c(\theta, \dot{\epsilon}) - \epsilon(\theta, T, \dot{\epsilon})]^2}{2\rho T} = q(\theta, \dot{\epsilon}) \quad (7)$$

et appellerons q la "chaleur spécifique d'activation" au niveau  $\theta$  à la vitesse  $\dot{\epsilon}$ .

On déduit de (7) que  $(\epsilon/T, \dot{\epsilon})$  doit être linéaire vis-à-vis de  $(2\rho T/E)^{1/2}$ . Pour le vérifier en minimisant l'effet de la dispersion, des régressions linéaires ont été effectuées dans les plans  $[(2\rho T/E)^{1/2}, \epsilon(\theta, T, \dot{\epsilon}) \cdot 10^3]$  sur des valeurs de  $\theta$  et de  $\dot{\epsilon}$  convenablement échelonnées. Pour les valeurs  $\theta = 0,5$  (voisinage du point d'inflexion) et  $\theta = 1$  (fluage généralisé) pour lesquelles les interpolations sont les plus sûres, les écarts sur  $\xi \cdot 10^3$  ont été trouvés partout inférieurs à 3 % et même, dans la plupart des cas, à 1 %. En outre, le rapport  $\epsilon_{0,5}/\epsilon_1$  est sensiblement constant quels que soient T et  $\dot{\epsilon}$ , propriété qui se vérifie pour toutes les valeurs de  $\theta$  essayées.

Ces opérations fournissent, d'autre part, des valeurs "optimales" pour  $\xi(\theta, \dot{\epsilon}) \cdot 10^3$  et  $q(\theta, \dot{\epsilon}) \cdot 10^3$ .

### 2.3. La corrélation thermo-élasto-plastique fondamentale.

J.J. Laboisse a noté le premier que les principales caractéristiques de  $\theta(\dot{\epsilon}, T, \lambda)$  paraissent être des fonctions linéaires de  $\log \lambda$ . Pour le vérifier, une série de régressions linéaires a été effectuée dans les plans  $[\log \lambda, \xi(\theta, T, \lambda) \cdot 10^3]$  avec des données directement fournies par les essais. Il en est résulté la corrélation

$$\xi(\theta, T, \lambda) \cdot 10^3 \approx a(\theta) [\beta(T) + c(T) \log \lambda] \quad (8)$$

vérifiée à moins de 1 % près pour  $\theta = 0,5$  et  $\theta = 1$ .

On en tire la conclusion que  $\xi_c$  et  $q^{1/2}$  doivent être des fonctions linéaires de  $\log \dot{\epsilon}$ , ce que confirment des régressions linéaires dans les plans  $[\log \dot{\epsilon}, \xi(\theta, \dot{\epsilon}) \cdot 10^3]$  et  $[\log \dot{\epsilon}, q(\theta, \dot{\epsilon}) \cdot 10^3]$ . Pour  $\theta = 0,5$  les écarts n'atteignent pas 0,05 %.

Réunissant tous ces résultats, on arrive finalement à une relation empirique de la forme :

$$\xi(\theta, T, \dot{\epsilon}) \approx a(\theta) \left[ 1 - \gamma \left( \frac{2\rho T}{E} \right)^{1/2} - \delta \log \dot{\epsilon} + \chi \left( \frac{2\rho T}{E} \right)^{1/2} \log \dot{\epsilon} \right] \quad (9)$$

où  $\gamma, \delta, \chi$  sont des constantes ( $\gamma = 0,01055, \delta = 0,04638, \chi = 0,00433$ ) et  $a(\theta)$  une fonction  $\int a(0,5) = 2,7014, a(1) = 6,8390$  spécifiques de l'AU2GN étudié (log est le logarithme décimal).

Cette formule, qui met en évidence les rôles respectifs de la structure, de la température, de la vitesse de déformation et du couplage température-vitesse, fournit pour  $\xi(\theta, T, \dot{\epsilon})$  des valeurs qui diffèrent des valeurs expérimentales de moins de 5 % dans tout le domaine des essais (le contrôle a porté sur 288 points). D'autre part, on obtient avec une précision améliorée certaines valeurs douteuses telles que la "limite élastique vraie"  $\xi_q = \xi(0, T, \dot{\epsilon})$  malaisée à discerner  $\int a(0) = 0,8220$ .

### 2.4. Conclusion.

En résumé, la méthode globale et la notion d'hétéroplasticité permettent, à partir d'expériences simples et en usant de la formule courante des physiciens "Tout se passe comme si ...", de définir et d'évaluer, au moins approximativement, un certain nombre de caractéristiques des matériaux métalliques : taux de plastification, mémoire, consolidation, limites élastiques internes avec ou sans apport de chaleur, chaleurs spécifiques d'activation, influence de la température et de la vitesse de déformation. Il n'est pas douteux qu'il puisse être intéressant de comparer entre eux deux matériaux à l'égard de l'une ou de l'autre de ces caractéristiques.

En outre, un certain nombre d'autres applications ont été signalées dans la littérature (voir une bibliographie dans [2]). Citons notamment l'étude de la stabilité structurale d'un alliage (duralumin AU4G, acier Fe-Ni-C) [8] [9] et un début d'extension au tridimensionnel [10].

## 2.5. Remarque.

La constance de la vitesse de déformation rationnelle serait difficile à réaliser en toute rigueur. Heureusement, à cause de l'influence logarithmique de  $\dot{\epsilon}$ , la précision n'a pas besoin d'être considérable. Dans le cas de l'AU2GN à 250°C, un écart de 50 % entre les valeurs de  $\dot{\epsilon}$  pour  $\theta = 0$  et  $\theta = 1$  ne devrait entraîner qu'une erreur maximale de 1 % sur  $\dot{\epsilon}(\theta)$ , erreur venant s'ajouter à celle qui résulte de (9).

Un soin particulier doit être apporté aux opérations dans le cas d'un matériau très ductile (cuivre pur) où la mise en vitesse ne peut pas bénéficier d'une phase élastique pratiquement inexistante 11 12.

## BIBLIOGRAPHIE

- 1/Revue Française de Mécanique, N°43, Firmin Didot, Paris, 1972, pp.51-55.
- 2/Revue Française de Mécanique, N°70, Firmin Didot, Paris, 1979, pp.25-31.
- 3/Comptes rendus Acad. Sci. Paris, 1978, t.286, série A, p.579.
- 4/Symposium IUTAM, East Kilbride, 1968, Springer Wien - New York, 1970, pp.170-187.
- 5/Comptes rendus Acad. Sci. Paris, 1983, t.296, série II, p. 677.
- 6/Comptes rendus Acad. Sci. Paris, 1979, t.288, série B, p. 329.
- 7/Revue Française de Mécanique, N°78, Firmin Didot, Paris, 1981, pp.39-45.
- 8/Comptes rendus Acad. Sci. Paris, 1980, t.290, série B, p. 435.
- 9/Comptes rendus Acad. Sci. Paris, 1980, t.291, série B, p.169.
- 10/Comptes rendus 15ème Coll. Groupe Français Rhéologie, Paris, 1980, pp.201-210.
- 11/Comptes rendus Acad. Sci. Paris, 1977, t.284, série B, p.269.
- 12/Comptes rendus Acad. Sci. Paris, 1977, t.284, série A, p.1303.

## MESURE DES PROPRIETES RHEOLOGIQUES DYNAMIQUES DES TISSUS BIOLOGIQUES MEASUREMENTS OF THE DYNAMICAL RHEOLOGICAL PROPERTIES OF BIOLOGICAL TISSUES

D. GEIGER, D. TREVISAN, C. ODDOU - Laboratoire de Mécanique physique  
Université Paris Val de Marne - 94010 CRETEIL

## RESUME

La connaissance du comportement rhéologique dynamique des tissus biologiques est d'un intérêt fondamental tant pour comprendre le fonctionnement d'un certain nombre d'organes, dans des situations normales ou pathologiques, que pour concevoir et réaliser les prothèses de ces organes.

Dans le but de mesurer les caractéristiques rhéologiques dynamiques de ces matériaux, nous avons construit deux machines de traction permettant d'appliquer à des échantillons, placés en ambiance contrôlée en température et hygrométrie, deux types de sollicitations uniaxiales: soit des échelons de déformation et l'on mesure alors l'évolution de la contrainte en fonction du temps (relaxation), soit des sollicitations harmoniques et l'on détermine le module d'YOUNG complexe.

La relation entre les deux types de mesures est réalisée par l'intermédiaire du modèle de la viscoélasticité quasi linéaire qui nous permet, par la superposition des résultats, d'étendre le spectre des temps (ou des fréquences) exploré, et ce malgré les limitations expérimentales.

## ABSTRACT

The knowledge of the rheological dynamic behavior of biological tissues is of fundamental interest, as well to understand the working of many organs in normal or pathological conditions, as to design and build prostheses for them.

With the aim of measuring the rheological dynamic characteristics of these materials, we have built two different apparatus allowing us to make two types of uniaxial sollicitations on samples placed in hygrometric and temperature controlled environment. We can impose either Heaviside type deformations and then measure the stress evolution with time (relaxation) or harmonic sollicitations (complex YOUNG's modulus determination).

The quasi linear viscoelasticity theory allows us to relate the results obtained by both the methods and then to extend the time (or frequency) domain explored in spite of experimental limitations.

## I. INTRODUCTION

L'étude des propriétés mécaniques dynamiques d'un grand nombre de tissus ou d'organes constitue une approche fondamentale pour la réalisation de matériaux de remplacement. En effet, la similitude de comportement entre ces organes et leurs prothèses doit être la plus fine possible dans toute la gamme des sollicitations physiologiques ou physiopathologiques auxquelles ces tissus peuvent être soumis.

Néanmoins, la description des propriétés mécaniques des tissus vivants se restreint très souvent à des domaines de sollicitations ou de conditions expérimentales très insuffisants pour permettre une étude satisfaisante. Ceci est dû, en particulier, à la complexité structurale des tissus testés, ce qui induit une grande complexité des méthodes expérimentales à mettre en oeuvre pour analyser le comportement mécanique de ces matériaux dans un large domaine de sollicitations, ainsi qu'une certaine difficulté pour obtenir des modèles théoriques permettant d'interpréter les résultats obtenus.

Du point de vue théorique, différentes approches ont été envisagées:

- étude du comportement mécanique global d'un organe permettant d'appréhender les distributions spatiales et temporelles des déformations et contraintes dans les tissus;
- description du comportement à partir de tests d'extensométrie effectués in-vitro sur des échantillons de tissus prélevés dans l'organe. Les relations contrainte-déformation sont alors décrites par une loi de comportement à partir de "modèles phénoménologiques" conduisant à des fonctions analytiques dépendant de paramètres n'ayant pas de signification physique directe;
- enfin, l'interprétation du comportement d'échantillons de tissus à partir de ses constituants, à l'échelon microscopique, a conduit à des "modèles structurels" permettant de définir des paramètres ayant une signification physique liée à la nature même du tissu considéré. Dans ce dernier cas, l'analyse de l'évolution de ces paramètres peut s'avérer intéressante pour la description d'anomalies ou de pathologies.

Sur le plan expérimental, ces études se traduisent par la mesure, sur un échantillon du matériau, des contraintes appliquées et des déformations qui leur sont associées. La nature des différents tissus considérés impose la réalisation de bancs de mesure spécifiques respectant l'environnement des matériaux et les sollicitations auxquelles ils sont soumis du point de vue physiologique.

Nous montrerons ici comment l'étude des propriétés rhéologiques dynamiques des ligaments a été effectuée à travers un modèle permettant de faire la relation entre les résultats obtenus par les différentes méthodes de mesure. Dans ce but deux bancs spécifiques d'étude ont été construits: l'un utilise la réponse du matériau à un échelon de déformation (relaxation de contrainte); l'autre est basé sur une étude harmonique dans laquelle le matériau est soumis à des sollicitations sinusoïdales ce qui permet de mesurer l'évolution du module d'YOUNG complexe incrémental, c'est à dire les relations de phase et d'amplitude

existant entre les contraintes et déformations en fonction de la fréquence.

## II. ASPECTS THEORIQUES

### II.1. Caractéristiques du comportement mécanique

L'étude des principales caractéristiques rhéologiques mettant en cause la compressibilité, l'anisotropie, la non linéarité et la viscoélasticité des tissus biologiques a permis de montrer que le comportement aux temps courts (réponse élastique instantanée) diffère de celui aux temps longs (réponse quasi-stationnaire), ces deux domaines encadrant une région de transition où l'élasticité varie au cours du temps selon une loi généralement logarithmique (figure 1).

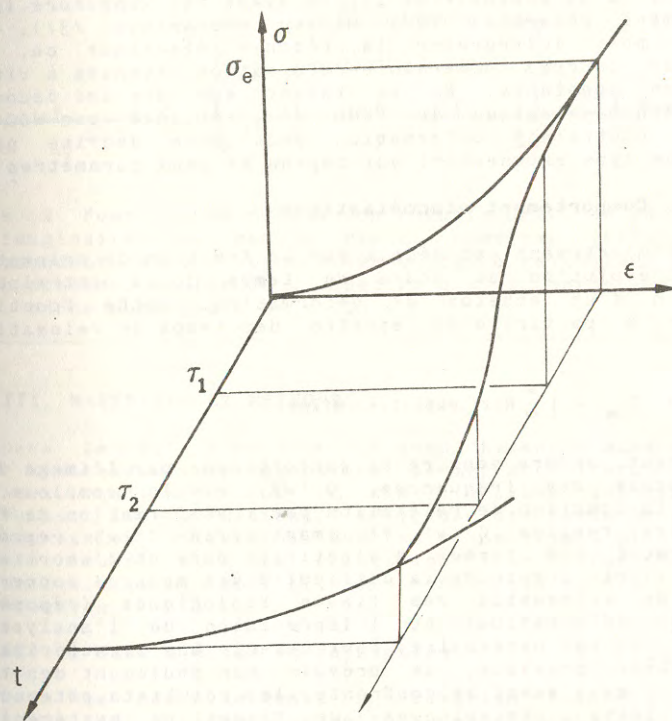


Figure 1. Comportement rhéologique complexe des tissus biologiques: non linéarité et viscoélasticité. La réponse élastique instantanée  $\sigma(\epsilon)$  pour des temps  $t$  inférieurs à  $\tau_1$  diffère notablement du comportement quasi-stationnaire à des temps supérieurs à  $\tau_2$ . Dans la région de transition, la contrainte décroît au cours du temps selon une loi généralement logarithmique.

Ces caractéristiques peuvent être interprétées par la théorie de la viscoélasticité quasi linéaire, en prenant en compte les caractéristiques fondamentales de la rhéologie de ces tissus: la viscoélasticité et les non linéarités. Ainsi la contrainte peut s'écrire sous la forme:

$$\sigma(\epsilon, t) = \sigma^e(\epsilon) \cdot G_r(t)$$

ou la réponse élastique,  $\sigma^e(\epsilon)$ , est une fonction des seules déformations, et  $G_r(t)$ , la fonction de relaxation réduite, est une fonction normalisée du temps ( $G_r(0) = 1$ ).

La réponse élastique, représentant la réponse instantanée du matériau, est généralement une fonction non linéaire de la déformation. Différentes expressions mathématiques, déduites d'approches phénoménologiques (théorie des grandes déformations en physique des polymères /1/), ou structurales (théorie statistique d'un ensemble de fibres ayant des longueurs initiales aléatoirement réparties /2/, milieu diphasique /3/), ont été proposées pour interpréter la réponse élastique ou, tout au moins, les courbes contrainte-déformation obtenues à vitesse de déformation constante. En se basant sur une loi découplant du modèle phénoménologique de FUNG /4/, obtenue par WOO /5/, la relation contrainte déformation peut être décrite par une relation de type exponentiel qui dépend de deux paramètres.

## II.2. Comportement viscoélastique

Ce comportement est décrit par la fonction de relaxation qui traduit l'évolution au cours du temps de la contrainte après application d'un échelon de déformation. Cette fonction peut s'exprimer à partir d'un spectre des temps de relaxation noté  $H(\tau)$ :

$$G_r(t) = G_{r\infty} + \int_0^{\infty} H(\tau) \cdot \exp(-t/\tau) \cdot d(\ln\tau)$$

On peut encore décrire ce comportement par l'image de  $G_r(t)$  dans l'espace des fréquences,  $G_r(\omega)$ , module complexe réduit, relié à la fonction de relaxation par transformation de FOURIER, les parties réelles  $G'(\omega)$  et imaginaires  $G''(\omega)$  représentant respectivement les termes d'élasticité pure et d'amortissement. Si l'on tient compte de la difficulté des mesures concernant la fonction de relaxation des tissus biologiques (réponse à un échelon de déformation) et l'imprécision de l'analyse de ces résultats, il est nécessaire, pour obtenir une caractérisation la plus complète possible, de prévoir non seulement des tests de relaxation, mais aussi de confronter les résultats obtenus à ceux d'autres tests (expériences de fluage ou hystérésis lors d'excitations harmoniques).

Ces expériences ont permis de mettre en évidence une insensibilité de la courbe d'hystérésis aux différentes vitesses de déformation des échantillons. La description de ces phénomènes peut être obtenue à partir d'un spectre des temps de relaxation dépendant de trois paramètres et présentant une forme rectangulaire /6/ (figure 2).

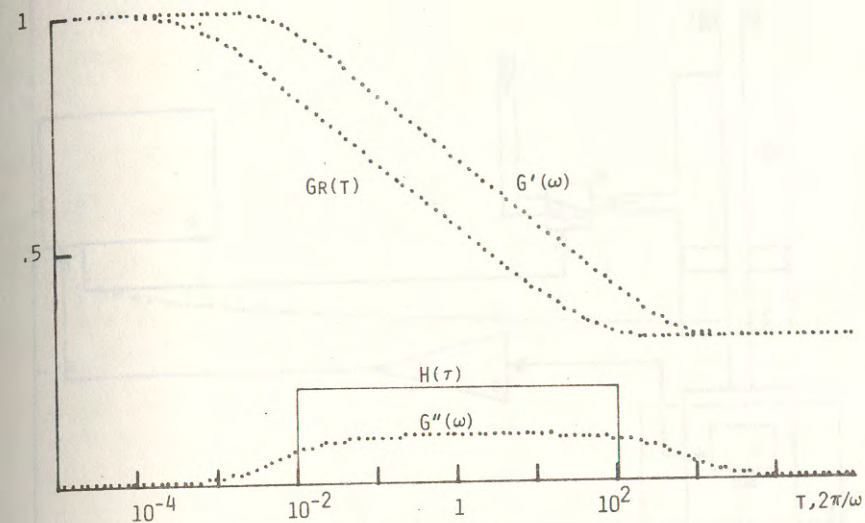


Figure 2. Fonction de relaxation réduite  $G_r(t)$  et parties réelles et imaginaires du module réduit complexe ( $G'(\omega)$  et  $G''(\omega)$ ) correspondant à un spectre des temps de relaxation  $H(\tau)$  continu et en plateau. Amplitude du spectre  $c = .2$ , borne inférieure  $\tau_1 = .01$  s. borne supérieure  $\tau_2 = 100$  s.

## III. MATERIELS ET METHODES

Dans le but d'étudier le comportement viscoélastique, des bancs d'extensométrie dynamique permettant l'étude de divers matériaux, qu'ils soient ou non d'origine biologique, ont été construits. Ils permettent d'effectuer des tests en extension ou en compression uniaxiale, sur des échantillons placés en milieu contrôlé, aussi bien en relaxation pour différents niveaux de déformation, qu'en sollicitation harmonique dans une large gamme de fréquences.

### III.1. Banc d'étude en relaxation

Dans le cas des tests en relaxation (figure 3), le choix a porté sur un matériel permettant, expérimentalement, d'obtenir des déformations dont la forme se rapproche le plus possible d'une fonction échelon. Avec cet appareillage, les déformations sont produites par un vérin pneumatique pouvant délivrer sous la pression d'air comprimé disponible une force maximale de 200 daN. La course de ce vérin est limitée à des valeurs choisies entre 0 et 50 mm par un jeu de butées mécaniques. Compte tenu des pertes de charge dans les circuits d'air comprimé, des temps d'ouverture des électrovannes, de l'inertie des pièces en mouvement et des

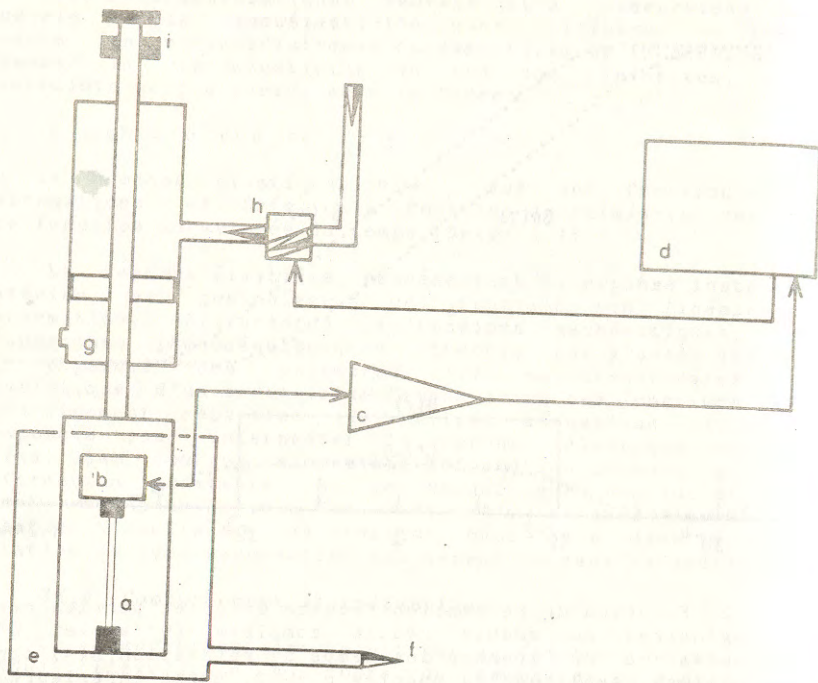


Figure 3. Banc d'étude en relaxation. a - spécimen sous tests; b - capteur de forces; c - conditionneur; d - micro-calculateur; e - enceinte à environnement contrôlé; f - régulation thermique; g - vérin pneumatique; h - électro-vanne; i - butées mécaniques.

frottements. la vitesse maximum de déformation qu'il est possible d'obtenir est de l'ordre de 0.5 m/s. L'échantillon est fixé d'une part au vérin par l'intermédiaire d'un cadre rigide et d'autre part à un capteur de force /7/. Le signal provenant de ce capteur est ensuite traité par un micro-ordinateur après numérisation sur douze bits avec une fréquence d'échantillonnage comprise entre 0.001 Hz et 1000 Hz (figure 4).

### III.2. Banc d'étude harmonique

Dans le cas des tests harmoniques (figure 5), les forces sont imposées par un excitateur de vibrations pouvant délivrer des forces de 20 daN au maximum dans une gamme de fréquences comprise entre 0.001 Hz et 100 Hz. La mesure des forces appliquées et des déplacements permet autour de valeurs statiques en traction ou en compression, de calculer les déformations et contraintes appliquées. Une analyse de FOURIER est ensuite effectuée pour chacune des quantités mesurées ce qui nous permet

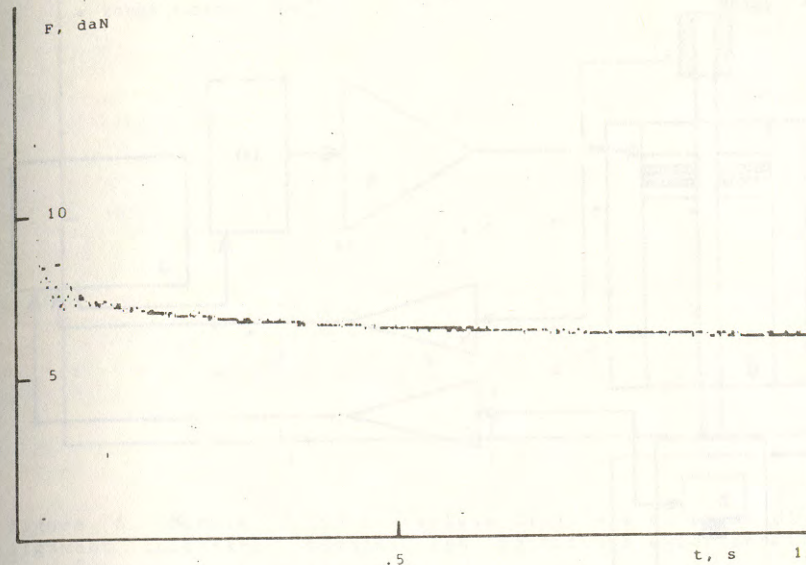


Figure 4. Evolution, en fonction du temps, de la force, lors d'un essai en relaxation, pour un ligament collatéral humain, à une température de 310 K, et pour un allongement de 5%.

de déterminer, pour chaque fréquence et chaque déformation moyenne, le module d'YOUNG complexe du matériau (figure 6). Ce banc rhéologique permet en outre de générer des excitations de forme quelconque dont le spectre de fréquences est compatible avec la fonction de transfert globale du système /8/.

## IV. LIMITATIONS EXPERIMENTALES

Les tests effectués sur ces bancs de mesure sont basés sur des sollicitations uniaxiales effectuées in vitro. Ce type d'expérimentation introduit un certain nombre de limitations: il s'agit, d'une part, de limitations inhérentes à toute mesure extensométrique effectuée in vitro et, d'autre part, de limitations spécifiques au matériel utilisé.

### IV.1 Limitations générales

Parmi l'ensemble des limitations liées à ces tests in vitro, il convient de discuter des principales qui sont, d'une part, liées aux attaches du matériau sur la machine, ce qui introduit des effets de cisaillement dans l'épaisseur du matériau, et, d'autre part, aux effets propagatifs.

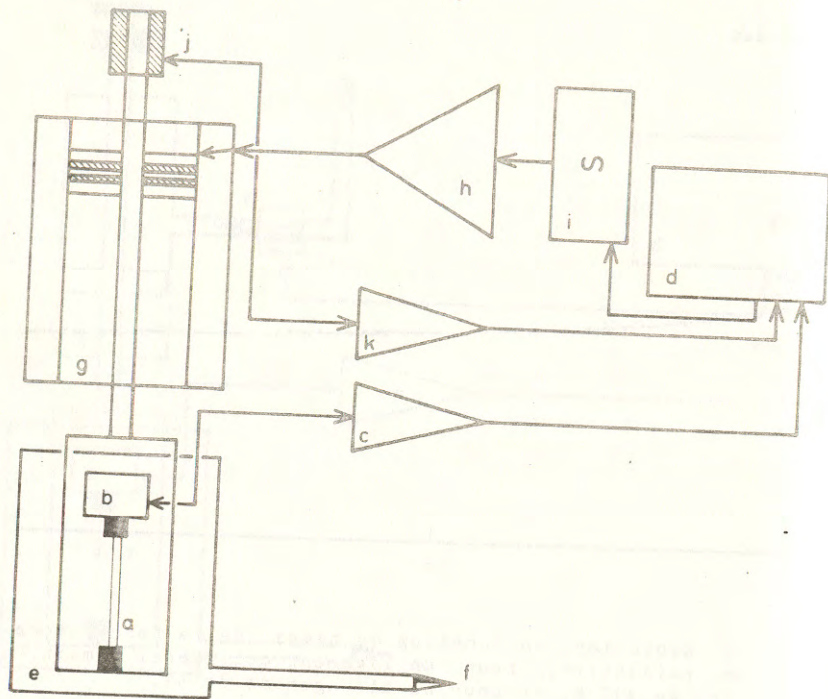


Figure 5. Banc d'étude harmonique. a, b, c, d, e, f - comme figure 3; g - excitateur de vibrations; h - amplificateur de puissance; i - générateur de fonction; j - capteur de déplacement; k - conditionneur.

Au voisinage des attaches, sous l'effet de la compression due aux pinces, les contraintes ne se répartissent plus uniformément dans la section du matériau testé, ces effets peuvent devenir très importants dans le cas de matériaux fibreux (ligaments, artères) et provoquer un glissement relatif d'une partie du tissu dans l'attache, ainsi que des ruptures de fibres au sein du matériau. Ces effets ne peuvent être négligés que dans le cas où ils s'exercent sur une longueur très inférieure à celle de l'échantillon. Pour éviter de tels inconvénients, il est nécessaire soit d'optimiser le système d'attaches, soit de mesurer les déplacements par une méthode optique, sur la partie centrale de l'échantillon. Cette méthode présente l'avantage considérable d'effectuer une réelle mesure des déformations de l'échantillon et non plus du déplacement relatif de ses attaches; ce point important est à souligner car tout glissement éventuel au niveau de la fixation ne sera plus pris en compte.

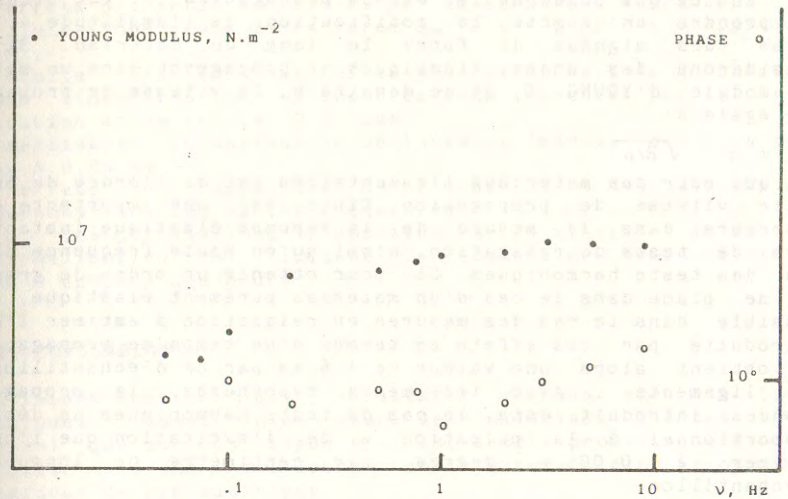
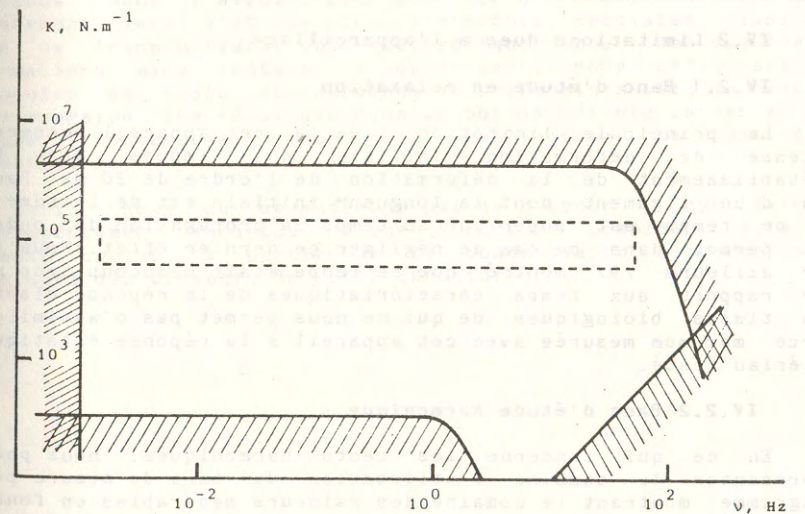


Figure 6. Module d'YOUNG complexe (module ● et phase ○) pour un ligament collatéral humain. Les conditions expérimentales sont les mêmes que pour la figure 3.

Figure 7. Diagramme montrant, en fonction de la fréquence, les raideurs mesurables à l'aide du banc d'étude harmonique. La région limitée par un trait interrompu correspond au domaine de forces, de déplacements et de fréquences effectivement utilisé lors des tests sur ligaments.



En ce qui concerne les effets propagatifs, il est nécessaire de prendre en compte la modification de l'amplitude et de la phase des signaux de force le long du matériau. Si nous considérons des ondes élastiques se propageant dans un matériau de module d'YOUNG  $E$  et de densité  $\rho$ , la vitesse de propagation est égale à :

$$v = \sqrt{E/\rho}$$

ce qui pour des matériaux ligamentaires est de l'ordre de 60 m/s. Cette vitesse de propagation finie est une importante source d'erreurs dans la mesure de la réponse élastique instantanée, lors de tests de relaxation, ainsi qu'en haute fréquence dans le cas des tests harmoniques. Si, pour obtenir un ordre de grandeur, on se place dans le cas d'un matériau purement élastique, il est possible dans le cas des mesures en relaxation d'estimer l'erreur introduite par ces effets en termes d'un temps de propagation et on obtient alors une valeur de 1,6 ms par cm d'échantillon pour des ligaments. Avec les mêmes hypothèses, la propagation d'ondes introduit dans le cas de tests harmoniques un déphasage proportionnel à la pulsation  $w$  de l'excitation que l'on peut estimer à  $0,005.w$  degrés par centimètre de longueur de l'échantillon.

Enfin, il est nécessaire de signaler la nécessité de préconditionner les échantillons lors de tests in vitro. L'importance de ce préconditionnement a été soulignée par FUNG; en effet, le fait de travailler, in vitro, sur des tissus mous, nous impose de les retirer de leur milieu naturel où leur état de contrainte, au repos, n'est pas forcément nul. D'un point de vue expérimental, on constate qu'un tissu testé in vitro ne présente une réponse stable à une sollicitation cyclique qu'après avoir subi un certain nombre de sollicitations. C'est pourquoi, avant d'effectuer une mesure, il est nécessaire d'imposer un certain nombre de sollicitations de faible amplitude.

## IV.2 Limitations dues à l'appareillage

### IV.2.1 Banc d'étude en relaxation

La principale limitation liée à cet appareil concerne la vitesse de déformation initiale qui impose des temps d'établissement de la déformation de l'ordre de 20 ms. Dans le cas d'un ligament dont la longueur initiale est de l'ordre de 2 cm ce temps est supérieur au temps de propagation des ondes ce qui permet dans ce cas de négliger ce dernier effet. Nous avons par ailleurs /9/ montré que ce temps était beaucoup trop grand par rapport aux temps caractéristiques de la réponse élastique des tissus biologiques, ce qui ne nous permet pas d'assimiler la force maximum mesurée avec cet appareil à la réponse élastique du matériau testé.

### IV.2.2 Banc d'étude harmonique

En ce qui concerne les tests harmoniques, nous pouvons représenter le domaine d'utilisation du banc de mesure par un diagramme montrant le domaine des raideurs mesurables en fonction de la fréquence (figure 7). Ce domaine est déterminé par un grand nombre de paramètres parmi lesquels on peut signaler :

- les effets d'inertie introduits par la structure vibrante,
- la limite supérieure de la force qu'il est possible d'appliquer (20 daN),
- la limite inférieure des forces mesurables estimée en fonction des non linéarités et du bruit de fond introduit par la chaîne d'excitation et de mesure (0,02 daN),
- la résolution du capteur de déplacement inductif que l'on peut estimer à 0,05 mm,
- les effets de propagation dont nous avons déjà discuté des conséquences vers les hautes fréquences,
- enfin, les limitations introduites par la stabilité du système de thermalisation qui limitent le domaine des temps de mesure exploré à environ une heure.

## V. CONCLUSION

L'interprétation des résultats obtenus sur nos bancs rhéologiques, aussi bien sur des matériaux inertes (PVC, prothèses) que sur des tissus vivants, semble prometteuse dans la perspective d'une meilleure connaissance des propriétés rhéologiques de ces matériaux.

En effet, l'utilisation de la théorie de la viscoélasticité quasi linéaire permet une description relativement complète des phénomènes expérimentaux, en différenciant le comportement mécanique dépendant de la déformation du comportement mécanique dépendant du temps, par l'intermédiaire de deux fonctions ( $\sigma(\epsilon)$  et  $Gr(t)$ ) ne faisant intervenir, au total, que cinq paramètres.

Néanmoins, les limitations expérimentales liées au mode de test choisi, ainsi que les limitations des appareillages ne nous ont permis qu'une description partielle de chacune de ces fonctions. Dans l'avenir, pour atténuer ces problèmes, nous nous orienterons vers l'utilisation d'attaches spéciales ainsi que celle de transducteurs opto-électroniques pour des mesures de déformations sans contact. D'autre part, nous définirons des protocoles de tests standardisés et uniformisés afin de réduire la dispersion des résultats dans le but de définir un cahier des charges convenable pour la réalisation de prothèses ligamentaires.

Enfin, nous ne désespérons pas de pouvoir un jour, décrire le comportement mécanique d'une structure complexe telle le ligament croisé, à partir de la connaissance des propriétés mécaniques des éléments de cette structure.

## REMERCIEMENTS

Travail effectué avec l'aide du Ministère de la Recherche et de l'Industrie (Pôle Ile de France de Génie Biologique et Médical).

## REFERENCES

- 1 TRELOAR L.R.G.; The Physics of Rubber Elasticity, Oxford University Press, Ely House, 1975.
- 2 DECRAEMER W.F. & al.; J. Biomechanics, 13, 1980, 559-564.
- 3 LANIR Y.; J. Biomech. Eng., 102, 1980, 332-339.
- 4 FUNG Y.C., in: Y.C. FUNG, N. PERONNE, M. ANLIKER (eds.); Biomechanics, its Foundations and Objectives, pp 181-208, Prentice Hall Inc., 1972.
- 5 WOO S.L.Y. & al.; J. Biomech. Eng., 103, 1981, 293-298.
- 6 TREVISAN D. & al.; J. Biophys. et Med. Nucl., 7, 1983, 75-79.
- 7 TREVISAN D. & al.; ITBM, 3, 514-522, 1982.
- 8 GEIGER D. & al.; Biorheology, à paraître.
- 9 TREVISAN D.; Thèse de IIIème cycle. Université Paris 12. Créteil (France), Juillet 1983.

## CARACTERISATION DES MATERIAUX PAR L'ETUDE DES VIBRATIONS TRANSVERSALES FORCEES DES BARRES DOUEES D'AMORTISSEMENT STRUCTURAL CHARACTERISATION OF MATERIALS THROUGH THE STUDY OF TRANSVERSAL VIBRATIONS OF BARS WITH STRUCTURAL DAMPING

J.L. LALUBIN, Maître-Assistant\*, F. LEVRON, Maître-Assistant\*\*,  
P. LOUDETTE, Professeur\*, B. JUGE, Docteur de 3ème cycle\*

### RESUME

L'étude de la flexion dynamique d'une poutre excitée à son encastrement et portant en son extrémité libre une charge additionnelle variable permet de déterminer le module complexe du matériau en réalisant un essai à une seule fréquence. La méthode est sensible ; elle semble convenir aux situations où les caractéristiques du matériau évoluent rapidement.

### ABSTRACT

In this paper, we shall study a cantilever beam's dynamic bending. The bending excitation is performed on the beam's housing, and the cantilever is loaded at free end with a variable additional weight.

Testing of the material at a fixed frequency enables us to determine its complex modulus.

The method is sensitive and seems to be appropriate even in case of rapid variation in the characteristics of the material.

### 1. INTRODUCTION

Dans le cas des vibrations transversales, l'équation aux dérivées partielles est du quatrième ordre ; elle est donc associée à quatre conditions aux limites qui permettront la détermination des quatre constantes d'intégration  $/1/$ .

Lorsqu'on tient compte du comportement viscoélastique du matériau, les quatre constantes sont complexes de telle sorte que la résolution est celle d'un système de huit équations algébriques à huit inconnues réelles.

De fait cette résolution est pénible et pratiquement elle exige l'utilisation d'une méthode numérique.

Dans l'exposé qui suit, il est montré qu'il est cependant possible d'obtenir rapidement et avec une bonne précision, le premier mode, la pulsation et le coefficient d'amplification associés à partir desquels on peut remonter aux caractéristiques du matériau.

\* Laboratoire de Mécanique Physique, ERA CNRS N° 769, Université de Bordeaux I, 351 cours de la Libération, 33405 TALENCE CEDEX

\*\* U.E.R. de Mathématiques, Université de Bordeaux I, 351 cours de la Libération, 33405 TALENCE CEDEX

(+) Communication présentée au Groupe Français de Rhéologie, le 30 novembre 1983.



ristiques du matériau.

Cette étude a été menée pour différentes conditions aux limites, la poutre étant excitée à l'encastrement et recevant à son extrémité libre des charges de toute nature.

Pour simplifier l'exposé, seul est présenté ici le cas où l'extrémité libre est chargée par une masse additionnelle qu'on fait varier.

## 2. EQUATION REGISSANT LE MOUVEMENT ET CONDITIONS AUX LIMITES

### 2.1. Hypothèses

Le matériau /2/ constituant l'éprouvette est considéré comme homogène, isotrope, viscoélastique linéaire, de module complexe :

$$E^* = E' + j E'' \quad \text{et} \quad E^* = E(1 + j \operatorname{tg} \delta)$$

L'éprouvette est à plan de symétrie, de section constante, à élanement suffisamment grand et de masse linéique  $\mu$  constante.

Chaque élément de la poutre est en flexion pure de sorte que les sections planes sont ici considérées comme restant normales à la ligne neutre ; les effets dus au gauchissement des sections et à leur rotation sont négligés dans cette étude.

Tous les déplacements restent petits :

Pour simplifier l'écriture, les axes sont appelés  $Ox$ ,  $Oy$ ,  $Oz$  et la flèche  $y(x,t)$  est mesurée suivant  $Oy$ , tandis que le point courant de la ligne neutre de l'éprouvette est déterminé par sa position au repos  $x$ .

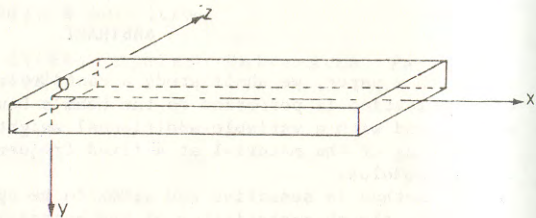


Figure 1

### 2.2. Conditions aux limites

La poutre est excitée à l'encastrement et chargée à son extrémité libre par une masse additionnelle  $m$ . D'où les conditions aux limites :

- à l'encastrement, le déplacement est imposé, sinusoïdal :

$$(1) y(0,t) = y_0 \exp j\omega t \quad \text{en "écriture complexe"}$$

- à l'encastrement, la déformée est à tangente horizontale :

$$(2) \frac{\partial y}{\partial x} \Big|_{x=0} = 0$$

- à l'extrémité libre, le moment fléchissant est nul :

$$(3) - E^* I \frac{\partial^2 y}{\partial x^2} \Big|_{x=L} = 0$$

- à l'extrémité libre, l'effort tranchant est égal à la force d'inertie de la masse placée en  $x = L$

$$(4) - E^* I \frac{\partial^3 y}{\partial x^3} \Big|_{x=L} = - m \frac{\partial^2 y}{\partial t^2} \Big|_{x=L}$$

### 2.3. Equation différentielle régissant le mouvement

En suivant les hypothèses exposées /3/, l'équation différentielle régissant les vibrations transversales de la poutre s'écrit :

$$(5) E^* I \frac{\partial^4 y}{\partial x^4} + \mu \frac{\partial^2 y}{\partial t^2} = 0$$

Les coefficients constitués par la "rigidité à la flexion" et la "masse linéique de la poutre" sont constants de telle sorte que les quatre conditions rattachées à l'équation différentielle (5) permettent de déterminer la solution constituée par la superposition du régime transitoire et du régime permanent, ce dernier est sinusoïdal à la même pulsation  $\omega$  que l'excitation.

A la solution permanente, on peut faire correspondre l'écriture complexe  $y(x,t)$  :

$$(6) y(x,t) = Y(x) \exp j\omega t, \quad Y(x) \in \mathbb{C}$$

### 2.4. Grandeurs réduites

En fait il est commode d'introduire les grandeurs réduites pour l'abscisse du point courant et pour l'ordonnée de la flèche :

$$x_r = x/L, \quad L \text{ devient l'unité des longueurs } 0 \leq x_r \leq 1$$

$$y_r = Y(x)/Y_0, \quad Y_0 \text{ devient l'unité des déplacements.}$$

Par la suite,  $x_r$  sera noté  $x$  et  $y_r$  sera noté  $y$ . Alors le problème s'écrit plus simplement :

$$(7) \begin{cases} y^{(4)} = \lambda^* y \\ y(0) = 1 & y''(1) = 0 \\ y'(0) = 0 & y'''(1) = -k \lambda^* y(1) \end{cases}$$

$$(8) \lambda^* = (\alpha^*)^4 = \frac{\mu \omega^2 L^4}{EI} \frac{1}{1 + j \operatorname{tg} \delta}$$

$$(9) k = m/M, \quad M = \mu L, \quad M : \text{masse de la poutre hors encastrement}$$

## 3. RESOLUTION

La résolution présentée est celle obtenue en écrivant la solution sous la forme d'un développement en série /4/.

### 3.1. Forme de la solution à partir des conditions à l'extrémité libre

A l'extrémité libre, le déplacement  $y(1)$  et la pente  $y'(1)$  sont inconnus pour l'instant ; par contre, on en connaît les dérivées seconde et troisième ; toutes les suivantes se déduisent de ces quatre valeurs à l'aide du système (7).

Ainsi la déformée peut s'écrire au voisinage de l'extrémité libre :

$$(10) \quad y(x) = y(1) \left[ 1 + \frac{(x-1)^4}{4!} \lambda^* + \frac{(x-1)^8}{8!} (\lambda^*)^2 + \dots \right] \\ + y'(1) \left[ (x-1) + \frac{(x-1)^5}{5!} \lambda^* + \frac{(x-1)^9}{9!} (\lambda^*)^2 + \dots \right] \\ - k \lambda^* y(1) \left[ \frac{(x-1)^3}{3!} + \frac{(x-1)^7}{7!} \lambda^* + \frac{(x-1)^{11}}{11!} (\lambda^*)^2 + \dots \right]$$

et par dérivation

$$(11) \quad y'(x) = y(1) \left[ \frac{(x-1)^3}{3!} \lambda^* + \frac{(x-1)^7}{7!} (\lambda^*)^2 + \dots \right] \\ + y'(1) \left[ 1 + \frac{(x-1)^4}{4!} \lambda^* + \frac{(x-1)^8}{8!} (\lambda^*)^2 + \dots \right] \\ - k \lambda^* y(1) \left[ \frac{(x-1)^2}{2!} + \frac{(x-1)^6}{6!} \lambda^* + \frac{(x-1)^{10}}{10!} (\lambda^*)^2 + \dots \right]$$

### 3.2. Incidence des conditions à l'encastrement

Des deux conditions à l'encastrement, on tire deux expressions différentes de la pente à l'extrémité libre :

$$(12) \quad y(0) = 1 \Rightarrow \frac{y'(1)}{y(1)} = \frac{1 - 1/y(1) + \lambda^*(1/4! + k/3!) + \dots}{1 + \lambda^*/5! + \dots}$$

$$(13) \quad y'(0) = 0 = \frac{y'(1)}{y(1)} = \frac{\lambda^*(1/3! + k/2!) + \dots}{1 + \lambda^*/4! + \dots}$$

La comparaison de (12) et (13), arrêtée au premier ordre en  $\lambda^*$ , permet d'écrire :

$$(14) \quad \lambda^* = \frac{12 - 12/y(1)}{1 + 4k + 1/2y(1)}$$

dont on peut déduire le déplacement à l'extrémité libre à partir de son inverse ou admittance  $1/y(1)$  :

$$(15) \quad 1/y(1) = \frac{12 - (1+4k) \lambda^*}{12 + \lambda^*/2}$$

### 4. ETUDE DU DEPLACEMENT A L'EXTRÉMITÉ LIBRE

Le générateur déterminant le mouvement de l'encastrement travaille à fréquence fixe, le paramètre variable est  $k$  traduisant la présence d'une masse additionnelle ajustable.

#### 4.1. Admittance déplacement $1/y(1)$

$$(16) \quad \frac{1}{y(1)} - 1 = -\lambda^* \frac{\frac{3}{2} + 4k}{12 + \frac{\lambda^*}{2}}$$

De suite, on remarque que  $y(1) = 1$ , soit lorsque  $\lambda^*$  est nul, ce qui correspond au régime statique ( $\omega = 0$  rd/s) soit lorsque  $k = -\frac{3}{8}$ .

Reprenons (16) et divisons le numérateur et le dénominateur par  $\lambda^*$ .

$$(17) \quad \frac{1}{y(1)} - 1 = \left( \frac{3}{2} + 4k \right) \cdot \frac{-1}{\frac{1}{2} + \frac{12}{\lambda^*}} = \left( \frac{3}{2} + 4k \right) (u)$$

$$(18) \quad \text{avec} \quad \frac{1}{u} = - \left( \frac{1}{2} + \frac{12}{\lambda(1 + jtg \delta)} \right)$$

Pour une fréquence et un amortissement donnés,  $u$  est un nombre complexe constant ; dans le plan complexe, il lui correspond un point affixe qui, relié à l'origine, définit la direction  $\vec{u}(\omega, tg \delta)$  constante pour  $\omega$  et  $tg \delta$  constants.

Donc le lieu de l'admittance  $1/y^*(1)$  est la droite passant par le point (1,0) menée parallèlement à la direction  $\vec{u}$ .

L'affixe de l'admittance se déplace sur ce lieu proportionnellement au rapport  $k$  des masses.

$$(19) \quad \frac{1}{y^*(1)} = 1 + \left( \frac{3}{2} + 4k \right) u(\omega, tg \delta)$$

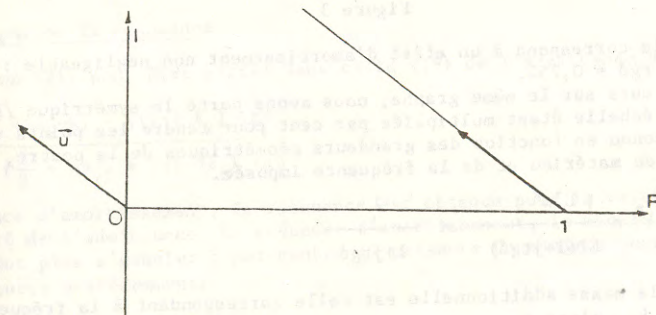


Figure 2

#### 4.2. Lieu de $y(1)$ , cercle de réglage

Le lieu de l'admittance déplacement étant une droite, son inverse représentant  $y(1)$  dans le plan complexe est un cercle dit de réglage graduable en valeur relative de la masse additionnelle /5/.

Pour montrer le bien-fondé de ce résultat, nous avons tracé le lieu parcouru dans le plan complexe par l'affixe de  $y(1)$ ,  $y(1)$  ayant été calculé à partir de la solution exacte traitée à l'ordinateur et non à partir du développement en série utilisé jusqu'ici.

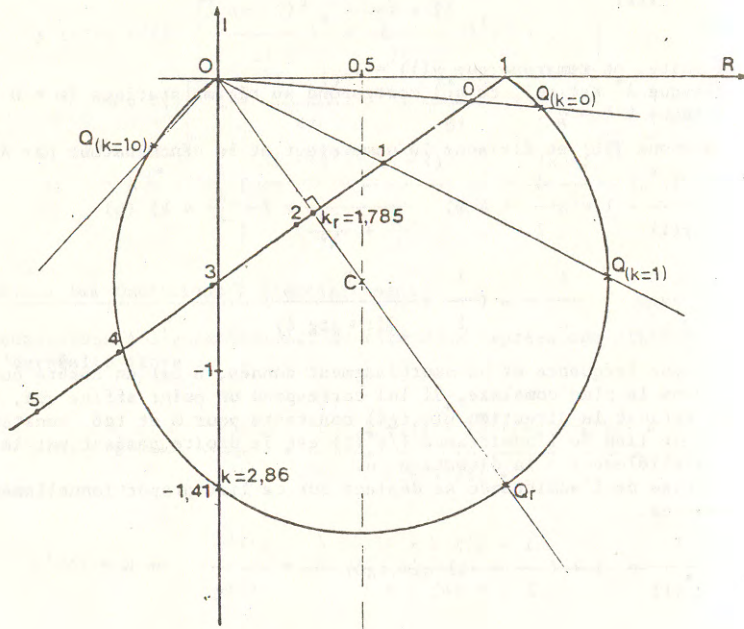


Figure 3

L'exemple correspond à un effet d'amortissement non négligeable :  $f = 120$  Hz,  $\lambda = 1,4837$ ,  $\text{tg} \delta = 0,754$ .

Par ailleurs sur le même graphe, nous avons porté le symétrique /R de l'admittance, l'échelle étant multipliée par cent pour rendre les points visibles.

$\lambda^*$  est connu en fonction des grandeurs géométriques de la poutre, des caractéristiques du matériau et de la fréquence imposée.

$$\lambda^* = \frac{\mu L^4 \omega^2}{EI(1+j\text{tg}\delta)} = \frac{\lambda}{1+j\text{tg}\delta}$$

Lorsque la masse additionnelle est celle correspondant à la fréquence de résonance,  $k = k_r$ , alors :

12

$$(20) \quad \lambda_r = \frac{12}{1 + 4 k_r}$$

Cette valeur reportée dans (18) conduit aux relations suivantes :

$$(21) \quad \frac{1}{u} = - \left( \frac{3}{2} + 4 k_r \right) - j(1 + 4 k_r) \text{tg} \delta$$

$$(22) \quad u = \frac{1}{\sqrt{\left( \frac{3}{2} + 4 k_r \right)^2 + (1 + 4 k_r)^2 \text{tg}^2 \delta}} e^{j\psi}$$

$$(23) \quad \text{tg} \psi = \frac{2 + 8 k_r}{3 + 8 k_r} \text{tg} \delta$$

Le lieu de l'inverse de l'affixe de l'extrémité chargée se déplace donc sur une droite passant par les points A et B :

$$A(1,0) \quad \text{tels que } k = -0,375$$

$$B\left(0, \frac{2 + 8 k_r}{3 + 8 k_r} \text{tg} \delta\right)$$

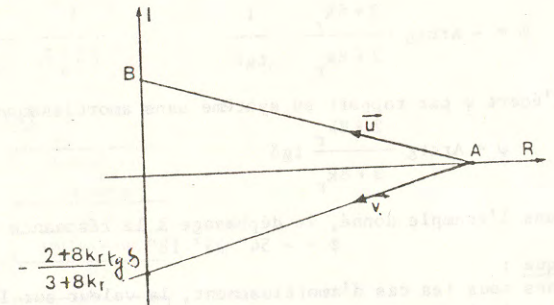


Figure 4

#### 4.3. A propos de la résonance

L'expression (21) peut être portée dans celle (19) de l'admittance déplacement :

$$(24) \quad \frac{1}{y(1)} = \frac{4(k_r - k) + j(1 + 4 k_r) \text{tg} \delta}{\left( \frac{3}{2} + 4 k_r \right) + j(1 + 4 k_r) \text{tg} \delta}$$

En l'absence d'amortissement, la résonance est obtenue pour la valeur  $k_r$  donnant la nullité de l'admittance. En présence d'amortissement, le module de l'admittance ne peut plus s'annuler ; par contre il présente un minimum pour la valeur de  $k_r$  trouvée précédemment.

- Pour  $k = k_r$  :

$$(25) \quad y(1) = \frac{j(1+4k_r) \operatorname{tg} \delta}{\left(\frac{3}{2} + 4k_r\right) + j(1+4k_r) \operatorname{tg} \delta}$$

$$(26) \quad y(1) = 1 - j \frac{3+8k_r}{2+8k_r} \cdot \frac{1}{\operatorname{tg} \delta}$$

Coefficient de surtension à la résonance

$$(27) \quad Q_r = |y^*(1)|_{\max} = \sqrt{1 + \left(\frac{3+8k_r}{2+8k_r}\right)^2 \cdot \frac{1}{\operatorname{tg}^2 \delta}}$$

Déphasage à la résonance

Dans le cas des faibles amortissements, on pouvait admettre que lors de la résonance le déplacement à l'extrémité chargée soit en quadrature retard par rapport au déplacement imposé à l'encastrement.

De manière générale, il n'en est pas ainsi, en effet, le déphasage  $\phi$  est tel que :

$$(28) \quad \phi = - \operatorname{Arctg} \frac{3+8k_r}{2+8k_r} \cdot \frac{1}{\operatorname{tg} \delta}$$

L'écart  $\psi$  par rapport au système sans amortissement structural est :

$$(29) \quad \psi = \operatorname{Arctg} \frac{2+8k_r}{3+8k_r} \operatorname{tg} \delta$$

Dans l'exemple donné, le déphasage à la résonance a pour valeur :  
 $\phi = - 54^\circ 39' 18''$

Remarque :

Dans tous les cas d'amortissement, la valeur sur l'axe des imaginaires est toujours égale à :

$$- \frac{3+8k_r}{2+8k_r} \cdot \frac{1}{\operatorname{tg} \delta}$$

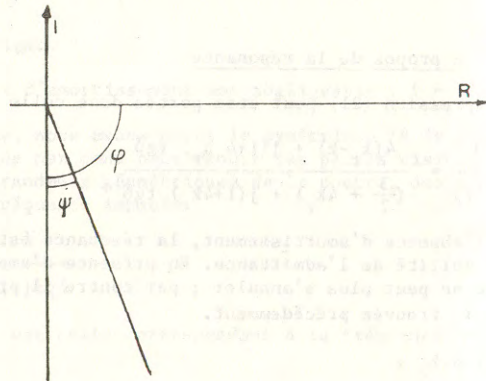


Figure 5

## 5. PROCEDURE DE DETERMINATION DU MODULE COMPLEXE

L'expérimentateur travaille à la fréquence choisie ; pour quelques valeurs de masse additionnelle, il relève l'amplitude et le déphasage du mouvement de l'extrémité rapporté à celui de l'encastrement.

Par la méthode de régression linéaire, il déduit des mesures la droite lieu de l'admittance déplacement ; la valeur du coefficient de corrélation est liée à la réalisation expérimentale de la variation de la masse additionnelle, seules doivent être retenues les mesures fournissant un coefficient de corrélation proche de l'unité.

Ensuite, il construit le cercle de réglage sur lequel il détermine graphiquement les valeurs  $k_r$  et  $Q_r$  de la résonance.

Les relations (20) et (27) permettent d'explicitier le module complexe du matériau /6/ /7/.

$$(30) \quad E^* = \frac{E' + jE''}{M L^3 \omega^2} = \frac{E(1 + j \operatorname{tg} \delta)}{1 + 4k_r}$$

$$(31) \quad \operatorname{tg} \delta = \frac{3+8k_r}{2+8k_r} \frac{1}{\sqrt{Q_r^2 - 1}}$$

$$(32) \quad E'' = \frac{M L^3 \omega^2}{I} \frac{3+8k_r}{24} \frac{1}{\sqrt{Q_r^2 - 1}}$$

## 6. DESCRIPTION DU BANC D'ESSAI

Synoptique /8/.

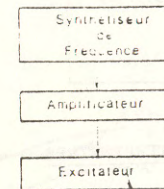
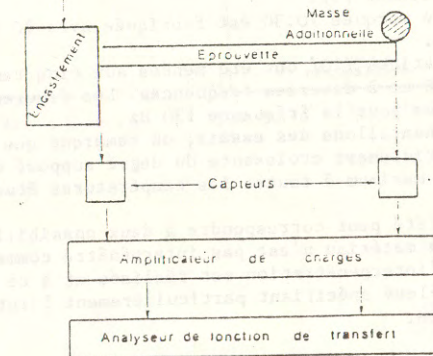


Figure 6



Le générateur de fréquence délivre un signal sinusoïdal (réglable en fréquence et en amplitude) qui, amplifié en courant, est injecté dans l'excitateur ou pot vibrant. L'encastrement étant fixé à la partie mobile du pot vibrant, l'éprouvette est le siège de phénomènes de propagation. Les accéléromètres placés à l'encastrement et à l'extrémité libre délivrent des charges proportionnelles à l'accélération en ces points.

Par l'intermédiaire de l'analyseur de fonction de transfert, on connaît les grandeurs d'encastrement, d'extrémité libre, leur rapport (coefficient d'amplification), ainsi que leur déphasage.

Le déplacement  $Y(L)$  à l'extrémité libre sera connu par le déphasage  $\phi$  et le coefficient d'amplification mesuré.

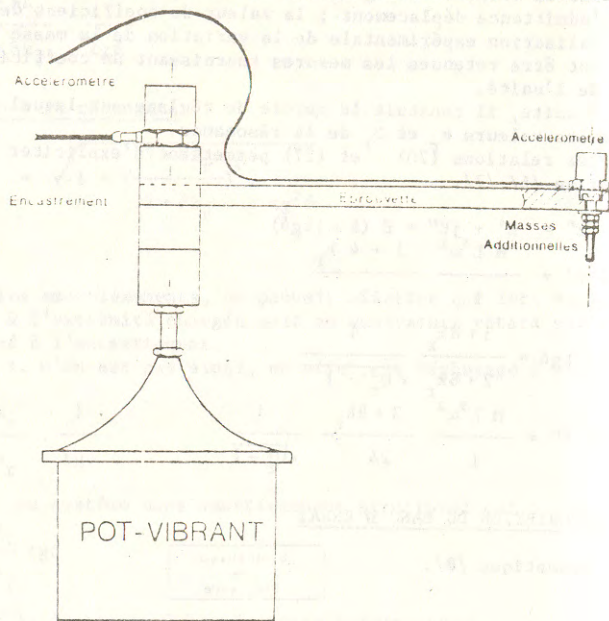


Figure 7

## 7. RESULTATS EXPERIMENTAUX : MATERIAUX INTERPENETRES

Les éprouvettes sont constituées d'un mélange interpénétré de deux polymères : une résine époxy employée pour les composites à matrice organique et un élastomère, le polyuréthane /9/.

L'éprouvette marquée 70.30 est fabriquée avec 70 % de résine époxy et 30 % de polyuréthane.

Les manipulations /10/ ont été menées aux cinq températures suivantes : 22, 25, 29, 32, 36°C et à diverses fréquences. Les figures 8,9,10,11 présentent les résultats obtenus pour la fréquence 130 Hz.

Pour les échantillons des essais, on remarque que l'amortissement n'est pas une fonction strictement croissante du degré supposé d'interpénétration. En effet  $tg\delta$  présente un maximum à toutes les températures étudiées pour la composition 75.25.

Cette propriété peut correspondre à deux possibilités :

- ou bien le matériau n'est pas interpénétré comme espéré,
- ou bien l'interpénétration est réalisée et à ce taux, l'amortissement est plus élevé spécifiant particulièrement l'interpénétré 75.25 dans son utilisation.

Variations de  $E'$  et de  $tg\delta$  pour  
une fréquence fixe : 130 Hz

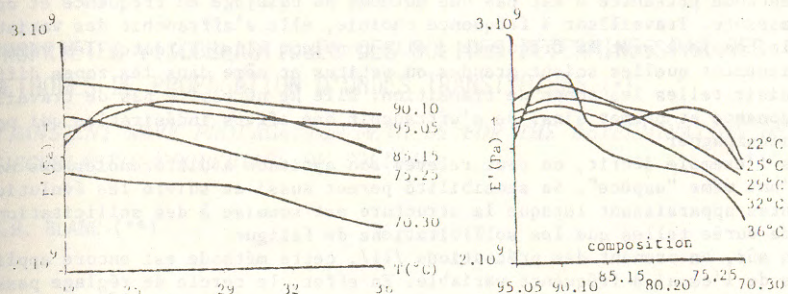


Figure 8

Figure 9

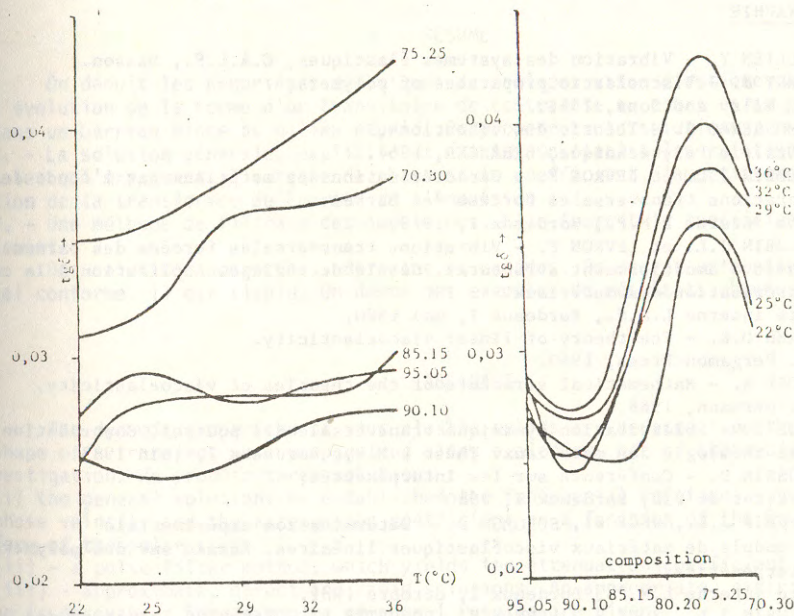


Figure 10

Figure 11

## 8. CONCLUSIONS

La méthode présentée n'est pas une méthode de balayage en fréquence et de bande passante. Travaillant à fréquence choisie, elle s'affranchit des variations du module complexe avec la fréquence ; elle convient ainsi à toutes les valeurs d'amortissement quelles soient grandes ou petites et même dans les zones difficiles à saisir telles les zones de transition. Elle ne nécessite pas de travailler à la résonance et permet ainsi de s'affranchir des effets indésirables qui peuvent l'accompagner.

Dans l'exemple décrit, on peut relever son aptitude à différencier des matériaux d'une même "espèce". Sa sensibilité permet aussi de suivre les évolutions même lentes apparaissant lorsque la structure est soumise à des sollicitations de grande durée telles que les sollicitations de fatigue.

Bien sûr, en prenant des précautions [11], cette méthode est encore applicable lors de l'essai à fréquence variable. En effet, le cercle de réglage passant par deux points fixes, il suffit d'une seule mesure pour le déterminer entièrement et donc pour connaître le module complexe à chaque fréquence.

## BIBLIOGRAPHIE

- /1/ JULLIEN Y. - Vibration des systèmes élastiques, G.A.L.F., Masson.
- /2/ FERRY J. - Viscoelastic properties of polymers, Ed. Wiley and Sons, 1961.
- /3/ TIMOSHENKO S. - Théorie des vibrations, Librairie Polytechnique, BERANGER, 1954.
- /4/ LALUBIN J.L. et LEVRON F. - Caractérisation des matériaux par l'étude des vibrations transversales forcées des barres. Note interne L.M.P., Bordeaux I, 1979.
- /5/ LALUBIN J.L. et LEVRON F. - Vibrations transversales forcées des barres douées d'amortissement structural. Cercle de réglage. Application à la caractérisation des matériaux. Note interne L.M.P., Bordeaux I, mai 1980.
- /6/ BLAND D.R. - The theory of linear viscoelasticity. Ed. Pergamon Press, 1960.
- /7/ GROSS B. - Mathematical structure of the theories of viscoelasticity. Ed. Hermann, 1968.
- /8/ JUGE B. - Sollicitation dynamique transversale des poutres. Contribution à la rhéologie des matériaux. Thèse L.M.P., Bordeaux I, juin 1983.
- /9/ POUSSIN D. - Conférence sur les interpénétrés, Institut du Pin, Bordeaux I, 1980.
- /10/ LALUBIN J.L., JUGE B., SOLOMON D. - Détermination expérimentale du module de matériaux viscoélastiques linéaires. Essais sur des polymères interpénétrés. Note interne L.M.P., Bordeaux I, octobre 1981.
- /11/ LALUBIN J.L., JUGE B., LEVRON F., LOUDETTE P. - Effet de la nature des charges additionnelles sur les vibrations transversales forcées des poutres. Généralisation de la notion de cercle de réglage. Note interne L.M.P., Bordeaux I, janvier 1982.

## PROPRIETES VISCOELASTIQUES DES SOLIDES DETERMINEES PAR DES METHODES DE PROPAGATION D'ONDES TRANSITOIRES (\*)

TRANSIENT WAVE PROPAGATION METHODS FOR THE DETERMINATION OF THE VISCOELASTIC PROPERTIES OF SOLIDS

R.H. BLANC (\*\*)

## RESUME

On déduit les propriétés dynamiques des solides visco-élastiques à partir de l'évolution de la forme d'un transitoire de contrainte au cours de sa propagation dans un barreau mince du milieu étudié. On propose trois solutions :  
1. - La solution générale, explicite et exacte. On établit les relations fondamentales qui expriment la vitesse de phase et le coefficient d'amortissement en fonction de la transformée de Fourier de l'impulsion ;  
2. - Une méthode de filtrage des impulsions. Elle fournit le coefficient d'amortissement ;  
3. - Des solutions approchées, directes et rapides. On décrit un montage expérimental conforme. Il est simple. On donne des exemples de résultats obtenus.

## ABSTRACT

The dynamic properties of viscoelastic solids are deduced from the change in shape of a transient wave propagating along a slender bar of the medium under investigation. We propose three solutions :  
(i) the general solution. We established the fundamental relations expressing the phase velocity and the attenuation coefficient as a function of the Fourier transform of the pulse ;  
(ii) - a pulse filter method, which yields the attenuation coefficient ;  
(iii) - approximate, direct and rapid solutions. An appropriate experimental setup is described. Some examples of actual results are given.

(\*) Communication au 18 ème Colloque Annuel du Groupe Français de Rhéologie "Méthodes et appareils de mesure rhéologiques", Paris 30 novembre - 2 décembre 1983.  
(\*\*) Chargé de Recherche au C.N.R.S., Laboratoire de Mécanique et d'Acoustique, 31 chemin Joseph Aiguier, BP 71, 13277 Marseille cedex 9.

## 1. INTRODUCTION

Le but que nous proposons est de déduire les caractéristiques viscoélastiques d'un milieu à partir de l'évolution de la forme d'une onde transitoire de contrainte au cours de sa propagation dans ce milieu. On sait que les méthodes de propagation sont les seules à permettre l'étude du comportement mécanique aux fréquences élevées.

L'étude mathématique des ondes progressives dans une tige semi-infinie peut être conduite en représentant le milieu au moyen de fonctions viscoélastiques, soit du temps [1], soit de la fréquence [2]. Sackman et Kaya [3] ont établi les bases analytiques de la détermination directe des portions de fonctions de fluage ou de relaxation correspondant à des temps courts ; toutefois les quatre théories proposées requièrent différentes opérations sur les grandeurs observables ou des quantités qui en dérivent, utilisent des développements limités ou requièrent la résolution d'équations intégrales de Volterra.

La détermination des caractéristiques viscoélastiques au moyen de grandeurs fonctions de la fréquence peut être recherchée à partir de deux modes d'excitation : trains d'ondes à fréquence fixe ou transitoires. Le premier procédé, qui étend les méthodes acoustiques utilisées en élasticité [4] a été mis en oeuvre en viscoélasticité, notamment par A.W. Nolle [5], puis par Hillier et Kolsky [6] pour des filaments précontraints. La méthode que nous allons développer dans la présente étude, est la suivante. Un milieu viscoélastique homogène peut être caractérisé en simple tension-compression par la vitesse de propagation  $c(\omega)$  et l'amortissement  $\alpha(\omega)$  des ondes simples longitudinales, d'où l'on peut déduire les autres fonctions viscoélastiques équivalentes [7-9]. Pour déterminer ces fonctions, on peut exciter le milieu étudié au moyen d'un unique transitoire mécanique représentable par une intégrale de Fourier [2] qui fait intervenir, outre les fonctions  $c(\omega)$  et  $\alpha(\omega)$ , l'impulsion initiale. Plusieurs voies s'ouvrent pour tirer  $c(\omega)$  et  $\alpha(\omega)$  de cette intégrale. On peut chercher à l'intégrer exactement au moyen d'hypothèses simplificatrices sur la forme des fonctions  $c(\omega)$  et  $\alpha(\omega)$  ainsi

que sur l'impulsion initiale. Cette voie a été ouverte par Bodner et Kolsky [10] et approfondie par F.P. Champomier et l'auteur dans l'étude du cas où seul le front de l'onde est observable [11]. Mais on peut aussi rechercher une solution numérique. Kolsky et Lee [12] ont étudié ce problème sans toutefois le résoudre complètement. En effet, l'expression qu'ils obtiennent pour la vitesse souffre de deux indéterminations. L'une, dans la forme de l'expression, doit être levée par tâtonnements. L'autre peut être levée par une mesure indépendante de la vitesse de propagation pour une fréquence connue. Christensen [13] propose une théorie similaire. Nous allons reprendre ce problème à la base et le résoudre complètement. Remarquons que les résultats établis dans le cadre de la présente théorie, en simple tension-compression, sont, en fait, plus généraux en ce sens qu'ils peuvent s'étendre aisément aux cas d'autre types d'ondes définis par un seul paramètre dans les tiges ou les milieux étendus [3]. Le plan de notre étude est le suivant. Après l'exposé du principe de la méthode, on propose trois solutions théoriques. Tout d'abord on établit les expressions de  $c(\omega)$  et  $\alpha(\omega)$  en fonction de l'argument et du module de la transformée de Fourier de l'impulsion, c'est la solution générale du problème. Toutefois, son application exige en pratique l'emploi d'une calculatrice pour le calcul des transformées de Fourier. Le résultat précédent n'enlève donc pas tout intérêt à la recherche d'une solution affranchie de cette limitation. Pour cela on considère la réponse aux impulsions de filtres sélectifs de fréquence. Enfin, on propose des solutions approchées qui ont le mérite de fournir pour  $c(\omega)$  et  $\alpha(\omega)$  des expressions directement reliées aux fonctions du temps observables expérimentalement. On décrit brièvement un montage expérimental conforme. Enfin, à titre d'illustration, on présente quelques résultats obtenus par cette méthode.

## 2. PRINCIPE

Considérons un barreau mince de section constante du milieu étudié, limité par deux sections droites distantes de  $l$ ,

cf. Fig. 1.. On produit contre l'extrémité A un ébranlement axial bref qui engendre la propagation d'une impulsion. Cette impulsion de compression se réfléchit contre l'extrémité libre B en une impulsion de tension qui revient vers l'extrémité origine A devenue libre où elle se réfléchit avec un nouveau changement de signe en une impulsion de compression et le processus recommence.

Dans un milieu viscoélastique les ondes de hautes fréquences se propagent et sont amorties plus rapidement que les ondes de basses fréquences [2], de sorte que l'onde verra sa forme évoluer au cours de sa propagation, cf. Fig. 2.

Le montage expérimental permet de relever en fonction du temps l'impulsion lors de ses passages successifs à l'extrémité B, ces passages correspondent à des distances de parcours égales à  $\lambda$ ,  $3\lambda$ ,  $5\lambda$ , etc... le long d'une barre semi infinie. Mais aussi on peut relever la forme de l'onde après deux distances de parcours  $x_1$  et  $x_2$  le long du barreau.

### 3. THEORIE GENERALE

Considérons à la distance  $x$  et à l'instant  $t$ , la contrainte  $\sigma$ , le déplacement  $u$  ou l'une quelconque de ses dérivées par rapport au temps, en particulier la vitesse matérielle  $v = \partial u / \partial t$  ou encore la déformation  $\epsilon$ . Notons  $f(x,t)$  une telle fonction :

$$(1) \quad f(x,t) \in \left\{ \sigma, u, \dots, \frac{\partial^i u}{\partial t^i}, \dots \right\}$$

$f(x,t)$  peut être représentée par l'intégrale de Fourier [2] :

$$(2) \quad f(x,t) = \frac{1}{2\pi} \int_{-\infty}^{+\infty} \bar{f}(0,\omega) e^{-\alpha(\omega)x + i\omega[t - \frac{x}{c(\omega)}]} d\omega$$

dans laquelle  $\bar{f}(x,\omega)$  représente la transformée de Fourier de  $f(x,t)$ .

Prenons la transformée inverse de (2) :

$$(3) \quad \bar{f}(x,\omega) = \bar{f}(0,\omega) e^{-\alpha(\omega)x - i\omega \frac{x}{c(\omega)}}$$

et notons sous forme polaire cette transformée :

$$(4) \quad \bar{f}(x,\omega) = \rho(x,\omega) e^{i\theta(x,\omega)}$$

on obtient :

$$\rho(x,\omega) e^{i\theta(x,\omega)} = \rho(0,\omega) e^{-\alpha(\omega)x + i[\theta(0,\omega) - \frac{\omega x}{c(\omega)}]}$$

cette relation se décompose en deux, entre les arguments et les modules :

$$(5) \quad \theta(x,\omega) = \theta(0,\omega) - \frac{\omega x}{c(\omega)}$$

$$(6) \quad \rho(x,\omega) = \rho(0,\omega) e^{-\alpha(\omega)x}$$

Ecrivons ces relations pour l'impulsion relevée aux deux distances de parcours  $x_1$  et  $x_2$  ; on en tire respectivement les relations :

$$(7) \quad c(\omega) = -\omega \frac{x_2 - x_1}{\theta(x_2,\omega) - \theta(x_1,\omega)}$$

$$(8) \quad \alpha(\omega) = -\frac{1}{x_2 - x_1} \text{Log} \frac{\rho(x_2,\omega)}{\rho(x_1,\omega)}$$

Ces relations générales résolvent complètement le problème. On remarque que  $c(\omega)$  et  $\alpha(\omega)$  sont respectivement fonction du seul argument et du seul module des transformées de Fourier de l'impulsion.

Remarquons que  $\alpha(0) = 0$  [2], ce qui entraîne d'après la relation (8) :

$$(9) \quad \rho(x_2, 0) = \rho(x_1, 0)$$

d'ailleurs  $\neq 0$  en général.

D'autre part, la transformée d'une fonction réelle étant réelle pour  $\omega = 0$ , il s'ensuit que  $\theta(x,0) = k\pi$ , d'où :

$$(10) \quad \theta(x_2,0) - \theta(x_1,0) = 0$$

Par définition de la transformée de Fourier :

$$\bar{v}(x,0) = \int_{-\infty}^{+\infty} v(x,t) dt = \int_{-t_\infty}^{+t_\infty} u(x,t) dt = \Delta_x u$$

Compte tenu de (9) et (10), on a donc :

$$\Delta_{x_2} u = \Delta_{x_1} u$$

Ainsi, le déplacement total d'un point matériel résultant du passage de l'impulsion, est invariant par rapport à la distance parcourue par l'impulsion, ce qui généralise un résultat connu en élasticité [14], p. 46. Le même raisonnement appliqué à la contrainte nous aurait permis de retrouver la conservation de la quantité de mouvement.



Pour  $\omega \neq 0$ ,  $\theta(x_1, \omega)$ ,  $\theta(x_2, \omega)$  ainsi que leur différence peuvent excéder  $2k\pi$ , avec  $k = 1, 2, 3, \dots$ . Dans les applications numériques, pour l'établissement d'un programme de calcul en particulier, il convient donc d'échantillonner  $f(x, t)$  avec un pas assez petit pour qu'il en résulte une variation de  $\theta$  faible devant  $2\pi$ . Pour cela, on peut relever chaque impulsion en prenant comme origine auxiliaire des temps l'abscisse  $t_G$  de son centre de gravité, ce qui rend stationnaire  $\theta(x, \omega)$  autour de  $\omega = 0$ ; pour se ramener à la même origine des temps, il suffit alors de tenir compte de la différence d'argument  $\omega(t_{G_2} - t_{G_1})$ .

### 3.1. Domaine fréquentiel de validité. Spectre utile

Les résultats fournis par les relations (7) et (8) s'étendent théoriquement pour  $\omega$  pris entre 0 et l'infini. Qu'en est-il en pratique ?

Il est clair qu'une borne supérieure effective sera la fréquence au delà de laquelle le module de la transformée de Fourier de l'impulsion devient négligeable. La limite inférieure pose un problème plus délicat.  $f(x, t) \rightarrow 0$  lorsque  $t \rightarrow \infty$ ; or  $f$ , résultat par exemple d'une mesure physique, n'est en général connu qu'à  $\Delta f$  près; il existe donc un instant  $T$  au delà duquel  $f \leq \Delta f$ . D'autre part, dans notre barre se propage un écho multiple dont la durée croît avec la distance parcourue; il arrivera donc un moment où les impulsions vont se superposer. Pour cette raison encore  $f(x, t)$  ne sera connue que dans un intervalle  $[0, T]$  borné par le temps mis par le front de l'onde pour parcourir un aller et retour dans la barre. De toute façon nous sommes conduits au problème général de l'influence du tronquement de l'impulsion sur les résultats obtenus. Ceci nous a conduit à étudier une approximation de la transformée de Fourier par une intégrale incomplète [15] dont les propriétés utiles ici sont brièvement rappelées en Appendice. On en tire respectivement pour les erreurs sur le module et l'argument de  $\bar{f}(x, \omega)$

$$(11) \quad \left\{ \begin{array}{l} |\Delta\rho| \leq \frac{|f(x, T)|}{\omega} \\ |\Delta\theta| \leq \approx \frac{|\Delta\rho|}{\rho} \end{array} \right.$$

Inversement,  $\Delta\rho$  et  $\Delta\theta$  étant donnés, les relations (11) fournissent la limite inférieure correspondante pour  $\omega$ .

### 3.2. Invariance par rapport à la distorsion linéaire

Examinons l'influence d'une distorsion éventuelle aussi bien d'amplitude que de phase pouvant affecter la mesure de la grandeur mécanique  $f(x, t)$  considérée, donnée par (2). Supposons que pour chaque pulsation  $\omega$ , le transducteur par exemple, multiplie l'amplitude par  $\mu(\omega)$  et fasse tourner la phase de  $\psi(\omega)$ ; le signal obtenu [16] sera :

$$f^*(x, t) = \frac{1}{2\pi} \int_{-\infty}^{+\infty} \mu(\omega) \bar{f}(0, \omega) e^{-\alpha(\omega)x + i\{\omega[t - \frac{x}{c(\omega)}] + \psi(\omega)\}} d\omega$$

inversons cette transformation, il vient :

$$\bar{f}^*(x, \omega) = \mu(\omega) \bar{f}(0, \omega) e^{-\alpha(\omega)x + i[\frac{\omega x}{c(\omega)} + \psi(\omega)]}$$

d'où :

$$\rho^*(x, \omega) e^{i\theta^*(x, \omega)} = \mu(\omega) \rho(0, \omega) e^{-\alpha(\omega)x + i[\theta(0, \omega) - \frac{\omega x}{c(\omega)} + \psi(\omega)]}$$

qui se décompose en

$$\theta^*(x, \omega) = \theta(0, \omega) - \frac{\omega x}{c(\omega)} + \psi(\omega)$$

$$\rho^*(x, \omega) = \mu(\omega) \rho(0, \omega) e^{-\alpha(\omega)x}$$

il vient :

$$\theta^*(x_2, \omega) - \theta^*(x_1, \omega) = \theta(x_2, \omega) - \theta(x_1, \omega)$$

$$\frac{\rho^*(x_2, \omega)}{\rho^*(x_1, \omega)} = \frac{\rho(x_2, \omega)}{\rho(x_1, \omega)}$$

En appliquant les relations (7) et (8) aux relevés distordus, les résultats restent donc inchangés. Il en résulte que le domaine d'utilisation des transducteurs utilisables avec cette méthode se trouve étendu à tout l'intervalle de fréquence où leur sensibilité reste appréciable. Cette propriété est d'une importance déterminante pour le choix des capteurs car elle accroît considérablement leur variété et leur nombre; nous verrons qu'elle rend possible des mesures qui ne l'étaient pas sans elle.

Remarquons que cette propriété est une généralisation de

de la relation (1) dans laquelle on considérerait chaque élément de l'ensemble comme le distordu de tous les autres. Toutefois l'invariance ne s'étend pas au cas d'une distorsion non linéaire caractérisée par des expressions de la forme  $\mu(\omega, a)$  et  $\psi(\omega, a)$ ,  $a$  étant l'amplitude, telle que écrêtage, saturation, etc...

#### 4. METHODE DU FILTRE

Proposons-nous maintenant de déterminer les fonctions  $c(\omega)$  et  $\alpha(\omega)$  en évitant le calcul des transformées de Fourier qui figurent dans (7) et (8). Pour cela, appliquons les impulsions à un filtre de fréquence. Le signal à chaque fois délivré en réponse à ces transitoires sera fonction non seulement du signal d'entrée mais encore des caractéristiques propres du filtre. Pour éliminer ces dernières, appliquons à un même filtre une même impulsion relevée après deux distances de parcours  $x_1$  et  $x_2$  et comparons les réponses obtenues.

Nous allons traiter le problème pour deux types de filtres, par des méthodes différentes. Tout d'abord par un calcul direct dans le cas du circuit oscillant faiblement amorti. Ensuite, nous traiterons sous une forme plus condensée le cas général des filtres passe bande étroite.

##### 4.1. Cas du circuit oscillant

Considérons un circuit oscillant résonnant à la fréquence  $\omega_0/2\pi$ . Supposons ce système attaqué par un transitoire de durée finie, c'est-à-dire variable dans l'intervalle  $[0, T]$  et constant, mais non nécessairement nul, en dehors de cet intervalle. On montre sans peine que la réponse du système prend la forme suivante, pour  $t > T$ :

$$y(x, t) = Ae^{-\beta t} r(x, \omega_0) \sin[\omega_0 t + s(x, \omega_0)]$$

Considérons les réponses du circuit à l'impulsion aux distances  $x_1$  et  $x_2$ ; nous avons établi ailleurs [17] sous certaines conditions les résultats suivants :

$$(12) \quad c(\omega_0) = -\omega_0 \frac{x_2 - x_1}{s(x_2, \omega_0) - s(x_1, \omega_0)}$$

$$(13) \quad \alpha(\omega_0) = -\frac{1}{x_2 - x_1} \text{Log} \frac{r(x_2, \omega_0)}{r(x_1, \omega_0)}$$

On remarque immédiatement que les relations (12) et (13) sont identiques aux relations (7) et (8) dans lesquelles le module et l'argument des transformées de Fourier de l'impulsion seraient remplacés par l'amplitude et la phase des réponses du filtre.

$\alpha(\omega_0)$  est bien déterminé par le rapport des enveloppes des réponses ramenées à la même origine. Il n'en va malheureusement pas de même pour  $c(\omega_0)$ , la différence  $s(x_2, \omega_0) - s(x_1, \omega_0)$  n'étant déterminée qu'à  $2k\pi$  près. Nous en discuterons plus bas, après généralisation de la méthode.

Nous avons également établi [17] l'invariance des résultats ci-dessus par rapport à une distorsion linéaire quelconque. On verra qu'il en est de même dans le cas suivant.

##### 4.2. Généralisation. Filtres passe bande étroite

Considérons un filtre passe bande centré sur la pulsation  $\omega_0$ . Soit  $h_\chi(t)$  l'enveloppe de la réponse impulsionnelle du filtre passe-bas équivalent. Supposons la bande passante du filtre suffisamment étroite pour que l'on puisse considérer, à l'intérieur de cette bande, comme approximativement constante, la transformée de Fourier du signal d'entrée. On démontre alors [18] que la réponse du filtre à l'action  $f(x, t)$  est donné par :

$y_\chi(x, t) = Z_\chi(x, \omega_0) h_\chi(t) \cos[\omega_0 t + \theta(x, \omega_0) - \chi(\omega_0)]$  ; voir par exemple la figure 2. Considérons l'enveloppe de la réponse :

$$y_\chi(x, t) = Z_\chi(x, \omega_0) h_\chi(t)$$

pour les deux distances de parcours  $x_1$  et  $x_2$  et amenons les deux origines des temps à coïncider. Cette translation amène les deux enveloppes dans un rapport  $k$  indépendant du temps. On en tire :

$$\frac{p(x_2, \omega_0)}{p(x_1, \omega_0)} = k = \frac{y_\chi(x_2, t)}{y_\chi(x_1, t)}$$

relation qui permet de calculer l'expression (8) du coef-

ficient d'amortissement  $\alpha(\omega)$  pour la valeur  $\omega = \omega_0$  de la pulsation.

On constate, comme dans le cas du circuit oscillant, que le rapport des modules des transformées de Fourier est égal au rapport des amplitudes des réponses du filtre. De même, la différence des arguments est égale à la différence des phases, malheureusement mesurable seulement à  $2k\pi$  près. On peut considérer toutefois [19] que la seule donnée de  $\alpha(\omega)$  suffit à déterminer  $c(\omega)$  au moyen des relations de Kramers-Kronig, mais il est alors généralement plus simple pour obtenir  $c(\omega)$ , d'appliquer la relation (7) ci-dessus ou les relations (26) et (27) ci-après.

##### 5. METHODES APPROCHEES DIRECTES

Considérons l'impulsion observable  $f(x,t)$  représentée par (2). Supposons que l'on soit fondé à formuler sur les fonctions cherchées  $c(\omega)$  et  $\alpha(\omega)$ , ainsi que sur l'impulsion initiale, des hypothèses formelles qui permettent d'intégrer exactement l'intégrale de Fourier figurant au second membre. Par identification de ce modèle avec l'impulsion relevée expérimentalement, on déterminera directement les fonctions  $c(\omega)$  et  $\alpha(\omega)$ .

Bodner et Kolsky [10] ont testé avec succès un tel procédé. Ils ont formulé les trois hypothèses classiques suivantes. Amortissement proportionnel à la fréquence :

$$(14) \quad \alpha(\omega) = \alpha_1 \omega \quad \text{avec} \quad \alpha_1 = c \frac{t_0}{v}$$

L'expérience montre que c'est bien souvent une bonne approximation, voir par exemple la figure 6.

Vitesse de phase constante :

$$(15) \quad c(\omega) = c_0 = c \frac{t_0}{v}$$

Kolsky [20] a discuté une telle hypothèse. Enfin, Bodner et Kolsky ont représenté l'onde initiale par une impulsion unité :

$$(16) \quad f(0,t) = A\delta(t)$$

et discuté, également, cette hypothèse [10, 20]. Dans ces conditions, l'expression (2) s'intègre exactement. Le modèle d'impulsion présente la forme d'une courbe à maximum unique, symétrique par rapport à l'axe  $t = x/c_0$ . Soit  $\tau$  la "demi-largeur" de l'impulsion, c'est-à-dire l'intervalle qui sépare les instants où  $f = \frac{1}{2} f_{\text{Max}}$ . Bodner et Kolsky obtiennent :

$$(17) \quad \alpha_1 = \frac{1}{2} \frac{\tau_2 - \tau_1}{x_2 - x_1}$$

Conservant le principe de cette méthode [15], nous en proposons les deux généralisations suivantes. Premièrement, nous formulerons une hypothèse plus physique sur l'impulsion initiale en la supposant de durée non nulle et d'amplitude finie. Deuxièmement, nous admettrons pour l'amortissement une loi quelconque. Nous rechercherons deux types de solutions : tout d'abord en considérant la totalité de l'impulsion, puis en ne prenant en considération l'évolution que du seul front de l'onde. Nous nous limiterons aux impulsions initiales brèves et à maximum uniques ; c'est sensiblement le cas pour les fonctions  $v$ ,  $\sigma$  et  $\epsilon$  engendrées par des chocs.

Dans le cas qui nous intéresse où l'impulsion  $f(x,t)$  est réelle, la relation (2) prend la forme :

$$(18) \quad f(x,t) = \frac{1}{\pi} \int_0^{\infty} e^{-\alpha(\omega)x} \left\{ A_0(\omega) \cos \omega \left[ t - \frac{x}{c(\omega)} \right] - B_0(\omega) \sin \left[ t - \frac{x}{c(\omega)} \right] \right\} d\omega$$

où  $A_0(\omega)$  et  $B_0(\omega)$  sont définis par :

$$(19) \quad \mathcal{F}(0,\omega) = A_0(\omega) + i B_0(\omega)$$

##### 5.1. Impulsion initiale rectangulaire

La relation (2) est établie dans le cadre d'une théorie linéaire à une dimension. Ceci suppose [2] que l'amplitude de la déformation est limitée et que la longueur d'onde de chacune des composantes de l'impulsion est grande devant le diamètre de la barre. Si l'impulsion initiale est assez intense et assez brève pour pouvoir être représentée par une impulsion unité dont la transformée de Fourier est une constante, les deux conditions précédentes ne sont pas satisfaites. Nous avons recherché en élasticité une approximation plus physique pour représenter l'impulsion initiale viscoélastique. Parmi les différentes genèses d'une impulsion de contrainte au bout d'une barre, considérons l'impact longitudinal de deux barres élastiques : Saint Venant [21] a montré qu'un tel choc engendre dans chacune des barres une impulsion d'amplitude cons-

tante dont la durée est égale au temps mis par l'impulsion pour parcourir un aller et retour dans la barre la plus courte. Considérons donc une impulsion rectangulaire d'amplitude  $f_0$  entre les instants 0 et  $\tau_0$  et nulle en dehors de cet intervalle. Son spectre de Fourier est donné par :

$$A_0(\omega) = \frac{f_0}{\omega} \sin \omega \tau_0$$

$$B_0(\omega) = \frac{f_0}{\omega} (\cos \omega \tau_0 - 1)$$

Portons ces valeurs dans (18), il vient :

$$(20) \quad f(x,t) = \frac{f_0}{\pi} \int_0^{\infty} \frac{e^{-\alpha(\omega)x}}{\omega} \{ \sin \omega [t - \frac{x}{c(\omega)}] - \sin \omega [t - \frac{x}{c(\omega)} - \tau_0] \} d\omega$$

Si nous conservons pour  $\alpha(\omega)$  et  $c(\omega)$  les hypothèses (14) et (15) et portons ces expressions dans (20), il vient :

$$(21) \quad f(x,t) = \frac{f_0}{\pi} \int_0^{\infty} \frac{e^{-\alpha_1 \omega x}}{\omega} [ \sin \omega (t - \frac{x}{c_0}) - \sin \omega (t - \frac{x}{c_0} - \tau_0) ] d\omega$$

Le calcul de cette intégrale conduit au résultat suivant :

$$(22) \quad f(x,t) = \frac{f_0}{\pi} [ \text{Arc tg } \frac{\alpha_1 x \tau_0}{\alpha_1^2 x^2 + (t - \frac{x}{c_0}) (t - \frac{x}{c_0} - \tau_0)} + k\pi ]$$

avec

$$(23) \quad \begin{cases} k = 0 \text{ pour } D = \alpha_1^2 x^2 + (t - \frac{x}{c_0}) (t - \frac{x}{c_0} - \tau_0) \geq 0 \\ k = 1 \text{ pour } D < 0 \end{cases}$$

Posons  $t' = t - \frac{x}{c_0}$

(22) prend la forme :

$$(24) \quad f(x,t') = \frac{f_0}{\pi} \left[ \text{Arc tg } \frac{\alpha_1 x \tau_0}{\alpha_1^2 x^2 - \frac{\tau_0^2}{4} + (t' - \frac{\tau_0}{2})^2} + k\pi \right]$$

Ce modèle d'impulsion revêt en fonction du temps la forme d'une courbe en cloche symétrique par rapport à l'axe  $t' = \frac{\tau_0}{2}$ , c'est à dire :

$$t = \frac{x}{c_0} + \frac{\tau_0}{2}$$

qui correspond à son maximum :

$$(25) \quad f_{\text{Max}} = \frac{f_0}{\pi} \left[ \text{Arc tg } \frac{\alpha_1 x \tau_0}{\alpha_1^2 x^2 - \frac{\tau_0^2}{4}} + k\pi \right]$$

### 5.1.1. Détermination de la vitesse

Si l'on dispose de deux relevés, aux distances  $x_1$  et  $x_2$ , la valeur de  $c_0$  en découle immédiatement :

$$(26) \quad c_0 = \frac{x_2 - x_1}{t \Big|_{f_{\text{Max}2}} - t \Big|_{f_{\text{Max}1}}}$$

C'est une valeur moyenne. En fait, l'impulsion réelle n'est pas exactement symétrique, de sorte que l'abscisse de son centre de gravité ne se confond pas avec l'abscisse de son maximum. La remarque du § 3 sur la programmation du calcul numérique de  $c(\omega)$  nous fournit alors sa limite inférieure obtenu pour la fréquence la plus basse du spectre utile de l'impulsion :

$$(27) \quad c_{\text{inf}} = \frac{x_2 - x_1}{t_{G_2} - t_{G_1}}$$

Par contre, l'intervalle de temps qui sépare les arrivées de l'onde en  $x_1$  et  $x_2$ , c'est-à-dire les débuts des fronts d'onde, ne fournit pas en général la limite supérieure de  $c(\omega)$  dans le spectre utile, car l'élargissement de l'impulsion ne résulte pas seulement de la dispersion de vitesse mais aussi de l'amortissement. Nous allons justement utiliser cette propriété dans ce qui suit pour déduire  $\alpha(\omega)$  de l'allongement de l'impulsion.

### 5.1.2. Détermination de l'amortissement

Cherchons les instants auxquels

$$f(x,t') = \frac{1}{2} f_{\text{Max}}$$

compte tenu de (24) et (25), on trouve pour racines de cette équation les instants :

$$t' = \frac{\tau_0}{2} \pm \left( \frac{\tau_0^2}{4} + \alpha_1^2 x^2 \right)^{1/2}$$

c'est-à-dire, pour l'intervalle  $\tau$  les séparant :

$$(28) \quad \tau = (\tau_0^2 + 4 \alpha_1^2 x^2)^{1/2}$$

Ecrivons cette relation pour deux distances  $x_1$  et  $x_2$  et éliminons  $\tau_0$  ; il vient finalement :

$$(29) \quad \alpha_1 = \frac{1}{2} \left( \frac{\tau_2^2 - \tau_1^2}{x_2^2 - x_1^2} \right)^{1/2}$$

On note que l'on obtient une expression sensiblement différente de (17). Nous allons voir que cette expression reste valable dans la généralisation qui suit.

### 5.2. Loi quelconque d'amortissement

Ne formulons plus maintenant l'hypothèse restrictive (14) sur le coefficient d'atténuation. Supposons seulement le spectre utile de l'impulsion assez réduit pour pouvoir y limiter.  $\alpha(\omega)$  à son développement au premier ordre et écrire :

$$(30) \quad \alpha(\omega) = \alpha_0 + \alpha_1 \omega$$

$\alpha_0$  et  $\alpha_1$  étant des constantes valables seulement dans l'intervalle considéré. La droite ainsi définie se trouve confondue avec la tangente à la courbe représentative de la fonction  $\alpha(\omega)$  dans cet intervalle. Or l'amortissement croît avec la fréquence. D'autre part, la longueur de l'impulsion croît avec la distance parcourue. Par suite, au cours de la propagation de l'impulsion, le spectre utile de cette dernière se déplace progressivement vers les basses fréquences. Relevons donc la forme de l'impulsion en un certain nombre de distances  $x$ , par exemple de la suite  $(2n + 1)\lambda$  en bout de barre. Pour chaque intervalle utile correspondant, si nous pouvons déterminer les coefficients  $\alpha_0$  et  $\alpha_1$  de la tangente (30) à la courbe  $\alpha(\omega)$ , nous obtiendrons finalement cette courbe comme enveloppe de toutes ces droites.

Portons dans (20) la relation (30), il vient, maintenant compte tenu de (15) :

$$f(x,t) = \frac{f_0}{\pi} e^{-\alpha_0 x} \int_0^\infty \frac{e^{-\alpha_1 \omega x}}{\omega} \left[ \sin \omega \left( t - \frac{x}{c_0} \right) - \sin \omega \left( t - \frac{x}{c_0} - \tau_0 \right) \right] d\omega$$

Le calcul de l'intégrale figurant au second membre conduit au résultat :

$$(31) \quad f(x,t) = \frac{f_0}{\pi} e^{-\alpha_0 x} \left[ \text{Arc tg} \frac{\alpha_1 x \tau_0}{\alpha_1^2 x^2 + \left( t - \frac{x}{c_0} \right) \left( t - \frac{x}{c_0} - \tau_0 \right)} + k\pi \right]$$

$k$  étant déterminé par les conditions (23).

Posons encore  $t' = t - \frac{x}{c_0}$ ,

(31) prend la forme :

$$(32) \quad f(x,t') = \frac{f_0}{\pi} e^{-\alpha_0 x} \left[ \text{Arc tg} \frac{\alpha_1 x \tau_0}{\alpha_1^2 x^2 - \frac{\tau_0^2}{4} + \left( t' - \frac{\tau_0}{2} \right)^2} + k\pi \right]$$

dont le maximum par rapport au temps, obtenu encore pour  $t' = \frac{\tau_0}{2}$  vaut :

$$(33) \quad f_{\text{Max}} = \frac{f_0}{\pi} e^{-\alpha_0 x} \left[ \text{Arc tg} \frac{\alpha_1 x \tau_0}{\alpha_1^2 x^2 - \frac{\tau_0^2}{4}} + k\pi \right]$$

#### 5.2.1. Calcul de $\alpha_1$

L'équation  $f = \frac{1}{2} f_{\text{Max}}$  conduit encore à la relation (29).

#### 5.2.2. Calcul de $\alpha_0$

Ecrivons la relation (32) à deux distances  $x_1$  et  $x_2$ , divisons membre à membre et prenons le logarithme du résultat obtenu, on en tire :

$$(34) \quad \alpha_0 = - \frac{1}{x_2 - x_1} \text{Log} \left[ \frac{f(x_2, t')}{f(x_1, t')} \cdot \frac{\text{Arc tg} \frac{\alpha_1 x_1 \tau_0}{\alpha_1^2 x_1^2 - \frac{\tau_0^2}{4} + \left( t' - \frac{\tau_0}{2} \right)^2} + k_1 \pi}{\text{Arc tg} \frac{\alpha_1 x_2 \tau_0}{\alpha_1^2 x_2^2 - \frac{\tau_0^2}{4} + \left( t' - \frac{\tau_0}{2} \right)^2} + k_2 \pi} \right]$$

Cas particulier :  $\alpha_1 = 0$ . D'après (32)

$$(35) \quad \begin{cases} f(x,t') = 0 & \text{pour } \begin{cases} t' < 0 \\ t' > \tau_0 \end{cases} \\ f(x,t') = \frac{f_0}{\pi} e^{-\alpha_0 x} & \text{pour } 0 < t' < \tau_0 \end{cases}$$

L'onde rectangulaire initiale reste rectangulaire et de durée  $\tau_0$ . Elle subit seulement à la distance  $x$  une affinité en amplitude de module  $e^{-\alpha_0 x}$ . Et l'on a :

$$(36) \quad \alpha_0 = -\frac{1}{x_2 - x_1} \text{Log} \frac{f_2}{f_1}$$

Cas général  $\alpha_1 \neq 0$

Considérons non plus  $f$  mais ses maxima  $f_{\text{Max}1}$  et  $f_{\text{Max}2}$  obtenus pour  $t' = \frac{\tau_0}{2}$ , respectivement aux distances  $x_1$  et  $x_2$ .

La relation (34) se réduit à :

$$\alpha_0 = -\frac{1}{x_2 - x_1} \text{Log} \left( \frac{f_{\text{Max}2}}{f_{\text{Max}1}} \frac{\text{Arc tg} \frac{\alpha_1 x_1 \tau_0}{\alpha_1^2 x_1^2 - \frac{\tau_0^2}{4}} + k_1 \pi}{\text{Arc tg} \frac{\alpha_1 x_2 \tau_0}{\alpha_1^2 x_2^2 - \frac{\tau_0^2}{4}} + k_2 \pi} \right)$$

Nous allons en tirer deux valeurs limites intéressantes. On voit tout d'abord que la relation (28) reste valable et fournit :

$$\tau_0 = (\tau^2 - 4\alpha_1^2 x^2)^{1/2}$$

1ère limite,  $(\frac{2\alpha_1 x_i}{\tau_0}) \ll 1, i = 1, 2.$

$$D < 0 \Rightarrow K_1 = K_2 = 1$$

$$\lim. \alpha_0 = -\frac{1}{x_2 - x_1} \text{Log} \frac{f_{\text{Max}2}}{f_{\text{Max}1}}$$

Nous retrouvons bien (36) obtenu directement pour  $\alpha_1 = 0$ .

2ème limite,  $(\frac{2\alpha_1 x_i}{\tau_0})^2 \gg 1, i = 1, 2.$  (Cas général viscoélastique)

$$(37) \quad \lim. \alpha_0 = -\frac{1}{x_2 - x_1} \text{Log} \frac{x_2 f_{\text{Max}2}}{x_1 f_{\text{Max}1}}$$

### 5.3. Méthode du front d'onde

Dans le cas où seul le front de l'onde est observable, la méthode par transformation de Fourier ainsi que la méthode du filtre ne peuvent plus être appliquées. Ce cas se présente pour certaines classes de matériaux à temps de recouvrance longs. Utilisant une méthode approchée directe semblable à la précédente, F. Champomier et l'auteur ont établi les expressions suivantes, compte tenu du facteur correctif établi dans la discussion [11] :

$$(38) \quad \alpha_1 = \frac{8}{5\pi(x_2 - x_1)} \left( \frac{A_2}{f_{\text{Max}2}} - \frac{A_1}{f_{\text{Max}1}} \right)$$

$A_i$  étant le double de l'aire délimitée par le front de l'onde entre son origine et son maximum ; ainsi que la relation équivalente en fonction de la "durée" du front  $f_{\text{Max}} (\frac{\partial f}{\partial t})_{\text{Max}}$  :

$$(39) \quad \alpha_1 = \frac{3\sqrt{3}}{5(x_2 - x_1)} \left[ \frac{f_{\text{Max}2}}{(\frac{\partial f}{\partial t})_{\text{Max}2}} - \frac{f_{\text{Max}1}}{(\frac{\partial f}{\partial t})_{\text{Max}1}} \right]$$

Ces relations présentent l'avantage de ne pas dépendre des hypothèses sur l'impulsion initiale, soit qu'on la suppose de la forme impulsion unité, rectangulaire, ou encore à spectre exponentiel.

## 6. DETERMINATION COMPLETE DU COMPORTEMENT

La détermination complète du comportement d'un milieu viscoélastique homogène et isotrope exige la connaissance d'une seconde fonction viscoélastique dont le choix n'est pas indifférent. On propose la mesure du nombre de Poisson complexe  $\bar{\nu}(i\omega)$ . En effet, la théorie de la propagation des ondes à une dimension dans un barreau mince suppose que toute section droite du barreau reste plane au cours du mouvement, comme en déformation quasi statique. On sait mesurer, au moyen de jauges de déformation, l'onde longitudinale ; il suffit de mesurer la déformation radiale associée. On établit sans peine que l'on obtient  $\bar{\nu}(i\omega)$  dans le spectre utile de l'impulsion, comme le rapport changé de signe des transformées de Fourier des impulsions radiale et longitudinale. Mais surtout, l'expérience montre que l'on trouve pour la plupart des matériaux viscoélastiques, aux erreurs d'expérience près,  $\bar{\nu}(i\omega)$  réel constant [22, 23]. Cette constante est également la valeur du nombre de Poisson  $\nu(t)$  [13] que l'on obtient alors immédiatement, de la même façon qu'en élasticité [4] comme l'opposé du rapport indépendant du temps des deux impulsions, radiale et longitudinale.

## 7. MONTAGE EXPERIMENTAL

### 7.1. Description générale

La figure 1 représente le schéma du montage. Un barreau du matériau étudié est suspendu horizontalement au moyen de deux longs fils souples et sans masse appréciable de manière à être libre de tout petit mouvement longitudinal. Si la rigidité de la barre ne le permet pas, celle-ci peut encore être posée sur un dièdre revêtu d'une mousse très souple et à très faible densité [15]

On produit une impulsion axiale brève contre une extrémité de ce barreau. Le plus commode est d'utiliser pour cela le choc d'un marteau pendulaire en translation, ou, à défaut, en rotation sans inconvénient appréciable. Pour obtenir les chocs les plus brefs, on peut projeter contre l'extrémité du barreau une petite

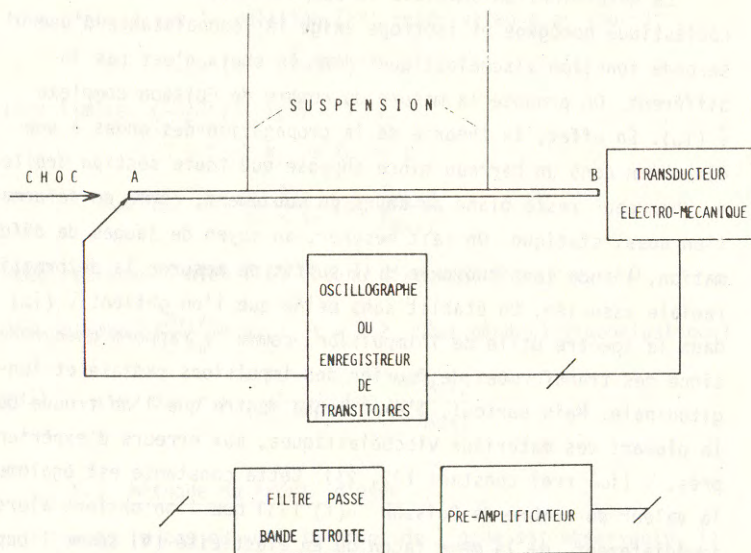


Fig. 1. Schéma de principe.

bille d'acier. Le choc est également utilisé, par la rupture d'un contact électrique, pour déclencher un balayage isolé de l'écran rémanent d'un oscillographe ou d'un enregistreur de

transitoire. Dans ce dernier cas le signal ainsi mémorisé peut être ressorti sur table traçante ou numérisé pour le calcul des transformées de Fourier de la théorie générale.

### 7.2. Le transducteur électromécanique

Remarquons tout d'abord que dans les trois théories que nous proposons, il suffit que les impulsions  $f(x_1, t)$  et  $f(x_2, t)$  soient relevées avec une unité arbitraire ; seul l'axe des temps doit être étalonné.

La méthode générale et la méthode du filtre sont insensibles à la distorsion, ce qui libère de sévères limitations dans le choix des capteurs aussi bien que dans la précision des mesures [24]. Par exemple, le transducteur électromagnétique sensible à la vitesse matérielle  $v(t)$ , généralement écarté des mesures sur les ondes de contrainte pour sa bande passante insuffisante ou encore les jauges de déformation à fil, rejetées pour leur effet de renforcement rédhibitoire sur les matériaux mous, deviennent utilisables avec les deux méthodes précédentes. Seule la méthode approchée directe requiert des relevés non distordus de  $f(x, t)$ . On peut alors faire appel au capteur capacitif. D'autre part, le choix des grandeurs  $\sigma$ ,  $u$ ,  $v$ ,  $\epsilon$  à mesurer est indifférent. Or, la contrainte  $\sigma$  n'est pas mesurable directement et dans le cas d'un choc, le déplacement  $u$  n'admet pas de transformée de Fourier (cf Fig. 2). Seules restent donc à mesurer  $v(t)$  ou  $\epsilon(t)$ . Grâce au capteur capacitif directement sensible à la vitesse matérielle [15, 25] on peut mesurer  $v$ . Finalement, ce capteur avec le capteur électromagnétique, lorsqu'il est utilisable, sont les deux types de transducteurs les plus pratiques d'emploi en bout de barre. On réserve les jauges de déformation à fil, moins commodes, pour des mesures sur le corps du barreau lorsque cela est indispensable [11], ou encore pour la détermination du nombre de poisson complexe.

## 8. RESULTATS . CAS D'UN BITUME

A titre d'illustration, la figure 2 représente trois exemples d'enregistrements obtenus avec un matériau visco-élastique.

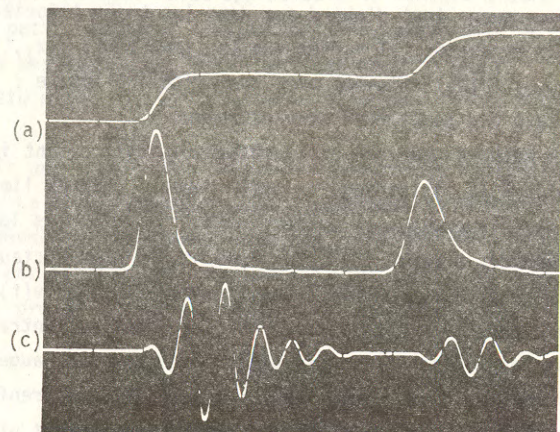


Fig.2. Trace supérieure (a) : déplacement en fonction du temps de l'extrémité d'un barreau de chlorure de polyvinyle de 0,80 m de long ayant reçu un choc contre l'extrémité opposée. Trace médiane (b) : enregistrement direct de la vitesse matérielle correspondante. Trace inférieure (c) : réponse aux transitoires (b) d'un filtre passe bande étroite Alison type 2D, centré sur la fréquence de 8,5 kHz.

Outre une grande variété de hauts polymères, le montage précédent a permis d'étudier divers autres matériaux tels que les agrégats que constituent certains bétons bitumineux ou des corps aussi peu denses et aussi peu rigides que des mousses de polyuréthane ou de latex.

On a appliqué la méthode générale à l'étude d'un bitume industriel, le Mexphalte R type 135/10 de la Cie Shell, un gel fortement oxydé par soufflage. On a appliqué cette méthode à

quatorze températures échelonnées de 10 en 10°C entre - 40 et + 90°C. On a ainsi obtenu au moyen des relations (7) et (8) les réseaux de courbes que montrent les figures 3 et 4.

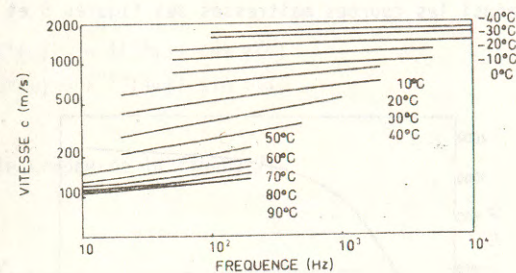


Fig. 3. Vitesse de propagation en fonction de la fréquence pour un bitume entre - 40 et + 90°C.

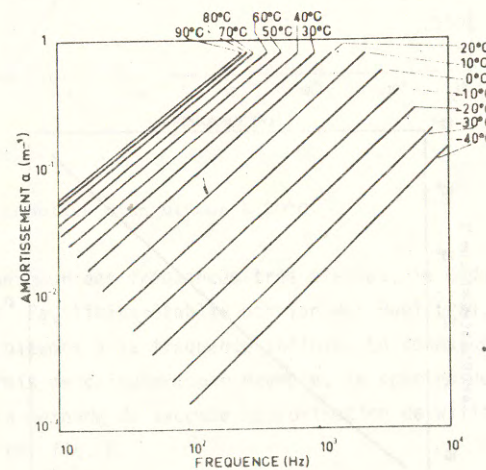


Fig.4. Amortissement en fonction de la fréquence, pour un bitume entre - 40 et + 90°C.

Ces réseaux de courbes révèlent que le matériau est thermo-



rhéologiquement simple [9, 13, 15]. Prenant  $T_0 = 20^\circ\text{C}$  comme température de référence, le facteur de translation obtenu obéit à la W.L.F. équation :

$$\text{Log } a_T = \frac{-10 (T - 293)}{92 + T - 293}$$

On obtient ainsi les courbes maîtresses des figures 5 et 6.

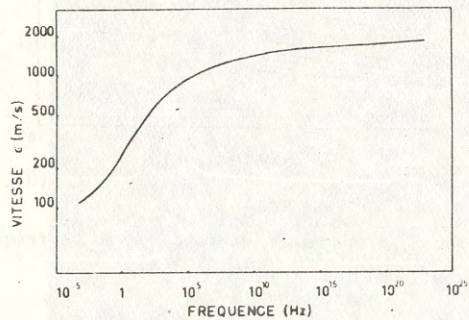


Fig.5. Vitesse de propagation en fonction de la fréquence pour un bitume à  $20^\circ\text{C}$ .

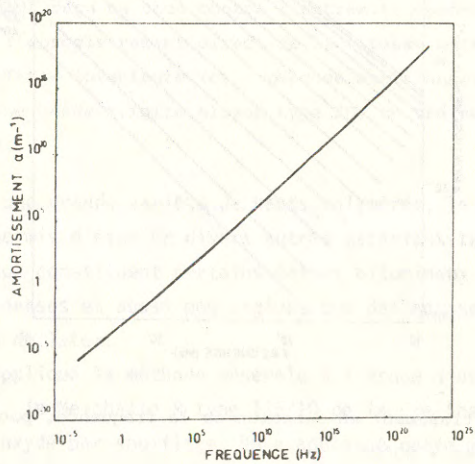


Fig.6. Amortissement en fonction de la fréquence pour un bitume à  $20^\circ\text{C}$ .

On peut alors construire les parties réelle et imaginaire du module complexe au moyen des relations classiques :

$$\text{tg } \frac{\phi(\omega)}{2} = \frac{\alpha(\omega) c(\omega)}{\omega}$$

$$|E(i\omega)| = \rho c^2(\omega) \cos^2 \frac{\phi(\omega)}{2}$$

$$E'(\omega) = |E(i\omega)| \cos \phi(\omega)$$

$$E''(\omega) = |E(i\omega)| \sin \phi(\omega)$$

On obtient le graphe de la figure 7.

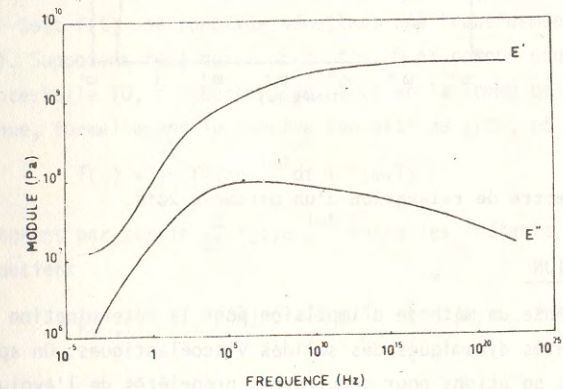


Fig.7. Module complexe d'un bitume à  $20^\circ\text{C}$ .

On constate que pour des fréquences très élevées, le module tend vers  $3 \cdot 10^9$  Pa, limite établie par Van der Poel [25], pour tous les bitumes à la fréquence infinie. La connaissance de  $E(i\omega)$  a permis de calculer, par exemple, le spectre de relaxation par la méthode de seconde approximation de Williams et Ferry [9], cf. fig. 8.

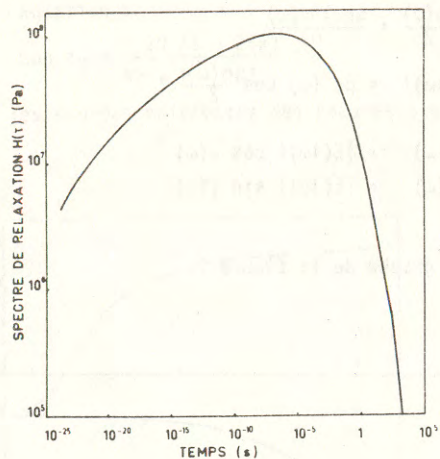


Fig. 8. Spectre de relaxation d'un bitume à 20°C.

### 9. CONCLUSION

On propose un méthode d'impulsion pour la détermination des propriétés dynamiques des solides viscoélastiques. On apporte trois solutions pour déduire ces propriétés de l'évolution de la forme d'une onde transitoire de contrainte au cours de sa propagation dans un barreau mince du milieu étudié.

1. - La solution générale, c'est à dire valable pour une excitation transitoire quelconque. On établit les relations qui expriment la vitesse de phase et le coefficient d'amortissement en fonction de la transformée de Fourier de l'impulsion relevée après deux distances de parcours. On montre que ces résultats restent invariants par rapport à une distorsion linéaire éventuelle introduite par la chaîne de mesure. Cette méthode accroît par conséquent le nombre des transducteurs utilisables et étend leur domaine d'utilisation à toute la bande de fréquence où leur sensibilité reste appréciable.

2. - Une méthode de filtrage. Elle s'applique au cas des impulsions brèves. Egalement insensible à la distorsion, elle fournit la mesure du coefficient d'amortissement.

3. - Des solutions approchées, directes et rapides dans le cas d'une onde engendrée par un choc.

Cette méthode de propagation de transitoire vient combler une lacune [27] entre les méthodes vibratoires et ultrasonores.

### 10. APPENDICE

Sur une approximation de la transformée de Fourier par une intégrale incomplète

Soit  $f(t)$  une fonction admettant une transformée de Fourier  $\bar{F}(\omega)$ . Supposons  $f(t)$  nulle pour  $t < 0$  et connue seulement dans l'intervalle  $[0, T]$ . Décomposons  $\bar{F}(\omega)$  en la somme de sa partie connue, formellement le spectre évolutif de  $f(t)$ , et d'un reste :

$$\bar{F}(\omega) = \int_0^T f(t)e^{-i\omega t} dt + R(\omega, T)$$

Intégrons par partie  $\frac{d}{dt} f(t)e^{-i\omega t}$  entre les instants  $T$  et  $+\infty$  ; on obtient :

$$R(\omega, T) = -i \frac{f(T)}{\omega} e^{-i\omega T} - \frac{i}{\omega} \int_T^{+\infty} f'(t)e^{-i\omega t} dt$$

Nous avons introduit [15] la notion de "fonction lentement variable à partir de l'instant  $T$  vis à vis de la période  $2\pi/\omega$ " par la condition que l'intégrale ci-dessus portant sur  $f'$ , soit négligeable devant le terme précédent. Cette hypothèse est extrêmement peu restrictive pour les fonctions usuellement rencontrées en physique et admettant une transformée de Fourier. Par exemple nous avons montré que la légitimité du calcul du reste  $R(\omega, T)$  du spectre de  $f(t)$  par la méthode des rectangles aussi bien que des trapèzes pour des intervalles régulièrement choisis, suppose  $f(t)$  lentement variable. Nous avons établi qu'il existe un instant  $T$  au delà duquel les fractions rationnelles et la fonction exponentielle sont lentement variables. Dans cette hypothèse, le reste se réduit à :

$$R(\omega, T) = -\frac{i}{\omega} f(T)e^{-i\omega T}$$

## 11. BIBLIOGRAPHIE

- 1 Brun, L., "L'onde simple viscoélastique linéaire", *Journal de Mécanique*, Vol. 13, N°3, 1974, pp. 449-498.
- 2 Hunter, S.C., "Viscoelastic Waves", *Progress in Solid Mechanics*, Sneddon, I.N., and Hill R., eds., North Holland Publ., Amsterdam, 1960, Vol. 1., pp. 1-57.
- 3 Sackman, J.L., and Kaya I., "On the determination of very early-time viscoelastic properties", *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, Vol. 16, 1968, pp. 121-132.
- 4 Schreiber, E., Anderson, O.L., and Soga, N., *Elastic Constants and Their Measurement*, Mc Graw-Hill, New-York, 1973.
- 5 Nolle, A.W., "Acoustic determination of the Physical Constants of Rubber-Like Materials", *Journal of the Acoustical Society of America*, Vol. 19, N° 1, 1947, pp. 194-201.
- 6 Hillier, W., and Kolsky, H., "An Investigation of the Dynamic Elastic Properties of Some High Polymers", *The Proceedings of the Physical Society*, London, Section B, Vol. 62, Part 2, N° 350 B, 1949, pp. 111-121.
- 7 Alfrey, T., *Mechanical Behavior of High Polymers*, Interscience, New-York, 1948.
- 8 Gross, B., *Mathematical Structure of the theories of Viscoelasticity*, Hermann, Paris, 1968.
- 9 Ferry, J.D., *Viscoelastic properties of Polymers*, John-Wiley, New-York, 1970.
- 10 Bodner, S.R., and Kolsky, H., "Stress Wave Propagation in Lead", *Proceedings of the third U.S. National Congress of Applied Mechanics*, Providence, Rhode Island, 1958, Haythornthwaite, R.M., ed., ASME, New-York, 1958, pp. 495-501.
- 11 Blanc, R.H., and Champomier, F.P., "A wave-front method for determining the dynamic properties of high damping materials", *Journal of Sound and Vibration*, Vol. 49, N° 1, 1976, pp. 37-44.
- 12 Kolsky, H., and Lee, S.S., "The Propagation and Reflection of Stress pulses in Linear Viscoelastic Media", Contract Nonr 562(30), Office of Naval Research, Washington, D.C., Technical Report N° 5, Brown University, Providence, Rhode Island, 1962.
- 13 Christensen, R.M., *Theory of Viscoelasticity. An Introduction*, Academic Press, New-York, 1971.
- 14 Kolsky, H., *Stress Waves in Solids*, Dover Publ., New-York, 1963.
- 15 Blanc, R.H., "Détermination de l'équation de comportement des corps viscoélastiques linéaires par une méthode d'impulsion", Thèse Doctorat d'Etat, Faculté des Sciences, Marseille, 1971.
- 16 Rocard, Y., *Dynamique générale des vibrations*, Masson, Paris, 1960.
- 17 Blanc, R.H., "Spectre instantané d'une impulsion dans un barreau viscoélastique", *Rheologica Acta*, Vol. 13, N° 2, 1974, pp. 228-232.
- 18 Papoulis, A., *The Fourier Integral and its Applications*, Mc Graw-Hill, New-York, 1962.
- 19 Sachse, W., and Pao, Y.-H., "On the determination of phase and group velocities of dispersive waves in solids", *Journal of Applied Physics*, Vol. 49, N° 8, 1978, pp. 4320-4327.

DISPOSITIF EXPERIMENTAL POUR L'ETUDE DU CHOC D'ALLIAGES DE  
POLYMERES PAR FLEXION DYNAMIQUE \*  
EXPERIMENTAL DEVICE FOR THE STUDY IN DYNAMICAL BENDING  
OF POLYMERIC ALLOYS

S. SAHRAOUI, Chercheur Associé, J.L. LATAILLADE, Maître-Assistant\*\*

RESUME

L'objet de notre article concerne la conception et la mise au point d'un montage pour étudier le comportement d'éprouvettes entaillées d'un alliage de polymères (système interpénétré) soumises à des chocs en flexion dynamique trois points.

L'utilisation d'un canon à air comprimé permet de sélectionner la vitesse d'impact désirée du projectile soumis à un mouvement rectiligne horizontal grâce à une douille à billes. Nous déterminons la vitesse avant et après le choc à l'aide de capteurs optiques, la force d'impact du projectile à l'aide d'un accéléromètre piézo-résistif ainsi que son déplacement pendant l'impact avec un capteur de proximité sans contact.

ABSTRACT

This work deals with the dynamic fracture of three points bend notched specimens, made of interpenetrated networks, due to central impact of a light striker. The original device consists a projectile guided in horizontal ball bearings and launched at different velocities by an air gas gun.

The special features of the apparatus are the following ones :

- i) the impact form is derived through a piezoresistive accelerometer,
- ii) velocities before and after fracture are measured by mean of optical cells,
- iii) deflection of the beam is continuously recorded with a non contacting proximity transducer.

1. INTRODUCTION

La rupture des polymères soumis à des sollicitations brèves a fait l'objet de nombreux travaux. C'est un moyen d'étudier les relations structures-propriétés,

(\*) Communication présentée au Groupe Français de Rhéologie, le 30 novembre 1983  
(\*\*) Laboratoire de Mécanique Physique, ERA CNRS N° 769, Université de Bordeaux I, 351 cours de la Libération, 33405 Talence Cedex

20 Kolsky, H., "The Propagation of Stress Pulses in Visco-elastic Solids", *The Philosophical Magazine*, Vol. 1, Eighth Series N° 8, 1956, pp. 693-710, pl. 35-36.

21 de Saint-Venant, B., "Sur le Choc Longitudinal de deux barres élastiques...", *Journal de Mathématiques pures et appliquées*, Série 2, Tome XII, 1867, pp. 237-376.

22 Gottenberg, W.G., and Christensen R.M., "Some Interesting Aspects of General Linear Viscoelastic Deformation", *Transactions of the Society of Rheology*, Vol. VII, 1963, pp. 171-180.

23 Waterman, H.A., "Relations between loss angles in isotropic linear viscoelastic materials", *Rheologica Acta*, Vol. 16, N°1, 1977, pp. 31-42.

24 Kolsky, H., "The detection and measurement of stress waves", *Experimental Techniques in Shock and Vibration*, Worley, W.J., ed., ASME, New-York, 1962, pp. 11-24.

25 Hetényi, M., *Handbook of Experimental Stress Analysis*, John Wiley, New-York, 1966.

26 Van der Poel, C., "A general system describing the visco-elastic properties of bitumens...", *Journal of Applied Chemistry*, Vol.4, 1954, pp. 221-236.

27 Read, B.E., and Dean, G.D., *The Determination of Dynamic Properties of Polymers and Composites*, Adam Hilger, Bristol, 1978.

l'influence des cycles de polymérisation, d'opérations de recuit, de l'hygrométrie sur les capacités de résilience dynamique des "matières plastiques". Le mouton-pendule instrumenté est le plus souvent utilisé. Cependant il existe également d'autres systèmes de chargement tels que le mouton vertical /1/ /2/, ou l'utilisation d'un projectile lancé horizontalement par un canon à air comprimé /3/. Au cours de l'essai, l'enregistrement de la force appliquée sur l'éprouvette permet de décrire le comportement du matériau à la rupture. Cette description pose cependant des problèmes délicats quant à l'interprétation et au dépouillement des courbes force - temps obtenues, mise à part la difficulté intrinsèque qui réside dans la nature même de l'essai : complexité du champ de contrainte et de déformation en fond de fissures. Les rebonds successifs entre le projectile et l'éprouvette, qui s'accroissent avec la vitesse d'impact, ont suscité une série de travaux relatifs au choix et à l'utilisation de l'instrumentation /4/ /5/ /6/ /7/. Le filtrage du signal, par exemple, peut être utile mais peut également conduire à des interprétations erronées /8/. L'élimination de ces rebonds, par une mise en charge progressive, a pu être obtenue par l'introduction d'une couche de pâte à modeler entre l'éprouvette et le couteau du marteau /9/.

L'étude expérimentale de la propagation des fissures a été abordée par la méthode des caustiques /2/, des impédances /10/, des grilles conductrices /11/ ou à l'aide de jauges de déformation /12/. Nous étudierons la propagation au moyen de jauges (pâte d'argent - résine époxy) fixées par sérigraphie sur une face de l'éprouvette.

## 2. DESCRIPTION

### 2.1. Dispositif mécanique

On distingue un canon à air comprimé, un projectile guidé à l'aide d'une douille à billes et un porte-éprouvette fixé à un massif de réaction. La partie cylindrique du projectile a été rectifiée après traitement thermique pour limiter au maximum le jeu latéral inévitable, tout en améliorant les conditions de guidage.

En fin de course, le piston heurte le projectile qui, animé ainsi d'un mouvement uniforme, percute à son tour l'échantillon reposant sur le porte-éprouvette en appui simple, (figure 1).

Les vibrations que peut engendrer un mauvais alignement des trois pièces (piston, projectile, échantillon) soumis aux chocs ont pu être minimisées. L'énergie cinétique du projectile peut atteindre 12 joules soit une vitesse d'environ 4,5 m/s, pour une masse de 1,2 kg. Cette vitesse peut être largement dépassée avec une masse du projectile plus faible.

Plusieurs distances entre appuis (40, 45, 55, 60 mm, ...) peuvent être réalisées sur le porte-éprouvette.

### 2.2. Aspect électronique

La mesure de l'accélération est faite au moyen d'un capteur piézorésistif (ENDEVCO 2264 A - 50 KR) fixé à l'arrière du projectile. Cet instrument présente l'avantage, par rapport au capteur piézoélectrique, de conserver la composante continue qui n'est pas négligeable dans un choc. Notre accéléromètre a une bande passante de 30 KHz et une sensibilité de 0,000711 mV/g/V. La tension de sortie est appliquée à un amplificateur différentiel (TEKTRONIX AM 502) large bande passante (1 MHz), avant d'être stockée dans un enregistreur de transitoires (DATALAB 902) de bande passante 500 KHz. Les gains usuels sont de l'ordre de 5000.

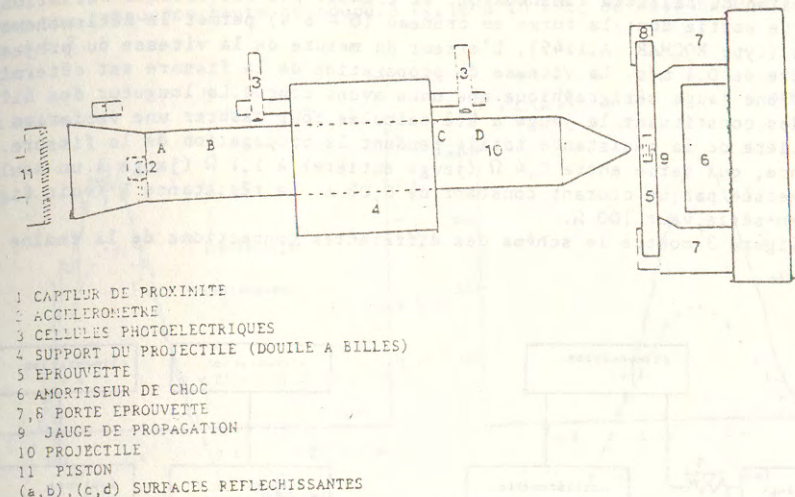


Figure 1 : Schéma du montage

La position du projectile est définie directement à l'aide d'un capteur de proximité (KAMAN KD 1100 -25), dont la résolution et la bande passante valent respectivement 1 micron et 50 KHz. Le déplacement du projectile s'écrit :

$$\Delta x = \frac{\Delta u}{\sin \theta}$$

où  $u$  est la distance moyenne du capteur à la face du prisme fixé à l'arrière de la partie cylindrique du projectile comme le montre la figure 2. L'angle  $\theta$  a été choisi en fonction du matériau testé et de la distance entre appuis pour profiter de toute la dynamique du capteur (4,8 mm pour un angle de 18°). L'étalonnage a été réalisé au moyen de cales d'épaisseur pour plusieurs positions du projectile. Les vitesses avant et après le choc peuvent être déduites de la courbe déplacement-temps ou mesurées à l'aide de deux cellules photoélectriques. La lumière incidente et réfléchiée est canalisée dans des fibres optiques qui débouchent perpendiculairement sur chacun des deux méplats réfléchissants usinés sur la partie cylindrique du projectile. Le passage de ces surfaces devant les cellules provoque

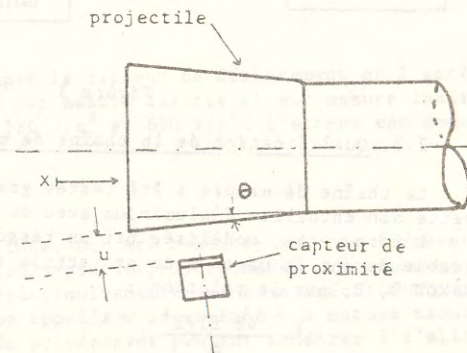


Figure 2

la réflexion du faisceau lumineux qui se traduit par une brusque variation de la tension de sortie dont la forme en créneau (0 - 6 v) permet le déclenchement des horloges (type ROCHAR A.1149). L'erreur de mesure de la vitesse du projectile est de l'ordre de 0,1 m/s. La vitesse de propagation de la fissure est déterminée à l'aide d'une jauge sérigraphique que nous avons conçue. La longueur des différentes bandes constituant la jauge a été calculée pour assurer une variation discrète régulière de la résistance totale pendant la propagation de la fissure. Cette résistance, qui varie entre 0,4  $\Omega$  (jauge entière) à 1,1  $\Omega$  (jauge à un seul brin) est traversée par un courant constant de 0,08 A. La résistance R (voir figure 3), placée en série, vaut 100  $\Omega$ .

La figure 3 montre le schéma des différentes connexions de la chaîne de mesure.

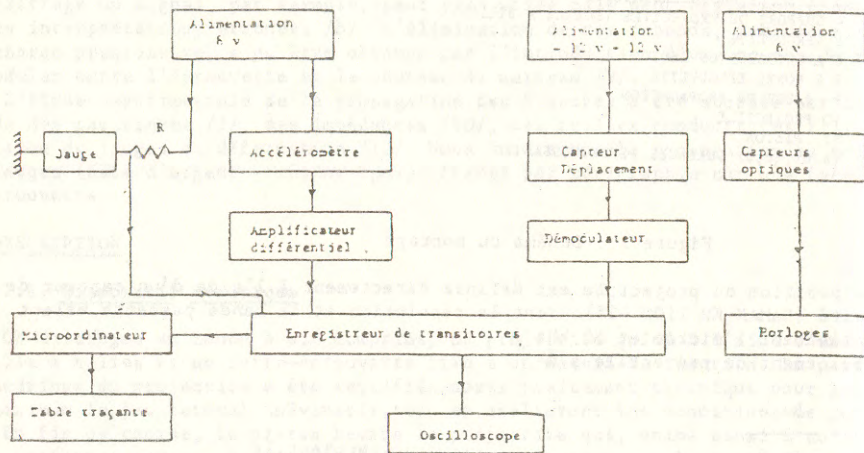


Figure 3

### 2.3. Qualification de la chaîne de mesure

La chaîne de mesure a été testée grâce à des essais de rebonds sur une éprouvette non entaillée d'aluminium avec de faibles vitesses d'impact (0,1 à 0,2 m/s).

L'éprouvette, modélisée par un ressort de raideur  $48 \frac{EI}{l^3}$  et de masse négligeable devant la masse  $m$  du projectile (1,2 kg), a permis de calculer le module de YOUNG, E, par la relation :

$$\omega^2 = \frac{48 EI/l^3}{m}$$

où I, l et  $\omega$  représentent respectivement le moment quadratique de l'éprouvette, la distance entre appuis et la pulsation propre du modèle qu'on calcule à partir de la durée  $t_0$  du contact projectile-éprouvette ( $\omega = \pi/t_0$ ).

La figure 5 montre que cette durée peut être faussée par un filtrage (sélectionné sur l'amplificateur différentiel) excessif de l'accélération ; on assiste comme on pourrait s'y attendre, à un déphasage entre l'accélération et le déplacement.

pour une fréquence haute de coupure égale à 10 kHz, on obtient une bonne précision sur E.

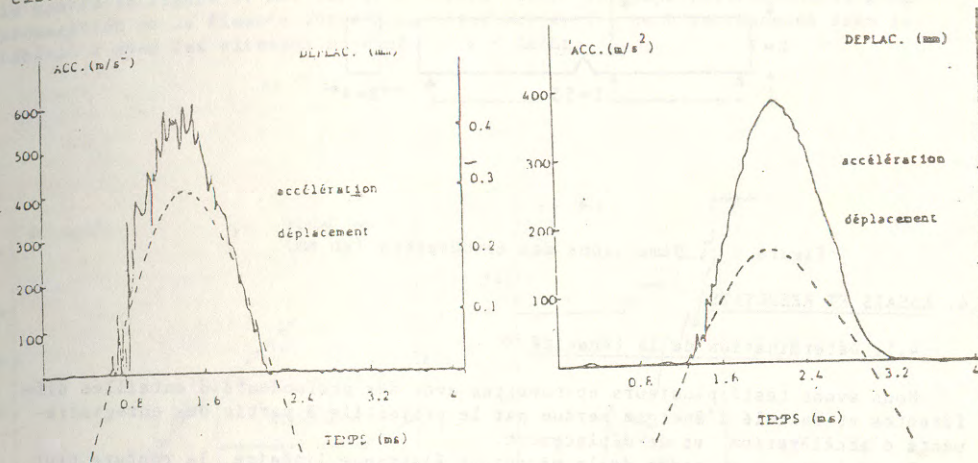


Figure 4 : Rebond avec filtre passe bas à 10kHz

Figure 5 : Rebond avec filtre passe bas à 1 kHz

Le capteur déplacement a été contrôlé en cinématique en comparant les vitesses calculées (à partir des courbes déplacement-temps) à celles obtenues par les cellules photoélectriques.

Enfin, à partir des courbes accélération-temps et déplacement-temps (figure 4) on a vérifié l'égalité :

$$\omega^2 x = \gamma$$

où x et  $\gamma$  sont respectivement mesurés par le capteur de déplacement et l'accéléromètre. L'amplitude de l'accélération par mesure directe et par mesure indirecte vaut respectivement dans cet essai 590 m/s<sup>2</sup> et 630 m/s<sup>2</sup>. L'erreur est donc de 7 %.

### 3. ECHANTILLONS

Les essais, présentés dans cette étude, ont été réalisés sur des éprouvettes entaillées d'un alliage de polymères (polyépoxyde-polyuréthane) précédemment étudié /13/. Il s'agit de réseaux polymérisés simultanément sans interaction chimique et dont l'enchevêtrement donne ce qu'on appelle un interpénétré. La nature caoutchoutique du polyuréthane et la rigidité du polyépoxyde peuvent conférer à l'alliage des propriétés mécaniques, notamment au choc, intéressantes par accroissement de son élasticité et de sa résilience (ces deux caractéristiques sont accusées par un phénomène de synergie).

L'obtention des entailles avec une lame de rasoir est très délicate car la fissure croît de manière instable sous le moindre effort de pression et ce même à des températures avoisinant la température de transition vitreuse.

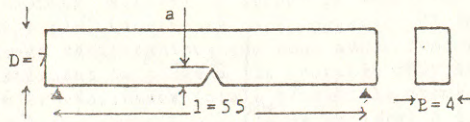


Figure 6 : Dimensions des éprouvettes (en mm)

#### 4. ESSAIS ET RESULTATS

##### 4.1. Détermination de la ténacité

Nous avons testé plusieurs éprouvettes avec des profondeurs d'entailles différentes et calculé l'énergie perdue par le projectile à partir des enregistrements d'accélération et de déplacement.

En se limitant au cadre de la mécanique élastique linéaire, la rupture peut être abordée par la méthode de la complaisance, développée par WILLIAMS /14/ /15/ pour les essais CHARPY-IZOD.

A force imposée P, l'énergie élastique U' emmagasinée dans l'échantillon vaut :

$$U' = \frac{1}{2} P^2 C \quad (1)$$

où C est la complaisance de l'éprouvette.

$$\text{Le taux de restitution d'énergie s'écrit alors : } G = \frac{dU'}{Bda} \quad (2)$$

où da représente la variation de la profondeur d'entaille.

La valeur critique G<sub>c</sub> est donc :

$$G_c = \frac{P_c^2}{2B} \frac{dC}{da} \quad (3)$$

L'énergie absorbée par l'échantillon jusqu'à initiation de la rupture est donnée, à partir de (1), par :

$$U' = G_c B D \left( \frac{C}{dC/d(a/D)} \right) \quad (4)$$

En posant le terme en parenthèses égal à Ø, l'expression (4) devient :

$$U' = G_c B D \text{ Ø} \quad (5)$$

L'énergie totale U, perdue par le projectile, peut se mettre sous la forme :

$$U = T + G_c B D \text{ Ø}$$

où T est l'énergie cinétique de l'éprouvette.

Les résultats obtenus par cette analyse sont représentés en partie par la figure (7) et consignés dans le tableau (1).

celle-ci sont enregistrées simultanément avec la décélération du projectile comme le montre la figure 9. Les différents intervalles de temps correspondant à la propagation de la fissure entre deux brins successifs sont représentés dans le tableau 2 avec les vitesses moyennes :  $\dot{a} = \Delta a / \Delta t$ .

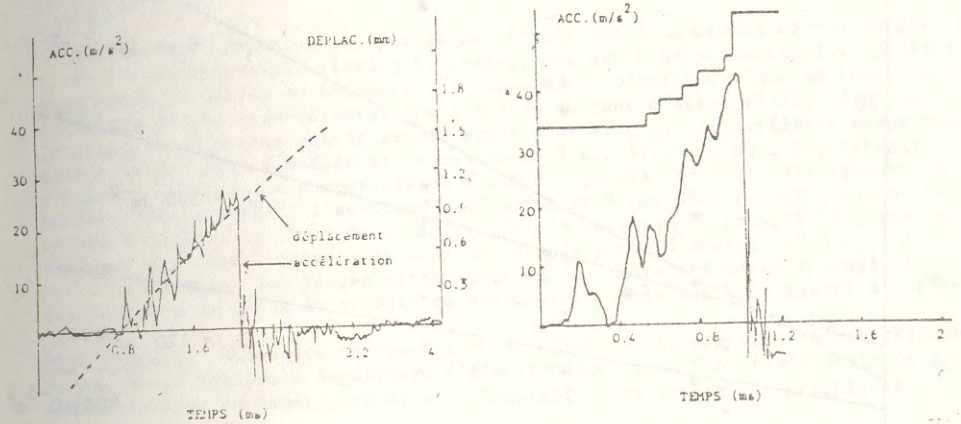
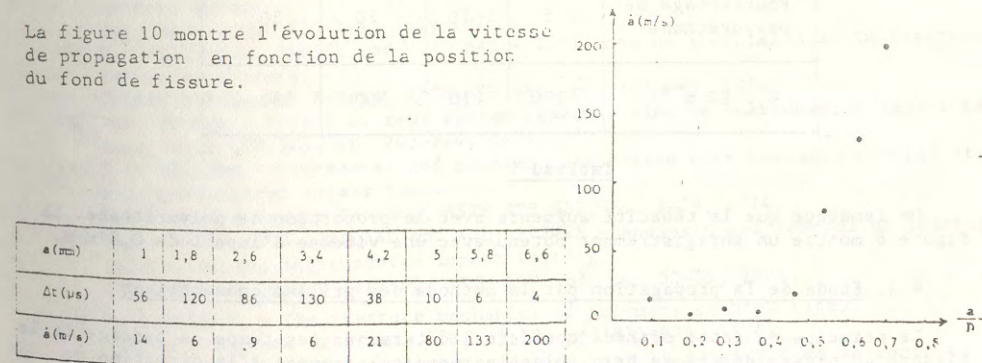


Figure 8

Figure 9 : La courbe en escalier représente la tension aux bornes de la jauge sériographique

La figure 10 montre l'évolution de la vitesse de propagation en fonction de la position du fond de fissure.



a (mm)	1	1,8	2,6	3,4	4,2	5	5,8	6,6
Δt (μs)	56	120	86	130	38	10	6	4
ḡ (m/s)	14	6	9	6	21	80	133	200

Tableau 2

Figure 10

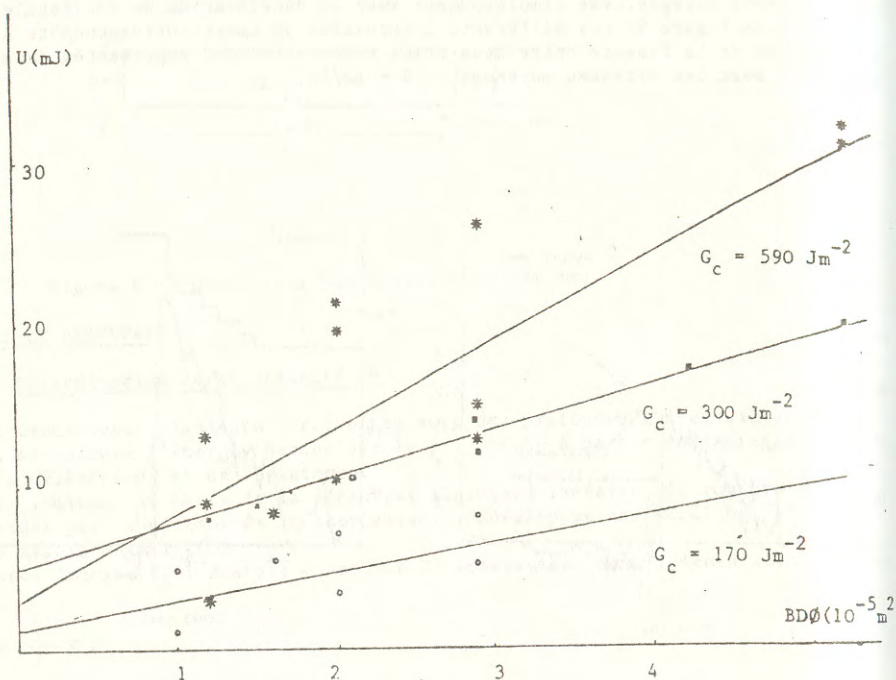


Figure 7

Pourcentage de polyuréthane	5	10	20	30
$G_{1C}$ ( $J m^{-2}$ )	170	210	300	590

Tableau 1

On remarque que la ténacité augmente avec la proportion de polyuréthane. La figure 8 montre un enregistrement obtenu avec une vitesse d'impact de 0,8 m/s.

#### 4.2. Etude de la propagation par la méthode des grilles conductrices

Le principe de cette méthode consiste à déterminer les temps de passage de la fissure au niveau de chaque brin (placé perpendiculairement à la direction de propagation) de la jauge. Les variations discontinues de la tension aux bornes de

La distance moyenne  $\Delta a$  entre deux brins vaut 0,8 mm. Cet essai fait apparaître une rupture précoce ne correspondant pas au moment où la force atteint sa valeur maximale. Une étude plus précise, en statique dans un premier temps, sera bientôt menée pour vérifier que la rupture des bandes conductrices de la jauge coïncide avec le passage de la fissure. Notons que GUOFANG /12/, très récemment, a observé sur le PMMA une initiation de la propagation au moment où la force décroît sensiblement à partir de sa valeur maximale ; ce phénomène est attribué par l'auteur au comportement viscoélastique de ce polymère.

#### 5. CONCLUSION

Ce travail constitue une partie de l'étude que nous menons en vue de caractériser, à la rupture par flexion dynamique, une série de polymères interpénétrés. Nous avons pu mettre en évidence l'influence du polyuréthane sur la ténacité de l'alliage polyépoxyde-polyuréthane à l'aide du banc d'essai réalisé dans notre laboratoire. D'autres essais seront envisagés avec un projectile de masse plus faible (450g) afin d'améliorer la mesure de l'accélération pour les vitesses d'impact élevées. Ce dispositif de flexion 3 points présente, par rapport au mouton-pendule CHARPY, l'avantage de bénéficier d'une plus grande plage de vitesses d'impact. Le choix de celle-ci et de la masse du projectile permet de réaliser des essais dynamiques dans une grande gamme d'énergie (0,5 à 12 J).

L'utilisation des jauges sérigraphiques doit être réétudiée ; aussi il faut vérifier que le choix du produit constituant la jauge est bien adapté à nos échantillons.

Remerciements : Les auteurs remercient M. PISTRE du Laboratoire de Microélectronique, Ecole Nationale Supérieure d'Electronique et de Radioélectrique de Bordeaux, pour sa collaboration dans l'élaboration des jauges sérigraphiques.

#### 6. BIBLIOGRAPHIE

- 1/ H. GONZALEZ Jr and W.J. STOWELL - Development of an autographic falling-weight impact system. J. Appl. Polym. Sci., vol. 20, pp. 1389-1404, 1976.
- 2/ P.S. THEOCARIS and N.P. ANDRIANOPOULOS - Dynamic three-point bending of short beams studied by caustics. Int. J. Solid Structures, vol. 17, pp. 707-715, 1981.
- 3/ W. GOLDSMITH and F. KATSAMANIS - Fracture of notched polymeric beams due to central impact. Exp. Mech., pp. 235-244, July 1979.
- 4/ S. VENZI, A.H. PARIES and M.J. MAY - Influence of inertial load in instrumented impacts tests. Impact Testing of Metals, ASTM STP.466, pp. 165-180, 1970.
- 5/ W.R. HOOVER - Effect of test system response time on instrumented impact testing, ASTM STP.563, pp. 203-214, 1974.
- 6/ D.R. IRELAND - Procedures and problems associated with reliable control of the instrumented impact test. Instrumented Impact Testing, ASTM STP.563, pp. 3-29, 1974.
- 7/ H.J. SAXTON, D.R. IRELAND and W.L. SERVER - Analysis and control of inertial effects during instrumented impact testing. Instrumented Impact Testing, ASTM STP.563, pp. 50-73, 1974.
- 8/ T. CASIRAGHI - The fracture mechanics of polymers at high rates. Polym. Engng and Sci., vol. 18, n° 10, pp. 833-839, 1978.
- 9/ T. VU-KHANH - Analyse et caractérisation, par la mécanique de la rupture, de la résistance aux chocs des polymères. Thèse de docteur-ingénieur, Université de Technologie de Compiègne, 1982.



- /10/ A. KOBAYASHI and N. OHTANI - Initial slow crack growth behavior followed by rapid brittle fracture in a viscoelastic solid.  
J. Appl. Polym. Sci., vol. 21, pp. 1354-1358, 1977.
- /11/ J.C. RADON and N.D. FITZPATRICK - Deformation of PMMA at high rates of strain.  
Dynamic Crack Propagation, edited by G.C. SIH, p. 227, Noordhoff, Holland, 1973.
- /12/ GUOFANG Sun - An experimental investigation of dynamic crack propagation.  
Engng Fract. Mech., vol. 17, n° 1, pp. 27-35, 1983.
- /13/ J.L. LATAILLADE et al., D. POUSSIN et al. - Influence de l'interpénétration d'un alliage de polymères sur son comportement rhéologique.  
in Proceed. 17e Colloque Annuel du G.F.R., Paris, décembre 1982.
- /14/ E. PLATI and J.G. WILLIAMS - The determination of the fracture parameters for polymers in impact.  
Polym. Engng Sci., 15 (6), pp. 470-477, 1975.
- /15/ G.P. MARSHALL, J.G. WILLIAMS and C.E. TURNER - Fracture toughness and absorbed energy measurements in impact tests on brittle materials.  
J. Mat. Sci., vol. 8, pp. 949-956, 1973.

MESURE DES COEFFICIENTS ELASTIQUES COMPLEXES DE  
MATERIAUX ANISOTROPES A L'AIDE D'UN INTERFEROMETRE  
ULTRASONORE ASSISTE PAR ORDINATEUR\*

MEASUREMENTS OF COMPLEX ELASTIC COEFFICIENTS OF ANISOTROPIC  
MATERIALS THROUGH A COMPUTER ASSISTED ULTRASONIC INTERFEROMETER

B. HOSTEN, Chargé de Recherches CNRS\*\*, M. DESCHAMPS, Chercheur D.G.R.S.T.\*\*

RESUME

Nous proposons une méthode de calcul des raideurs et des viscosités de matériaux anisotropes, de type hexagonal, à partir de mesures de vitesse de propagation et d'atténuation d'ondes ultrasonores dans le matériau en fonction de la direction de propagation.

ABSTRACT

An calculus process of the stiffness and viscosity is presented for anisotropic, hexagonal type, materials from the measurements of propagation velocity and attenuation of ultrasonics waves go through the material according to the propagation direction.

I. INTRODUCTION

Les essais mécaniques classiques s'avèrent souvent mal adaptés à la mesure des constantes de raideur de matériaux anisotropes puisqu'il est nécessaire de faire des mesures suivant n directions, n croissant avec le degré d'anisotropie. Ce qui implique un grand nombre d'échantillons taillés différemment et des mesures peu reproductibles et difficiles à mettre en oeuvre.

Avec un banc ultrasonore à immersion, les mesures peuvent être faites continuellement en fonction de la direction de propagation et sans être tributaire d'un modèle d'anisotropie choisi au préalable.

Cette méthode consiste à perturber la propagation d'ultrasons dans un liquide par la traversée d'un échantillon solide. Le décalage temporel induit permet d'accéder aux vitesses de propagation et donc aux raideurs du matériau ; l'atténuation d'amplitude résulte d'une atténuation aux interfaces à cause de la rupture d'impédance ainsi que d'une atténuation dans le matériau s'il est absorbant.

Ensuite il faut choisir un modèle (isotrope, orthotrope, hexagonal ...) pour calculer les coefficients de transmission d'une lame à face parallèle composée du matériau sous test, supposé non absorbant. Les mesures d'atténuation et le résultat de ce calcul permettent alors de mesurer l'atténuation spécifique du matériau en fonction de l'angle de propagation.

Nous présentons cette méthode appliquée au cas de matériaux orthotropes, possédant un plan principal d'isotropie et un plan principal d'anisotropie. Quelques résultats préliminaires sont présentés pour un matériau constitué de fibres de verre noyées dans une résine époxy.

(\*) Communication présentée au Groupe Français de Rhéologie, le 30 novembre 1983

(\*\*) Laboratoire de Mécanique Physique, ERA CNRS N° 769, Université de Bordeaux I, 351 cours de la Libération, 33405 TALENCE CEDEX

## II. INTERFEROMETRE ULTRASONORE

Le synoptique de la figure 1 montre les éléments principaux du banc ultrasonore. L'échantillon est placé sur un goniomètre entre deux transducteurs ultrasonores interchangeables par groupe de deux pour couvrir la bande de fréquence 0,3 à 10 MHz.

Sous incidence oblique, un mode longitudinal et un mode transverse sont générés à l'intérieur de l'échantillon (figure 2), et produisent sur le récepteur deux signaux décalés temporellement. Afin d'éviter leur superposition, il faut exciter l'émetteur avec une impulsion brève. Le signal correspondant à un mode, de durée limitée, est échantillonné, numérisé et mémorisé dans un micro-calculateur.

Au préalable un signal acquis sans la présence de l'échantillon est mémorisé de façon à constituer une référence dans le temps et en amplitude.

Un boîtier de séquences permet de choisir le début d'acquisition du mode sélectionné avec une résolution de une manoseconde.

Un algorithme de mise en coïncidence /1/, du signal et de la référence, fournit le temps de propagation dans l'échantillon ; ainsi au cours d'un balayage angulaire, le début d'acquisition est continuellement ajusté de façon à poursuivre le mode choisi initialement.

Pour chaque valeur imposée à l'angle d'incidence, la mesure de la vitesse de propagation dans l'échantillon permet de calculer l'angle de réfraction ainsi que le décalage latéral du faisceau introduit par la lame à face parallèle. Ce décalage est alors compensé par une table en translation supportant le récepteur. Cette compensation est indispensable pour les mesures d'amplitude.

Ainsi, au cours d'un balayage angulaire où l'on impose la valeur de l'angle d'incidence sont enregistrées la vitesse de propagation et l'atténuation de l'échantillon, relatives à la référence.

## III. DETERMINATION DU MODULE DES CONSTANTES DE RAIDEUR

Nous avons pour le moment limité le cadre de cette étude aux matériaux orthotropes, admettant un plan d'isotropie et le matériau est constitué de fibres de verre noyées dans de la résine époxy.

La matrice de raideur est alors modélisée par :

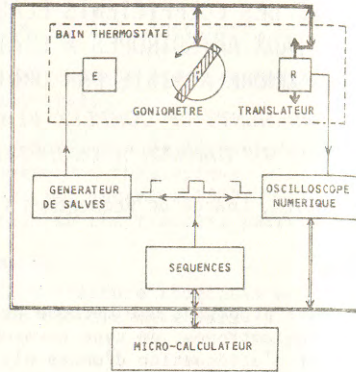


Figure 1 : Synoptique du banc ultrasonore

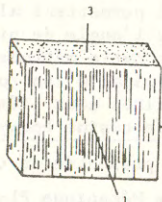


Figure 3 :  
Coupe de l'échantillon

$$\begin{bmatrix} C'_{11} & C'_{12} & C'_{13} & 0 & 0 & 0 \\ - & C'_{11} & C'_{12} & 0 & 0 & 0 \\ - & - & C'_{11} & - & - & - \\ - & - & - & C'_{44} & 0 & 0 \\ - & - & - & - & C'_{44} & 0 \\ - & - & - & - & - & C'_{66} \end{bmatrix}$$

$$\text{avec } C'_{ij} = C_{ij} + \omega n_{ij}$$

$$\text{et } C'_{12} = C'_{11} - 2 C'_{66}$$

Le plan (1,2) est un plan d'isotropie, les valeurs des vitesses de propagation donnent les valeurs de  $C'_{11}$  et  $C'_{66}$  et donc de  $C'_{12}$ .

Le plan (1,3), contenant les fibres, est un plan d'anisotropie. La figure 4 montre le tracé des mesures des lenteurs (rapportées à celle dans l'eau) dans l'échantillon en fonction de la direction de propagation.

Les valeurs de  $C'_{33}$ ,  $C'_{44}$  et  $C'_{13}$  sont les résultats d'une optimisation /2/ et les courbes continues représentent les lenteurs reconstituées à partir de ces valeurs.

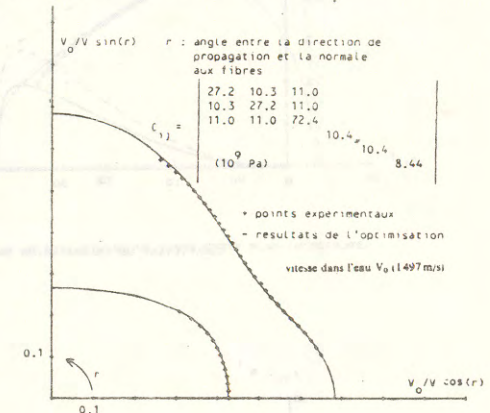


Figure 4 : Courbes de lenteurs

## IV. COEFFICIENTS DE TRANSMISSION D'UNE LAME A FACE PARALLELE

Pour déduire l'amortissement propre au matériau sous test, à partir des mesures d'amplitudes, il faut connaître l'atténuation apportée par la traversée des deux interfaces liquide-solide, solide-liquide.

Ce problème est résolu /3/ dans le cas de matériaux isotropes. Nous présentons ici une solution étendue au type de matériaux anisotropes étudiés.

La vitesse de propagation du mode longitudinal étant plus importante que celle dans l'eau pour la plupart des solides, il existe presque toujours un angle limite pour ce mode :  $(\theta_{lim})_1$ .

Le calcul des coefficients de transmission est la solution de trois systèmes de CRAMER à trois inconnues, résultant des équations de continuité des champs de contraintes et de déplacement aux interfaces (annexe I).

Deux cas se présentent :

- angle d'incidence  $< (\theta_{lim})_1$  : il y a présence des deux modes à l'intérieur de l'échantillon (figure 2)
- angle d'incidence  $> (\theta_{lim})_1$  : il y a transmission du seul mode transverse. Une onde de surface longitudinale se propage dans le plan des interfaces (figure 2).

## V. MESURE DES AMORTISSEMENTS

Dans le cas d'un modèle viscoélastique, l'expression du champ des vitesses

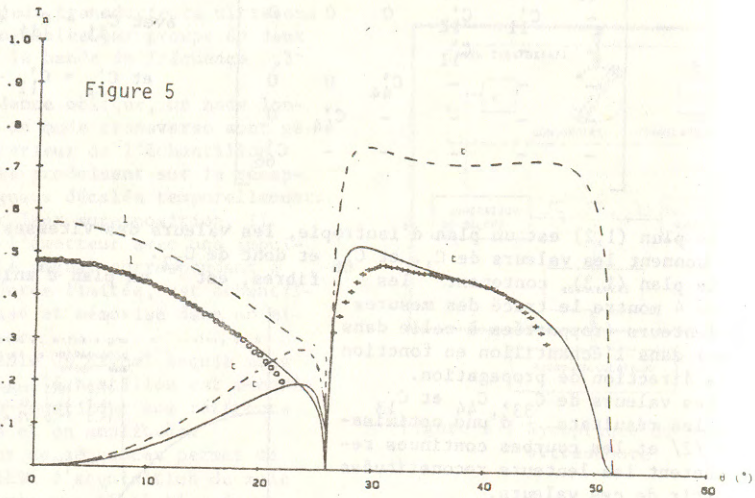


Figure 5

COEFFICIENT DE TRANSMISSION DANS UN ECHANTILLON DE VERRE EPOXY PLAN ISOTROPE.

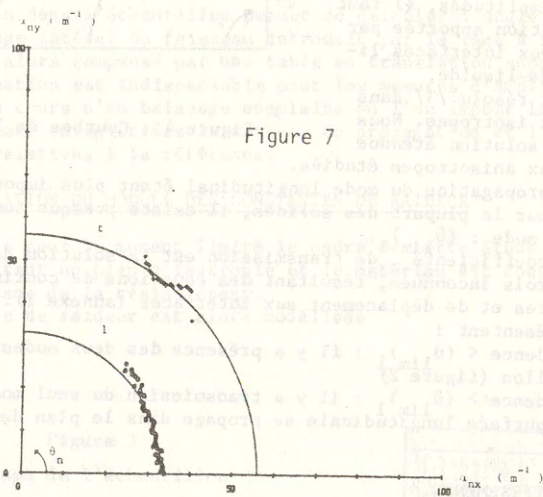


Figure 7

COURBE D'AMORTISSEMENT DANS UN ECHANTILLON DE VERRE EPOXY PLAN ISOTROPE.

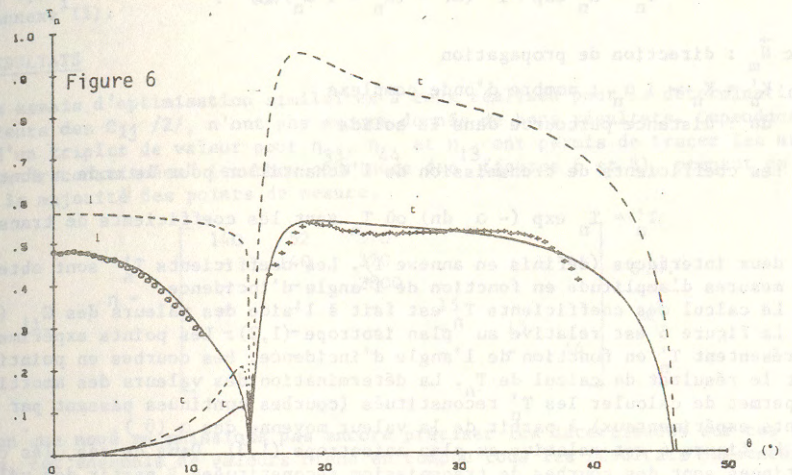


Figure 6

COEFFICIENT DE TRANSMISSION DANS UN ECHANTILLON DE VERRE EPOXY PLAN ANISOTROPE.

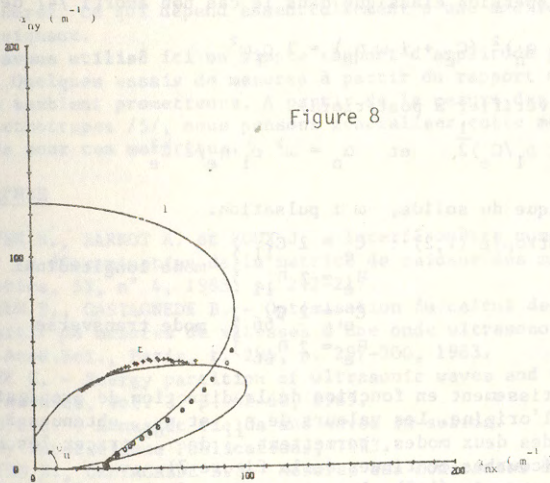


Figure 8

COURBE D'AMORTISSEMENT DANS UN ECHANTILLON DE VERRE EPOXY PLAN ANISOTROPE.

pour un mode n (n = 1 pour longitudinal et n = t pour transverse) est :

$$\vec{V}_n = \vec{N}_n \exp \{ i (\omega t - (K_n - i \alpha_n) dn) \}$$

avec  $\vec{N}_n$  : direction de propagation

$K_n^* = K_n - i \alpha_n$  : nombre d'onde complexe

dn : distance parcourue dans le solide

Les coefficients de transmission de l'échantillon pour le mode n sont donnés par :

$$T_n^* = T_n \exp (- \alpha_n dn) \text{ où } T_n \text{ sont les coefficients de transmission}$$

des deux interfaces (définis en annexe I). Les coefficients  $T_n^*$  sont obtenus par les mesures d'amplitude en fonction de l'angle d'incidence.

Le calcul des coefficients  $T_n$  est fait à l'aide des valeurs des  $C_{ij}$  (annexe I).

La figure 5 est relative au plan isotrope (1,2). Les points expérimentaux représentent  $T_n^*$  en fonction de l'angle d'incidence. Les courbes en pointillés sont le résultat du calcul de  $T_n$ . La détermination des valeurs des amortissements  $\alpha_n$  permet de calculer les  $T_n^*$  reconstitués (courbes continues passant par les points expérimentaux) à partir de la valeur moyenne des  $\alpha_n(\theta_n)$ .

La figure 6 est relative au plan anisotrope (1,3). Dans ce cas, les courbes continues sont des courbes de transmission reconstituées à partir des valeurs des  $\eta_{ij}$  (voir §. VI).

Les figures 7 et 8 représentent les courbes d'amortissement (courbes polaires de rayon  $\alpha_n$  et d'angle  $\theta_n$ ,  $\theta_n$  : direction de propagation) respectivement dans le plan isotrope et anisotrope.

## VI. DETERMINATION DES VISCOSITES

L'expression de dispersion classique dans le cas non amorti /4/ devient :

$$(K_n - i \alpha_n)^2 (C_e + i \omega \eta_e) = 2 \rho_1 \omega^2$$

et avec  $\omega \eta_e < C_e$  (à vérifier à posteriori)

$$K_n = (2 \rho_1 / C_e)^{1/2} \text{ et } \alpha_n = \omega^2 \rho_1 \eta_e / 2 C_e^2$$

avec  $\rho_1$  : masse volumique du solide,  $\omega$  : pulsation.

$$\begin{aligned} \text{Dans le plan d'isotropie (1,2) : } & \left. \begin{aligned} C_e &= 2 C_{11} \\ \eta_e &= 2 \eta_{11} \end{aligned} \right\} \text{ mode longitudinal} \\ & \left. \begin{aligned} C_e &= 2 C_{66} \\ \eta_e &= 2 \eta_{66} \end{aligned} \right\} \text{ mode transverse} \end{aligned}$$

Les courbes d'amortissement en fonction de la direction de propagation sont des cercles centrés à l'origine. Les valeurs de  $\eta_{11}$  et  $\eta_{66}$ , obtenues à partir de l'amortissement moyen des deux modes, permettent de tracer les atténuations "reconstituées" (courbes continues de la figure 7).

Dans le plan d'anisotropie (1,3), les expressions de  $C_e$  et de  $\eta_e$  sont :

$$C_e = V \pm \sqrt{W}$$

$$\eta_e = a_1 \eta_{11} + a_2 \eta_{33} + a_3 \eta_{44} + a_4 \eta_{13}$$

avec V, W,  $a_i$  fonctions des  $C_{ij}$ , de la direction de propagation et du mode (voir annexe III).

## VII. RESULTATS

Des essais d'optimisation similaires à ceux réalisés pour la détermination des valeurs des  $C_{ij}$  /2/, n'ont pas encore donnés de bons résultats. Cependant le choix d'un triplet de valeur pour  $\eta_{33}$ ,  $\eta_{44}$  et  $\eta_{13}$  ont permis de tracer les atténuations "reconstituées" (courbes continues des figures 6 et 8), prenant en compte la majorité des points de mesure.

ainsi

$$\eta = \begin{bmatrix} 140 & 52 & 370 & & & \\ - & 140 & 370 & & & \\ - & - & 2800 & & & \\ - & - & - & 15 & & \\ - & - & - & - & 15 & \\ - & - & - & - & - & 44 \end{bmatrix} \begin{array}{l} \text{S.N.} \\ \hline \text{m}^2 \end{array}$$

Bien que nous ne puissions pas encore préciser les incertitudes sur ces résultats, cet ensemble de valeurs prend en compte tous les résultats présentés sur les figures 5 et 8.

## VIII. CONCLUSIONS

La cohérence des résultats préliminaires que nous venons de présenter montre la faisabilité de la méthode pour la mesure des viscosités des matériaux anisotropes.

Cependant leur fiabilité doit être améliorée en étendant l'excursion angulaire des mesures, ce qui dépend essentiellement d'une amélioration dans le traitement des signaux.

Nous avons utilisé ici un simple rapport d'amplitude pour mesurer les atténuations. Quelques essais de mesures à partir du rapport des densités spectrales d'énergie semblent prometteurs. A partir de la mesure des raideurs dans les matériaux orthotropes /5/, nous pensons généraliser cette méthode de mesure des viscosités pour ces matériaux.

## BIBLIOGRAPHIE

- 1/ HOSTEN B., BARROT A. et ROUX J. - Interféromètre numérique et ultrasonore pour la détermination de la matrice de raideur des matériaux composites. *Acustica*, 53, n° 4, 1983, p. 212-217.
- 2/ HOSTEN B., CASTAGNEDE B. - Optimisation du calcul des constantes élastiques à partir de mesures de vitesses d'une onde ultrasonore. *C.R.Acad.Sci.*, Paris, t. 296, p. 297-300, 1983.
- 3/ MAYER G. - Energy partition of ultrasonic waves and flat boundaries. *Ultrasonics*, vol. 3, p. 62-68, 1965.
- 4/ AULD B.A. - *Acoustic fields and waves in solids*. Wiley Interscience Publications, 1973.
- 5/ HOSTEN B., CASTAGNEDE B. - Mesures des constantes élastiques du bois à l'aide d'un interféromètre ultrasonore numérique et leur optimisation. *C.R.Acad.Sci.*, Paris, t. 296, p. 1761-1764, 1983.

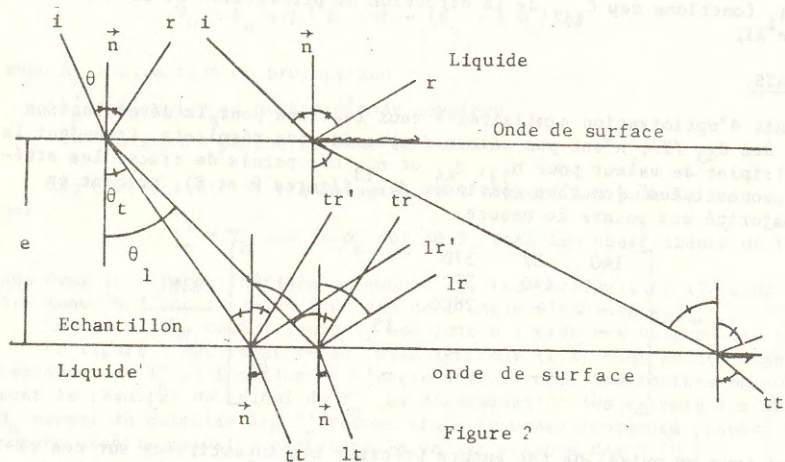


Figure 2

On utilise les notations suivantes (figure 2)

- $\vec{n}$  : normale extérieure à l'interface
- $\theta$  : angle entre la direction de propagation et  $\vec{n}$
- $e$  : épaisseur de l'échantillon
- $i$  : mode longitudinal dans le liquide
- $t$  : mode transverse propagé dans le solide
- $l$  : mode longitudinal propagé dans le solide
- $r$  : mode longitudinal réfléchi à travers le premier interface
- $lt$  et  $tt$  : modes longitudinaux transmis à travers le second interface provenant respectivement des modes  $l$  et  $t$
- $lr$  et  $lr'$  : modes longitudinaux réfléchis à travers le second interface provenant respectivement des modes  $l$  et  $t$
- $tr$  et  $tr'$  : modes transversaux réfléchis à travers le second interface provenant respectivement des modes  $l$  et  $t$

On définit les coefficients complexes  $T_1$  et  $T_t$

$$\vec{V}_1 = T_1 \vec{V}_{1t} \quad \text{et} \quad \vec{V}_t = T_t \vec{V}_{tt}$$

L'écriture des contraintes des projections des vitesses suivant  $\vec{n}$  et la continuité des contraintes permet de poser 3 systèmes de CRAMER de matrice identique, M avec :

$$M = \begin{bmatrix} \frac{\rho}{\rho_1 k} - \frac{A}{K_1} \cos 2\theta_t & \frac{B}{K_t} \sin 2\theta_t \\ 0 & K_1 \sin 2\theta_t & K_t \cos 2\theta_t \\ \cos \theta & \cos \theta_1 & -\sin \theta_t \end{bmatrix}$$

ou :

$$A = (C_{11} K_1^2 + K_t^2) \left( \frac{C_{13} - C_{11}}{2} \right) \frac{1}{\rho_1 \cos 2\theta_t} - \frac{K_t^2}{2\rho_1} (C_{13} - C_{11})$$

$$B = (C_{11} - C_{13}) \frac{K_t^2}{2\rho_1} \quad (\text{dans le cas de la propagation dans le plan (1,3)})$$

et d'expression :

$$|M| \begin{bmatrix} \alpha_r \\ \beta_1 \\ \beta_t \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} -\frac{\rho}{\rho_1 k} \\ 0 \\ \cos \theta \end{bmatrix} \quad |M| \begin{bmatrix} \alpha' \\ \beta'_1 \\ \beta'_t \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} A \frac{\cos 2\theta_t}{K_1} \\ K_1 \sin 2\theta_1 \\ \cos \theta \end{bmatrix} \quad |M| \begin{bmatrix} \alpha'' \\ \beta''_1 \\ \beta''_t \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \frac{B}{K_t} \sin 2\theta_t \\ -K_t \cos 2\theta_t \\ \sin \theta_t \end{bmatrix}$$

- avec  $\alpha_r$  : rapport d'amplitude entre les modes  $i$  et  $r$
- $\beta'_1$  et  $\beta'_t$  : rapport d'amplitude entre le mode  $i$  et respectivement les modes  $l$  et  $t$
- $\alpha'$  : rapport d'amplitude entre les modes  $l$  et  $lt$
- $\beta'_1$  et  $\beta'_t$  : rapport d'amplitude entre le mode  $l$  et respectivement les modes  $l$  et  $t$
- $\alpha''$  : rapport d'amplitude entre les modes  $t$  et  $tt$
- $\beta''_1$  et  $\beta''_t$  : rapport d'amplitude entre le mode  $t$  et respectivement les modes  $l$  et  $t$

Les coefficients de transmission  $T_n$  s'expriment en fonction des différents coefficients par les relations :

$$T_1 = \alpha' \beta_1 \quad \text{et} \quad T_t = \alpha'' \beta_t$$

On pose :  $Z_1 = \rho_1 \omega / K_1 \cos \theta_1$  ;  $Z_t = \rho_1 \omega / K_t \cos \theta_t$  et  $Z = \rho \omega / K \cos \theta$

$$Q_2 = A \cos^2 2\theta_t Z_1 \quad \text{et} \quad Q_1 = B \sin^2 2\theta_t Z_t + Z$$

Lorsque l'on atteint l'angle limite du mode  $l$ , donc  $\theta_1 = \pi/2$ ,  $Z_1$  tend vers l'infini et le mode  $l$  ne se propage plus. De plus, on montrera que  $Z_1$  devient complexe au-delà de cet angle limite d'incidence et que dans ces conditions l'onde se propage sous forme d'onde de surface. On obtient les expressions des coefficients de transmission suivantes :

$$\text{pour } \theta < (\theta_{lim})_1 \quad T_t = \frac{4 \sin^2 2\theta_t Z Z_t}{Q^2} \quad B, T_1 = \frac{4 \cos^2 2\theta_t Z Z_1}{Q^2} A$$

$$\text{pour } \theta > (\theta_{lim})_1 \quad |T_t| = \frac{4 \sin^2 2\theta_t Z Z_t}{Q_1^2 + Q_2^2} \quad B \quad (\text{à noter que dans le cas de la propagation dans un plan isotrope } A = B = 1)$$

Expression de  $\eta_e$  ( $n = 1$  ou  $t$ )

$$\frac{K}{\omega} = \sqrt{2 \rho_1} \{ v \pm \sqrt{W} \}^{-1/2}, (\Omega)$$

$$1_1 = \cos \theta_n, 1_2 = \sin \theta_n : v = C_{33} 1_2^2 + C_{11} 1_1^2 + C_{44}$$

$$A = (C_{33} - C_{44}) 1_2^2 + (C_{44} - C_{11}) 1_1^2, B = C_{13} + C_{44}$$

$$W = (A^2 + 4 B^2 1_1^2 1_2^2)$$

$$\left. \begin{array}{l} C_{ij} + C_{ij} + i\omega \eta_{ij} \\ K + K - i\alpha \end{array} \right\} (\Omega) + (K - i\alpha)^2 (I) = 2 \rho \omega^2$$

$$v = \eta_{33} 1_2^2 + \eta_{11} 1_1^2 + \eta_{44}, a = (\eta_{33} - \eta_{44}) 1_2^2 + (\eta_{44} - \eta_{11}) 1_1^2$$

$$b = (\eta_{13} + \eta_{44})$$

$$I = v + i\omega v \pm \{ (A + i\omega a)^2 + 4 (B + i\omega b)^2 1_1^2 1_2^2 \}^{1/2}$$

$$I = v + i\omega v \pm \{ A^2 + 4 B^2 1_1^2 1_2^2 - \omega^2 a^2 - 4 \omega^2 b^2 1_1^2 1_2^2 + 2 i A \omega a + 3 i \omega B b 1_1^2 1_2^2 \}^{1/2}$$

$$\frac{\omega \eta_{ij}}{C_{kl}} \ll 1 \rightarrow I = v \pm \sqrt{W} + i \omega (v \pm \frac{A a + 4 B b 1_1^2 1_2^2}{\sqrt{W}})$$

En remplaçant W, A, B, a, b, v par leur expression, on obtient :

$$\eta_e = a_1 \eta_{11} + a_2 \eta_{33} + a_3 \eta_{44} + a_4 \eta_{13} \quad \text{en posant } G = \sqrt{W}$$

$$a_1 = \frac{1}{G} \{ (G \pm (C_{11} - C_{44})) 1_1^2 \pm (2 C_{44} - C_{11} - C_{33}) 1_1^2 1_2^2 \}$$

$$a_2 = \frac{1}{G} \{ (G \pm (C_{33} - C_{44})) 1_2^2 \pm (2 C_{44} - C_{11} - C_{33}) 1_1^2 1_2^2 \}$$

$$a_3 = \frac{1}{G} \{ (G \pm (C_{44} - C_{33})) 1_2^2 \pm (C_{44} - C_{11}) 1_1^2 \pm (2 C_{44} + 4 C_{13} + C_{11} + C_{33}) 1_1^2 1_2^2 \}$$

$$a_4 = \frac{4}{G} \{ \pm (C_{13} + C_{44}) 1_1^2 1_2^2 \}$$

LES INSTRUMENTS DE MESURES POUR ESSAIS DYNAMIQUES  
APPLICATION AU LABORATOIRE ET EN PRODUCTION

LES INSTRUMENTS DE MESURES POUR ESSAIS DYNAMIQUES  
APPLICATION AU LABORATOIRE ET EN PRODUCTION  
MESUREMENTS REALISES PAR SIMONIN INSTRUMENTS  
LABORATOIRE ET PRODUCTION APPLIQUES

A PARIS, 1968, 111, Avenue de la République, 75011 Paris

DEUXIEME JOURNEE

De fait, que la mesure de la réponse dynamique d'un système est fortement influencée par les caractéristiques du milieu de propagation du signal, il est évident que, pour les essais dynamiques, les instruments de mesure pour essais dynamiques sont conçus pour être utilisés dans les laboratoires de recherche et les entreprises industrielles.

### DEUXIEME JOURNEE

L'instrument de mesure de la réponse dynamique d'un système est sélectionné en fonction des résultats obtenus et des propriétés du signal à mesurer. Les instruments de mesure de la réponse dynamique sont conçus pour être utilisés dans les laboratoires de recherche et les entreprises industrielles.

Enfin, les instruments de mesure de la réponse dynamique sont conçus pour être utilisés dans les laboratoires de recherche et les entreprises industrielles.

ABSTRACT

The structure of the instrument of measurement of the dynamic behavior of the system is selected according to the results obtained and the properties of the signal to be measured.

**LES INSTRUMENTS DE MESURES POUR ESSAIS DYNAMIQUES  
APPLICATION AU LABORATOIRE ET EN PRODUCTION**

*MEASUREMENTS DEVICES FOR DYNAMICAL TESTING :  
LABORATORY AND PRODUCTION APPLICATIONS*

A. FRANCK, RHEOMETRICS GmbH, Lyoner Str. 44-48, D. 6000 Frankfurt 71

RESUME

Du fait que le comportement dynamique des polymères est fortement influencé par leur structure, aussi bien à l'état liquide que solide, les instruments de mesures pour essais dynamiques sont devenus indispensables dans les laboratoires de recherche. Les performances de l'instrument sont démontrées sur des échantillons sélectionnés. La corrélation des résultats obtenus avec les propriétés des fontes de polymères lors du processus de production ou bien avec les propriétés du produit fini, révèle l'importance de cette technique pour le contrôle de la production. Sur des échantillons contenant des fibres dans une matrice de résine époxyde, les possibilités de l'instrument dans la caractérisation des matériaux composites sont discutées.

Finalemment, un instrument opérant sous régime dynamique, récemment développé pour être intégré dans la chaîne de production est présenté. L'importance du comportement dynamique des fontes de polymères dans le processus de production en vue de la détermination et le contrôle de la viscosité et de l'élasticité est montrée pour le polypropylène.

ABSTRACT

The structure of polymers is responsible for their dynamic behavior in the solid as well as in the

liquid state - thus making dynamic instruments a necessity to all research laboratories.

The performance of the instruments will be demonstrated on selected samples. The correlation of results obtained with melt properties during processing or with end-use properties show the importance of the dynamic experiments in production and quality control. The use of dynamic testing for predicting the cure behaviour of thermosets and for characterizing composite materials will further be discussed.

A recently introduced dynamic rheometer, to be integrated in a process will be presented. The importance of dynamic tests to control the viscosity and the elasticity is shown for polypropylene melts.

#### 1) Introduction

Du fait que le comportement dynamique des polymères est fortement influencé par leur structure aussi bien à l'état liquide que solide, les instruments de mesures pour essais dynamiques sont devenus indispensables dans les laboratoires de recherche ainsi que dans la chaîne de production. Le but de cette communication est de donner un résumé général sur les différentes manières d'exécuter des essais dynamiques et les appareils utilisés, ainsi que de montrer l'application en pratique des résultats obtenus.

En imposant une déformation oscillatoire sinusoïdale à un matériau à analyser, celui-ci répond par une contrainte oscillatoire. Si le comportement du matériau est linéaire, c'est-à-dire s'il peut être décrit par des

équations différentielles linéaires dans le temps, il est complètement caractérisé par la différence de l'angle de phase et le rapport des amplitudes de la déformation et de la contrainte. Les résultats peuvent être représentés sous forme d'un module complexe  $G^*$  ou bien d'une viscosité complexe  $\eta^*$ . (1) Les grandeurs dérivées et utilisées ici sont le module en phase  $G'$  et le module hors de phase  $G''$ , ainsi que l'angle de perte  $\delta$  arc  $\tan G'' / G'$ . L'analyse de ces grandeurs en fonction de la fréquence, de la température et du temps, nous procure des indications sur la structure du matériau. C'est la connaissance de la structure qui est la donnée-clé pour la compréhension de la science et de la technologie de transformation des matériaux plastiques.

Pour faire l'analyse dynamique sur des fontes de polymères, les plateaux parallèles ou bien le cône-plan sont utilisés le plus souvent (Fig. 1).

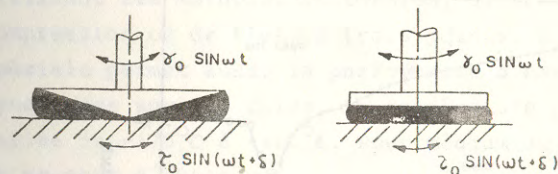


Fig. 1 Cône-plan et plateaux parallèles, principalement utilisés avec des fontes de polymères

Le désavantage des plateaux parallèles est le champ du gradient de cisaillement non-uniforme, l'avantage est son utilisation simple. Les essais dynamiques faits sur des solides sont des essais de traction, de compression, de torsion et de flexion à trois points (Fig. 2).



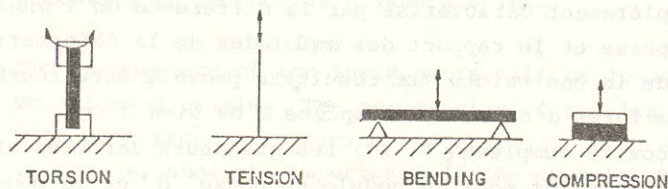


Fig. 2 Essais de torsion, de traction, de flexion à trois points et de compression, principalement appliqués sur des solides

L'utilisation des différentes géométries permet de caractériser un polymère dans un domaine de températures beaucoup plus vaste. Dans le cas du polypropylène (Fig. 3), le comportement dynamique a été mesuré en torsion à des températures en-dessous du point de fusion. Des plateaux parallèles ont été utilisés pour faire des mesures à l'état de fonte. Les résultats obtenus autour du point de fusion par les deux méthodes sont superposables

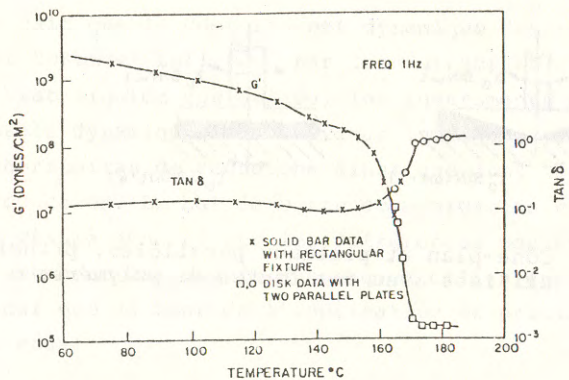


Fig. 3  $G'$  et la  $\tan \delta$  d'un polypropylène en fonction de la température, déterminés en torsion sur le solide et avec des plateaux parallèles en état de fonte

pour des fluides viscoélastiques à basse viscosité ou bien pour des suspensions ou des dispersions, l'utilisation de cylindres coaxiaux est préférable. Ce système permet d'obtenir des vitesses de cisaillement élevées. Dans le cas des suspensions, la fente entre les deux cylindres peut être adaptée à la grandeur des particules.

## 2) Instruments de laboratoire pour essais dynamiques

Les instruments utilisés pour obtenir les résultats cités dans le chapitre suivant sont: le rhéomètre dynamique RDS-7700, le rhéomètre dynamique à moteur linéaire RDS-LA et le rhéomètre pour fluides RFR de la compagnie RHEOMETRICS, Inc., Piscataway, USA (2). Le spectromètre dynamique RDS est un instrument très polyvalent. Il permet de faire des expériences sur des fontes de polymères utilisant les plateaux parallèles ou bien le cône-plan et sur des solides utilisant les méthodes de la torsion, de traction - compression ou de flexion trois points. Une fixation spéciale permet aussi la performance d'essais dynamiques sur des films. La température peut être variée de  $-170^{\circ}\text{C}$  à  $+400^{\circ}\text{C}$ . Pour médium de chauffage on se sert d'azote pur.

Le spectromètre dynamique à moteur linéaire a été spécialement développé pour tester des solides, des films ou des mousses plastiques dans les modes traction - compression, tension ou bien flexion trois points. Le rhéomètre des fluides RFR, avec ses capteurs de couples très sensibles, est destiné à faire des analyses dynamiques sur des solutions de polymères concentrées et diluées, des suspensions, des dispersions et des émulsions en utilisant des cylindres coaxiaux, des plateaux parallèles ou le cône-plan.

### 3) Application pratique des résultats de l'analyse dynamique

L'analyse dynamique est importante pour la caractérisation des thermoplastes, matériaux composites, dispersions, aliments et fait l'objet de nombreuses études de cas dont quelques-unes sont citées ci-après.

- Dans la figure 4 la viscosité complexe  $\eta^*$  et le module

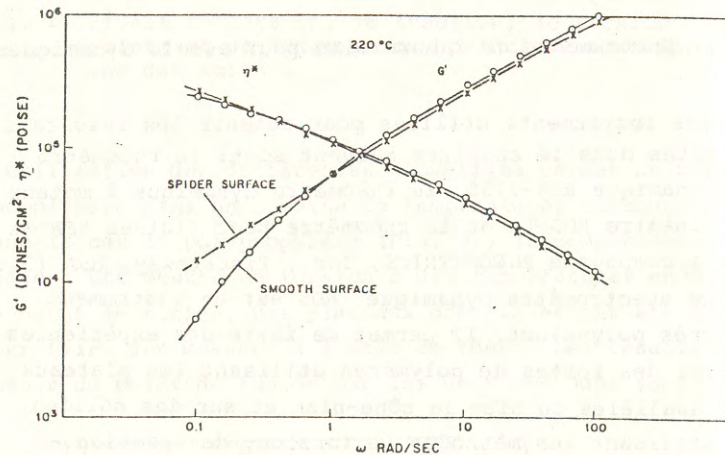


Fig. 4 Comportement dynamique de deux polyéthylènes linéaires montrant des propriétés de transformation différentes

réel  $G'$  sont montrées pour deux polyéthylènes linéaires (HDPE) en fonction de la fréquence angulaire. Les propriétés de transformation des deux HDPE sont différentes lors de l'extrusion de tubes. Quant à la viscosité complexe, la différence n'est pas significative. Appliquant la relation de Cox-Merz, il en suit que la différence de la viscosité  $\eta(\dot{\gamma})$  des deux matériaux est trop petite pour montrer des différences sur un rhéomètre capillaire. Par contre, en analysant le module  $G'$ , des différences significatives ont été trouvées à des fréquences basses. Le polyéthylène, dont le comportement soulève des problèmes au cours de la fabrication (surface irrégulière du tube), montre un module  $G'$  plus haut à basses fréquences. Il en suit que la distribution des masses moléculaires est plus large

pour ce polyéthylène linéaire. C'est donc la distribution des masses moléculaires, influençant les mécanismes lents, qui est responsable de la surface irrégulière du tube. Lors de l'extrusion des matières plastiques, ce sont ces mécanismes lents qui gouvernent la formation du tube à la sortie de la filière. Cette conclusion peut être généralisée pour beaucoup de processus de transformation. Ainsi, lors du moulage à injection, c'est la relaxation du polymère pendant le refroidissement, un mécanisme lent, qui est responsable de la qualité du produit fini et non les déformations rapides intervenant au cours de l'injection.

- Au cours du processus de moulage par soufflage la viscosité ainsi que l'élasticité de la fonte sont très importantes. L'élasticité procure le gonflement nécessaire du paraison. Une viscosité élevée empêche le paraison d'écouler sous son propre poids. Le mélange hétérogène d'un polyamide et d'un polyéthylène-teraphthalate (PET) permet d'obtenir un matériel ayant des propriétés de transformation optimales, que les polymères homogènes ne possèdent pas (Fig. 5).

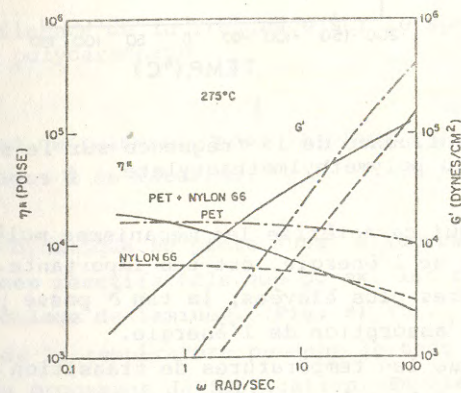


Fig. 5 Effet de mélanger du PET sur le comportement dynamique du Nylon 66

Une viscosité haute à des taux de déformation élevés assurent un débit et un rendement maximaux. Un module  $G'$  élevé à des fréquences basses, responsable des mécanismes à la sortie de la filière, assure le gonflement nécessaire du paraison.

- L'analyse dynamique en fonction de la température révèle un spectre mécanique montrant les différents domaines de transition. A basse température, p. ex. le PMMA est vitreux (Fig. 6).

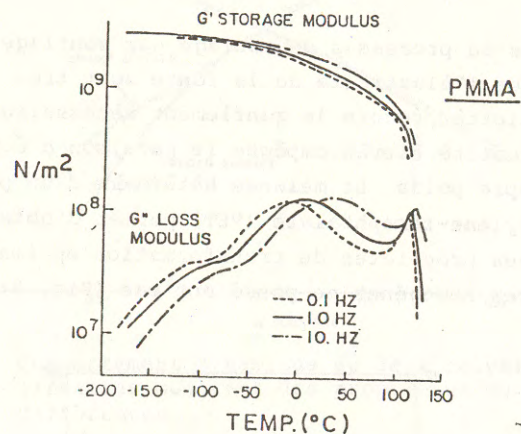


Fig. 6 Influence de la fréquence sur le spectre mécanique du polyméthylméthacrylate

La  $\tan \delta$  qui caractérise les mécanismes moléculaires absorbant de l'énergie, est peu importante. A des températures plus élevées, la  $\tan \delta$  passe par un maximum d'absorption de l'énergie.

Du fait que les températures de transition sont très sensibles à la fréquence d'excitation, l'analyse dynamique en fonction de la fréquence révèle des informations importantes pour la compréhension des propriétés de résistance au choc du matériau (3). Pour le PMMA l'absorption de l'énergie à température ambiante

(25°C) est plus importante pour des sollicitations rapides (haute fréquence) que pour des sollicitations lentes (4). Dans le cas du polycarbonate, au contraire, les températures de transition ne sont pas du tout sensibles à la fréquence (Fig. 7),

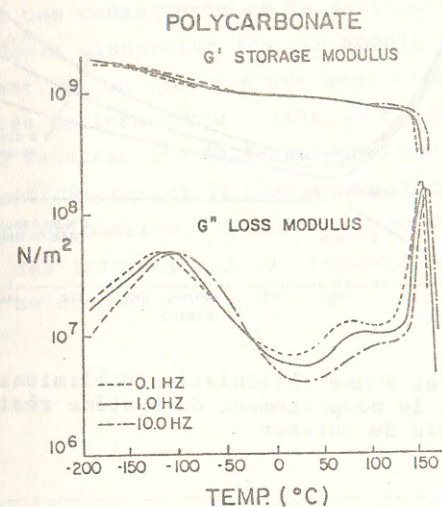


Fig. 7 Influence de la fréquence sur le spectre mécanique du polycarbonate

ce qui rend certainement, pour la plupart des applications des avantages à ce matériau.

- L'analyse dynamique se prête aussi à suivre la viscosité des systèmes réactifs tels que p. ex. les résines époxydes, lors du moulage de laminés. (Fig. 8) (5). Le cours de la température pendant le test peut être adapté à celui du processus de fabrication. En élevant la température, la viscosité diminue. La réaction de réticulation commence lentement à température élevée pour en entraînant l'augmentation

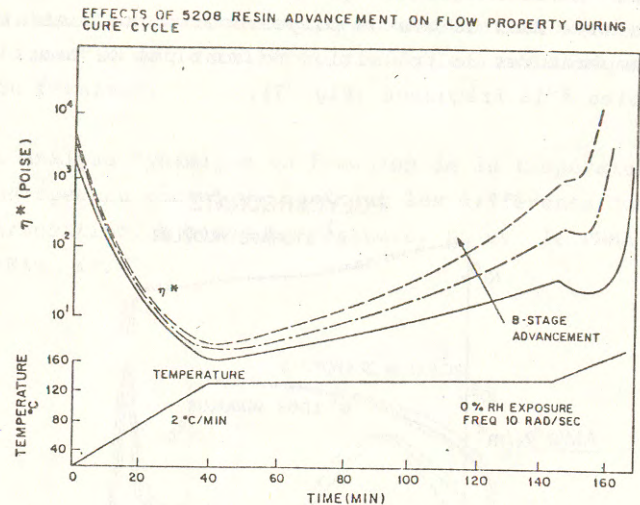


Fig. 8 Effet d'une réticulation préliminaire de la résine sur le comportement du système résine-fibre lors du cycle de cuisson

de la viscosité. Le minimum de la viscosité est un facteur très important. En effet, si cette viscosité est trop basse, la résine peut sortir du moule, ce qui peut entraîner une séparation de la résine et des fibres. La simulation de processus de fabrication permet aussi de déterminer la durée d'attente et la température avant la mise sous pression du système résine-fibres dans le moule. La figure 8 montre l'effet d'une réaction de réticulation préliminaire de la résine sur le comportement du système résine-fibre lors du processus de fabrication des laminés. Le minimum de la viscosité augmente et le temps, nécessaire avant de mettre sous pression le système composite, diminue avec l'évolution de la réaction de réticulation préliminaire.

- Les dispersions ou suspensions stabilisées se comportent comme un gel réticulé si les déformations appliquées sont très petites. Le module réel  $G'$  est généralement beaucoup plus élevé que le module imaginaire  $G''$ , à une fréquence déterminée. Le comportement de tels systèmes est dû aux forces interparticulaires. Si les déformations appliquées deviennent plus grandes, le module  $G'$  diminue. Cette diminution est une conséquence de la destruction de la structure de la dispersion (6). Le module  $G''$  reste souvent constant. Si on applique des amplitudes de déformation très petites (zone C dans la figure 9) après destruction de la structure de la suspension, on peut aisément déterminer le temps de reformation de la structure en observant l'augmentation de  $G'$ , livrant ainsi des informations sur le comportement thixotropique de dispersion.

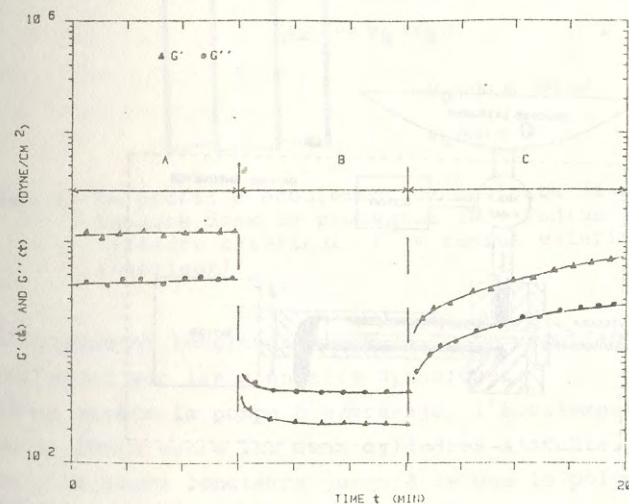


Fig. 9 Influence de l'amplitude de la déformation dans la caractérisation des polymères chargés et des suspensions (amplitude de déformation zone A :  $\gamma = 0.2$ , zone B :  $p = 0.01$ , zone C :  $\gamma = 0.2$ )

Les études de cas citées illustrent les usages pratiques variés des instruments à essais dynamiques. Il en suit que les essais dynamiques sont des expériences de base en vue de la caractérisation d'une grande variété de matériaux pour des applications multiples.

- 4) Instrument à essais dynamiques intégré dans la chaîne de production - description de l'appareil et application pour le polypropylène

L' uniformité des résines polymères est importante pour le fabricant aussi bien que pour le transformateur de thermoplastes. Pour contrôler cette uniformité, Rheometrics, Inc. a modifié son instrument à essais dynamiques en vue de son intégration dans la chaîne de production ou le processus de transformation des matières plastiques. Cet instrument est un rhéomètre à cylindres coaxiaux alimenté par une coupe latérale (Fig. 10) (7).

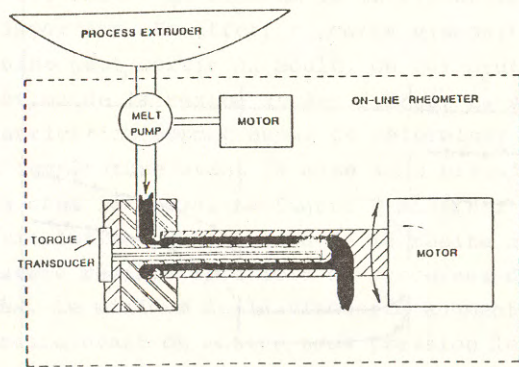


Fig. 10 Représentation graphique de rhéomètre intégré dans le processus

Une pompe à engrenage assure l' uniformité de l' écoulement à travers l' instrument. La résine entre dans l' instrument, coule le long des deux cylindres et ressort de l' autre côté. Les cylindres sont construits de sorte à éviter toutes zones mortes. La fonte subit une déformation oscillatoire induite par les mouvements du cylindre extérieur. Les couples générés sont captés par le cylindre intérieur qui agit comme ressort. La déformation du cylindre, proportionnelle au couple, est transmise vers l' extérieur et mesurée à l' aide d' un capteur de couples. L' instrument est muni d' un ordinateur pour le contrôle du fonctionnement de l' instrument, de l' acquisition des données mesurées et de la réduction des résultats. Il reste à noter que la déformation oscillatoire est appliquée dans le plan orthogonal à la direction de l' écoulement de la fonte à travers l' instrument (Fig. 11).

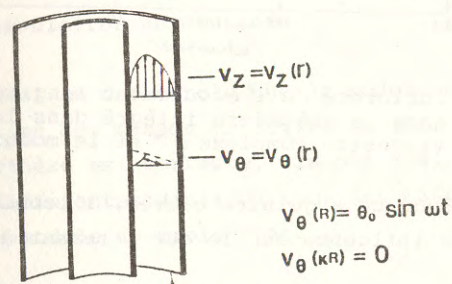


Fig. 11 Le profil d'écoulement de la fonte dans le rhéomètre intégré dans le processus ( $R$  = radius intérieur du cylindre extérieur,  $K^R$  = radius extérieur du cylindre intérieur)

L'écoulement longitudinal de la fonte cependant a bien une influence sur les grandeurs dynamiques. Si on arrête la pompe à engrenage, l'écoulement longitudinal de la fonte entre les deux cylindres s'arrête. Si on attend en plus assez longtemps jusqu'à ce que le polymère ne se rappelle plus de son histoire de déformation, les résultats dynamiques

obtenus sont les mêmes que ceux qu'on obtient sur un instrument de laboratoire. Si on fait les essais dynamiques pendant que la fonte coule à travers l'instrument, la viscosité complexe et le module  $G'$  diminuent à basse fréquence angulaire (Fig. 12).

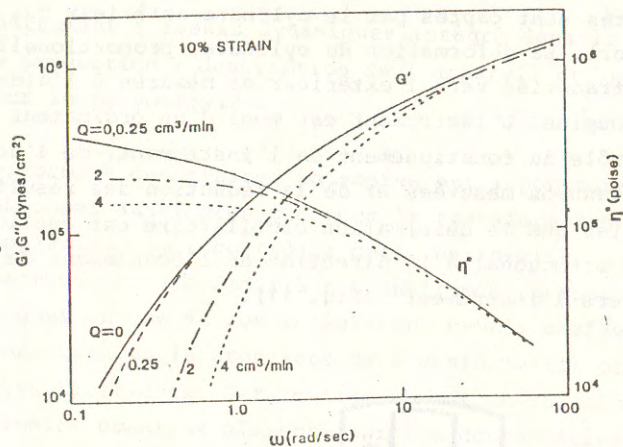


Fig. 12 Influence de l'écoulement longitudinal de la fonte dans le rhéomètre intégré dans le processus sur la viscosité complexe  $\eta^*$  et le module conservatif  $G'$ .

A une fréquence angulaire élevée, l'écoulement de la résine n'a pas d'influence sur le comportement dynamique.

Une application importante du rhéomètre dynamique intégré en chaîne est le contrôle de la masse moléculaire et de la distribution des masses moléculaires sur une fonte de polypropylène. Dans la figure 13,  $G'$  et  $G''$  sont représentés en fonction d'une fréquence angulaire réduite avec la viscosité limite. Pour les deux polypropylènes, les masses moléculaires et les distributions des masses moléculaires sont différentes. Dans la représentation réduite, le point de croisement  $G'$  et  $G''$  apparaît à la même fréquence pour les deux échantillons. Il en suit que la fréquence de croisement est proportionnelle à la viscosité limite et par conséquent aussi

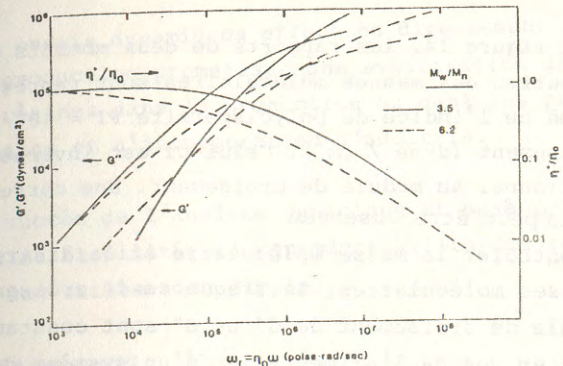


Fig. 13 Influence de la distribution des masses moléculaires sur le module de croisement.

à la masse moléculaire  $\bar{M}_w$ . Les modules des points de croisement des deux polypropylènes sont bien différents. Dans le graphique (Fig. 13) le module de croisement diminue avec une distribution des masses moléculaires augmentante.

Zeichner et Patel en ont conclu que le module peut être relié à la distribution des masses moléculaires (8). Pour prouver que cette hypothèse est correcte, ils ont analysé des polypropylènes à différentes distributions des masses moléculaires en fonction du module de croisement.

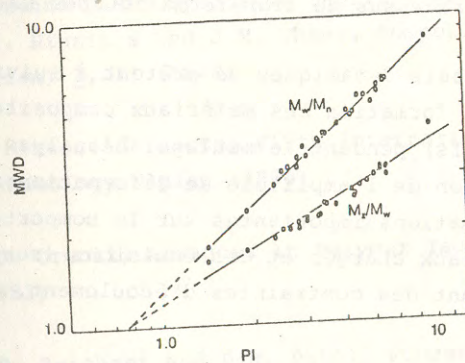


Fig. 14 Correlation entre l'indice de polydispersité ( $PI = 10^6$  dyne/cm<sup>3</sup> / module de croisement) et deux expressions caractérisant la distribution des masses moléculaires.

Dans la figure 14, les rapports de deux moments de la distribution des masses moléculaires sont représentés en fonction de l'indice de polydispersité  $PI = 10^6$  / module de croisement ( $\text{dyne} / \text{cm}^2$ ). Celui-ci est inversement proportionnel au module de croisement. Une corrélation parfaite peut être observée.

Pour contrôler la masse moléculaire et la distribution des masses moléculaires, la fréquence de croisement et le module de croisement de  $G'$  et  $G''$  sont constamment mesurés en vue de l'alimentation d'un système de réglage à contre-réaction.

### 5) Conclusion

Les essais dynamiques sont importantes pour caractériser les polymères soit à l'état solide en donnant des informations

- sur le comportement de résistance au choc du matériau,
- sur la structure du polymère solide.

soit à l'état liquide (fonte) en donnant des informations

- sur la structure moléculaire représentée par les grandeurs: masse moléculaire, distribution des masses moléculaires, branchement. Ce sont ces paramètres de structure qui ont une influence importante dans le processus de transformation des matières plastiques.

Les essais dynamiques se prêtent à suivre l'évolution de la formation des matériaux composites (systèmes récatifs) pendant le moulage. L'analyse dynamique en fonction de l'amplitude de déformation révèle des informations importantes sur le comportement des matériaux chargés et des émulsions (suspensions) montrant des contraintes d'écoulement.

Les essais dynamiques effectués directement à la chaîne de production promettant une amélioration de l'uniformité de résines dans la production ou dans les processus de mélange et d'incorporation d'additifs.

Le succès de l'analyse dynamique et basé principalement sur sa fiabilité, la reproductibilité des résultats et son utilisation simple.

### Bibliographie

1. J.D. Ferry, "Viscoelastic properties of polymers", 3rd Edition, Wiley, New York, 1980
2. C.W. Macosko and J.M. Starita, Abstracts, 29th Pittsburgh Conference, Cleveland (Feb. 1978)
3. B. Carrol and J. Collester, Abstracts, 35th annual technical conference of reinforced plastics 16-A, 1 (198
4. P.K.W. Herh, R.D. Orwoll and C.W. Macosko, Abstracts, Conference of American Society of Rheology, Knoxville (October 1983)
5. M.G. Maximovich and R.M. Galeos, Abstracts, 28th National SAMPE Symposium (April 1983)  
R.J. Hinrichs and J.M. Thuen, Composites technology review, 2, 11 (1980)
6. J. Mewis, Abstracts, VIIth International Congress of Rheology Naples (1980)
7. R.D. Orwoll, Advances in Polymer Technology, 3, 1, 24 (1983)
8. G.R. Zeichner and P.D. Patel, Proceedings of 2nd World Congress of Chem. Eng., 6, 333, Montreal, 1981.

## PRESENTATION D'UN NOUVEAU TYPE DE RHEOMETRE : LE RHEOMETRE A BILLE

A NEW TYPE OF RHEOMETER : THE BALL RHEOMETER

B. GAUTHIER MANUEL - Laboratoire d'Hydrodynamique et de Mécanique physique  
ESPCI PARIS

### RESUME

Nous nous proposons de décrire un nouveau type de rhéomètre utilisant l'écoulement autour d'une sphère. Cet appareil repose sur le principe suivant :

Une sphère aimantée est placée au sein du fluide à étudier et maintenue en position d'équilibre stable au moyen d'un champ magnétique asservi.

Il est possible - soit de déplacer le fluide par rapport à la sphère maintenue fixe dans l'espace et de mesurer ainsi par exemple la viscosité d'un liquide par l'intermédiaire de la force de Stokes lors du mouvement.

- soit d'imposer à la sphère de petites perturbations autour de sa position d'équilibre (par exemple sinusoïdales) et de mesurer son déplacement par une méthode optique, ce qui par exemple nous permet l'étude d'un milieu viscoélastique en fonction de la fréquence

### ABSTRACT

A new rheometer capable of measuring local viscosity as well as elasticity of translucent mediums is described.

This apparatus uses a magnetic sphere maintained in levitation by a magnetic field. The measurement of the reaction force exerted on the sphere when a straining field is induced around the sphere allows us to measure the viscosity of the medium. The measure of the motion of the sphere submitted to a sinusoidal force in an horizontal plane allows us to characterize the viscoelastic properties of the fluid.

### 1. INTRODUCTION

Il existe actuellement une grande variété de viscosimètres qui utilisent généralement le principe suivant : on mesure la contrainte exercée sur une surface maintenue immobile tandis qu'une surface voisine est en mouvement. Différents modes de mouvement peuvent être utilisés selon le milieu étudié. Par exemple, un mouvement à vitesse constante peut être utilisé pour mesurer la viscosité statique d'un liquide et un déplacement d'amplitude fixée pour mesurer l'élasticité d'un solide. La viscoélasticité pourra être suivie par un déplacement sinusoïdal à fréquence déterminée.

La surface de ces dispositifs en contact avec l'échantillon étudié est toujours très grande devant l'épaisseur de l'échantillon et ces appareils donnent une information intégrée sur toute cette surface. De plus, les conditions à la surface libre de l'échantillon en contact avec le milieu extérieur sont souvent mal définies et très critiques vis à vis de la qualité de la



mesure (il faudra par exemple éviter qu'une solution visqueuse ne se déshydrate au contact de l'air ambiant)

Des mesures locales peuvent être nécessaires si les propriétés rhéologiques du milieu étudié varient rapidement en fonction de paramètres extérieurs comme par exemple dans le cas de la transition sol-gel.

Dans le but de surmonter cette difficulté, on peut essayer de mesurer la vitesse de chute libre d'une sphère tombant librement dans un tube contenant le fluide. Cette méthode mesure la viscosité du système au voisinage de la sphère.

Cette classe de viscosimètres nécessite l'utilisation de sphères de différents diamètres afin d'équilibrer la force de Stokes et la gravité.

Ces viscosimètres sont limités aux milieux visqueux ou viscoélastiques et ne sont pas adaptés à des mesures rapides et répétitives.

Développant un programme sur la transition sol-gel [1], [2] dans les gels chimiques, nous avons été conduits à développer un dispositif original basé sur le principe de la chute d'une sphère se prêtant à une automatisation complète mais ne souffrant pas des limitations de l'appareil précédent.

Après une description de principe de l'appareil, nous nous intéresserons à la mesure des paramètres rhéologiques statiques puis dynamiques, puis nous signalerons son application possible à d'autres problèmes rencontrés en physique.

## 2. DESCRIPTION DE L'APPAREIL

### 2.1 Principe

Le diagramme général du dispositif est représenté sur la figure 1. Une sphère aimantée M est maintenue à une position fixe dans l'espace par l'action d'un champ magnétique inhomogène produit par la bobine C et asservi par un système que nous expliciterons dans le paragraphe suivant. La sphère de diamètre 0,8 mm est placée à l'intérieur d'un tube à essai T (diamètre intérieur 10 mm) contenant l'échantillon à étudier.

Quand le tube est au repos, la force magnétique  $F_M$  s'exerçant sur la sphère compense exactement la force de gravitation effective  $F_G$ . Le tube T est fixé à la partie mobile d'une platine microcontrôle et peut être translaté à vitesse constante V dans la direction verticale Z. Le déplacement du tube T est assuré par un moteur synchrone couplé à une boîte à vitesse qui nous permet une vitesse de déplacement comprise entre 0,7 mm/sec et 0,7  $\mu$ m/sec. La position réelle du tube est mesurée par un capteur de déplacement (cf. IFELEC 250) avec une précision de 1  $\mu$ m. Le contrôle du déplacement et la mesure de la contrainte résultant sur la sphère nous permettent de travailler à déplacement imposé.

La sphère étant maintenue fixe dans un plan horizontal de l'espace, on peut créer une petite perturbation du champ magnétique à l'aide de deux bobines d'axe horizontal C<sub>1</sub> et C<sub>2</sub> montées de telle sorte qu'elles créent au point M un gradient de champ spatialement constant ce qui exerce une contrainte sur la sphère. Le mouvement résultant est suivi de manière optique à l'aide de photodiodes, ce qui nous permet aussi de travailler aussi à contrainte imposée.

Le tube à essai T est placé lui même dans un tube en verre. De l'eau en provenance d'un bain thermostaté circule entre les deux tubes et nous permet une régulation thermique entre 10°C et 70°C avec une précision de 0,1°C.

### 2.2 Le champ magnétique de lévitation

Le champ magnétique inhomogène produit par la bobine C a une symétrie cylindrique par rapport à l'axe vertical Z. On peut donc écrire  $F_M = F_M(r, Z)$  où (r, Z), sont les coordonnées cylindriques.

Le centre de la bobine C est à l'origine O. La lévitation est possible à deux conditions :

1°) la force magnétique compense exactement la gravité et les autres forces s'exerçant sur la sphère,

2°) l'équilibre doit être stable : toute fluctuation ( $\Delta r$ ,  $\Delta Z$ ) de la position de la sphère par rapport à la position d'équilibre doit entraîner

une force de rappel supplémentaire.

La première condition peut être satisfaite à condition que le gradient vertical du champ magnétique et l'aimantation de la sphère soient suffisamment grands.

La seconde condition est directement reliée à la géométrie du champ magnétique. En première approximation, le champ produit par la bobine peut être considéré comme produit par une boucle de courant. Pour une position de la sphère proche de l'axe Z, l'équation de Maxwell ( $\text{div } B = 0$ ) montre que les gradients dans les directions radiales et verticales sont de signe opposé ; c'est-à-dire qu'il est impossible d'avoir en même temps un équilibre qui soit à la fois verticalement et radialement stable.

Pour des raisons pratiques nous avons choisi de placer la sphère dans sa position d'équilibre radialement stable et de corriger le défaut de stabilité de l'équilibre vertical par un asservissement.

Pour ce faire, une lentille L forme une image agrandie 10 fois de la sphère, éclairée par la source S, sur une photodiode à quatre quadrants P.D. La photodiode est montée de telle sorte qu'elle soit équivalente à deux photodiodes séparant l'image en sa partie supérieure et inférieure. La différence d'intensité lumineuse perçue est envoyée dans un amplificateur P.I.D. Le signal résultant pilote le courant dans la bobine C par l'intermédiaire d'un amplificateur de puissance.

Le principe de l'asservissement est d'ajuster l'intensité du courant dans la bobine en fonction de la position réelle de la sphère. Cette fonction est assurée par la partie proportionnelle de l'amplificateur P.I.D., mais qui n'est pas suffisante pour avoir la stabilité recherchée. Supposons que, à un instant donné, la sphère se trouve légèrement en dessous de sa position d'équilibre. Immédiatement, l'amplificateur proportionnel augmente l'intensité du courant dans la bobine, mais, du fait de la constante de temps de la bobine, le champ magnétique est toujours inférieur au champ magnétique requis par la position réelle de la sphère donc la sphère s'éloigne de sa position d'équilibre.

Cette constante de temps est équilibrée par la partie différentielle de l'amplificateur sensible à la vitesse de déplacement de la sphère. Considérons un milieu visqueux, de viscosité  $\eta$ , la force de Stokes résultant du mouvement de la sphère est de même nature que le terme différentiel, donc le terme différentiel devra être important pour les liquides de basse viscosité.

L'effet du terme proportionnel est de créer une erreur sur la position de la sphère : la position réelle de la sphère sera quelque peu différente de la position désirée. Cette erreur doit être annulée par un amplificateur intégrateur. Considérons un milieu d'élasticité E : la force résultant du déplacement de la sphère est de même nature que le terme proportionnel. Donc, la partie intégrateur de notre amplificateur devra être d'autant plus grande que le milieu a une élasticité importante.

Nous voyons que les différentes valeurs des paramètres de la boucle d'asservissement dépendent de la nature du milieu. Dans tous les cas, nous sommes capables de diminuer la constante de temps de l'asservissement jusqu'à 10 msec.

### 2.3 Le champ perturbateur

Il est produit par deux bobines d'axe horizontal C<sub>1</sub> et C<sub>2</sub>, bobines en opposition de telle façon que le champ produit au centre M soit nul mais que le gradient spatial soit constant.

Considérons le champ magnétique  $B_M$  produit par deux boucles de courant de rayon A à un point M, à la distance x du point milieu des deux boucles.

$$B_M(x) = f(d+x) - f(d-x)$$

où f(x) est le champ produit par une boucle de courant de rayon A à la distance X de son centre

$$f(x) = \mu_0 A^2 / (A^2 + x^2)^{3/2}$$

un déplacement limité de l'équation (1) au voisinage de  $x = 0$  donne

$$B_M(x) = 2x f'(d) + x^3/3 f'''(d) + O(x^5)$$

avec  $f'''(d) = (20d^3 - 15 dA^2)$

Afin d'obtenir une valeur constante du gradient de champ magnétique autour de 0, on doit avoir

$$f'''(d) = 0 \quad 2d = A \sqrt{3}$$

ce qui nous donne la position des bobines par rapport à la position d'équilibre de la sphère pour réaliser au mieux un gradient constant.

L'amplitude du courant dans les bobines perturbatrices est de l'ordre de 1% de l'amplitude du courant nécessaire à la lévitation (100 mA) ce qui nous perturbe le champ principal du centième de sa valeur.

### 2.4 Mesure du déplacement horizontal de la sphère

La photodiode à quatre quadrants P.D. déjà utilisée pour asservir l'équilibre vertical est aussi utilisée pour mesurer le déplacement horizontal de la sphère. Pour ce faire, un montage électronique divise cette fois l'image en deux parties, une droite et une gauche. La différence d'intensité lumineuse  $I'$  vue est alors proportionnelle à la différence des surfaces éclairées entre les deux moitiés verticales de la photodiode.

$$I' = 2a^2 (\text{Arc Sin } y/a + y/a \sqrt{1-y/a})$$

où  $a$  est le rayon de la sphère,  $y$  l'amplitude du déplacement du centre de la sphère par rapport au milieu du détecteur ; d'où en développant :

$$I' = 2a^2 [2y/a - (1/3)(y/a)^3]$$

La linéarité de la mesure du déplacement est meilleure que 0,7 % pour toute valeur de  $y/a$  inférieure à 0,2.

Pratiquement, nous mesurons avec une linéarité de 1% tout déplacement jusqu'à 1mm d'une sphère de 0,5 mm de rayon.

La sensibilité du détecteur dépend de l'intensité de la somme  $S$  et est égale à  $1 \mu V/\mu m$  avec une lampe à incandescence de 15 watts. L'amplitude du déplacement n'est donc pas limitée par la sensibilité du détecteur mais par la rugosité de la surface de la sphère ( $\Delta a = \pm 1 \mu m$ ). Pratiquement, on se limitera à des déplacements compris entre 10  $\mu m$  et 100  $\mu m$ .

### 3. MESURES A DEPLACEMENT IMPOSE

#### 3.1 Cas d'un fluide visqueux

Lors du déplacement du tube porte échantillon à vitesse constante, on enregistre la variation de la force magnétique  $F^m$  nécessaire à la lévitation de la sphère. Cette variation est provoquée par la friction du liquide sur la sphère lors du mouvement, elle est d'après la formule de Stokes, proportionnelle à la viscosité  $\eta$  du milieu et à la vitesse de déplacement  $V$ . Le coefficient de proportionnalité prend en compte les effets de parois dus à la géométrie de la cellule et les conditions aux limites d'adhérence ou de glissement du fluide à la surface de la sphère

$$F^m = f^m - F_0^m = k \cdot \eta \cdot V$$

La figure 2 donne l'allure du signal mesuré lors du déplacement  $Z = Z_2 - Z_1$  du tube à vitesse constante entre les instants  $T_1$  et  $T_2$ .

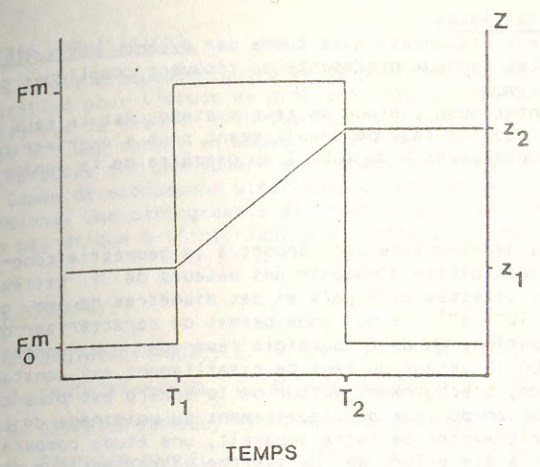


Figure 2

Un étalonnage préalable avec une huile silicone de viscosité connue, permet de s'affranchir de la valeur de la constante  $k$ . Le très faible niveau de bruit et la grande stabilité du signal nous permettent de mesurer la viscosité avec une précision de 3% pour un temps de mesure de 1,6 s.

#### 3.2 Cas d'un milieu purement élastique

Soulignons tout d'abord le fait que le milieu doit être synthétisé autour de la sphère à partir d'une solution visqueuse soit par réaction chimique soit par changement de température.

L'analogie entre les équations de Navier Stokes et Lamé conduit à la proportionnalité de la variation de la force magnétique  $F^m$  au module élastique de l'échantillon  $E$  et à l'amplitude  $Z = Z_2 - Z_1$  du déplacement du tube  $T$ .

$$\Delta F^m = F^m - F_0^m = k \cdot E \cdot Z$$

la constante  $k$  étant la même que celle définie précédemment.

La figure 3 donne l'allure du signal mesuré lors du déplacement du tube  $T$  de la quantité  $Z = Z_2 - Z_1$ .

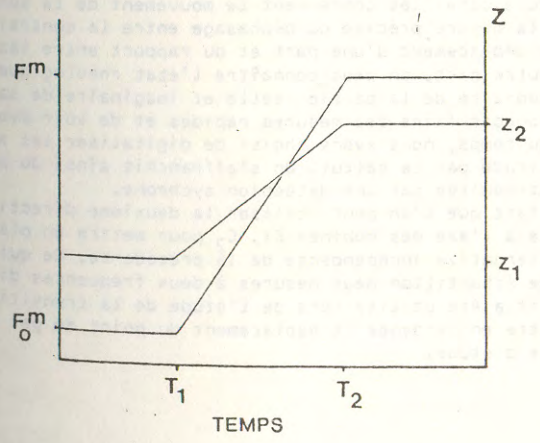


Figure 3

### 3.3 Cas des milieux viscoélastiques

Dans le cas des milieux viscoélastiques comme par exemple des solutions semi-diluées de polymère, les signaux précédents se trouvent compliqués par la présence de constantes de temps.

Un paramètre fondamental pour l'étude de tels systèmes est le taux de cisaillement  $\dot{\gamma}$ . Dans notre cas, le taux de cisaillement peut s'exprimer comme le rapport de la vitesse de déplacement  $V$  du tube  $T$  au diamètre de la sphère

$$\dot{\gamma} = V/a$$

Le grand intérêt de ce type de rhéomètre par rapport à la géométrie cône-plan ou cylindres coaxiaux est la possibilité d'obtenir des valeurs de  $\dot{\gamma}$  extrêmement faibles. En effet, pour des vitesses de  $1 \mu\text{m/s}$  et des diamètres de  $1\text{mm}$ , on obtient un taux de cisaillement de  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  ce qui nous permet de caractériser des milieux à très grand temps de relaxation. On doit toutefois remarquer que, contrairement à la géométrie cône-plan, où la valeur du taux de cisaillement est constante à l'intérieur de l'échantillon, l'écoulement autour de la sphère est plus compliqué et se traduit par une variation du taux de cisaillement au voisinage de la sphère.

Afin de juger les performances de notre appareil, une étude comparative avec un viscosimètre "low shear" a été effectuée. Le système viscoélastique choisi a été une solution de Xanthane à  $14.5 \text{ g/L}$ .

La figure 4 représente les résultats obtenus par ces deux appareils en fonction du  $\dot{\gamma}$ .

On peut remarquer que la valeur du taux de cisaillement pour laquelle se produit la décroissance de la viscosité ne dépend pas de l'appareil utilisé. D'autre part, on peut apprécier la qualité des résultats à bas taux de cisaillement du rhéomètre à bille.

### 4. MESURE A CONTRAINTE IMPOSEE

Elle s'effectue en imposant un courant dans les bobines de perturbation  $C_1$  et  $C_2$  et en mesurant le déplacement horizontal de la sphère comme décrit précédemment. La forme du courant peut être très variée mais un cas intéressant est le régime sinusoïdal que nous allons examiner plus particulièrement. La gamme de fréquence disponible est limitée du côté haute fréquence par la réponse de l'asservissement principal et la puissance des bobines a une valeur de  $20 \text{ Hz}$  côté basse fréquence. Seules la patience de l'expérimentateur et les vibrations mécaniques de très basse fréquence constituent une limite. Pratiquement des expériences ont été réalisées jusqu'à des fréquences de  $0.02 \text{ Hz}$ .

On trouvera des calculs détaillés concernant le mouvement de la sphère dans la référence /4/. De la mesure précise du déphasage entre la contrainte imposée à la sphère et son déplacement d'une part et du rapport entre les amplitudes des deux signaux d'autre part, on peut connaître l'état rhéologique du fluide étudié par l'intermédiaire de la partie réelle et imaginaire de sa viscosité complexe. Afin de pouvoir faire des mesures rapides et de voir évoluer des systèmes en fonction du temps, nous avons choisi de digitaliser les signaux et d'obtenir phase et amplitude par le calcul. On s'affranchit ainsi du problème des constantes de temps introduites par une détection synchrone.

On peut signaler le fait que l'on peut utiliser la deuxième direction du plan horizontal orthogonale à l'axe des bobines  $C_1, C_2$  pour mettre en place une deuxième voie de mesure alternative indépendante de la précédente. Ce qui nous permet de faire sur un même échantillon deux mesures à deux fréquences différentes en même temps. Ce dispositif a été utilisé lors de l'étude de la transition sol-gel ( 2 ) afin de mettre en évidence le déplacement du point de gel apparent en fonction de la fréquence d'étude.

### 5. AUTRES APPLICATIONS

Le fait de pouvoir contrôler la position de la sphère dans l'espace peut être utilisé pour l'étude de problèmes hydrodynamiques. Par exemple, il nous a été possible de mesurer l'influence d'une paroi sur la force hydrodynamique exercée sur une sphère en mouvement /5/ ou bien de l'excentricité, sur la résistance éprouvée par une sphère en translation dans un tube /6/.

Comme développement ultérieur, on peut citer l'étude expérimentale des suspensions. Une cartographie de l'espace pourrait être réalisée en déplaçant la sphère magnétique à l'intérieur d'un réseau tridimensionnel de sphères fixes..

### 6. BIBLIOGRAPHIE

- 1/1/ B. GAUTHIER-MANUEL, E. GUYON - J. Phys. Lett. 41, p. 503 (1980)
- 1/2/ B. GAUTHIER-MANUEL, C. ALLAIN, E. GUYON - C.R. Acad. Sci. 296, 217 (1983)
- 1/3/ B. GAUTHIER-MANUEL, P. PIERANSKI, R. MEYER - A paraître Journal of Physics E.
- 1/4/ B. GAUTHIER-MANUEL - A paraître Journal of Physics E
- 1/5/ A. AMBARI, B. GAUTHIER-MANUEL, E. GUYON - J. Phys. Lett. 44, 143 (1983)
- 1/6/ A. AMBARI, B. GAUTHIER-MANUEL, E. GUYON - A paraître Journal Phys. Lettres

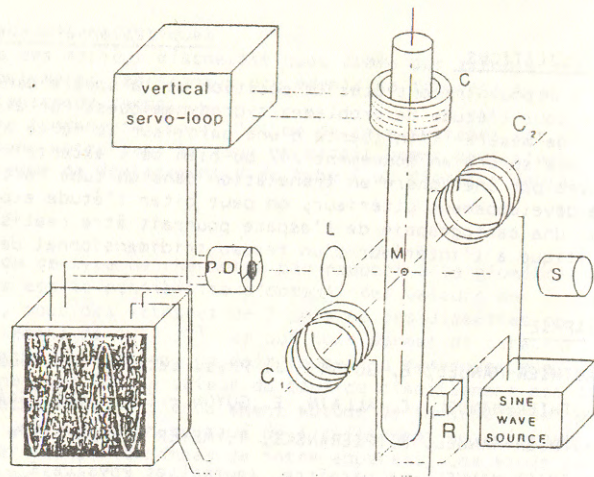


Figure 1 Schéma du Rhéomètre

Viscosité ( cp )

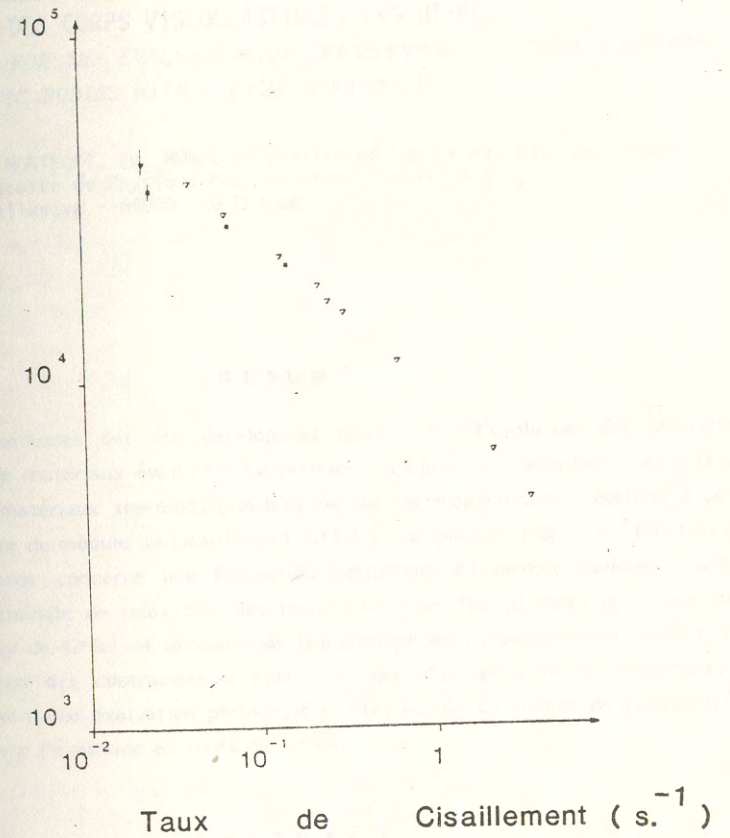


Figure 4 Variation de la viscosite d'une solution de xanthane (14.5 g/l) en fonction du taux de cisaillement.  
 ■ : Rheometre a bille  
 ▽ : Viscosimetre de type couette (donnees I.F.P.)

QUELQUES METHODES D'EVALUATION DES PROPRIETES RHEOLOGIQUES  
TRANSITOIRES DES CORPS VISCOELASTIQUES EVOLUTIFS  
SOME METHODS FOR THE EVALUATION OF TRANSIENT RHEOLOGICAL PROPERTIES  
OF VISCOELASTIC BODIES WITH VARYING PROPERTIES

G. MARIN, J.P. MONTFORT, Ph. MONGE Université de Pau et des Pays de l'Adour  
I.U.R.S. Laboratoire de Physique des Matériaux Industriels  
Avenue Louis-Sallenave - 64000 PAU France

RESUME

Deux méthodes ont été développées pour suivre l'évolution des propriétés viscoélastiques de matériaux évolutifs. La première, adaptée à l'étude des cinétiques de réticulation de matériaux thermdurçissables ou de thermoplastiques modifiés, a pour principe la mesure du module de cisaillement  $G^*(\omega)$  à fréquence fixe, en fonction du temps. La seconde concerne une évaluation périodique du module complexe  $G^*(\omega)$  dans la zone terminale de relaxation des thermoplastiques (temps longs ou basses fréquences) ; l'image de  $G^*(\omega)$  est obtenue par transformée de Carson-Laplace de la fonction de relaxation des contraintes à l'arrêt brusque d'un écoulement stationnaire : ceci permet d'avoir une évaluation périodique et très rapide du module de cisaillement, dont on peut suivre l'évolution au cours du temps.

ABSTRACT

Two methods have been set up for following the evolution of the viscoelastic properties of materials as a function of time. The first one has been applied to the study of the kinetics of crosslinking of thermosetting materials and crosslinkable polymers : the complex shear modulus is measured at fixed frequency as a function of time. The other method is a periodic measurement of the complex shear modulus  $G^*(\omega)$  of thermally unstable materials in the terminal region of relaxation (long times or low frequencies) : a quick picture of the modulus is obtained through a Carson-Laplace transform of the stress relaxation function after cessation of steady flow. That method allows to get a periodic fast measurement of the shear modulus, allowing to follow its evolution as a function of time.

## 1. SUIVI DES CINÉTIQUES DE RÉTICULATION

Nous avons développé une méthode automatisée de suivi en temps réel des cinétiques de réticulation des corps viscoélastiques. Deux types de matériaux ont été étudiés jusqu'à présent par cette méthode : des résines thermodurcissables et des polymères modifiés à extrémités réactives.

L'appareil utilisé est un rhéomètre rotatif INSTRON 3250 dont la cellule de mesure est pilotée par un générateur/analyseur de réponse en fréquences Solartron 1170, interfacé à un ordinateur HP 9845.

Le principe est de suivre l'évolution du module de cisaillement complexe  $G^*(\omega)$  à fréquence fixe. Pour cela, on a utilisé 2 géométries :

- la géométrie cône-plan : l'échantillon est placé entre un cône d'angle  $\beta$  et un plateau de diamètre  $d$  :

Le cône est animé d'un mouvement de rotation angulaire périodique de la forme :

$$\alpha^* = \alpha_0 e^{j\omega t}$$

Le couple mesuré sur le plateau inférieur est :

$$T^* = T_0 e^{j(\omega t + \delta)}$$

Le module de cisaillement complexe  $G^*(\omega)$  est donné par :

$$G^*(\omega) = \frac{12 \beta}{\pi d^3 \alpha^*} T^*$$

- la géométrie plateaux parallèles : l'échantillon est placé entre deux disques concentriques, et le disque supérieur est animé d'un mouvement de déformation angulaire périodique  $\alpha = \alpha_0 e^{j\omega t}$  :

Le module complexe  $G^*(\omega)$  s'écrit dans ce cas :

$$G^*(\omega) = \frac{32 h}{\pi \alpha^* d^4} T^*$$

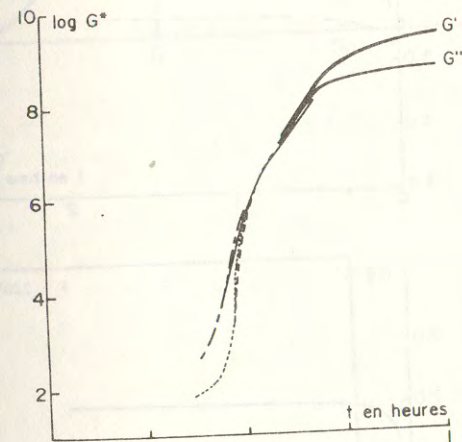
Nous avons utilisé la géométrie cône-plan (cône de  $7.5^\circ$  et 2 cm de diamètre) pour l'étude des polymères, et la géométrie plateaux parallèles pour l'étude des résines époxy (diamètres de 5 mm, 2 cm et 4 cm). En effet, dans ce dernier cas, on part d'un liquide de quelques centaines de poises pour arriver à un solide organique vitreux très rigide ( $G \sim 10^{10}$  dynes/cm<sup>2</sup>). On utilise les grands plateaux pour suivre le début de la cinétique, les

plateaux de 5mm pour suivre la fin de la cinétique où le matériau est très rigide et les plateaux de 2 cm pour la partie intermédiaire : on peut ainsi caractériser la totalité de la cinétique de réticulation, à condition de procéder en trois étapes : en effet, le liquide de départ étant très fluide, les grands plateaux sont nécessaires pour obtenir des couples mesurables par le rhéomètre. D'autre part, il faut diminuer le diamètre des plateaux lorsque le module du matériau augmente, pour tenir compte des problèmes de rigidité de l'appareil de mesure.

La déformation angulaire doit rester très petite ( $\alpha_0 \sim 10^{-2}$  degrés) à la fois pour éviter d'accélérer la cinétique par agitation, et rester dans le domaine de la viscoélasticité linéaire. Des études systématiques ont été réalisées dans ce sens.

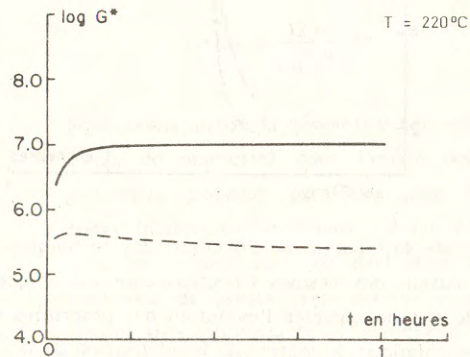
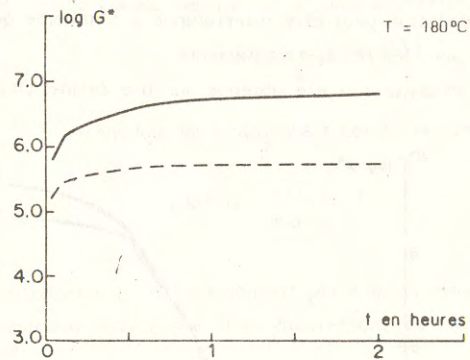
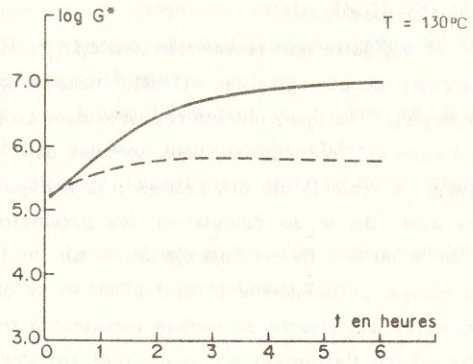
Moyennant toutes ces précautions, nous sommes donc en mesure de suivre en temps réel la cinétique de réticulation des résines : la manipulation est complètement automatisée : après avoir donné au ordinateur les paramètres de la géométrie de mesure et la durée de la mesure (il est possible de choisir de 1 à 20 heures de cinétique), le ordinateur réalise périodiquement (toutes les 10 secondes la première heure, toutes les minutes ensuite) une mesure du module complexe à fréquence fixe (en général 5 Hz), dont on peut suivre l'évolution en temps réel sur l'écran de l'ordinateur. De plus, des mesures périodiques de température sont effectuées pour contrôler la stabilité thermique. La manipulation peut être interrompue à n'importe quel moment par l'opérateur, sans préjudice pour les résultats antérieurs.

La courbe ci-dessous a été obtenue sur une résine DGEBA ( $n = 0$ ) + m PDA à  $110^\circ\text{C}$  :



Cette méthode fait partie de l'éventail des techniques utilisées pour suivre les cinétiques de réticulation des résines (spectroscopie mécanique, RMN, spectroscopie diélectrique) dans le but de corréler l'évolution des propriétés mécaniques et diélectriques avec l'évolution chimique du matériau (modélisation de la cinétique).

Dans le cas des polymères réticulables que nous avons étudiés, on a utilisé la géométrie cône-plan, le processus d'acquisition étant le même que celui décrit plus haut. Dans ce cas, un seul équipement (diamètre 2 cm) permet de suivre la totalité de la cinétique. Voici les résultats obtenus sur un copolymère réticulable à différentes températures :



## 2. SUIVI DE L'EVOLUTION DE MATERIAUX VISCOELASTIQUES PAR TDMS :

Dans le cas précédent, on a caractérisé l'évolution du module complexe à une seule fréquence (il est possible d'aller jusqu'à 3 fréquences avec les fenêtres d'échantillonnage choisies).

Cependant, il peut être intéressant de caractériser l'évolution du module complexe dans une gamme de fréquences étendues, en particulier dans la zone terminale de relaxation (temps longs ou basses fréquences).

Nous avons montré récemment qu'il était possible par une méthode de spectroscopie mécanique dans le domaine temporel (TDMS), d'obtenir le module de cisaillement complexe  $G^*(\omega)$  d'un liquide viscoélastique par transformée de Carson-Laplace :

- soit de la fonction de croissance des contraintes  $T_1(t)$  à l'établissement d'un régime d'écoulement stationnaire ;
- soit de la fonction de relaxation des contraintes à l'arrêt brusque d'un écoulement stationnaire.

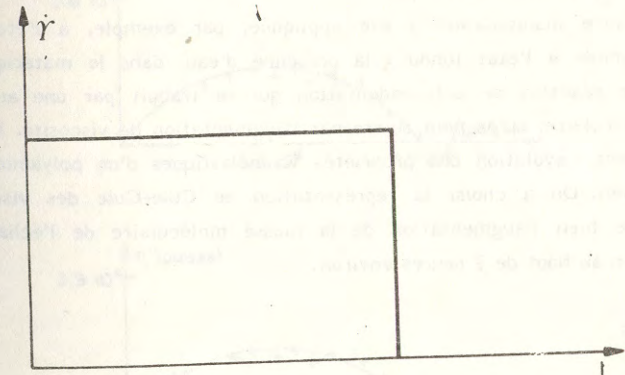
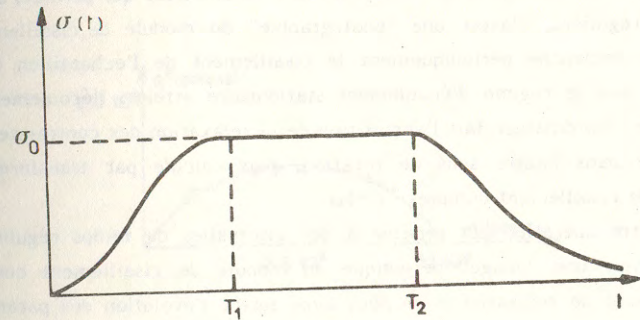


Schéma de la croissance des contraintes tangentielles, puis de la relaxation à l'arrêt de l'écoulement.

Dans le premier cas :

$$\eta^*(\omega) = \frac{G^*(\omega)}{j\omega} = \frac{j\omega}{\gamma} \int_0^{\infty} \sigma_1(t) e^{-j\omega t} dt$$

et dans le second cas :

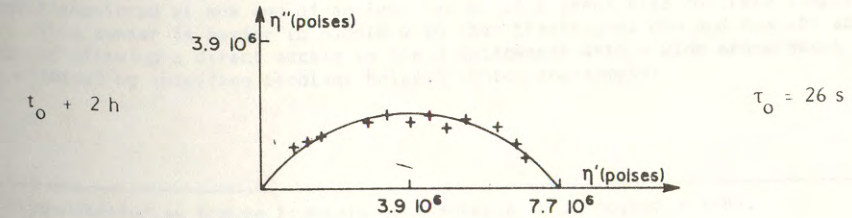
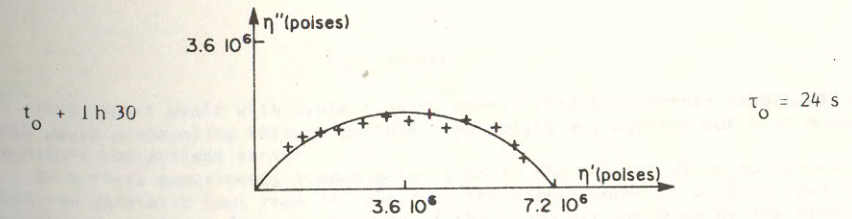
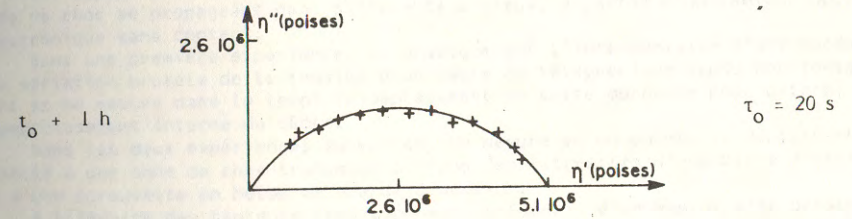
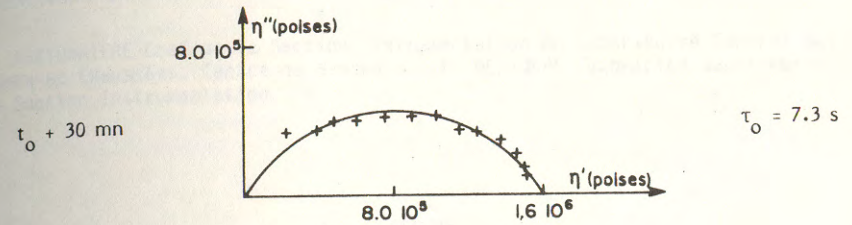
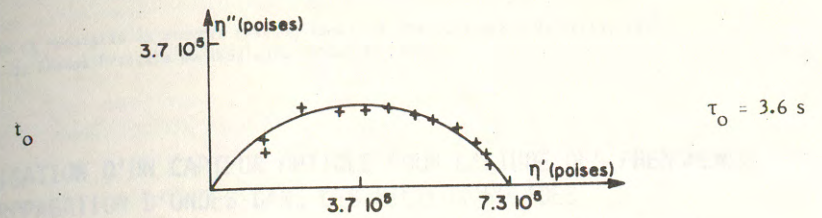
$$\eta^*(\omega) = \eta_0 - \frac{j\omega}{\gamma} \int_{T_2}^{\infty} \sigma_2(t) e^{-j\omega(t-T_2)} dt$$

Nous avons montré dans des articles antérieurs que l'on pouvait obtenir ainsi  $G^*(\omega)$  avec une bonne précision, aux basses fréquences, dans un temps d'expérience beaucoup plus court qu'un balayage dans le domaine fréquentiel ; de plus, nous avons montré que la seconde méthode (relaxation) donnait les meilleurs résultats.

Aussi avons-nous défini une procédure automatisée qui permet, à des intervalles de temps réguliers, d'avoir une "photographie" du module de cisaillement complexe : l'ordinateur déclenche périodiquement le cisaillement de l'échantillon (équippede cône-plan). Une fois le régime d'écoulement stationnaire atteint, l'écoulement est brusquement arrêté ; l'ordinateur fait l'acquisition de la relaxation des contraintes puis reproduit l'expérience dans l'autre sens de rotation, puis calcule par transformée de Fourier le module de cisaillement complexe  $G^*(\omega)$ .

Cette opération est répétée à des intervalles de temps réguliers  $\Delta T$ , ce qui permet d'avoir une "image" périodique du module de cisaillement complexe dans la zone terminale de relaxation : on peut ainsi suivre l'évolution des paramètres caractéristiques du matériau (viscosité limite  $\eta_0$ , complaisance  $J_e^0$ , temps de relaxation caractéristique  $\tau_0$ ) au cours du temps.

Cette manipulation a été appliquée, par exemple, à l'étude de l'évolution d'un polyamide à l'état fondu : la présence d'eau dans le matériau induit, à l'état fondu, une réaction de polycondensation qui se traduit par une augmentation de la masse moléculaire, qu'on peut suivre par l'augmentation de viscosité. Les figures suivantes illustrent l'évolution des propriétés viscoélastiques d'un polyamide à 220°C, avec  $\Delta T = 30$  mn. On a choisi la représentation de Cole-Cole des viscosités complexes qui illustre bien l'augmentation de la masse moléculaire de l'échantillon, avec une stabilisation au bout de 2 heures environ.





## UTILISATION D'UN CAPTEUR OPTIQUE POUR L'ETUDE DES PHENOMENES DE PROPAGATION D'ONDES DANS LES MILIEUX SOLIDES

### USE OF AN OPTICAL SENSOR FOR THE STUDYING OF WAVE PROPAGATION PHENOMENA IN SOLID MEDIA

S. BRETONNIERE Chef de la Section Instrumentation du Laboratoire Central des  
Ponts et Chaussées, Centre de Nantes - J.P. DESROCHE Technicien Supérieur à  
la Section Instrumentation

#### RESUME

Cet exposé rend compte de la mesure dynamique du déplacement associé à une onde de choc se propageant dans différents milieux, à partir d'un capteur opto-électronique sans contact.

Dans une première expérience, on provoque par l'intermédiaire d'une mordache une variation brutale de la tension d'un câble de téléphérique tendu horizontalement et on mesure dans le temps le déplacement de cette mordache pour déterminer l'amortissement interne du câble.

Dans les deux expériences suivantes, on mesure en un point, le déplacement associé à une onde de choc transmise à l'une des extrémités d'une barre d'acier ou d'une éprouvette en béton de grande dimension.

A l'inverse des capteurs traditionnels, celui-ci, d'un emploi aisé présente l'avantage avec une large gamme de mesure d'accéder directement au déplacement en s'affranchissant des problèmes d'interface capteur éprouvette.

#### ABSTRACT

This report deals with dynamic measurements of displacements associated with shock waves propagating through different materials and carried out with an opto-electronic contactless sensor.

In a first experiment, sudden alteration in the tension of an horizontally stretched teleferic haul rope is caused by the displacement of a clamp from its equilibrium position. The oscillations of the clamp are measured by the sensor in order to determine the internal rope attenuation.

In the next experiments we measure the displacement associated with shock wave transmitted at one end of an iron bar or of a great size concrete sample.

This sensor is easier to handle with than traditional one and has the advantage of allowing a direct access to the displacement with a wide measurement range by eliminating interface problems between sensor and sample.

\* Communication au Groupe Français de Rhéologie le 30 novembre 1983.

Les capteurs les plus couramment employés sont en général les jauges de déformation et les accéléromètres. La mise en oeuvre de techniques optiques pour mesurer sans contact les déplacements présentent pour de telles applications certains avantages :

- le fait d'avoir directement l'allure du déplacement rend compte d'une façon concrète des phénomènes mis en jeu et évite les problèmes d'intégration non résolus pour ceux de nature aléatoire.
- Il n'y a pas de perturbation liée aux dimensions du capteur et à sa masse. Les problèmes d'interface capteur-épreuve en sont définitivement écartés.

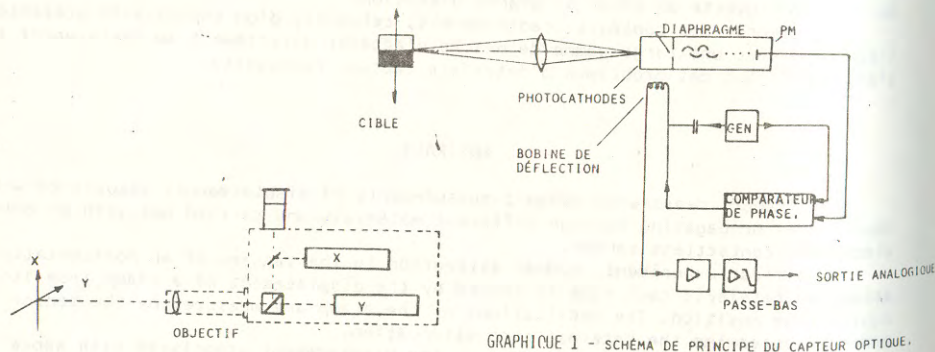
L'équipement dont nous disposons au Centre de Nantes utilise comme cible un contraste lumineux lié à la structure. Dans un plan perpendiculaire à l'axe de visée, il fournit suivant les besoins les déplacements en XY de la cible ou sa déformation relative en fonction extensomètre. Le champ de mesure et la distance cible capteur dépendent de l'optique utilisée, dans une très large gamme pouvant aller de 20 m x 20 m à 500 mètres de distance à 1 mm x 1 mm à 50 mm. Dans les deux cas, la résolution est de 0,01 % de la pleine échelle.

Ce matériel d'acquisition récente nous a permis dans les premières applications que nous exposons brièvement ci-dessous de confronter les mesures expérimentales avec les résultats théoriques.

## 1. DESCRIPTION ET PRINCIPE DE FONCTIONNEMENT

Ce capteur se présente sous la forme d'une caméra à partir de laquelle se fait la visée de la cible. Cette caméra montée sur un trépied est reliée à un tiroir à partir duquel se font les réglages de l'appareil.

Dans ce type de capteur la traduction du signal optique en signal électrique est assuré par le principe de photoémission.



GRAPHIQUE 1 - SCHEMA DE PRINCIPE DU CAPTEUR OPTIQUE.

L'image de la cible se projette par l'intermédiaire d'un objectif sur une photocathode. Le faisceau électronique créé subit un balayage par l'intermédiaire d'une bobine de déflexion commandée par un générateur. Le faisceau passe par un diaphragme et un photomultiplicateur qui délivre de ce fait des impulsions. Un dispositif d'asservissement permet de comparer la phase de ces impulsions avec celles délivrées par le générateur. Si la cible s'écarte de l'axe optique, les impulsions en sortie du PM ne sont plus en phase ; pour les y ramener un comparateur applique à la bobine un signal d'écart proportionnel au déplacement de la cible. Ce signal analogique amplifié et filtré est disponible en sortie de l'appareil.

Pour un déplacement pleine échelle, la tension de sortie est de 10 Volts. Ce principe de fonctionnement permet d'avoir une bande passante importante du continu à 200 kHz. Deux dispositifs identiques permettent d'accéder au déplacement de la cible en x et en y.

## 2. MESURE D'ATTENUATION D'ONDE DE CHOC SUR CABLE DE TELEPHERIQUE

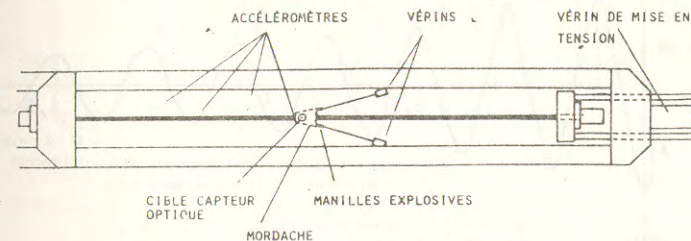
Suite à une série d'essais effectuée sur câble de téléphérique visant à évaluer les effets dynamiques de la rupture de l'un des deux câbles d'un appareil bitraceur, (où d'ailleurs ce capteur a été employé pour mesurer les déplacements de la cabine), il a été nécessaire pour la modélisation d'estimer sur un tronçon de câble au repos l'importance de l'amortissement interne.

Pour se faire, il est appliqué un échelon de tension en un point du câble précontraint, les vibrations longitudinales qui suivent le relâchement de la mordache rendent compte de l'amortissement.

### 2.1 Principe expérimental

Une mordache enserrant le câble en son milieu est déplacée de sa position d'équilibre par l'intermédiaire de deux élingues. La liaison élingue mordache se fait par manille explosive. Après rupture des manilles, l'échelon de force va engendrer une onde de choc qui va se déplacer dans le câble en subissant des réflexions aux ancrages. Cette propagation conditionne le déplacement de la mordache qui va osciller autour de sa position d'équilibre.

La mordache est équipée d'un accéléromètre et d'une cible lumineuse pour le capteur optique.



GRAPHIQUE 2 : ESSAI SUR CÂBLE DE TELEPHERIQUE. VUE DE DESSUS DU BANC DE MISE EN TENSION.

L'importance des déplacements (jusqu'à  $\pm 10$  cm suivant l'essai) et l'effort mis en jeu (câble prétendu jusqu'à 120 KN avec des surtensions pouvant varier de 60 à 140 KN suivant l'essai) ont montré que pour mesurer un déplacement dans ces conditions expérimentales, ce capteur était parfaitement adapté.

### 2.2 Résultats expérimentaux

En fait, l'amortissement que l'on détermine à partir de la décroissance exponentielle du signal donnant le déplacement de la mordache rend compte à la fois de l'amortissement interne du câble et de l'amortissement lié à la perte d'énergie au niveau des ancrages. Des accéléromètres disposés en partie courante du câble ont montré que le premier effet restait très faible. A partir du signal déplacement comme avec celui délivré par les accéléromètres, il n'est pas possible de dissocier ces deux effets.

En contrepartie, le signal du déplacement présenté par le graphique ci-dessous au cours d'un essai nous informe :

- A - De la forme du déplacement

Compte tenu de la position de la mordache et des conditions aux ancrages, les éléments théoriques montrent que, en l'absence d'amortissement, la forme du déplacement est triangulaire. Le signal reste conforme aux résultats théoriques au moins pour la première alternance. Les autres sont déformées du fait de l'atténuation plus rapide des composantes hautes-fréquences du signal.

B - De la vitesse prise par la mordache

$v = \frac{\partial u}{\partial t}$  à partir de la pente du front de la première alternance, on obtient

C - De la vitesse de la propagation

$c = lt$  où  $l$  est la longueur du câble entre ancrage.

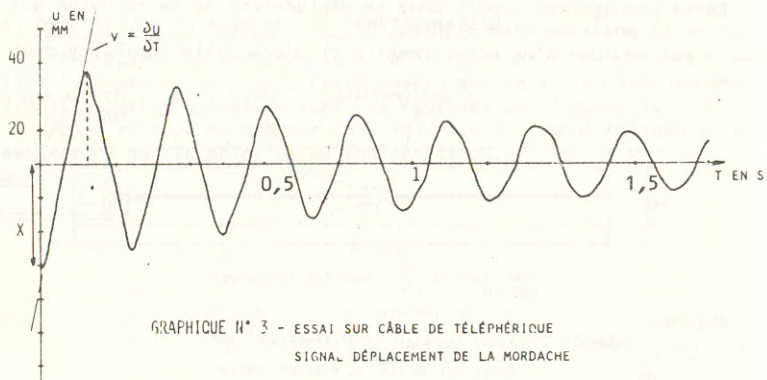
D - Du module du câble  $E$

A partir de la formule approchée  $c = \left(\frac{E}{\rho}\right)^{1/2}$  il est possible d'évaluer le module du câble.

E - De la valeur de l'échelon de contrainte

auquel est soumis le câble après libération de la mordache. L'expression théorique de la vitesse est donnée par :

$$\frac{\partial u}{\partial t} = -\frac{C\Delta T}{E} \text{ où } \Delta T \text{ est l'accroissement de cette contrainte.}$$



GRAPHIQUE N° 3 - ESSAI SUR CÂBLE DE TÉLÉPHÉRIQUE  
SIGNAL DÉPLACEMENT DE LA MORDACHE

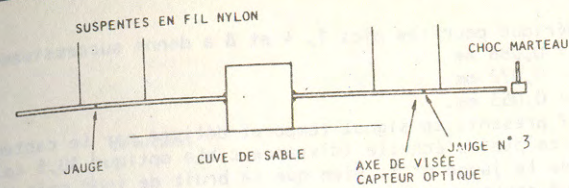
X : DÉPLACEMENT DE LA MORDACHE DE SA POSITION D'ÉQUILIBRE.

### 3. PROPAGATION D'ONDE DE CHOC DANS UNE BARRE LIBRE

Dans le cadre d'une thèse contribuant à l'étude des lois d'interaction sol-pieu pour l'analyse des essais de battage de pieux, ce capteur a été mis en oeuvre pour étudier le déplacement d'une barre d'acier soumise axialement à une onde de choc.

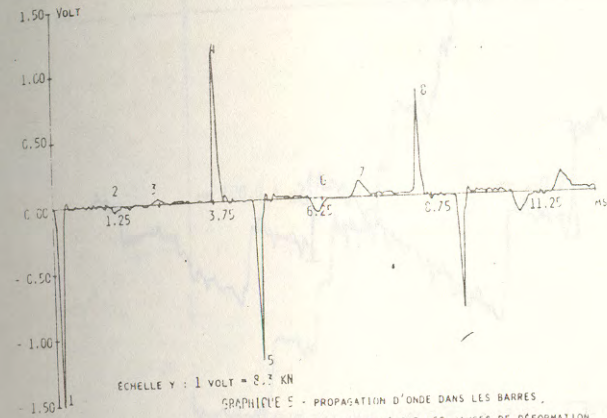
#### 3.1 Principe expérimental

La barre d'acier de section circulaire ( $\emptyset = 20$  mm), de 12 m de long, libre à ses extrémités traverse une cuve de sable. Le choc est transmis à l'une des extrémités par un marteau à main dont la section voisine de celle de la barre permet de se trouver en situation d'onde plane. Des jauges de déformation de longueur active inférieure à 5 mm (pour éviter toute déformation du signal) sont collées à 2,5 m de chaque extrémité.

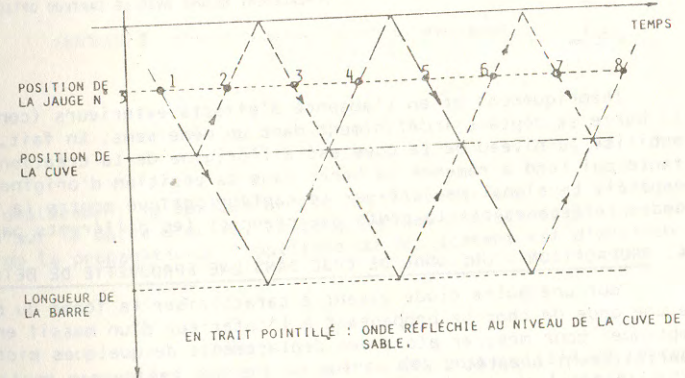


#### 3.2 Résultats

Le graphique 5 présente l'allure de la déformation au passage de l'onde sous la jauge n° 3. L'alternance des pics relative au trajet des ondes est mise en évidence par le graphique 6 ci-dessous.



ECHELLE Y : 1 VOLT = 8,3 KN  
GRAPHIQUE 5 - PROPAGATION D'ONDE DANS LES BARRES.  
SIGNAL DONNÉ PAR LES JAUGES DE DÉFORMATION



GRAPHIQUE 6 - TRAJET DES ONDES DANS LA BARRE.

En propagation d'onde plane dans une barre libre, la relation déduite de l'équation de propagation qui lie la vitesse des particules à la contrainte s'écrit sous la forme :

$$\sigma = \rho c v \quad (1)$$

où  $\rho c$  est l'impédance acoustique spécifique du milieu.

Par une numérisation du signal donné par les jauges et une intégration, il est donc possible de remonter au déplacement :  $v = \frac{\partial u}{\partial t}$ .

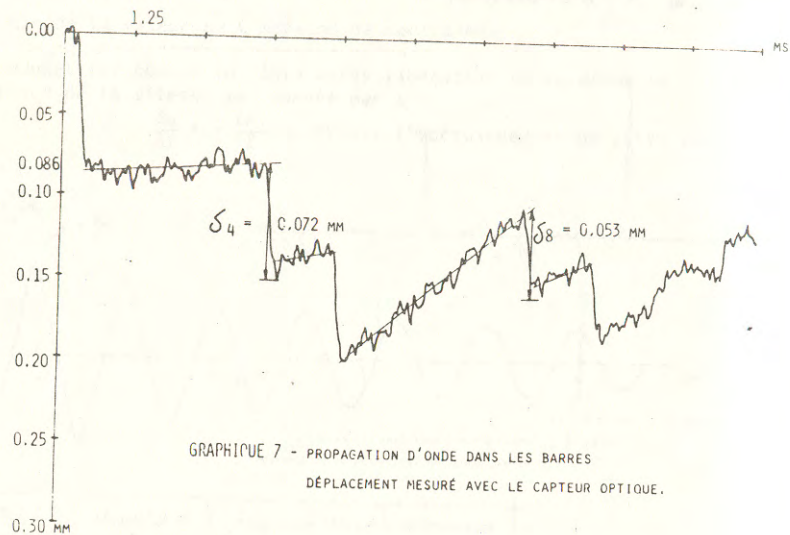
Le calcul numérique pour les pics 1, 4 et 8 a donné successivement :

$$\delta_1 = 0,088 \text{ mm}$$

$$\delta_4 = 0,072 \text{ mm}$$

$$\delta_8 = 0,053 \text{ mm}$$

Le graphique 7 présente le signal temporel délivré par le capteur optique avec un champ de 1 cm pleine échelle (distance cible optique 30,5 cm), et une cible placée près de la jauge n° 3. Bien que le bruit de fond soit relativement élevé (environ 10  $\mu\text{m}$  compte tenu de la bande passante à 10 kHz), une valeur moyenne ne donne pour le premier déplacement  $\delta_1 = 0,086$ . Les valeurs du calcul sont reportées sur le graphique pour les déplacements  $\delta_4$  et  $\delta_8$ .



Théoriquement et en l'absence d'efforts extérieurs (conditions de barre libre) la barre se déplace indéfiniment dans un même sens. En fait, l'effort résistant mobilisé au niveau de la cuve est à l'origine de la création d'une onde résistante qui tend à ramener la barre dans sa position d'origine (déplacement de sens opposé). Le signal délivré par le capteur optique montre la contribution de ces ondes réfléchies par la pente que prennent les différents paliers.

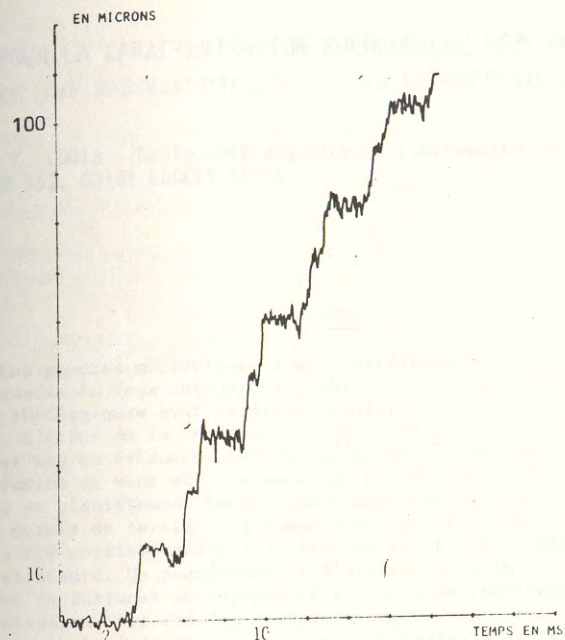
#### 4. PROPAGATION D'UNE ONDE DE CHOC DANS UNE EPROUVETTE DE BÉTON

Pour une autre étude visant à caractériser la forme du déplacement associé à une onde de choc se propageant à l'intérieur d'un massif en béton, le capteur optique, pour mesurer alors des déplacements de quelques microns, s'est trouvé parfaitement adapté.

La mise en oeuvre de jauges de déformation sur un massif en béton présente quelques difficultés. Cette intervention met en évidence l'avantage du capteur sans contact nécessitant sur un tel support peu de préparation d'état de surface (il suffit de faire un voile de peinture blanche sur la surface brute de décoffrage suivi de taches de peinture noire de faible diamètre).

##### 4.1 Principe expérimental

L'éprouvette de section carrée 0,4 x 0,4 m et de 6 m de longueur repose sur appuis élastiques. Un choc est donné en bout par un marteau à main. La cible est matérialisée par une tache de peinture d'environ 1/10ème de mm de diamètre, située à 1,55 m de l'extrémité sur laquelle s'exerce la sollicitation. Le champ pleine échelle est d'environ 1,4 mm, la distance cible objectif est de 3 cm.



#### 3.2 Résultats

L'allure du déplacement (graphique 8) est pratiquement analogue à celui que nous avons trouvé sur la barre d'acier. La longueur des différents paliers est fonction du sens de la propagation. L'amplitude du déplacement est d'environ 12 microns.

#### 5. CONCLUSION

Les applications présentées donnent un aperçu des possibilités de ce type de capteur. La mesure sans contact confère à la méthode une grande finesse (aucune perturbation du phénomène physique) et fait de cet appareil de mise en oeuvre relativement aisée, un capteur particulièrement adapté pour des conditions expérimentales sévères. Utilisé conjointement avec d'autres types de capteurs (jauges, accéléromètres), il peut faciliter le dépouillement des données et conduire à une meilleure interprétation du phénomène physique.

## METHODS FOR THE CHARACTERISATION RHEOLOGICAL DES ONDES MICRONISEES METHODS FOR THE RHEOLOGICAL PROPERTIES OF MICRONIC POWDERS

T. MATHIA, F. LOUIS - Ecole Centrale de Lyon, Laboratoire de Technologie des Surfaces, BP 163, 69131 ECULLY CEDEX

### RESUME

Les poudres micronisées sont considérées dans un contexte tribologique et classées en deux catégories : abrasives et lubrifiantes. Leurs comportements rhéologiques sont examinés à partir de considérations propres au génie civil. L'effet de la cohérence et de la dilatace de ces matériaux granulaires est mis en évidence. Le rôle de la granulométrie (forme, taille, etc.) de l'indice de vide et du compactage est analysé. Les caractérisations dynamiques en cisaillement harmonique complètent la caractérisation rhéologique qui a permis de déceler les comportements visco-élastiques de ces matériaux. Ceci a été possible grâce à la mise au point des accessoires sur des rhéomètres existants. Un pseudo-module d'élasticité a pu être déterminé et les notions de surfaces de rupture et surfaces de frottement ont pu être opposées. En conclusion, les conséquences des comportements rhéologiques sur le comportement tribologique de ces poudres sont analysés en terme de modes de déformation et de morphologie d'écoulement différents dans l'interface de frottement.

### ABSTRACT

Micronised powders in tribology are classified into two categories : lubricants and abrasives. Rheological behaviour of this granular media is characterized with concepts of civil engineering. The effect of coherence and of dilatance of this materials is pointed out. The role of granulometric parameters (size, shape... etc.) of void ratio and of compacting is analysed. The dynamic characterization at shear harmonic regime offer the possibility of determination of visco-elastic properties of this micronised powders. It was possible with specific complementary device adapted to existing visco-elasticimeter. The pseudo modulus of elasticity was determined and the notion of the rupture and friction surfaces were opposed. At the end, the tribological consequences of specific rheological behaviour are analysed at terms of different modes of deformation and of flow morphology within sliding interfac

## I - INTRODUCTION GENERALE

La recherche des lois qui gouvernent l'usure et le frottement est fondamentale pour mieux maîtriser leurs aspects néfastes (réduction de l'usure par la lubrification fluide, solide...) ou pour optimiser leurs aspects bénéfiques (procédés de finition par abrasion tels que la rectification, le rodage...).

A la lumière des études effectuées sur l'origine de l'usure et son développement ainsi que sur le mécanisme d'action de lubrifiants liquides en régime limite, il apparaît que des produits de dégradation issus des abrasifs, lubrifiants ou surfaces sont systématiquement présents dans l'interface de frottement (1), (2), (3), (4), (5).

Ces produits interfaciaux, généralement hétérogènes, sont réacteurs de phénomènes irréversibles et évolutifs qui conditionnent la compétition entre l'usure des surfaces et les efforts de frottement.

Dans le souci de compréhension des mécanismes siégeant dans l'interface de frottement, il nous a semblé essentiel d'étudier les principales caractéristiques de produits interfaciaux modèles constitués de matériaux granulaires micronisés renommés pour leur "faible usure" ou pour leur "forte usure". Sur le plan mécanique, un matériau peut être défini par des paramètres rhéologiques s'il est homogène et continu, et lorsque l'état de contraintes est uniforme. Il est alors difficile de caractériser les produits interfaciaux par des paramètres rhéologiques classiques pour plusieurs raisons :

- 1 - Suivant l'échelle de mesure, les composés interfaciaux doivent être considérés comme homogènes ou hétérogènes (4).
- 2 - Compte tenu de l'espace interfacial, les composés sont de très faible volume (2).
- 3 - Les forces intergranulaires évoluent considérablement d'une zone élémentaire de contact à une autre, même pour des sollicitations isotropes (6).
- 4 - Des gradients de densité et des discontinuités dans la morphologie d'écoulement des milieux peuvent apparaître lors du frottement.

Ces différentes difficultés impliquent la définition d'une taille critique relative à la dimension de l'interface en dessous de laquelle la notion de milieu continu et les paramètres qui lui sont associés perdent leur sens. Si ces inconvénients restent relativement limités dans les états d'équilibre, il n'en est plus de même quand interviennent de manière évolutive dans la réponse du système lors de sollicitations tribologiques :

- L'histoire du matériau, les effets de mémoire.
- Les gradients de concentration, de granulométrie...

L'analyse précédente nous conduit à étudier des ensembles constitués d'un grand nombre de particules élémentaires avec un état de contraintes (ou de déformations) uniforme (possibilité de définir des paramètres rhéologiques).

Différents essais rhéologiques et tribologiques nous amènent à un choix particulier de matériaux granulaires modèles dont nous faisons l'examen physico-chimique :

- Un lubrifiant solide cohérent (2 granulométries) - MoS<sub>2</sub>
- Un abrasif non cohérent (2 granulométries) - Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>
- Un abrasif cohérent (1 granulométrie) - C O<sub>2</sub>.

Nous essayons de définir différents types de comportements rhéologiques ainsi que des paramètres qui les caractérisent selon :

- L'état de contraintes.
- La nature des milieux.
- La granulométrie des milieux.
- La cohésion des milieux.

A cette fin, nous étudions le comportement des différents produits interfaciaux, soumis à des déformations sensiblement homogènes, en compression simple et en cisaillement harmonique à l'aide de dispositifs spécifiquement conçus pour nos travaux.

Le tableau qui suit résume différentes caractéristiques physiques des milieux granulaires étudiés.

MILIEU GRANULAIRE	STRUCTURE	PLANS OU DIRECTIONS DE CLIVAGE OU GLISSEMENT	ENERGIE DE SURFACE $\gamma$ (J/m <sup>2</sup> )	MODULUS D'ELASTICITE $E$ (Pa)	DURETE $H$ (Pa)	INDICE	SURFACE SPECIFIQUE (m <sup>2</sup> /g)	MASSE VOLUMIQUE ETAT LACHE (g/dm <sup>3</sup> )	COHESION (Pa) (e)
MoS <sub>2</sub>	HEXAGONALE	Plan de glissement et de clivage (0001) Anisotropie très prononcée	$\gamma_{0001} = 0,26$ $\gamma_{1010} = 20$	$E_{0001} = 2 \cdot 10^{10}$ $E_{1010} = 10^{12}$ (d)	$1,2 \cdot 10^8$	1 2	2 0,5	0,95 1,7	0,08 ( $\mu = 1,5$ ) 0,12 ( $\mu = 2,2$ )
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	HEXAGONALE	Plan et direction de glissement {0001} <10 $\bar{2}$ 0> Anisotropie très peu prononcée	Polycristaux 20 - 50	$10^{11}$	$10^{10}$	1	1 - 1 (c)	0,6	"
CaO	CUBICELLE	Anisotropie peu prononcée	-	-	$10^{11}$	1	1 - 1 (c)	1,0	0,2 ( $\mu = 3$ )

(b) : estimé (46) ; (c) : estimé (62) ; (d) : estimé (51) ; (e) : étude ci-après

Tableau I.1 : Résumé des différentes caractéristiques des milieux granulaires.

## II.1 PREAMBULE

Dans cette partie, nous nous intéresserons dans un premier temps à la compressibilité des milieux granulaires. Nous essaierons de mettre l'accent sur certains facteurs qui influencent le comportement de milieux en compression simple. Dans cet essai, la sollicitation en contrainte, sur les surfaces latérales des échantillons de milieux granulaires sera nulle. Ceci devra nous permettre de mieux rendre compte de la compressibilité des milieux dans l'interface de frottement.

Nous aborderons par la suite les propriétés élasto-plastiques des milieux granulaires en régime harmonique. Nous proposerons une méthode de caractérisation des propriétés pseudo-élastiques lors de "petites déformations" sinusoidales en cisaillement. Nous étudierons enfin les propriétés plastiques à partir des courbes contraintes-déformations et nous essaierons de déterminer le frottement interne des milieux pour les mêmes déformations.

## II.2 SOLLICITATION QUASI-STATIQUE (COMPRESSION SIMPLE) : CONTRIBUTION PLASTIQUE

### II.2.1 Principe et objet de l'essai

Cet essai diffère de l'essai oedométrique (7) pour lequel la déformation latérale des échantillons de milieux granulaires est nulle, cf Fig. II<sub>1</sub>. Les milieux, simplement déversés à l'état lâche dans un moule de section  $S_0$  et hauteur  $h_0$ , sont ensuite comprimés entre deux plaquettes 1 et 2, le moule étant retiré, cf figure II<sub>1</sub>.

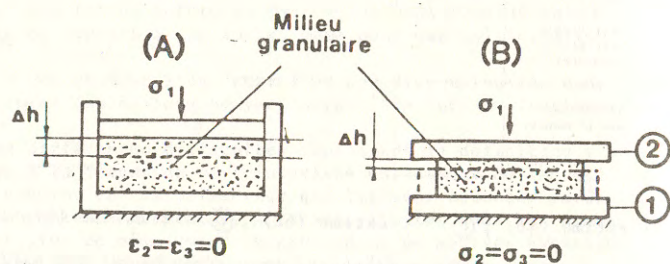


Figure II<sub>1</sub> : Schématisation des essais oedométriques (A) et de compression simple (B)

Si pour l'essai oedométrique, la section  $S_0$  des échantillons est constante, pour l'essai en compression simple, celle-ci est évolutive. A la mesure de la déformation  $\epsilon_1 = \Delta h/h_0$  des échantillons, devra donc être associée la mesure de la variation de section  $\Delta S$ .

Etant donné le volume des produits interfaciaux rencontré dans les essais de frottement (1) (3), nous avons déterminé l'épaisseur minimale  $h_0$  et la section  $S_0$  qui conduisent à des résultats reproductibles pour tous les milieux granulaires.

Nous nous attachons à définir l'influence de l'état initial de l'interface (milieux granulaires, surfaces) et des sollicitations sur la compacité des milieux. Nous étudions l'influence des paramètres suivants :

- sollicitation :
  - . vitesse de changement  $q$
  - . contrainte normale  $\sigma_1$
- milieux granulaires
  - . nature (cohésion)
  - . granulométrie
- surfaces
  - . nature
  - . topographie

### II.2.2 Dispositif de mesure et conditions opératoires

Les plaquettes 1 et 2 (cf figure II<sub>1</sub>) sont en acier 100 C6 poli dont la caractérisation a été donnée précédemment.

Les milieux sont chargés de façon croissante : un excitateur électrodynamique asservi en force permet d'imposer, par l'intermédiaire de la plaquette 2, une force  $F_1 = qt$  ( $q$  : vitesse de changement en N/s). La déformation  $\Delta h/h_0$  des milieux granulaires est mesurée par un capteur à courant de Foucault et un capteur de force permet d'avoir accès à  $F_1$ .

L'asservissement et le traitement des données sont effectués par micro-ordinateur, cf figure II<sub>2</sub>.

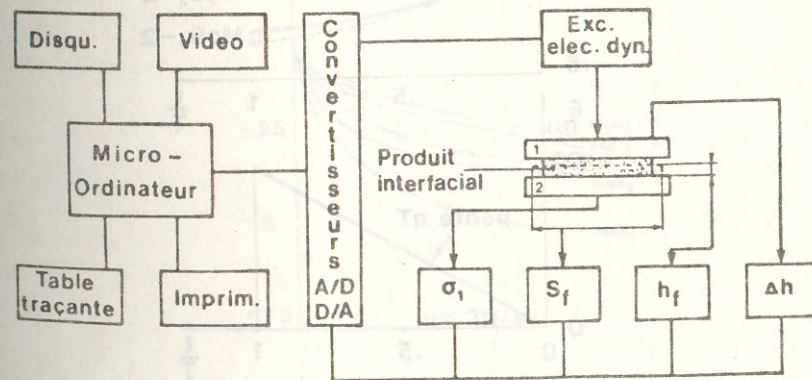


Figure II<sub>2</sub> : Synoptique de l'essai de compression simple

La mesure, par différence de netteté optique, de la hauteur finale des échantillons  $h_f$ , permet de remonter à l'évolution de  $h$  avec une précision de  $10 \mu\text{m}$  (20 points de mesure). La section finale  $S_f$  est déterminée, par calquage avec quadrillage, avec une précision de  $5 \text{ mm}^2$ . La hauteur initiale  $h_0$  et la section initiale  $S_0$  valent respectivement  $1 \text{ mm}$  et  $240 \text{ mm}^2$ .

### II.2.3 Résultats expérimentaux

Nous avons retenu deux vitesses de chargement afin d'explorer, dans une large gamme de vitesses de déformation, le comportement des milieux granulaires en compression simple. Les vitesses de chargement minimales et maximales sont respectivement de  $0,2 \text{ N/s}$  et  $10 \text{ N/s}$ . La durée des manipulations est imposée par la force normale maximale disponible :  $100 \text{ N}$ . Pour cette gamme de vitesses, le milieu non cohérent  $\text{Al}_2\text{O}_3$  est insensible à la vitesse de déformation alors que pour le milieu cohérent  $\text{MoS}_2$ , il existe une différence de comportement selon la vitesse de déformation. Ce résultat est en accord avec des résultats de la littérature (7) (64).

Nous présentons sur la figure II3 les cycles de compression effectués ainsi que l'évolution de la déformation  $\Delta h/h_0 = \epsilon_1$  en fonction du temps pour les milieux granulaires  $\text{MoS}_2-2$  et  $\text{Al}_2\text{O}_3-3$  (de granulométrie approximativement identique) aux vitesses de chargement de  $0,2 \text{ N/s}$  et  $10 \text{ N/s}$ .

Compte tenu de la précision de la mesure de la hauteur finale des échantillons  $h_f$ , qui dépend de la nature des matériaux granulaires, l'erreur absolue maximale sur la déformation est de  $2 \%$ . Chaque courbe est représentative de 5 essais.

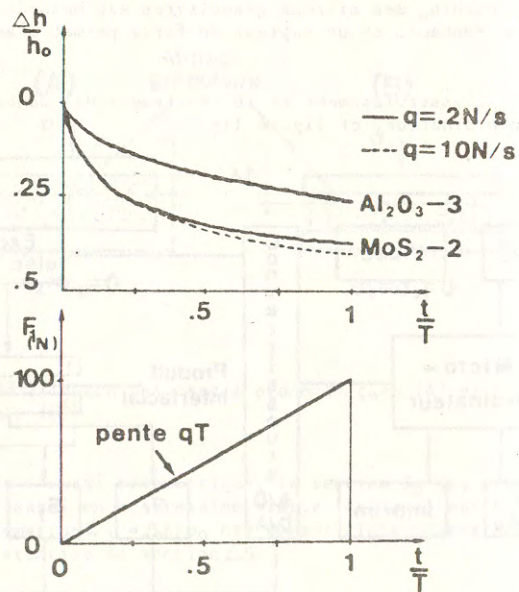


Figure II3 : Influence de la vitesse de chargement  $q$  sur la compressibilité des milieux granulaires

L'évolution de  $\epsilon_1$  en fonction du chargement dépend considérablement de la nature des matériaux.

L'analyse de ce diagramme montre que pour une même force normale (et approximativement une même contrainte) la déformation du milieu granulaire  $\text{MoS}_2$  dépend de la vitesse de chargement  $q$  (et par conséquent de la vitesse de déformation  $d\epsilon_1/dt$ ).

Au début du compactage, la vitesse de déformation est relativement élevée et elle n'influence pas la variation de  $\Delta h/h_0$ . A partir d'un certain seuil de compactage (environ  $10^5 \text{ Pa}$ ) ou de déformation ( $25 \%$  environ) une augmentation de la vitesse de déformation est à l'origine d'une variation de hauteur plus importante. A titre de comparaison pour une force normale de  $30 \text{ N}$  des vitesses de déformation de l'ordre de  $4.10^{-4} \text{ s}^{-1}$  et  $2.10^{-2} \text{ s}^{-1}$  nous avons des déformations respectives de  $29 \%$  et  $31 \%$ .

Par contre, pour la gamme de vitesses utilisées, la vitesse de déformation intervient peu dans le cas du milieu non cohérent ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ). Cette observation semblerait indiquer que le  $\text{MoS}_2$  manifeste un comportement à composante visqueuse pour de faibles vitesses de déformation. Le milieu granulaire  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ne présenterait pas de caractère visqueux.

D'une manière générale, les milieux cohérents pourraient posséder des composantes visqueuses. Ce point est confirmé par des essais effectués sur de la craie (65) et, pour le milieu  $\text{MoS}_2$ , par de très faibles déformations élastiques et plastiques différées détectées lors de chargements et déchargements successifs à vitesse rapide ( $q = 10 \text{ N/s}$ ).

En conséquence, le bisulfure de molybdène semble plus sensible à la cinétique de déformation que l'oxyde d'aluminium. Plus le milieu cohérent ( $\text{MoS}_2$ ) serait compacté, plus il serait sensible à la vitesse de déformation. Cette observation pourrait être d'une conséquence notable lors du frottement du milieu  $\text{MoS}_2$  fortement compacté.

Nous comparons par la suite l'évolution de  $\Delta h/h_0$  en fonction du temps pour la vitesse de chargement  $q$  la plus faible. Ce choix est justifié par une déformation différée non décelable (cf figure II4).

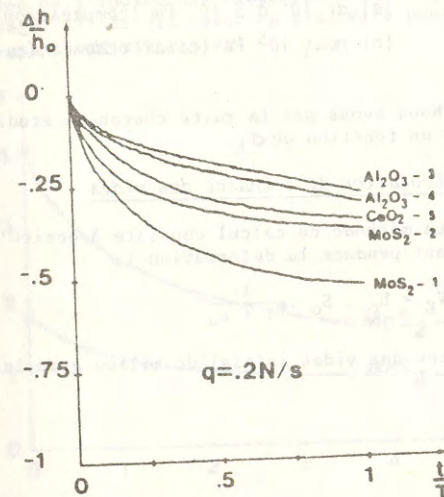


Figure II4 : Déformation des milieux granulaires en fonction du temps pour une même vitesse de chargement  $q$



La déformation des milieux cohérents ( $\text{MoS}_2$  et  $\text{CeO}_2$ ) se caractérise par une décroissance asymptotique alors que celle des milieux non cohérents ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) évolue de façon plus linéaire. Elle est, pour les milieux cohérents, très marquée dès les premiers instants du compactage.

Il est cependant difficile de conclure sur la signification de l'évolution de  $\Delta h/h_0$  pour deux raisons :

- l'indice des vides initial  $h_0$  est différent selon la nature et la distribution granulométrique des milieux.

- la contrainte normale  $\sigma_1$  évolue différemment d'un milieu à l'autre (variation de la section des échantillons  $\Delta S$ ).

Les morphologies d'écoulement de la matière pendant l'essai sont considérablement modifiées par la granulométrie et la cohésion des milieux sans qu'il existe toutefois de relations claires entre la variation de section des échantillons, leur indice des vides initial, leur granulométrie et leur cohésion. Le tableau suivant (cf tableau II.1) soulève ces ambiguïtés.

Milieu granulaire	$\text{MoS}_2$ -2	$\text{MoS}_2$ -1	$\text{CeO}_2$ -5	$\text{Al}_2\text{O}_3$ -3	$\text{Al}_2\text{O}_3$ -4
Indice des vides initial	1,8	4	1,6	5	1,5
Granulométrie	étalée	serrée	étalée	étalée	serrée
Variation de section des échantillons (a)	$\Delta S_2 < \Delta S_1 < \Delta S_5 < \Delta S_3 < \Delta S_4$				
Cohésion (b)	$C_5 > C_2 > C_1 > C_3 = C_4 = 0$				

Tableau II.1 : Influence de la granulométrie et de la cohésion des milieux sur les variations géométriques des milieux granulaires.

(a) de  $10^5$  à  $3 \cdot 10^5$  Pa (compression simple)

(b) pour  $10^5$  Pa (essai oedométrique)

Nous avons par la suite cherché à étudier l'évolution de l'indice des vides  $e$  en fonction de  $\sigma_1$ .

#### II.2.4 Evolution de l'indice des vides

La méthode de calcul consiste à écrire que le volume des grains  $V_g$  reste constant pendant la déformation :

$$V_g = h_0 \cdot S_0 \cdot \frac{1}{1 + e_0}$$

avec  $e_0$  indice des vides initial du milieu granulaire (état considéré comme lâche).

$$V_g = \text{constante} \Rightarrow \frac{h_0 S_0}{1 + e_0} = \frac{(h_0 + \Delta h) (S_0 + \Delta S)}{1 + e_0 + \Delta e}$$

$$\text{soit} \quad \frac{\Delta e}{1 + e_0} = \frac{S_0 \Delta h + h_0 \Delta S + \Delta h \Delta S}{h_0 S_0}$$

$$\text{avec} \quad \Delta h < 0 \quad \text{et} \quad \Delta S > 0$$

Afin de déterminer l'évolution de l'indice des vides avec la contrainte normale  $\sigma_1$ , nous avons effectué, pour tous les matériaux granulaires simplement déversés avant chaque cycle, des incréments de force, à vitesse de chargement constante (0,2 N/s), de 25, 50, 75 et 100 N. La variation de section  $\Delta S$  est déterminée après chaque essai.

L'erreur relative sur la variation et l'indice des vides est, en négligeant l'incertitude sur la section initiale  $S_0$  :

$$\frac{I(\Delta e)}{\Delta e} = \frac{I(e_0)}{e_0 + 1} + \frac{I(h_0)}{h_0} + \frac{S_0 I(\Delta h) + h_0 I(\Delta S) + \Delta S I(h_0)}{S_0 \Delta h + h_0 \Delta S + \Delta h \Delta S}$$

Pour les variations d'indice des vides que nous avons calculées, nous trouvons une erreur relative maximale de 20 %. L'erreur absolue sur la valeur de  $e$  est d'environ 0,4 pour le milieu  $\text{MoS}_2$ -1 et d'environ 0,25 pour le milieu  $\text{MoS}_2$ -2.

Les courbes suivantes (cf figure II.5) résument l'évolution de l'indice des vides  $e$  en fonction de la contrainte normale  $\sigma_1$  pour le bisulfure de molybdène.

L'évolution de l'indice des vides est très marquée dès les premiers instants du compactage; il décroît beaucoup plus vite pour la granulométrie serrée que pour la granulométrie étalée.

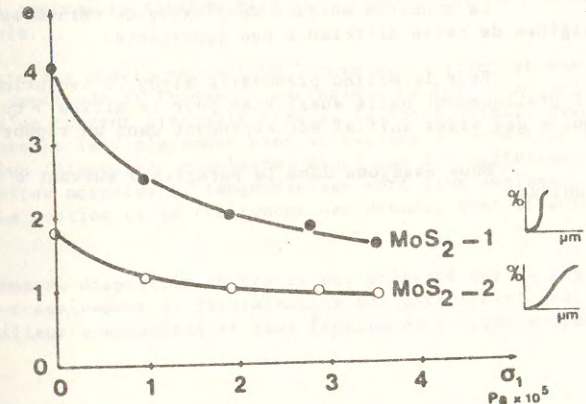


Figure II.5 : Evolution de l'indice des vides du milieu granulaire  $\text{MoS}_2$  en fonction de la contrainte normale appliquée  $\sigma_1$  (compression simple)

L'ordonnance du milieu d'indice des vides élevé est bien plus modifiée que celle du milieu d'indice des vides plus faible. Ces résultats se comprennent aisément : pour la granulométrie serrée (indice des vides élevé) la mobilité intergranulaire est plus importante que pour la granulométrie étalée (indice des vides plus faible). Il semble également que l'indice des vides tende vers une valeur qui dépendrait peu de la granulométrie du milieu. Nous reviendrons par la suite sur ce dernier point.

L'évolution de l'indice des vides du  $\text{CeO}_2$  est également très marquée, compte tenu de sa valeur initiale faible. Il faut noter que cette évolution diffère peu de celle obtenue pour des essais oedométriques (points déduits des essais effectués dans la partie I) cf figure II<sub>6</sub>.

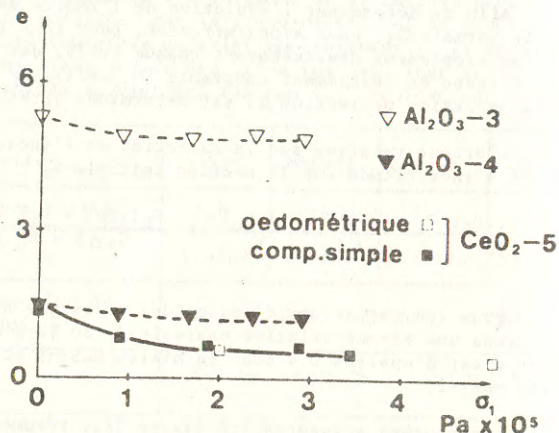


Figure II<sub>6</sub> : Évolution de l'indice des vides des milieux granulaires  $\text{Al}_2\text{O}_3$  et  $\text{CeO}_2$  en fonction de la contrainte normale appliquée ( $\sigma_1$ ) (compression simple). Comparaison avec les essais oedométriques pour le milieu granulaire  $\text{CeO}_2$ .

La cohésion marquée de l'oxyde de cérium est sans doute une des origines de cette différence peu importante.

Pour le milieu granulaire  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , l'évolution de l'indice des vides est pratiquement nulle aussi bien pour le milieu 3 que le milieu 4 ; leur indice des vides initial est cependant dans un rapport supérieur à 3 Fig. II<sub>6</sub>.

Nous essayons dans le paragraphe suivant d'interpréter ces divers résultats.

### 11.2.5 Conclusions partielles

Nous pouvons dégager de cet essai de compression simple les remarques suivantes :

1° La déformation des milieux granulaires non cohérents ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) évolue de manière quasi-linéaire. Celle des milieux cohérents ( $\text{MoS}_2 - \text{CeO}_2$ ) présente une non linéarité marquée.

2° Les milieux cohérents ( $\text{MoS}_2$ ) peuvent présenter un comportement visco-plastique, alors que les milieux non cohérents ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) ont un comportement à dominance plastique.

3° La variation de l'indice des vides est bien plus importante dans le cas de milieux cohérents que dans celui des milieux non cohérents.

4° L'évolution de l'indice des vides du bisulfure de molybdène en fonction de la contrainte normale dépend fortement de sa distribution granulométrique. La mobilité granulaire du milieu à indice des vides élevé (granulométrie serrée) est plus importante que celle du milieu à indice des vides plus faible (granulométrie étalée). L'indice des vides pourrait tendre vers une valeur unique pour les deux granulométries.

5° L'état des surfaces (nature : acier ou alliage d'aluminium, topographie :  $0,02 \mu\text{m} < R_t < 3 \mu\text{m}$ ) ne modifie pas de manière décelable la morphologie d'écoulement de la matière. Les différentes propriétés que nous venons d'évoquer sont donc bien liées à des phénomènes inter-granulaires.

## 11.3 SOLLICITATION HARMONIQUE : CISAILLEMENT

### 11.3.1 Instrumentation

Le dispositif de caractérisation que nous avons conçu et réalisé permet la mesure :

- de l'amplitude de la déformation cyclique en cisaillement imposée aux milieux granulaires ;
- de la contrainte tangentielle résultante et de la contrainte normale.

Un excitateur électro-dynamique impose des sollicitations cycliques en cisaillement à amplitude et fréquence variables. La force tangentielle est mesurée à l'aide d'un capteur piezo-électrique, la force normale avec des jauges de contrainte et le déplacement avec un capteur à courant de Foucault. Le porte échantillon (dispositif modulaire) ainsi que les différents moyens de contrôle des forces normales et tangentielles sont plus amplement décrits dans l'annexe C. La gestion et le traitement des données sont effectués par micro-ordinateur.

Le schéma du dispositif de mesure est présenté sur la figure II<sub>7</sub>. Nous présentons successivement la détermination des caractéristiques "pseudo-élastiques" des milieux granulaires et leur frottement interne en petites déformations.

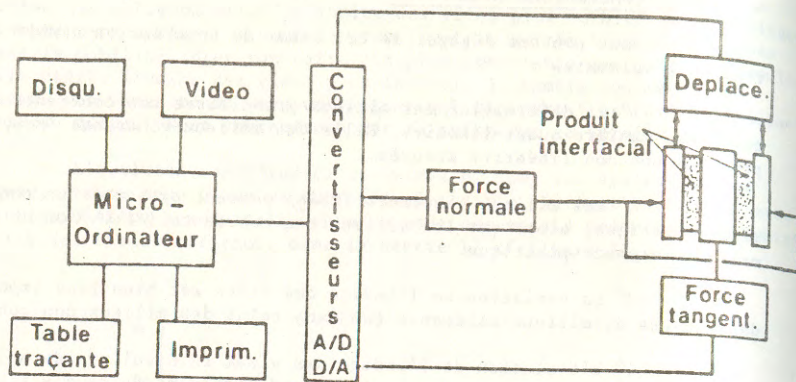


Figure 117 : Schéma du dispositif de caractérisation des milieux granulaires en régime harmonique

### 11.3.2 Contribution "pseudo élastique"

#### 11.3.2.1 Procédure de détermination

Les échantillons des milieux granulaires, préparés selon la même procédure que celle utilisée pour l'essai de compression simple, sont précomprimés à 15 N sur le porte-échantillon qui est par la suite monté sur l'ensemble de caractérisation. Les milieux granulaires sont ensuite comprimés sous une force normale comprise entre 25 N et 100 N puis soumis à une sollicitation sinusoïdale en déplacement.

Lorsque nous faisons croître l'amplitude du déplacement (à partir de  $0,025 \mu\text{m}$ ) nous constatons une évolution de la raideur des milieux granulaires : une infime déformation des milieux entraîne donc une mise en plasticité quasi immédiate. Par la suite, les domaines élastiques, s'ils existent, sont très limités. Cette quasi inexistence de domaine élastique a déjà été montrée dans le cas de certains milieux granulaires (66). Le résultat est retrouvé au cours d'essais triaxiaux de révolution où le module d'élasticité tangent est délicat à déterminer et où les cycles de charge et décharge révèle une irréversibilité quasi totale.

En conséquence, la notion de module d'élasticité (et celle de module de cisaillement) présente un caractère tout à fait arbitraire.

Cependant, pour comparer les propriétés des divers matériaux granulaires soumis à différents états de compactage, nous calculons par une méthode bien particulière un "pseudo module de cisaillement" G.

Dans le cas de milieux élastiques, le module de cisaillement G est déterminé pour nos conditions de sollicitation par la relation classique (67) suivante :

$$G = \frac{K \cdot e}{S}$$

avec e : épaisseur du milieu  
S : section du milieu  
K : raideur du milieu

La raideur des milieux est définie comme l'amplitude de la force tangentielle sur celle du déplacement imposé. Les corrections de raideur liées au porte-échantillon sont présentées dans l'annexe C.

Afin d'assurer la reproductibilité de l'évolution de la raideur, le déplacement est asservi : nous maintenons l'amplitude constante pendant 20 cycles, la prise des données est effectuée à déplacement nul lors des quatre demi-périodes puis nous effectuons un incrément  $\Delta \epsilon$  de  $0,05 \mu\text{m}$ , cf figure 118.

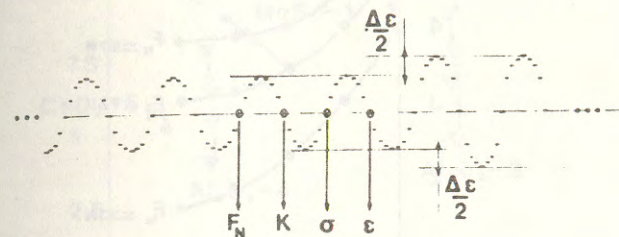


Figure 118 : Sollicitation harmonique et prise des données

Le "pseudo-module de cisaillement" G est déduit par extrapolation des courbes de la raideur en fonction de l'amplitude du déplacement  $\epsilon_0$  par la méthode des différences finies. L'équation utilisée est celle de la formule d'interpolation arrière de Gauss (68) qui constitue à partir de 4 points un polynôme du troisième degré. Ce degré polynomial a été choisi car il constitue la meilleure approximation des différents points de mesure.

Nous présentons, à titre d'illustration, sur la figure 119, les courbes  $K(\epsilon_0)$  et les points d'extrapolation obtenus pour différentes forces normales imposées  $F_N$ . Les conditions géométriques initiales sont identiques à celles de l'essai de compression simple ( $S_0 = 240 \text{ mm}^2$  et  $h_0 = 1 \text{ mm}$ ).

#### 11.3.2.2 "Pseudo-élasticité"

A partir de la géométrie des échantillons et des valeurs de K extrapolées, nous déterminons l'évolution de la fonction G ( $G_1$ ) pour différents milieux granulaires, cf figure 1110.

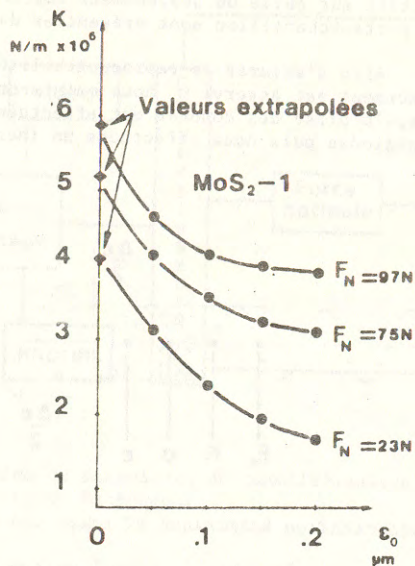


Figure II<sub>9</sub> : Détermination des valeurs de la raideur donnant lieu au calcul du "pseudo-module de cisaillement"

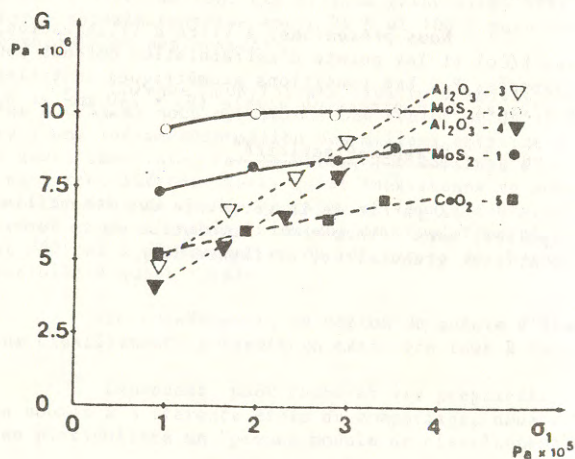


Figure II<sub>10</sub> : "Pseudo-module de cisaillement" des milieux granulaires en fonction de la contrainte normale  $\sigma_1$ .

Les relations que nous avons déterminées expérimentalement (cf figures II<sub>5</sub> et II<sub>6</sub>) entre l'indice des vides  $e$  et la contrainte normale  $\sigma_1$ , permettent de déduire l'évolution de  $G$  en fonction de  $e$ , cf figure II<sub>11</sub>.

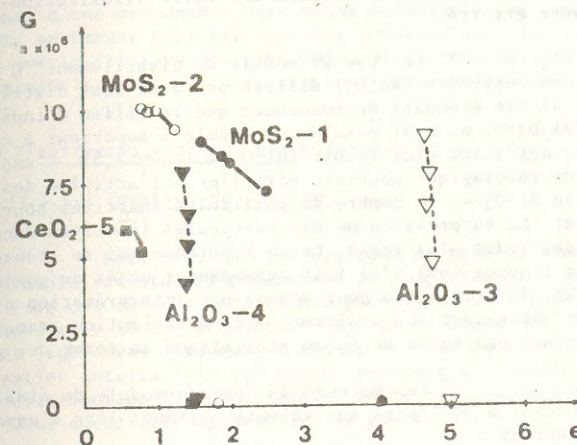


Figure II<sub>11</sub> : "Pseudo module de cisaillement"  $G$  des milieux granulaires en fonction de l'indice des vides  $e$

L'analyse des deux diagrammes précédents (cf figure II<sub>10</sub> et II<sub>11</sub>) permet de dégager les points suivants :

1° Les milieux granulaires se caractérisent par une croissance du "pseudo module de cisaillement"  $G$  avec l'augmentation de la contrainte normale  $\sigma_1$  appliquée en compression simple. Dans la première phase de compactage, l'augmentation de  $G$  pour le milieu cohérent MoS<sub>2</sub> est très rapide, puis elle semble converger vers une courbe unique quelle que soit la granulométrie du milieu. Pour le milieu non cohérent (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), l'évolution de  $G$  avec la contrainte normale est beaucoup plus linéaire. Pour une même contrainte normale  $\sigma_1$ , le "pseudo module d'élasticité"  $G$  est plus important dans le cas du MoS<sub>2</sub> pour le milieu à granulométrie étalée. On retrouve, d'une manière plus générale, que pour un même matériau granulaire, le milieu ayant une aptitude plus prononcée à la déformation plastique, possède un module de cisaillement inférieur.

2° L'évolution du "pseudo module"  $G$  reportée en fonction de l'indice des vides pour le milieu MoS<sub>2</sub> nous fait dire qu'à partir d'un certain compactage, il pourrait exister une relation relativement biunivoque entre le module de cisaillement et l'indice des vides. A partir d'un seuil de contrainte (environ 10<sup>5</sup> Pa lors d'une compression simple), on aurait :

$$G = f(e)$$

Par contre, il ne semble pas exister de relation directe entre  $G$  et la cohésion des milieux granulaires (cf comparaison du tableau II<sub>1</sub> et de la figure II<sub>10</sub>). Ce résultat n'est pas étonnant car la cohésion dépend de l'histoire des sollicitations appliquées au matériau (précontrainte par exemple pour le MoS<sub>2</sub>). Les céramiques constituées de particules d'Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> frittées à 5 · 10<sup>7</sup> Pa constituent une autre illustration manifeste de cette dépendance étroite.

3° Le "pseudo module de cisaillement"  $G$  des milieux granulaires non cohérents (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) diffère peu avec leur distribution granulométrique. Il est étonnant de remarquer que le milieu d'indice des vides le plus élevé (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-3,  $e_0 \approx 5$ ) possède un module  $G$  supérieur à celui du milieu d'indice des vides plus faible (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-4,  $e_0 \approx 1,5$ ). L'explication de ce comportement rhéologique pourrait être liée à l'activité des particules : pour le milieu Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-4, le nombre de particules inactives pourrait être plus important. La suppression de ces particules inactives donnerait alors un indice des vides plus grand. Cette hypothèse qui se trouve renforcée par certains travaux (69) (70) fait cependant l'objet de quelques controverses (71) (72). Il semble que pour donner une interprétation définitive, il faille s'intéresser non seulement à la distribution granulométrique, mais caractériser également de façon statistique la forme des particules.

4° Les valeurs du "pseudo-module de cisaillement"  $G$  correspondent à 30 % près aux valeurs obtenues lors d'essais triaxiaux en considérant :

- le module d'élasticité tangent  $E$  ( $G = \frac{E}{2(1+\nu)}$ );
- le coefficient de Poisson  $\nu$  égal à 0,3;
- la pression moyenne  $\sigma_m$  ( $\sigma_m = \frac{\sigma_1}{3}$ ) pour la compression simple et  $\sigma_3$  pour les essais triaxiaux.

L'extrapolation des courbes  $G = f(e)$  à des indices des vides nuls donne des valeurs de  $G$  comprises :

- entre 1 et 1,5 · 10<sup>7</sup> Pa pour MoS<sub>2</sub>,
- entre 0,5 et 1 · 10<sup>9</sup> Pa pour Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

Nous tentons par la suite de donner une interprétation de ces valeurs comparées aux modules de cisaillement des matériaux à l'état cristallin. Il est cependant logique de trouver une différence importante car les "pseudo-modules de cisaillement" des milieux granulaires ont été déterminés à partir d'une extrapolation de mesures essentiellement plastiques.

#### MoS<sub>2</sub>

L'extrapolation précédente donne un résultat très inférieur au module de cisaillement du MoS<sub>2</sub> à l'état cristallin (dans un rapport de l'ordre de 3000).

On en déduit que pour des valeurs d'indice des vides très faibles (cas des films de MoS<sub>2</sub> rencontrés en tribologie, cf chapitre suivant), il s'effectue une réorganisation structurale très importante, assujettie vraisemblablement à des pressions de contact localement très élevées. Le réarrangement est possible grâce à la grande mobilité interfaciale des particules de MoS<sub>2</sub> et à leur coalescence très importante.

#### Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

L'extrapolation des courbes  $G = f(e)$  donne des valeurs plus proches du module de cisaillement de l'alumine à l'état cristallin (rapport de l'ordre de 50). Ce rapport, beaucoup plus faible que précédemment, résulte à notre sens, d'une ordonnance bien moins modifiable que pour le MoS<sub>2</sub>. Ce résultat, se trouve corroboré par une constatation très simple : il est bien connu que le frittage des particules d'Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (céramiques) conduit à des porosités minimales pour des distributions granulométriques bien spécifiques (73).

### 11.3.3 "Frottement interne" des matériaux granulaires

#### 11.3.3.1 Position du problème

Nous avons montré que pour de faibles contraintes, les matériaux granulaires étudiés présentent un comportement à dominance plastique. Pour des états de contrainte plus élevés, il semble que les matériaux cohérents (MoS<sub>2</sub>) acquièrent, à faible vitesse de déformation, un comportement légèrement visqueux. A chaque état de contrainte est associée une organisation interfaciale qui dépend beaucoup de la nature des matériaux et de leur distribution granulométrique. Cette organisation est dissipatrice d'énergie. Deux questions essentielles se posent alors :

- Quelle est la part d'énergie consommée dans les milieux granulaires lors de leur organisation interfaciale ?
- Quel est le comportement des milieux lorsqu'ils sont soumis à des vitesses de déformation élevées ?

Nous essayons d'apporter une réponse partielle à ces deux questions.

Les milieux granulaires sont soumis à des états de contrainte déterminés ( $F_N = \text{constante}$ ) et nous étudions l'évolution du diagramme contrainte-déformations lorsque les déformations imposées ne conduisent pas à des discontinuités macroscopiques irréversibles.

Nous devons cependant porter une attention particulière au découplage des paramètres déformation et vitesse de déformation. En effet, la taille des particules et les forces qui leur sont assujetties interviennent dans le comportement rhéologique dynamique. Nous procédons à deux catégories d'expérience :

- nous maintenons la fréquence de sollicitation constante (7,8 Hz) et faisons varier la déformation (vitesse de déformation de 0,02 à 0,2 s<sup>-1</sup>);

- nous nous plaçons à amplitude de déformation maximale (4 μm) et faisons varier la fréquence de sollicitation (vitesse de déformation de 0,2 à 3 s<sup>-1</sup> environ).

### II.3.3.2 Courbes force tangentielle-déformation

Quelle que soit la nature des surfaces de sollicitation (alliages d'aluminium et d'acier) et leur état topographique ( $0,02 \mu\text{m} < R_t$ ,  $R_t < 3 \mu\text{m}$ ), les courbes contraintes-déformations montrent des cycles d'hystérésis dont la surface (énergie dissipée  $\Delta W_e$ ) augmente avec l'amplitude de la sollicitation.

Ce résultat, déjà signalé dans la littérature dans le cas de certains contacts pour de très faibles amplitudes de déplacement (74), (75) traduit une forte dépendance entre l'énergie dissipée dans le matériau granulaire et la déformation imposée. Nous nous intéressons par la suite au rapport de l'énergie dissipée  $\Delta W_e$  sur l'énergie stockée  $W_e$  qui est le "frottement interne" des matériaux granulaires (cf définition annexe D). Il faut également noter qu'une accommodation des milieux granulaires (sens rhéologique) est observée pendant un certain nombre de cycles. Ce phénomène a également été rapporté dans la littérature (68). Nous nous sommes attaché exclusivement à la phase des cycles d'hystérésis stabilisés.

#### MoS<sub>2</sub>

Les essais de compression simple ont révélé un comportement essentiellement visco-plastique pour des vitesses de déformation faibles ( $10^{-4}$  à  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$ ) et des états de contrainte relativement élevés ( $2 \cdot 10^5 \text{ Pa}$ ).

L'examen des courbes force tangentielle-déformation en régime harmonique décèle l'existence de points anguleux qui confirment la présence de déformations plastiques, en particulier pour des amplitudes de déformations élevées (à partir de  $1 \mu\text{m}$  environ). Nous présentons les courbes obtenues pour le milieu granulaire MoS<sub>2</sub>-1 soumis à une force normale de 31 N.

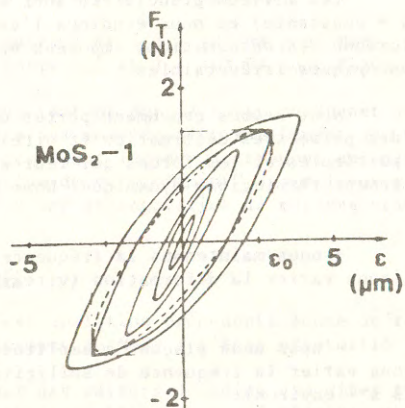


Figure II12 : Courbes force tangentielle-déformation pour le milieu granulaire MoS<sub>2</sub>-1 - Fréquence de sollicitation : 7,8 Hz,  $F_N = 31 \text{ N}$

Les vitesses de déformation varient dans ce cas de  $0,02 \text{ s}^{-1}$  à  $0,2 \text{ s}^{-1}$ .

A amplitude de sollicitation constante, une augmentation de la vitesse de déformation ( $0,2$  à  $3 \text{ s}^{-1}$ ) ne modifie pas de façon décelable les cycles ( $F_T, \epsilon$ ). Cette observation laisse penser que le milieu granulaire MoS<sub>2</sub> pourrait perdre, dans son comportement rhéologique, la composante visqueuse avec l'augmentation de la vitesse de déformation.

#### Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

Comme nous l'avons montré lors des essais de compression simple, le comportement rhéologique du milieu granulaire non cohérent Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> est très peu influencé par la vitesse de déformation ( $10^{-4}$  à  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$ ). Cette observation se trouve confirmée par des caractérisations dynamiques à vitesse de déformation constante. L'examen des courbes ( $F_T, \epsilon$ ) révèle comme dans le cas précédent une part très importante de la contribution plastique.

On remarque également une diminution très importante de la raideur des matériaux granulaires (au sens défini précédemment). Nous présentons les courbes obtenues pour le milieu granulaire Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-3 soumis à une force normale  $F_N = 33 \text{ N}$ .

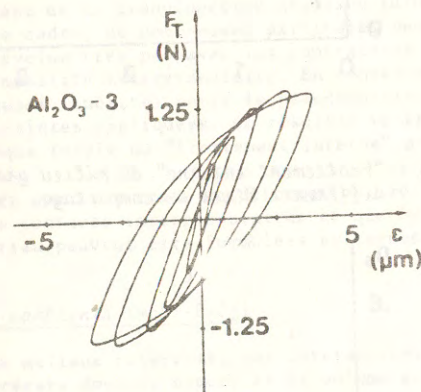


Figure II13 : Courbes force tangentielle-déformation du milieu granulaire Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-3 - Fréquence de sollicitation 7,8 Hz -  $F_N = 33 \text{ N}$

### II.3.3.3 "Frottement interne"

L'énergie dissipée  $\Delta W_e$  dans les milieux granulaires en sollicitation harmonique est, comme nous l'avons dit, représentée par l'aire du cycle ( $F_T, \epsilon$ ). La détermination de l'énergie emmagasinée est assujettie à diverses considérations (67). Nous avons retenu la définition standard relative à la déformation imposée (cf annexe D).

Le "frottement interne"  $\eta_s$  est défini par le rapport  $\Delta W_e/W_e$ . A partir de ces considérations et des cycles d'hystérésis, nous avons déterminé  $\eta_s$  (cf annexe D).

Le "frottement interne" (cf figures II14 et II15) dépend :

- de l'amplitude de la déformation imposée  $\epsilon_0$ ,
- de la nature des matériaux granulaires,
- de l'état de compactage.

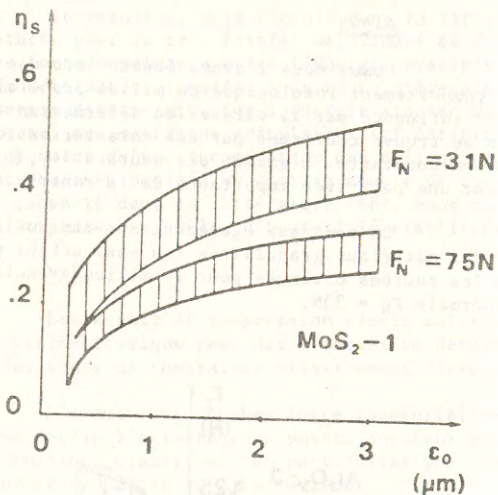


Figure II14 : "Frottement interne" du milieu granulaire  $MoS_2-1$  soumis à différents états de compactage.

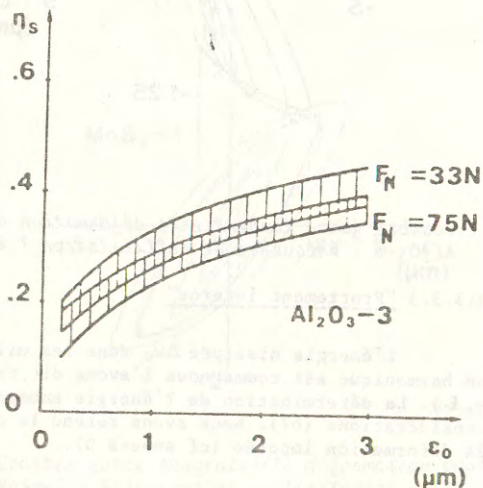


Figure II15 : "Frottement interne" du milieu granulaire  $Al_2O_3-3$  soumis à différents états de contrainte

L'analyse de ces courbes montre que d'une manière générale le frottement interne augmente avec l'amplitude de la déformation imposée. Une augmentation du compactage des milieux granulaires conduit à une diminution du "frottement interne" qui est beaucoup plus importante dans le cas du milieu  $MoS_2$  que dans le cas du milieu  $Al_2O_3$ . Cette différence est encore liée, à notre sens, à une mobilité interfaciale plus grande dans le cas du  $MoS_2$ .

#### II.4 CONCLUSIONS PARTIELLES - INTERPRETATIONS ET HYPOTHESES

Nous proposons dans ce dernier paragraphe de donner un résumé succinct des résultats précédents en termes d'une interprétation à l'échelle granulaire

##### II.4.1 Milieux non cohérents ( $Al_2O_3$ )

Pour les milieux non cohérents, il est possible de définir un micro-élément : le grain. Une déformation élastique de macro-éléments (ensemble de grains + gaz), dont l'importance est en général faible vis à vis des déformations plastiques, est obtenue par compression, fléchissement, torsion... des micro-éléments sans frottement. Une déformation plastique de ces macro-éléments est liée à un arrangement irréversible des grains par roulement, glissement, pivotement... (si on excepte le broyage des particules).

Les contraintes sont alors transférées par un certain nombre de contacts qui dépendent de la granulométrie utilisée (dimension et forme des particules). Dans ce cadre, de nombreuses particules peuvent être inactives. L'indice des vides évolue très peu avec les contraintes appliquées, ce qui indique une faible mobilité intergranulaire. En conséquence, il existe une forte dépendance (quasi linéaire) entre le pseudomodule de cisaillement des milieux et les contraintes appliquées. Ce résultat se trouve confirmé par l'indépendance presque totale du "frottement interne" avec l'état des contraintes.

Enfin, il faut noter que la vitesse de déformation implique peu de modifications au niveau des contacts intergranulaires et que les lois de comportement de ce type de matériau peuvent être formulées en termes purement élasto-plastiques.

##### II.4.2 Milieux cohérents ( $MoS_2-C_2O_2$ )

Pour les milieux cohérents, les interactions particulières favorisent la formation d'aggrégats dont le nombre et le volume croissent avec l'état de contrainte. Ces aggrégats sont d'autant plus hétérogènes que le déversement de milieux à l'état lâche l'est. Dans ce cas la définition du micro-élément présente déjà une difficulté.

La déformation élastique des micro ou macro-éléments est masquée par le réarrangement des grains et ensembles de grains. Il n'est donc pas anormal de trouver pour ces milieux granulaires compactés (jusqu'à  $3.10^5$  Pa) un comportement élastique pratiquement inexistant. Les phénomènes sont beaucoup plus complexes que dans le cas de milieux non cohérents faisant intervenir des réarrangements aussi bien à l'échelle intergranulaire, interaggrégats que dans l'aggrégat lui-même. Les milieux peuvent passer selon la vitesse de déformation d'un comportement viscoplastique à un comportement essentiellement plastique.

L'ordonnance des milieux est considérablement modifiée par l'état de contrainte et il n'est pas étonnant de ne pas trouver de relations directes entre la cohésion des milieux et leur module de cisaillement. Etant donnée la très grande mobilité interfaciale des milieux granulaires ( $MoS_2$ ) le "pseudo module de cisaillement" varie énormément avec la distribution granulométrique initiale des milieux. A partir d'un certain état de contrainte

critique, il pourrait même exister une relation biunivoque entre le "pseudo-module de cisaillement et l'indice des vides des milieux". Ce dernier point est confirmé par la forte dépendance du "frottement interne" des milieux avec l'état de contrainte.

### III.1 PREAMBULE

Nous avons vu dans la partie précédente que les milieux granulaires compactés, soumis à de faibles contraintes de cisaillement conduisant à des déformations sensiblement homogènes et stables, présentent un comportement essentiellement plastique.

Une augmentation de la contrainte de cisaillement engendre des déformations hétérogènes et l'apparition de surfaces de discontinuité.

Nous parlons de discontinuité lorsque deux points initialement voisins ne le restent plus au cours de la déformation. Cette définition implique que la notion de surface de discontinuité s'applique à l'intérieur d'un matériau ou entre deux matériaux de nature différente. Nous nous intéressons dans cette partie au développement de ces surfaces de discontinuité. Nous entendons par développement aussi bien les phases de naissance que de propagation.

Dans le cas de surfaces de discontinuité apparaissant dans un même matériau, nous parlons de surfaces de rupture. Une surface de rupture incomplète est appelée une fracture.

Les surfaces de rupture sont classées en deux catégories :

- Les surfaces de rupture avec tendance à l'écartement des deux faces. Elles correspondent au mode I défini en mécanique de la rupture.

- Les surfaces de rupture avec mouvement relatif parallèle aux deux faces. Ces dernières sont par conséquent des surfaces de frottement. Elles correspondent aux modes II et III de la mécanique de la rupture. Cf. figure III<sub>1</sub>.

Nous gardons pour ces deux catégories la dénomination de surface de rupture afin de ne pas les confondre avec les surfaces de frottement que nous définissons par la suite.

Nous entendons par surface de frottement une surface de discontinuité apparaissant entre deux matériaux différents, et qui se traduit par le frottement d'un matériau sur l'autre, à un moment de l'histoire de la déformation à laquelle ces derniers sont soumis.

Il est fondamental de ne pas confondre les surfaces de frottement avec les surfaces frottantes qui font partie intégrante de l'interface. Ces différentes notions sont récapitulées sur la figure III<sub>1</sub>.

La compréhension du comportement tribologique des produits interfaciaux est conditionnée par la localisation interfaciale des diverses surfaces de discontinuité.

Nous essayons dans un premier temps d'aborder les mécanismes qui sont à l'origine de la rupture des milieux granulaires puis de distinguer divers types de surfaces de discontinuité et leurs conséquences tribologiques.



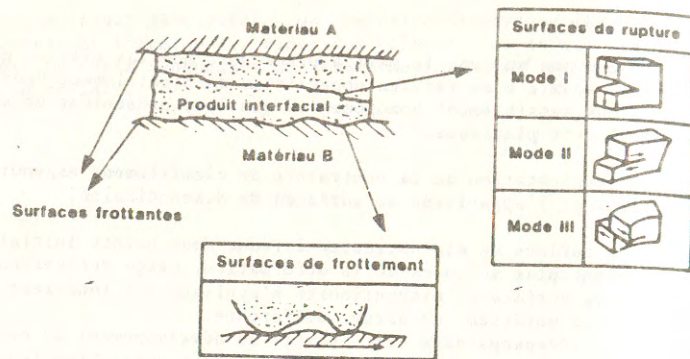


Figure III<sub>1</sub> : Surfaces de discontinuité dans un interface.

### III.2 ESSAIS TRIAXIAUX ET RUPTURE DES MILIEUX GRANULAIRES

Nous abordons dans cette partie l'étude du cisaillement des milieux constitués de particules de MoS<sub>2</sub> (milieux 1 et 2) et Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (milieux 3 et 4). L'état de contrainte auquel les milieux sont soumis est défini par le tenseur des contraintes suivant :

$$\sigma = \begin{pmatrix} \sigma_1 & 0 & 0 \\ 0 & \sigma_3 & 0 \\ 0 & 0 & \sigma_3 \end{pmatrix}$$

Cette caractérisation rhéologique est effectuée sur un dispositif triax de révolution.

Rappelons la difficulté à réaliser le vide dans les échantillons des milieux cohérents, alors que pour les milieux non cohérents, l'essai classique est directement adaptable. Nous choisissons des dimensions d'échantillons telles que, a priori, les plans de rupture éventuels puissent se développer librement (76) (élanement environ égal à 2).

#### III.2.1 Rupture et dilatance

Pour les deux types de matériau granulaire, on observe une augmentation progressive de l'écrasement  $\Delta h/h_0$  des échantillons qui conduit à une augmentation de la contrainte déviatoire  $\sigma_1 - \sigma_3$ . Cette dernière tend vers un maximum conduisant à l'apparition de ruptures de morphologies différentes selon la nature des matériaux granulaires.

#### III.2.1.1 MoS<sub>2</sub>

Les échantillons de MoS<sub>2</sub> subissent des déformations plastiques irréversibles importantes au cours de leur écrasement initial. La contrainte déviatoire augmente et atteint un maximum. Des discontinuités très localisées naissent alors dans les échantillons. Lorsque la surface de rupture commence à se développer, nous observons une décroissance de la contrainte déviatoire  $\sigma_1 - \sigma_3$  en fonction de l'écrasement  $\Delta h/h_0$ .

Nous présentons sur la figure III<sub>2</sub> l'évolution de la contrainte déviatoire  $\sigma_1 - \sigma_3$  (non corrigée avec les variations de section des échantillons) en fonction de l'écrasement  $\Delta h/h_0$  pour une même valeur de la précontrainte ( $10^5$  Pa) et différentes valeurs de la pression de confinement  $\sigma_3$  (milieu MoS<sub>2</sub>-1).

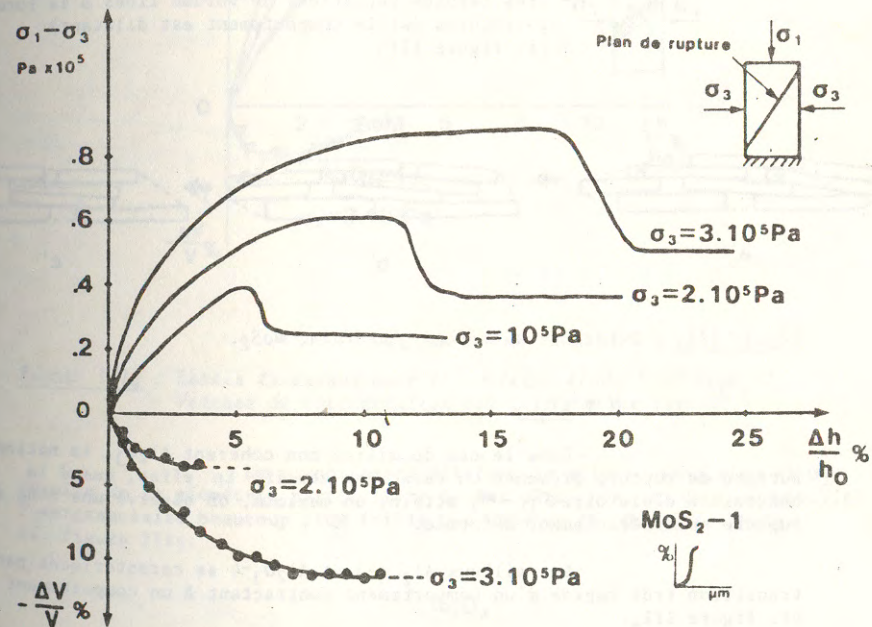


Figure III<sub>2</sub> : Essais triaxiaux avec le milieu MoS<sub>2</sub>-1. Précontrainte  $10^5$  Pa ( $\rho = 1,6 \text{ kg/dm}^3$ ). Vitesse de sollicitation  $0,1 \cdot 10^{-3} \text{ m/s}$ .

La déformation nécessaire à l'apparition de la surface de rupture croît avec la contrainte de confinement  $\sigma_3$ . Il semble que la diffusion intergranulaire soit freinée par l'accroissement du compactage des échantillons. Le palier final de la contrainte déviatoire  $\sigma_1 - \sigma_3$  est obtenu quand la surface de rupture a traversé de part en part le matériau ; il se produit alors un glissement relatif de blocs sensiblement rigides.

L'écrasement des échantillons conduit à une diminution initiale de leur volume (comportement contractant) puis à des déformations pratiquement isochores avant d'atteindre le maximum des contraintes déviatoires. Il est en conséquence difficile de conclure à la dilatance du milieu granulaire  $\text{MoS}_2$  qui pouvait être, comme nous le verrons par la suite, à l'origine de l'apparition des surfaces de rupture dans les échantillons. Ce dernier comportement n'a pu être discerné pour deux raisons :

- Variations hétérogènes des déformations des échantillons.
- Très faibles variations de volume liées à la forme des particules (si le comportement est dilatant) cf. figure III<sub>3</sub>.

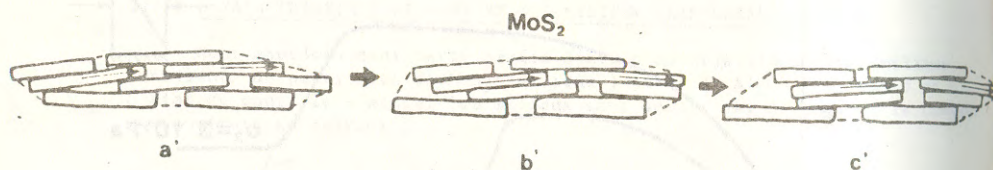


Figure III<sub>3</sub> : Dilatance du milieu granulaire  $\text{MoS}_2$ .

### III.2.1.2 $\text{Al}_2\text{O}_3$

Dans le cas du milieu non cohérent  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , la notion de surface de rupture présente un caractère abusif. En effet, quand la contrainte déviatoire  $\sigma_1 - \sigma_3$  atteint un maximum, on observe une zone de rupture considérablement déformée.

Les milieux  $\text{Al}_2\text{O}_3-3$  et  $\text{Al}_2\text{O}_3-4$  se caractérisent par une transition très rapide d'un comportement contractant à un comportement dilatant cf. figure III<sub>4</sub>.

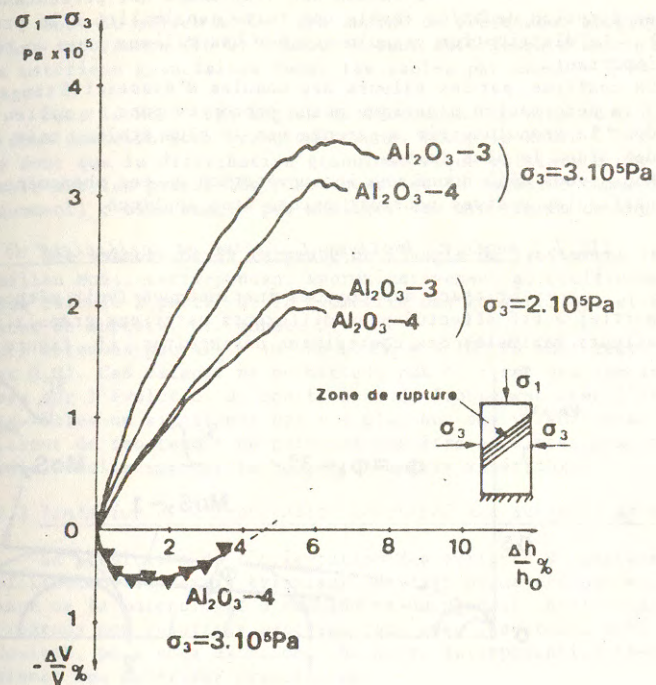


Figure III<sub>4</sub> : Essais triaxiaux avec les milieux  $\text{Al}_2\text{O}_3-3$  et  $\text{Al}_2\text{O}_3-4$ . Vitesse de sollicitation  $0,1 \cdot 10^{-3}$  m/s.

Le comportement dilatant du milieu granulaire  $\text{Al}_2\text{O}_3$  résulte de la géométrie particulière de ses particules et de leur mobilité intergranulaire beaucoup plus faible que dans le cas du milieu  $\text{MoS}_2$ . cf. figure III<sub>5</sub>.

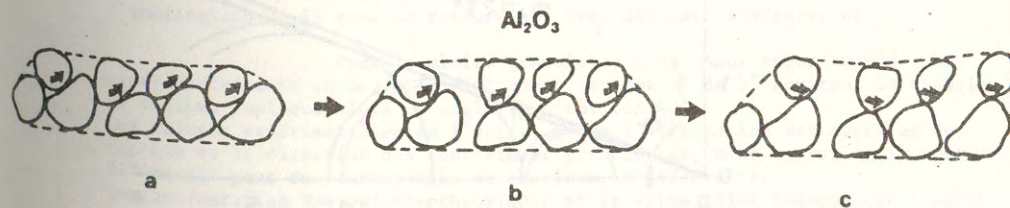


Figure III<sub>5</sub> : Dilatance du milieu granulaire  $\text{Al}_2\text{O}_3$ .

L'examen des diagrammes qui présentent l'évolution de  $\sigma_1$  en fonction de  $\Delta h/h_0$  révèle une forte sensibilité à la pression de confinement  $\sigma_3$ . La distribution granulométrique des milieux joue un rôle également très important.

On confirme, par les valeurs des modules d'élasticité tangents, une résistance à la déformation plastique moins prononcée pour le milieu granulaire  $Al_2O_3-3$  dont la granulométrie apparente est la plus étalée, mais qui possède l'indice des vides le plus faible.

Nous avons déjà donné une interprétation de ces phénomènes et le concept des particules actives pourrait encore être appliqué.

### III.2.2 Angle de frottement interne et coefficient de frottement intrinsèque

Le tracé des courbes intrinsèques (voir méthode dans la première partie) a été effectué pour différents matériaux granulaires à partir des valeurs maximales des contraintes déviatoires. cf. figure III<sub>6</sub> et III<sub>7</sub>.

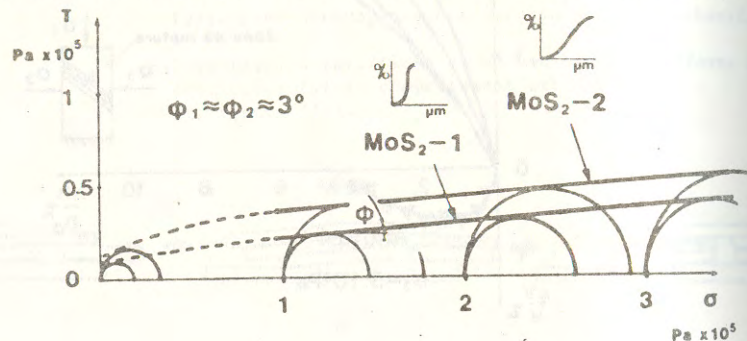


Figure III<sub>6</sub> : Courbes intrinsèques des milieux granulaires  $MoS_2-1$  et  $MoS_2-2$  soumis à une précontrainte de  $10^5$  Pa.

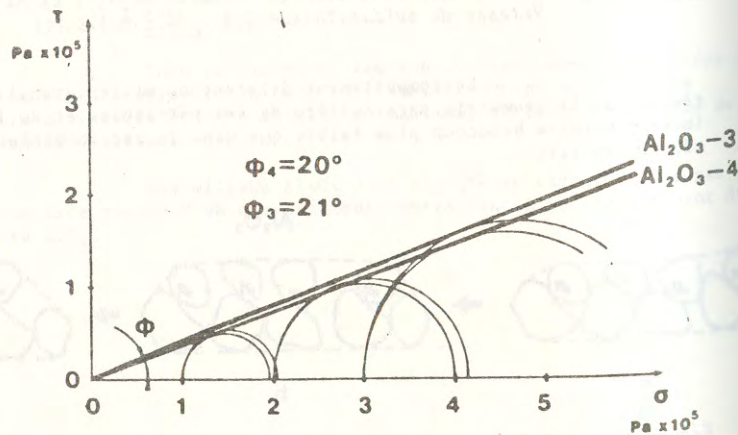


Figure III<sub>7</sub> : Courbes intrinsèques des milieux granulaires  $Al_2O_3-3$  et  $Al_2O_3-4$

Pour le milieu  $Al_2O_3$ , les angles de frottement interne sont relativement importants ( $20-21^\circ$ ) mais restent inférieurs à ceux rencontrés dans le cas de matériaux granulaires comme les sables par exemple (77) (78).

Pour le  $MoS_2$ , les angles de frottement interne sont très faibles pour les deux distributions granulométriques (compris entre  $2^\circ$  et  $4^\circ$ ). Il semble donc que la distribution granulométrique initiale a une influence considérable sur les propriétés plastiques (et la cohésion comme nous l'avons vu précédemment) ; elle semble peu modifier les propriétés de rupture.

Les valeurs de la tangente de l'angle de frottement interne, pour le milieu  $MoS_2$ , correspondent approximativement au coefficient de frottement intrinsèque calculé à partir de la géométrie des échantillons et de l'orientation des surfaces de rupture. cf. annexe D. Les valeurs obtenues pour  $\sigma_3 = 10^5$  Pa. et  $\sigma_3 = 3.10^5$  Pa. sont respectivement de 0,03 et 0,05. Ces valeurs ne permettent pas de tirer des conclusions définitives sur l'évolution du coefficient de frottement avec l'état de contrainte. Elles ne signifient pas non plus que des valeurs plus faibles du coefficient de frottement ne puissent pas être atteintes pour une scission interfaciale localisée entre le  $MoS_2$  et d'autres matériaux.

### III.2.3 Tentative d'interprétation théorique des surfaces de rupture

La prédiction de l'orientation des surfaces de rupture, à partir d'une exploitation des essais triaxiaux, devrait permettre une meilleure connaissance de la morphologie d'écoulement du produit interfacial. Nous confrontons nos résultats expérimentaux avec l'approche très classique de Mohr-Coulomb, puis nous examinons une autre interprétation théorique liée à la dilatance des matériaux granulaires.

#### III.2.3.1 Analyse de Mohr-Coulomb

Si l'on représente les droites de Coulomb dans le schéma de Mohr, l'orientation des surfaces de rupture fait avec la direction des contraintes principales un angle  $\phi_c$  qui vaut :

$$\bar{\phi}_c = \pm \left( \frac{\pi}{4} - \frac{\bar{\phi}}{2} \right)$$

$\bar{\phi}$  : angle de frottement interne du milieu.

Pour le milieu granulaire  $Al_2O_3$ , caractérisé par un angle de frottement interne d'environ  $20^\circ$ , on obtient un angle théorique  $\bar{\phi}_c$  de  $35^\circ$ . Il est très difficile de conclure sur la validité de cette théorie, car l'inclinaison de la zone de rupture est très délicate à déterminer.

Pour le milieu granulaire  $MoS_2$ , nous avons trouvé expérimentalement un angle de frottement interne  $\bar{\phi}$  de  $3^\circ$  environ. La théorie de Coulomb implique alors un angle  $\bar{\phi}_c$  d'environ  $43^\circ$ . Les valeurs expérimentales de l'angle, entre l'orientation des surfaces de rupture et la direction des contraintes principales, sont approximativement de  $28^\circ$  et  $32^\circ$  pour des contraintes de confinement différentes. La confrontation des valeurs théoriques et expérimentales indique que l'emploi de cette théorie n'est pas justifié.

Nous avons proposé dans cette étude des méthodes expérimentales de caractérisation des milieux granulaires micronisés (Dimension des particules élémentaires inférieures à  $10^{-4}$  m).

Les propriétés rhéologiques de certaines classes de milieux granulaires (abrasif :  $Al_2O_3$ ,  $CeO_2$  - Lubrifiants :  $MoS_2$ ) ont été appréhendées à partir de deux dispositifs :

- une instrumentation spécifiquement conçue pour l'analyse du comportement dynamique des milieux de faible épaisseur (inférieure à  $10^{-3}$  m).
- un appareil triaxial de révolution.

Nous avons déterminé les caractéristiques "pseudo élastiques" des milieux lors de sollicitations harmoniques sous différents états de contrainte. Les contributions visqueuses ont pu être détectées à l'aide d'essais de compression simple et d'essais harmoniques. Nous avons également montré que l'évolution de la compacité des milieux en fonction de l'état des contraintes dépendait de la nature des milieux (propriétés physico-chimiques) et de leur granulométrie. Certaines corrélations ont pu être ainsi déterminées entre les caractéristiques "pseudo-élastiques" des milieux et leur compacité.

Les modes de rupture des milieux ont été examinés à partir des essais triaxiaux. Les courbes intrinsèques des milieux granulaires montrent que la contrainte déviatoire à la rupture dépend également fortement de l'état des contraintes, de la nature et de la granulométrie des milieux.

En particulier, pour le bisulfure de molybdène, les angles de frottement internes trouvés sont très faibles (2 à 4° environ) et indépendants de la granulométrie des milieux (2 granulométries considérées). Le coefficient de frottement intrinsèque est de l'ordre de 0,05 pour les conditions de contraintes choisies.

Le développement de ces méthodes de détermination des propriétés rhéologiques des milieux granulaires micronisés devrait permettre d'apporter à la tribologie un outil supplémentaire de caractérisation.

- 1 : KAPSA Ph., Thèse d'Etat, Lyon, n° 8219 (1982).
- 2 : MATHIA T., Thèse d'Etat, Lyon, n° 7845 (1978).
- 3 : MARTIN J.M., Thèse d'Etat, Lyon, n° 7827 (1978).
- 4 : GODET M., PLAY D., BERTHE D., Journ. of Lub. Technol., 102, p. 153-164 (1980).
- 5 : LOUIS F., MATHIA T., Journées sur les lubrifiants solides, Société Française de Tribologie, Paris (1983).
- 6 : FAUGERAS J.C., GOURVES R., 15ème colloque du Groupe Français de Rhéologie ed. ENPC, p. 321-328 (1980).
- 7 : OLIVARI M., Mécanique des sols, E.C.L. (1981).
- 8 : BROWN P.L., RICHERD J.C., "Principles of powder mechanics", Pergamon Press (1970).
- 9 : FARFITT G.D., SING K.S.W., "Characterization of powder surface", Ac. Press (1976).
- 10 : BEDDOW J.K., MELOY T., "Testing and characterization of powders and fine particules", Heyden (1980).
- 11 : ILLIUC I., "Tribology of thin layers", Elsevier (1980).
- 12 : LOWRISON G.C., "Crushing and grinding", Butterworths (1974).
- 13 : BEKE B., "La fragmentation", S.E.B.T.P., p. 185-222 (1980).
- 14 : MATHIA T., MONTES H., Labo. de Techno. des Surf., E.C.L., Rapport interne (1980).
- 15 : MATHIA T., LOUIS F., MAEDER G., MAIREY D., Int. Conf. of Metrology and properties of eng. surf., Leicester (1982).
- 16 : GILTROW J.P., LANCASTER J.K., Wear, 20, p. 137-150 (1972).
- 17 : WINER W.O., Wear, 10, p. 422-452 (1967).
- 18 : FARR J.P.G., Wear, 35, p. 1-22 (1975).
- 19 : ANDREWS G.I., GROSZEK A.J., WHITERIDGE R.E., A.S.L.E. Trans., 15, p. 184-191 (1971).
- 20 : GROSZEK A.J., WHITERIDGE R.E., A.S.L.E. Trans., 14, p. 254-256 (1971).
- 21 : MATSUNAGA M., NAKAGAWA T., A.S.L.E. Trans., 19, p. 216-220 (1980).
- 22 : HOLINSKI R., GANSHEIMER G., Wear, 19, p. 319-342 (1972).
- 23 : DEACON R.F., GOODMAN J.F., Proc. Roy. Soc., London, A243, p. 464-482 (1958).

- 24 : BRAITHWAITE E.R., Proc. Eng. and Design Conf., London (1963).
- 25 : GILTROW J.P., Trib. Int., p. 123-129 (1974).
- 26 : GRATAN P.A., LANCASTER J.K., Wear, 10, p. 453-468 (1967).
- 27 : LANCASTER J.K., Wear, 10, p. 103-117 (1967).
- 28 : TSUYA Y., A.S.L.E. Trans., 15, p. 225-232 (1971).
- 29 : KERBADGE O., Thèse de Docteur Ingénieur, E.C.L., n° 8104 (1981).
- 30 : SALOMON O., DE GEE A.W.J., ZAAT J.H., Wear, 7, p. 87-101 (1964).
- 31 : SPALVINS T., A.S.L.E. Trans., 17, p. 107 (1973).
- 32 : FUSARO R.L., A.S.L.E., 36 th Annual Meeting in Pittsburgh (1981).
- 33 : LANCASTER J.K., A.S.L.E. Trans., 8, p. 146-155 (1965).
- 34 : BRENDLE M., COLIN G., 7 th Leeds/Lyon Symp. on tribol. (1980).
- 35 : FUSARO R.L., A.S.L.E. Trans., 25, p. 141-156 (1982).
- 36 : PARDEE R.P., A.S.L.E. Trans., 15, p. 130-142 (1971).
- 37 : MIGLEY J.V., J. Inst. Petrol., 42, p. 316 (1956).
- 38 : KAY E., A.S.L.E. Trans., 8, p. 146-155 (1965).
- 39 : HALTNER A.J., OLIVIER C.J., J. Chem. Eng., 6, p. 128-130 (1961).
- 40 : KARPE S.A., A.S.L.E. Trans., 8, p. 164-178 (1978).
- 41 : BRAITHWAITE E.R., ROWE C.W., Sci. Lub., 15, p. 92 (1963).
- 42 : BRAITHWAITE E.R., "Lubrication and lubricants", Elsevier (1967).
- 43 : BARRY H.F., BINKELMAN J.P., Lub. Eng., 22, p. 139-145 (1966).
- 44 : CALLENS C., Thèse de Docteur Ingénieur, n° 02, E.C.L. (1983).
- 45 : MAEDER G., LEBRUN J.L., SPRAVEL J.M., Mat. et Tech., p. 135-149 (1981).
- 46 : BUCKLEY D.H., "Surface effects in adhesion, friction, wear and lubrication", Elsevier (1981).
- 47 : KAY E. and Cd., Phys. Rev., B14, p. 5392-5396 (1976).
- 48 : GILMAN J.J., J. App. Phys., 31, p. 2208-2218 (1960).
- 49 : STUPIAN G.W., CHASE A.B., J. Vac., Sci. Tech., 14, p. 1146-1152 (1977).
- 50 : Communication personnelle, Graphoïl.
- 51 : BOMBLEB J.P., "La fragmentation", S.E.B.T.P., p. 82-121 (1980).
- 52 : CHOLLET P.A., MESSIER J., ROSILIO C., J. Chem. Phys., 62, p. 1042-1050 (1976).

- 53 : CHOLLET P.A., "Thin solids films", 52, p. 343-360 (1978).
- 54 : KADMIRI, D.E.A. de Propriétés des Surfaces, Besançon (1981).
- 55 : DESPORTES J.L., Thèse de 3ème cycle, n° 1203 (1982).
- 56 : KRONBERG M.L., Acta. Met., 5, p. 507 (1957).
- 57 : EL ADHAM F., Thèse de Docteur Ingénieur, n° 7821 (1978).
- 58 : BRAVER G., GINGERICH K.A., J. Inorg. Nucl. Chem., 16, p. 87-99 (1960).
- 59 : BEVAN D.J.M., KORDIS J., Chem., 26, p. 1509-1523 (1964).
- 60 : BLUMENTHAL R.W., LEE P.W., PANLER R., J. Electrochem. Soc., 118, p. 1 (1971).
- 61 : BARKER W.W., WILSON A.F., Ber. Dtsch. Keram. Ges., 30, p. 251 (1953).
- 62 : RABINOWICZ E., "Friction, wear and lubrication. Study guide", Massach. Inst. of Techno. (1974).
- 63 : PETERSON M.P., WINET W.O., "Wear Control Handbook", New York (1980).
- 64 : SCARELLI G., WOOD D.M., IUTAM Conf. of def. and fail. of granular mat. p. 473-483 (1982).
- 65 : BERTHIER Y., Thèse de Docteur Ingénieur, n° ID1 8209, Lyon (1982).
- 66 : HABIB P., Thèse d'Etat n° 61 (1953).
- 67 : LAZAN B.J., "Damping of materials and members in structural mechanics", Pergamon Press (1968).
- 68 : SOUTHWORTH R.W., DELECUW S.L., "Digital computation and numerical methods", Mac Graw Hill (1971).
- 69 : CAMBOU B., Thèse d'Etat n° 7910, Lyon (1979).
- 70 : CAMBOU B., 15ème Colloque G.F.R., p. 275-294, Ed. ENPC (1980).
- 71 : LE TIRANT P., SARDA J.P., Bul. Liaison P. et C., 6, p. 41-42 (1964).
- 72 : ROWE P.W., Proc. Roy. Soc., A269, p. 500-527 (1962).
- 73 : JOUENNE C.A., Traité de céramiques et de matériaux minéraux, Septima Paris (1980).
- 74 : JOHNSON K.L., Proc. Roy. Soc., A230, 531-548 (1955).
- 75 : MIDLIN C.D. and Cd., Proc. First Not. Cong. App. Mech., Chicago, p. 203-208 (1951).

- 76 : LADE P.V., IUTAM Conf. of Def. and fail. of granular mat., p. 461-471 (1982).
- 77 : LESLIE D.D., Proc. Ind. Pan. Am. Conf. Soil Mech. F. Eng., 1, p. 181-202 (1963).
- 78 : HOUGH B.K.; "Basic Soils Engineering", Ronald Press (1968).
- 79 : DARVE F., Thèse d'Etat n° 7912, Grenoble (1978).
- 80 : LUONG M.P., IUTAM Conf. of Def. and Fail. of granular mat., p. 239-246 (1982).
- 81 : JACQUET J.M., T.F.E., E.N.T.P.E. (1978).
- 82 : FABRE D., Thèse de Docteur Ingénieur, N° CNRS A.O. 12845 (1976).
- 83 : GRIGGS D., HANDIN J., "In rock deformation", Géol. Soc. of America, Méloir 79, p. 39-104 (1960).
- 84 : GREENWOOD J.A., WILLIAMSON J.B.P., Proc. Roy. Soc., London, A221, p. 300-319 (1966).
- 85 : GRIFFITH A.A., Phil. Trans. Roy. Soc., London, A221, p. 163-198 (1921).
- 86 : HAGAN J.T., Journ. of mat. Sciences, 16, p. 2909-2911 (1981).
- 87 : HUTTIG G.F., Z. Metalk., 18, p. 359 (1957).
- 88 : KENDALL K., Nature, 272, p. 710-711 (1978).
- 89 : HUET C., "La fragmentation", S.E.B.T.P., p. 27-67 (1980).
- 90 : EVANS A.G., CHARLES E.A., J. of the Am. Ceram. Soc., 59, p; 371-372 (1976).
- 91 : HAMILTON C.M., GOODMAN L.E., Journ. of a Appl. Mech., p. 371-376 (1966).
- 92 : CAMERON A., "Principles of lubrication", Wiley J. (1966).
- 93 : KNAPPWOST A., Vertragveroffenlichungen Hans der Technik, Essen, p. 127 (1967).
- 94 : DIMNET J., GEORGES J.M., A.S.L.E. Trans, vol. 25, p. 456-464 (1982).

## THERMOGRAPHIE INFRAROUGE DES SABLES CISAILLES

### INFRARED THERMOGRAPHY OF SHEARED SANDS

M.P. LUONG, Maître de Recherche CNRS, LA 317 - Ecole Polytechnique 91120 PALAISEAU

#### RESUME

La vibrothermographie infrarouge utilisée au Laboratoire de Mécanique des Solides est une technique non-destructive permettant d'observer et d'enregistrer en temps réel la carte des réseaux d'isothermes produits par la dissipation de chaleur due au frottement entre grains du sable cisailé.

La technique décrite, couplant les énergies mécanique et thermique, offre la possibilité de détecter le seuil de réarrangement des grains ou seuil caractéristique du matériau granulaire et de mettre en évidence la dégradation mécanique ou l'endommagement du matériau.

#### ABSTRACT

The infrared vibrothermography used in the Laboratoire de Mécanique des Solides is a non-destructive technique which allows records and observations in real time of heat patterns produced by the dissipation of energy due to friction between grains of sheared sand.

The described technique which couples mechanical and thermal energies, offers the potential of directly monitoring the stress state of particle rearrangement or characteristic threshold and predicting the mechanical response of the damaged material.

#### 1- INTRODUCTION

Le sable sec est un matériau granulaire sans cohésion, assimilable à un assemblage de grains. Ses propriétés rhéologiques peuvent s'expliquer à partir d'une analyse aux niveaux du grain élémentaire et de la structure globale. Les déformations macroscopiques observées proviennent essentiellement de la modification de sa structure, i.e. des réarrangements des grains constitutifs conformément aux principaux mécanismes suivants de déformation qui entraînent des variations de volume irréversibles de contractance ou de dilataance :

- Mécanisme de consolidation correspondant au serrage mutuel des particules solides (contractance) ;
- Mécanisme de distorsion traduisant les glissements irréversibles des grains (contractance puis dilataance en fonction du niveau déviatorique des contraintes) ;
- Mécanisme d'attrition dû au broyage des aspérités et à l'écrasement des grains eux-mêmes sous fortes contraintes (contractance).

(\*) Communication au Groupe Français de Rhéologie le 1er Décembre 1983, E.N.P.C., Paris.

L'introduction du concept d'un état caractéristique du matériau granulaire [5,6] -ou état de dilata nulle- facilite la caractérisation du comportement mécanique des sols sous chargement transitoire, cyclique et dynamique en observant le processus de la déformation irréversible tout au long du chemin de contrainte appliqué.

La technique de thermographie infrarouge exploitant le couplage thermomécanique du comportement des sables cisailés, met en évidence le mécanisme de distorsion et détecte ainsi d'une façon non destructive le seuil caractéristique ou seuil de désenchevêtrement du matériau qui caractérise la dégradation de la structure granulaire.

## 2- VIBROTHERMOGRAPHIE

La vibrothermographie infrarouge utilise en temps réel un système électronique sophistiqué pour conditionner les signaux captés par un détecteur infrarouge à effet photonique et les afficher sur un écran de télévision. C'est une technique sans contact et continue pour l'acquisition des données : ainsi, les mesures ne perturbent pas les phénomènes ou les objets étudiés.

Cette méthode d'auscultation est basée sur l'observation dans une fenêtre de transparence atmosphérique d'une cartographie thermique à la surface de l'échantillon testé. La quantité d'énergie émise par rayonnement infrarouge invisible dépend de la température de l'échantillon et de son état de surface ou émissivité. Plus la température est élevée, plus l'énergie émise est importante. Les différences d'énergie rayonnée correspondent à des différences de température car  $W = \sigma T^4 \epsilon$  où  $\sigma$  est une constante,  $T$  la température absolue et  $\epsilon$  l'émissivité.

Les applications des méthodes thermiques infrarouges ont fait l'objet de nombreuses publications au cours de cette dernière décennie [1, 3, 4, 8, 9, 11, 12]. Elles reposent sur les mécanismes de transfert thermique. Les sols présentent un faible taux de conversion thermomécanique, ce qui entraîne, dans les essais de comportement mécanique, une formation lente et insuffisante de l'image du phénomène observé à la surface de l'échantillon. Ainsi, l'excitation mécanique doit être d'une durée et d'une intensité suffisante pour donner lieu à une distribution nette des températures sur la surface d'observation. L'idée d'imposer une sollicitation vibratoire sur l'éprouvette de sable définit ainsi la technique de vibrothermographie infrarouge des matériaux granulaires.

## 3- COMPORTEMENT THERMOMECHANIQUE DU SABLE

Sollicité en cisaillement, le sable siliceux pulvérulent peut se déformer par activation du mécanisme de distorsion traduisant les glissements irréversibles des grains. La dissipation d'énergie mécanique s'effectue alors sous forme de chaleur. Ainsi, lorsqu'un grain de sable siliceux glisse sur un autre, il se produit une résistance au mouvement appelé frottement, générateur de chaleur, tout comme celui entre deux pierres de silex des hommes préhistoriques faisant du feu.

Pour mobiliser ce mécanisme de distorsion, il faut atteindre le seuil caractéristique [5, 6, 7] décelé par l'apparition d'une boucle de dilata nulle lors d'un cycle de chargement dépassant le niveau déviatorique  $\eta_c$  de contrainte (figure 1). Ce seuil définit la capacité d'enchevêtrement de la structure granulaire.

Au-dessous du seuil caractéristique, les contacts intergranulaires sont stables. Les petits glissements tendent vers un enchevêtrement maximal dû au serrage des grains. Dans ce domaine subcaractéristique ou de contractance, une recharge fait apparaître une boucle d'hystérésis -dont l'aire (a) est relativement petite- qui dépend de l'histoire du chargement, et un effet d'écrouissage de durcissement. La production de chaleur est relativement faible et négligeable.

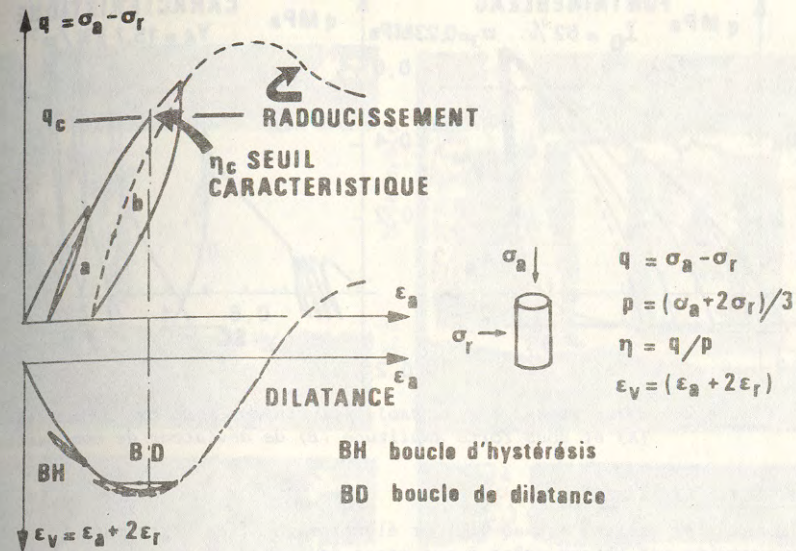


Figure 1 : Seuil caractéristique d'un matériau granulaire pulvérulent.

Au-dessus du seuil caractéristique, les contacts intergranulaires sont au contraire instables, entraînant des glissements importants dus au désenchevêtrement de la structure granulaire appelée dilata nulle. Une recharge fait apparaître une boucle de dilata nulle d'aire (b) plus grande avec perte de mémoire de l'histoire du chargement et un effet d'écrouissage négatif de radoucissement.

Pour un essai triaxial cyclique, si la charge est cyclée à l'intérieur du domaine subcaractéristique au-dessous du seuil caractéristique de dilata nulle, le travail de déformation donné par la boucle d'hystérésis (A) dans le diagramme ( $q, \epsilon_a$ ) est très petit. Au contraire, lorsque le seuil caractéristique est dépassé, une grande dissipation d'énergie (B) s'effectue sous forme de chaleur comme le montre la figure 2.

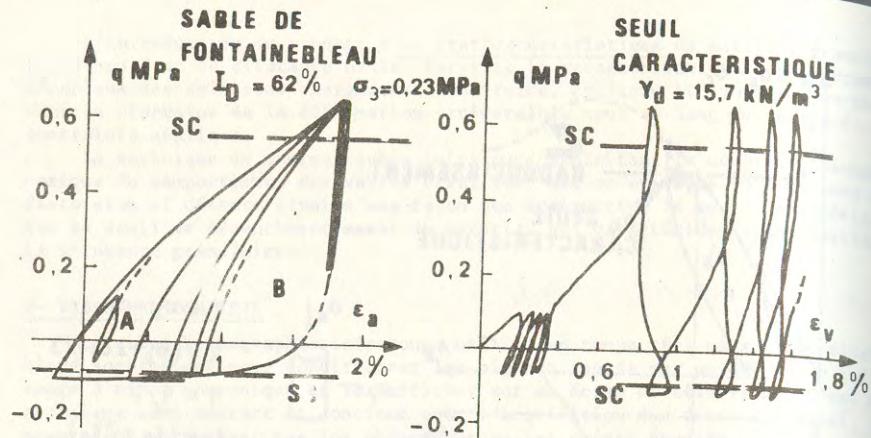


Figure 2 : Essai triaxial d'un sable pulvérulent sous faible amplitude (A) et sous forte amplitude (B) de déviateur de contrainte.

#### 4- DISPOSITIF EXPERIMENTAL

Le matériel utilisé est un vibreur électromagnétique Derritron. Le mouvement vibratoire est obtenu grâce à une masse équipée d'un enroulement secondaire plongé dans un champ magnétique de forte puissance. La masse est guidée dans son mouvement par des bras de fixation solidaires au bâti permettant de reprendre les efforts statiques. Une armoire électronique de commande contrôle un oscillateur auto-entretenu pour un balayage linéaire ou logarithmique. Trois modules programmables fixent au cours du temps l'amplitude du déplacement, de la vitesse ou de l'accélération.

La mesure s'effectue à l'aide d'un accéléromètre fixé en tête de l'échantillon. Le signal brut est dirigé vers un système DVA2 Derritron qui donne à la sortie un signal proportionnel à l'amplitude du déplacement, de la vitesse ou de l'accélération.

La force au pied de l'échantillon est mesurée par un capteur piézo-électrique Kistler à quartz.

L'ensemble de thermographie infrarouge utilisé est une chaîne de mesure infrarouge Inframetrics 525 équipée d'un coloriseur relié à un moniteur couleur.

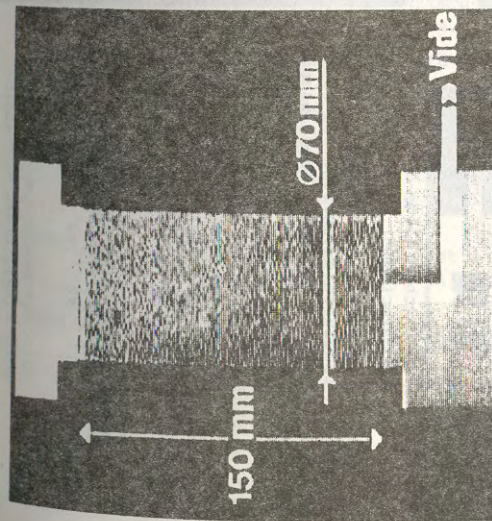
#### 5- RESULTATS

Le comportement d'un sable du Stampien (sable de Fontainebleau) sollicité en cisaillements vibratoires a été étudié suivant deux types de chargement :

##### 5.1- Cisaillement indirect :

Un échantillon cylindrique de sable (poids volumique sec  $\gamma_d = 15,7 \text{ kN/m}^3$  ; indice des vides  $e = 0,720$  ; densité relative  $I_p = 62\%$  ; pression de confinement 100 kPa) est soumis à une force vibratoire communiquée par une masse d'acier placée en tête de l'éprouvette et excitée par un générateur électrodynamique de vibrations.

À la fréquence d'excitation de 87 Hz, pour un déplacement contrôlé de 1 mm en pied, l'éprouvette (diamètre 70 mm ; hauteur 150 mm) présente une zone de striction où le niveau déviatorique de contrainte dépasse le seuil caractéristique de désenchevêtrement de la structure granulaire (figure 3).



3.1. Schéma de l'échantillon cisailé indirectement.

La figure 3.1 décrit schématiquement un échantillon cylindrique de sable fin cisailé indirectement en vibrations par la masse métallique placée en tête sous l'effet des forces d'inertie. Les figures 3.1 à 3.4 indiquent la production progressive de chaleur due au mécanisme de distorsion caractérisant les glissements intergranulaires lorsque les cisaillements vibratoires dépassent le seuil caractéristique, ainsi que la localisation des déformations.

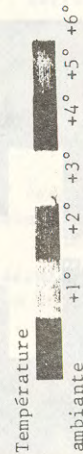
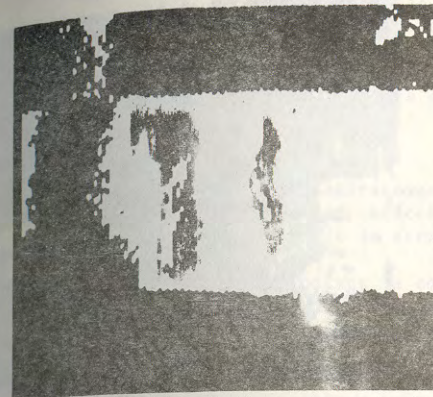
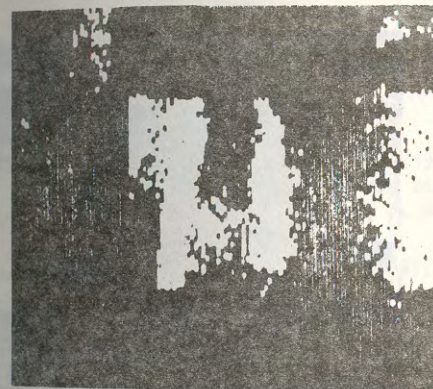


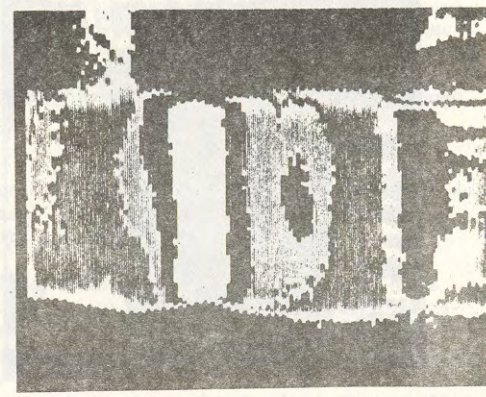
Figure 3 : Vibrothermographies du sable sous cisaillement vibratoire indirect.



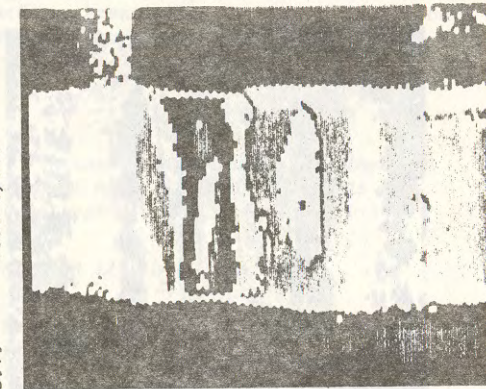
3.2. 500<sup>e</sup> cycle



3.1. 100<sup>e</sup> cycle

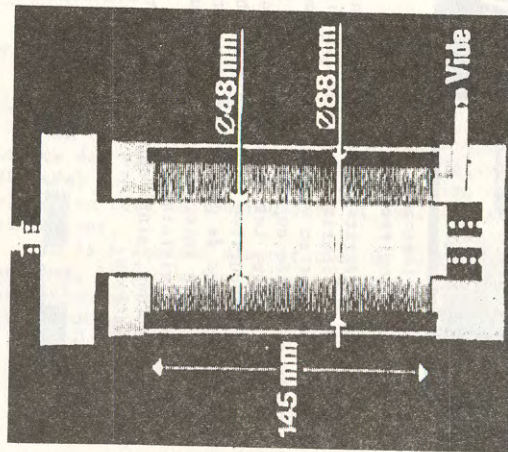


3.4. 2000<sup>e</sup> cycle



3.3. 1000<sup>e</sup> cycle





4.1. Schéma de l'échantillon cisailé directement.

La figure 4.1. décrit schématiquement un échantillon tubulaire cylindrique de sable fin cisailé directement en vibrations par la masse métallique concentrique. Les figures 4.1. à 4.4. indiquent la production progressive de chaleur due au mécanisme de distorsion caractérisant les glissements intergranulaires lorsque les cisaillements vibratoires dépassent le seuil caractéristique.

Température

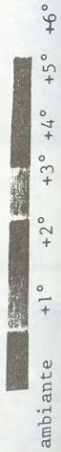
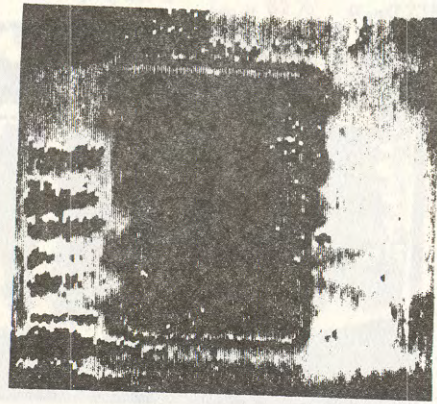
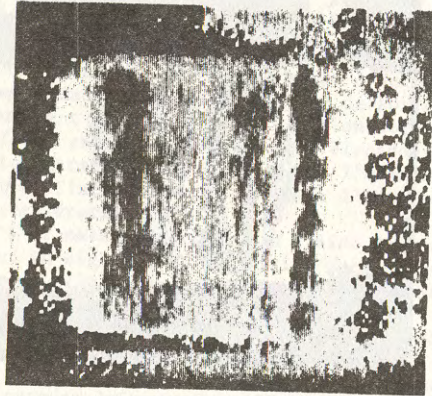


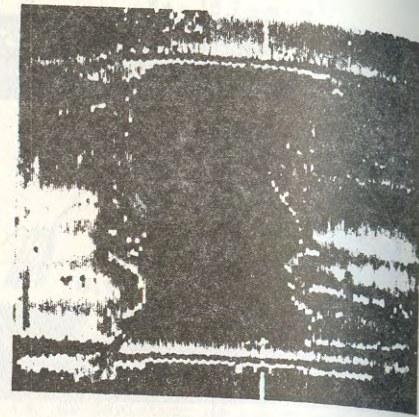
Figure 4 : Vibrothermographies du sable sous cisaillement vibratoire direct.



4.2. 500è cycle



4.1. 100è cycle



4.2. 500è cycle



4.2. 500è cycle

## 5.2- Cisaillement direct (figure 4) :

Un échantillon tubulaire de sable de même compacité initiale confiné sous une pression de 50 kPa est cisailé directement par un cylindre d'acier concentrique excité en mouvement axial vibratoire par le générateur électrodynamique. Dans ce cas de chargement, les axes principaux des contraintes tournent au cours de la sollicitation. A la fréquence de 80 Hz, le niveau caractéristique est atteint et entraîne l'apparition des couleurs chaudes en thermographie infrarouge.

## 6- CONCLUSION

La vibrothermographie infrarouge met en évidence la dissipation thermique du matériau granulaire cisailé caractérisant les glissements relatifs des grains lors du désenchevêtrement de la structure granulaire par dépassement du seuil caractéristique.

Cette technique exploitant le couplage thermomécanique s'est révélée très fiable pour la détection du seuil caractéristique du matériau granulaire ou capacité d'enchevêtrement des sols grenus, définissant ainsi la résistance au frottement  $\phi_c$  indépendante du trajet de charge, de la compacité, de la granulométrie ainsi que du niveau de contrainte.

La méthode thermographique infrarouge sans contact permet ainsi un contrôle non-destructif de l'endommagement du matériau granulaire cisailé en vibration et éventuellement une mesure de sa dégradation au cours de la sollicitation.

## BIBLIOGRAPHIE

- [1] BLANC R.H. et GIACOMETTI E., (1981), "Infrared Stroboscopy - A method for the study of thermomechanical behaviour of materials and structures at high rates of strain", Int. J. Solids Structures, vol. 17, pp. 531-540, Pergamon.
- [2] BOWDEN F.P. et TABOR D., (1959), "Friction et lubrification", Monographies Dunod, Paris.
- [3] BUI H.D., EHRLACHER A. et NGUYEN Q.S., (1981), "Etude expérimentale de la dissipation dans la propagation de fissure par thermographie infrarouge", C.R.A.S., Paris, t. 293, série II, 1015.
- [4] GAUSSORGUES G., (1981), "La thermographie infrarouge", Technique et Documentation, Paris.
- [5] LUONG M.P., (1978), "Etat caractéristique du sol", C.R.A.S., t. 287, série B, pp. 305-307, Paris.
- [6] LUONG M.P., (1978), "Comportements cycliques des sols pulvérulents", C.R.A.S., t. 287, série B, pp. 313-316, Paris.
- [7] LUONG M.P., (1980), "Stress-strain aspects of cohesionless soils under cyclic and transient loading", Proc. Int. Symp. on SUCATL, Swansea, Jan. 1980, U.K.
- [8] LUONG M.P., (1982), "Détection par thermographie infrarouge du seuil caractéristique d'un sable cisailé en vibrations", C.R.A.S., t. 295, série II, pp. 87-89, Paris.
- [9] LUONG M.P., (1982), "Mechanical aspects and thermal effects of cohesionless soils under cyclic and transient loading", Proc. I.U.T.A.M. Symposium in Deformation and Failure of Granular Materials, Delft, 31 Aug.-3 Sept. 1982.

- [10] LUONG M.P. et LORET B., (1980), "Modèle rhéologique d'un sable soumis à divers trajets de charge", 15è C.A. du Groupe Français de Rhéologie 1980, Ed. Anciens E.N.P.C., pp. 295-306.
- [11] NAYROLES B., BOUC R., CAUMON H., CHEZEAUX J.C. et GIACOMETTI E., (1981), "Télèthermographie infrarouge et mécanique des structures", Int. J. Eng. Sci., vol. 19, pp. 929-947, Pergamon.
- [12] REIFSNIDER K.L., HENNEKE E.G. et STINCHCOMB W.W., (1980), "The Mechanics of Vibrothermography", Mechanics of Non-destructive Testing, ed. by W.W. Stinchcomb, pp. 248-276.
- [13] STEFANI C., (1981), "Applications de la thermographie infrarouge à l'étude de la fatigue des enrobés bitumineux", Les Arcs, Journées de la Physique, 1981.

ETUDE CRITIQUE DES ESSAIS CLASSIQUES DE FLUAGE ET DE  
RELAXATION DU BETON DURCI \*

CRITICAL STUDY OF THE CLASSICAL CREEP AND RELAXATION  
TESTS OF HARDENED CONCRETE

P. ACKER et A. BARRAL Laboratoire Central des Ponts et Chaussées  
58, bd Lefebvre 75015 PARIS

RESUME

L'analyse des résultats des essais de fluage du béton en compression fait apparaître deux difficultés : la non-vérification du principe de superposition en cas de diminution des sollicitations et la non-homogénéité hygrométrique des éprouvettes, qui entraîne une redistribution importante des contraintes.

La recherche des limites du domaine de validité du principe de superposition et la mise au point d'un modèle non linéaire ont conduit à la réalisation d'un appareil de relaxation. L'interprétation des résultats nécessite de distinguer le fluage propre (i. e. en équilibre hygrométrique) et les déformations dues aux migrations d'eau (retrait).

ABSTRACT

The analysis of concrete compressive creep test has shown two main difficulties. The superposition principle cannot be verified in case of stress decrease and furthermore, the non-uniformity of pore humidity carries about quite a modification of stress distribution. The search of the superposition principle boundaries and the development of a non-linear model have led to the realization of a relaxation apparatus. The results assessment makes it necessary to study separately *basic creep* (i. e. hygrometric equilibrium) and strains produced by drying (shrinkage).

(\*) Communication au Groupe Français de Rhéologie le 1.12.1983

Les difficultés d'interprétation du comportement à long terme de certains ouvrages en béton précontraint, à partir de lois de fluage courantes, d'une part, la controverse au niveau international (au sein du C.E.B.\* notamment) sur la forme analytique de ces lois, d'autre part, conduisent à s'interroger sur la validité de l'approche expérimentale classique du comportement visco-élastique du béton. L'étude critique des essais de fluage a montré la nécessité d'étudier séparément le comportement différé du béton en équilibre hygrométrique, d'une part, et les effets mécaniques dus au retrait de dessiccation, d'autre part. Parallèlement, l'étude des limites du domaine de validité du principe de superposition et la mise au point d'un modèle visco-élastique non linéaire ont conduit à la réalisation d'essais de relaxation du béton.

## 1. LES ESSAIS DE FLUAGE DU BETON

L'étude des lois de comportement du béton durci sous sollicitations de longue durée s'appuie en général sur des essais de fluage. Ces essais consistent à maintenir une sollicitation (en général en compression simple) constante dans le temps et le fluage est défini comme l'augmentation, dans le temps, des déformations dues au maintien de la sollicitation. Tout essai de fluage est alors flanqué d'une éprouvette témoin, du même béton, fabriquée et conservée dans les mêmes conditions, mais non chargée, éprouvette dont on mesure la déformation, appelée retrait.

Un tel appareillage a été mis au point au L.C.P.C. pour des cylindres de béton chargés en compression simple. Cet appareillage (figure 1) a été décrit dans un Bulletin de Liaison des L.P.C. (1), et les résultats obtenus (figure 2) ont fait l'objet de différentes publications (2 - 3).

Or, l'analyse de ces essais (4) montre que, sauf dans des conditions peu fréquentes d'équilibre hygrométrique (éprouvette étanche ou ambiance saturée en vapeur d'eau), l'éprouvette témoin n'est pas représentative de ce qui se passe dans l'éprouvette chargée et ce, pour au moins deux raisons :

A - Les appareils de fluage sont conçus de sorte que (à homogénéité près du matériau) les sections de l'éprouvette restent planes, ce qui n'est pas le cas de l'éprouvette "de retrait" dont les extrémités sont libres ;

B - La fissuration superficielle est nettement moins importante dans l'éprouvette de fluage, au moins dans "sa composante" transversale du fait de la contrainte de compression qui se superpose aux tractions dues au retrait.

Différentes constatations et expériences ont permis d'approfondir cette analyse, de mettre en évidence le rôle essentiel joué par le séchage du béton et de montrer qu'une autre approche est possible, approche qui est fondée sur les deux observations suivantes :

. si le béton n'est pas trop jeune (2 à 5 jours selon le ciment), tout retrait isotherme est un retrait de dessiccation (il n'y a pas de retrait s'il y a un équilibre hygrométrique) ;

. les variations de densité (mesurables, dans des éprouvettes de géométrie adéquates par gammamétrie) sont dues aux variations de teneur en eau (et, éventuellement, à la carbonatation, mais ce phénomène est en général limité à quelques millimètres de la surface).

(\*) C.E.B. : Comité Euro-international du Béton

Fig. 1 : Bâti de fluage L.C.P.C.

Un accumulateur oléopneumatique permet de maintenir constant un effort de compression dans un cylindre de béton Ø 16 x 100 cm, avec une précision de l'ordre de 0,5 %.

Les déformations sont mesurées par un comparateur au micron entre deux plaques posées sur 2 jeux de 3 tiges ancrées au 1/4 et aux 3/4 de l'éprouvette.

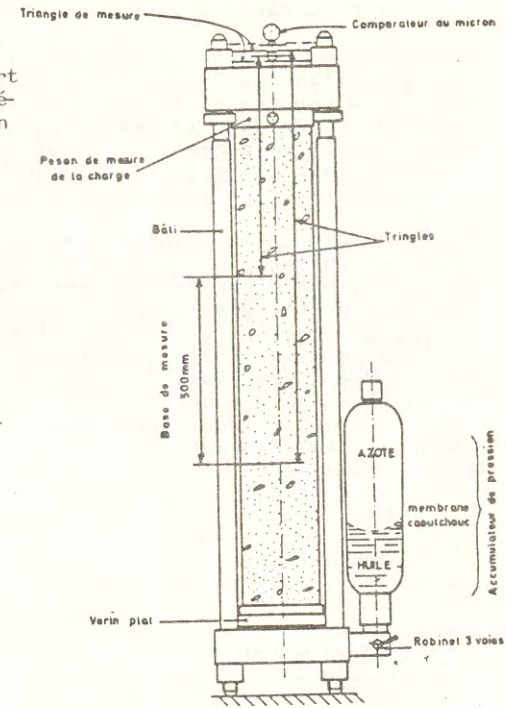
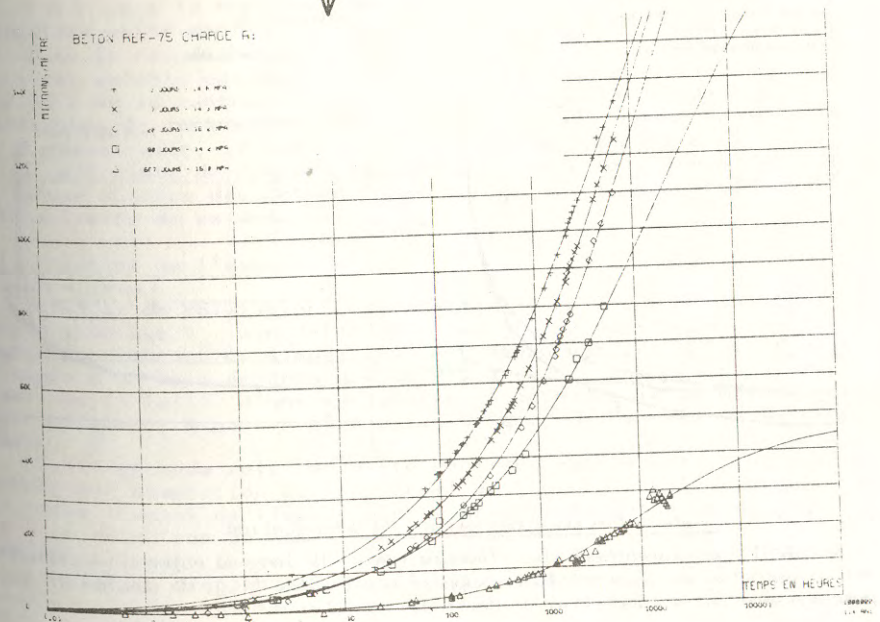


Fig. 2 : Fluage du béton

Résultats expérimentaux sur un béton courant de structure de la région parisienne chargé en compression simple à différents âges, en salle climatisée (20° C, 50 % d'humidité relative).

Ces résultats sont lissés avec la loi :

$$\epsilon(t, t_0) = \phi_0 \frac{(t - t_0)^n}{(t - t_0)^n + D} \sigma_0$$

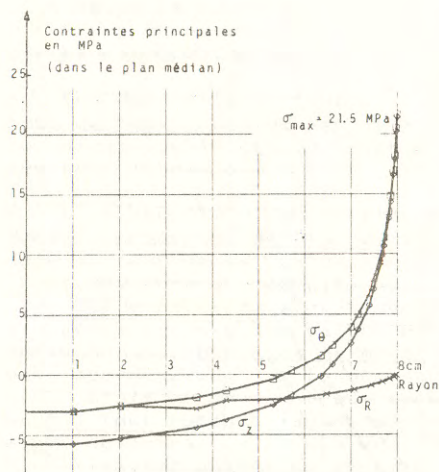


Les résultats suivants ont ainsi pu être obtenus :

A - Suivi des teneurs en eau dans le béton par gammadensimétrie (sur des cylindres  $\varnothing 16 \times 15$  cm dont les deux faces planes sont enduites d'une résine étanche) et mise au point d'un modèle de diffusion de l'eau dans le béton (on a utilisé un programme aux éléments finis, qui permet le calcul de la diffusion transitoire non linéaire, pour caler le coefficient de diffusivité, paramètre qui dépend fortement de la teneur en eau) ;

B - Recherche de la relation entre la déformation (sphérique) et la teneur en eau, à l'échelon local (en extrapolant, vers les plus petits volumes d'éprouvette, les résultats de retrait de la bibliographie ; cette relation est souvent linéaire) et calcul des déformations et des contraintes dans l'éprouvette de retrait supposée non fissurée (les tractions atteignent alors au voisinage de la surface 20 MPa à deux mois !), puis en faisant différentes hypothèses sur la fissuration superficielle : même pour des fissures peu nombreuses (tous les deux centimètres) et peu profondes (quelques millimètres), la déformation globale de l'éprouvette (celle que l'on mesure comme retrait) chute de manière notable de même que les contraintes (figures 3 et 4) ;

CONTRAINTES DUES AU RETRAIT  
DANS UNE ÉPROUVETTE  
SUPPOSÉE NON FISSURÉE



CONTRAINTES DUES AU RETRAIT  
DANS UNE ÉPROUVETTE  
SUPPOSÉE FISSURÉE : tous les 20. mm  
profondeur 3.5mm

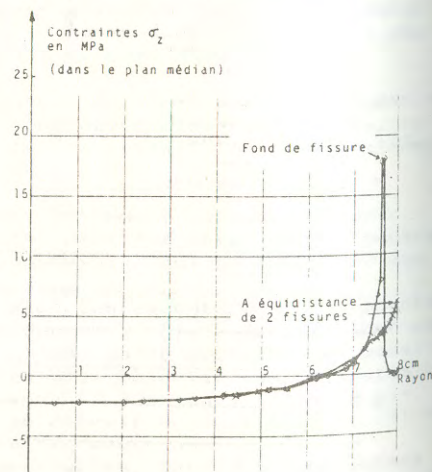


Fig. 3 et 4 : Contraintes dues au retrait de dessiccation

Calcul, par la méthode des éléments finis, le long du rayon d'un cylindre infini en béton de diamètre 16 cm supposé non fissuré (fig. de gauche) et supposé fissuré en surface (fig. de droite).

C - Réalisation d'essais de fluage propre (i. e. en équilibre hygrométrique) : la déformation est alors uniforme, il n'y a pas de fissuration, et le fluage ainsi mesuré est proportionnel à la teneur en eau évaporable.

Ces résultats peuvent être obtenus en atmosphère saturée ou, à défaut, en enduisant les éprouvettes d'une résine étanche. Ils devraient permettre d'élaborer un modèle donnant les vitesses des déformations non élastiques en fonction des contraintes et de la teneur en eau locales.

Dans cette approche, le retrait de dessiccation est un phénomène de déformations gênées qui modifie le champ des contraintes d'origine mécanique. La connaissance de la cinétique de séchage du béton permet aujourd'hui de prévoir la redistribution des contraintes dans les sections, mais l'interprétation complète des essais et la mise au point d'un modèle complet de fluage et de retrait sont limitées par les difficultés de modélisation de la fissuration superficielle due au retrait.

## 2. LES ESSAIS DE RELAXATION

Dans le cas où le comportement visco-élastique est linéaire (i. e. si le matériau vérifie le principe de superposition), on montre que les seuls essais de fluage suffisent à caractériser le comportement du matériau. Ce résultat est vrai même pour un matériau vieillissant. Ainsi, en compression simple, la fonctionnelle  $\mathcal{F}$ , qui associe à  $\sigma(t)$ , histoire de contrainte,  $\epsilon(t)$ , réponse en déformation, est donnée par la formule :

$$\epsilon(t) = \mathcal{F}[\sigma(t)] = \int_0^t \Phi(t, \tau) \cdot d\sigma(\tau)$$

où  $\Phi(t, \tau)$  est la réponse d'une éprouvette à un échelon de contrainte unité appliqué à l'âge  $\tau$  (5 - 6).

Dans le cas du béton, la linéarité constitue une approximation qui n'est valable que dans un domaine limité : contrainte inférieure à 50 % de la contrainte de rupture, variations monotones et croissantes de contrainte, etc. Pour le calcul des ouvrages en béton précontraint, il est souvent utile d'étendre ce domaine au cas où la contrainte de compression décroît, mais sans diminution de la valeur absolue des déformations : l'essai de relaxation constitue la limite de ce domaine.

### 2.1. Principe de l'essai

L'essai de relaxation consiste à imposer à une éprouvette, à partir d'un âge  $t_0$ , une déformation maintenue constante dans le temps. En compression simple, on peut approcher cet objectif soit au moyen d'un bâti de très grande rigidité (ce qui n'est pas réaliste, vu la taille d'une éprouvette en béton) soit au moyen d'un asservissement, à partir d'un extensomètre, du dispositif de chargement.

Cette seconde solution a été réalisée rapidement et économiquement par adaptation de l'appareil de fluage (7). L'extensomètre qui, dans l'essai de fluage, sert à mesurer la déformation, est relié à un détecteur de seuil. Celui-ci commande, dès que son signal atteint la limite fixée, l'ouverture d'une électrovanne située sur l'accumulateur oléopneumatique. Ainsi, la déformation est maintenue quasi-constante. Les variations de charge sont enregistrées à partir d'un capteur.

## 2.2. Dispositif expérimental

Le dispositif (figure 5) est constitué par les appareils suivants :

- un bâti métallique à 4 colonnes et 2 plateaux qui assurent la planéité des déformations des faces d'appui ;
- un dispositif d'extensométrie composé de 2 jeux de 3 tiges s'appuyant sur des inserts scellés dans l'éprouvette à 25 cm de chaque extrémité. Elles supportent 2 plaques dont le déplacement relatif est égal à la déformation de la partie centrale de l'éprouvette sur une base de 50 centimètres ;
- un générateur de force constitué d'un vérin hydraulique plat, situé sur le plateau inférieur, relié à un accumulateur oléopneumatique ;
- un dispositif électronique d'asservissement composé d'un comparateur inductif, d'un détecteur de seuil et d'une électrovanne ;
- une chaîne d'enregistrement.

Les deux premiers éléments, communs à l'appareil de fluage sont décrits dans l'article cité (1).

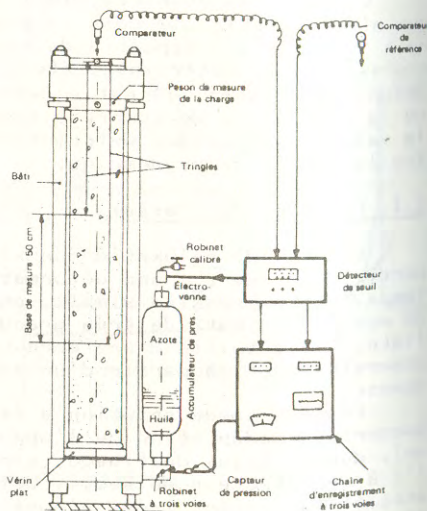
La détection du seuil de déclenchement de l'électrovanne se fait par différence avec un comparateur qui peut être :

- . soit bloqué, dès la fin de la mise en charge de l'éprouvette, à une valeur correspondant à la déformation instantanée (relaxation apparente) ;

- . soit disposé sur une éprouvette témoin, dite "de retrait" non chargée, si l'on admet l'additivité des déformations de retrait et des déformations visco-élastiques.

Fig. 5 : Bâti de relaxation L.C.P.C.

Il est composé d'un bâti de fluage tel que celui de la fig. 1 complété par un dispositif d'asservissement (et d'enregistrement) qui déleste l'accumulateur de pression dès que la déformation lue dépasse le seuil fixé.



Le dispositif de détection comprend donc :

- . un amplificateur différentiel qui reçoit les tensions délivrées par les deux comparateurs ;
- . un amplificateur à seuil et hystérésis qui commande l'ouverture de l'électrovanne.

Dans les essais concernés, il s'agit toujours de diminution de la charge appliquée et le circuit d'asservissement est à simple effet. Cependant, il a été nécessaire d'ajouter à la sortie de l'électrovanne un robinet qui permet de régler le débit de délestage :

- . fort au début de l'essai, où la relaxation est rapide et l'électrovanne est, de façon quasi-permanente, ouverte ;
- . de plus en plus faible au cours de l'essai, pour atténuer les effets dynamiques et effacer l'effet des déclenchements parasites toujours possibles.

## 2.3. Premiers résultats obtenus

Les résultats de relaxation obtenus sont encore partiels car ils ne portent que sur deux essais (figures 6 et 7) :

- . un essai en atmosphère sèche (20° C, 50 % d'humidité relative) ; la contrainte initiale, 20 MPa, est appliquée à 90 jours à une éprouvette cylindrique Ø 16 x 100 cm du même béton que celui qui a servi aux essais de fluage de la figure 1 ;
- . un essai sur éprouvette enduite de résine, chargée dans les mêmes conditions.

Pour ces deux essais, c'est la différence de déformation totale par rapport à une éprouvette témoin, non chargée, qui est maintenue constante. Dans le second cas, le retrait est négligeable, mais cette méthode permet d'atténuer l'effet des variations thermiques et hygrométriques irréductibles de la salle d'essai climatisée.

La mise en charge est effectuée en moins de dix secondes, au bout desquelles la déformation reste effectivement constante dans une fourchette de l'ordre du micron. Un enregistrement graphique et numérique par un capteur de pression permet de définir la contrainte initiale de l'essai.

La première observation est que la relaxation du béton est un phénomène très important. Elle atteint 40 % en un an en l'absence de séchage, les extrapolations conduisant à une perte finale de l'ordre de 50 %. Elle est nettement supérieure en cas de séchage puisqu'elle est alors de 49 % dès 1 000 h (soit six semaines). Cela corrobore certaines observations faites sur des ouvrages en béton, notamment la faible efficacité de la technique de dénivellation d'appui, utilisée pour pallier un manque de précontrainte (8).

Enfin, les résultats expérimentaux peuvent être comparés à la relaxation calculée à partir des résultats de fluage correspondant au même béton et aux mêmes conditions d'essai, selon deux modèles différents :

- . le modèle linéaire, basé sur le principe de superposition ;
- . un modèle incrémental, basé sur une méthode de temps équivalent, beaucoup plus léger, proposé dans le nouveau règlement de calcul des ouvrages d'art en béton précontraint (B.P.E.L.).

Les deux modèles divergent sensiblement dans le cas du séchage. Cela s'explique par le fait que le vieillissement, plus important dans ce cas, n'a pas le même effet dans les deux modèles.

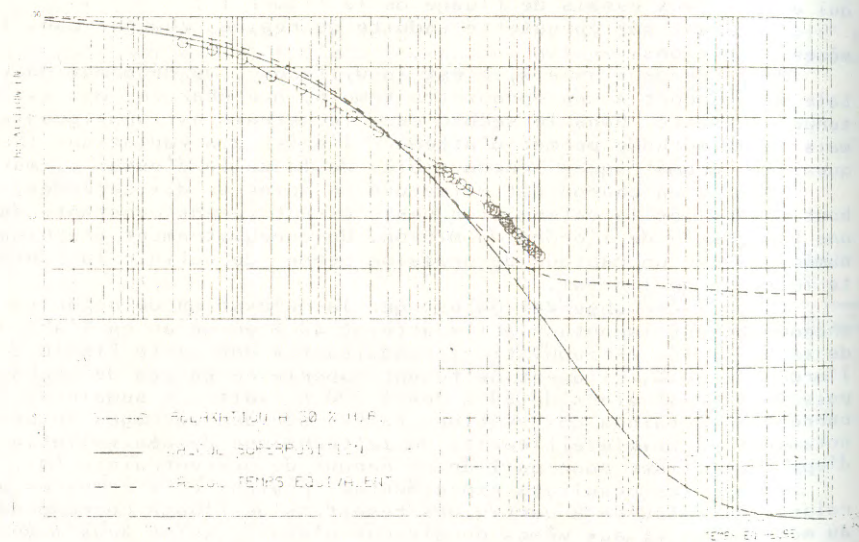
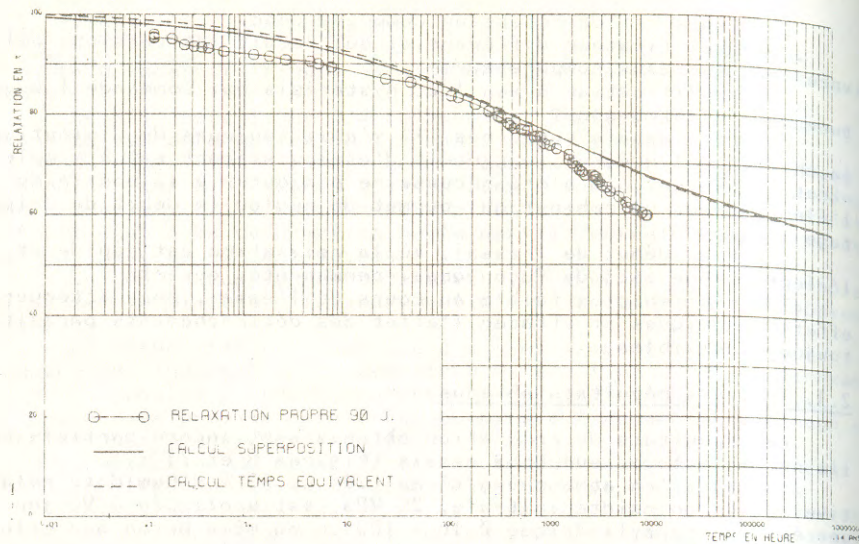


Fig. 6 et 7 : Relaxation du béton sans et avec séchage naturel

Résultats expérimentaux obtenus sur cylindres de béton de diamètre 16 cm, chargés à 90 jours, sous une contrainte initiale de 20 MPa; résultats comparés avec la relaxation calculée, selon deux modèles différents, à partir de la loi de fluage obtenue expérimentalement dans les mêmes conditions :

- sur éprouvettes enduites de résine (fig. du haut) ;
- sur éprouvette en cours de séchage (fig. du bas) identique à celles de la fig. 2.

## BIBLIOGRAPHIE

- (1) Service du Matériel du LCPC, Appareil de mesure du fluage en compression des bétons de ciment, Bull. liaison Labo. P. et Ch., 84, juil.-août 1976, p. 181-182.
- (2) ACKER P., BARRAL A., Déformations différées du béton durci : étude critique des modèles analytiques de comportement, CR LCPC, 1980, 33 p.
- (3) ACKER P., Le problème des pertes de précontrainte par fluage et relaxation combinés, Bull. liaison Labo. P. et Ch., 96, juillet-août 1978, p. 129-137.
- (4) ACKER P., Le séchage du béton et ses conséquences sur l'interprétation des essais de fluage, Fundamental Research on Creep and Shrinkage of concrete, Martinus Nijhoff Publishers, 1982, p. 149-169.
- (5) MANDEL J., Sur les corps visco-élastiques linéaires dont les propriétés dépendent de l'âge. CR Acad. Sc., PARIS, 1958, t. 247, p. 175-178.
- (6) HUET C., ACKER P., BARON J., Fluage et autres effets rhéologiques différés du béton in "Le Béton Hydraulique", Presses de l'E.N.P.C., PARIS, 1982, p. 335-364.
- (7) ACKER P., BARRAL A., CLEDAT DE LA VIGERIE X., Comportement différé du béton : appareillage pour essai de relaxation, Bull. liaison Labo. P. et Ch., 128, nov.-déc. 1983.
- (8) CHATELAIN J., Possibilités et limites de la dénivellation d'appuis utilisée comme moyen de réparation. Exemple du pont de LACROIX-FALGARDE, Bull. liaison Labo. P. et Ch., 97, sept.-oct. 1978, p. 183-188.

## INSTALLATION DE FLUAGE POUR TEMPERATURES ELEVEES

### CREEP TESTING EQUIPMENT FOR HIGH LEVEL TEMPERATURE

J.P. CHARPENTIER, Laboratoire de Mécanique des Solides  
Ecole Polytechnique, 91128 PALAISEAU CEDEX

#### RESUME

La nécessité de plus en plus grande d'étudier le comportement différé des roches sous température élevée a amené le L.M.S. à concevoir une installation de fluage spécifique.

Les essais, mis en oeuvre sur des bâtis de 400 kN, sont réalisés sur de gros échantillons ( $\varnothing$  7, H 16, en cm).

La mise en température est réalisée dans des fours à trois zones de chauffe ( $T \leq 850^\circ\text{C}$ ) en fluage monoaxial ( $\sigma_1 \leq 100$  MPa) et dans des cellules chauffantes ( $T \leq 200^\circ\text{C}$  et  $P \leq 25$  MPa) en fluage triaxial (compression  $\sigma_1 > P$  ou extension  $0 < \sigma_1 < P$ ).

La charge axiale et le confinement sont fournis et maintenus constants au moyen de multiplicateur-régulateur de pression à entraînement pneumatique (base pression d'air comprimé  $\leq 0,6$  MPa).

Des résultats obtenus en fluage monoaxial sur des échantillons de sel gemme à  $20^\circ\text{C}$ ,  $100^\circ\text{C}$  et  $200^\circ\text{C}$  sont présentés.

#### ABSTRACT

New industrial problems require a better knowledge of the delayed mechanical behaviour of rocks subject to heating. The L.M.S. has developed a special testing equipment for this purpose.

Creep tests are performed using frames with high load capacity (400 kN) which allows study of large samples ( $\varnothing$  7 H 16, in cm).

Heat is generated by a three zones furnace ( $T \leq 850^\circ\text{C}$ ) in an uniaxial loading geometry ( $\sigma_1 \leq 100$  MPa) and by heating inside a cell for triaxial loading (compressive  $\sigma_1 > P$  or extensive  $0 < \sigma_1 < P$  stress).

The mechanical loadings (axial stress and confining pressure) are produced and regulated by means of an hydro-pneumatic pump acting as a pressure multiplier (the lower pressure is compressed air  $\leq 0,6$  MPa).

We describe some results obtained in uniaxial creep on salt rock at  $20^\circ\text{C}$ ,  $100^\circ\text{C}$ , and  $200^\circ\text{C}$ .

## 1.- INTRODUCTION

Les études menées au Laboratoire de Mécanique des Solides (LMS) à l'Ecole Polytechnique, depuis une dizaine d'années, ont mis en évidence l'importance des effets différés dans le comportement de la plupart des évaporites.

L'enfouissement de déchets nucléaires de haute activité, dans des formations géologiques profondes de cette nature, introduit en outre un problème original. Il convient en effet de prendre en compte une augmentation non négligeable de la température de la roche hôte (environ 200°C dans le cas du sel gemme).

Aussi, compte tenu des caractéristiques du problème posé, le LMS a conçu une installation spécifique de fluage permettant de réaliser des essais de longue durée à température élevée.

## 2.- MOYENS EXPERIMENTAUX

### 2.1.- Généralités

Actuellement, les moyens expérimentaux sont constitués de cinq unités d'essai en fluage monoaxial dont deux seront très prochainement équipées en fluage triaxial.

Le dimensionnement et les performances de l'installation permettent d'étudier le comportement différé de toute une gamme de matériaux.

Sur des échantillons de dimensions confortables ( $\phi$  7 cm, élanement 2 à 2,5) on peut ainsi, sous sollicitation uniaxiale, appliquer une contrainte de 100 MPa à une température de 850°C.

### 2.2.- Description d'une unité uniaxiale (Figure 1)

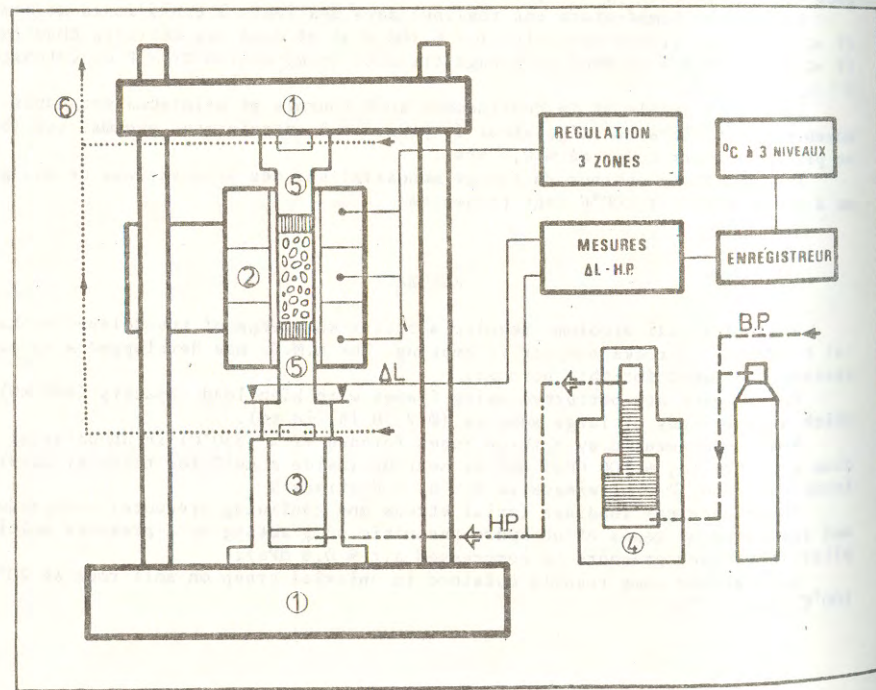


Schéma de principe d'une unité monoaxiale

- L'INFRASTRUCTURE (1) est un bâti d'une capacité de 400 kN
- Un FOUR (2) cylindrique ouvrant ( $\phi$  intérieur 10 cm) à 3 zones de chauffe indépendantes constitue l'élément chauffant
- Le VERIN (3) de charge est un vérin hydraulique simple effet
- Un MULTIPLICATEUR (4) de pression à entraînement pneumatique fournit la haute pression dans le vérin. La basse pression est constituée par de l'air comprimé ( $\sim 0,6$  MPa). On dispose de différents rapports d'amplification air/huile
- Deux TALONS (5) qui s'emboîtent dans le four, transmettent les efforts à chaque extrémité de l'échantillon. Pour la fiabilité des essais, ils sont continuellement refroidis par une circulation d'eau (6).

### 2.3.- Description d'une unité triaxiale

L'élément original est constitué par la CELLULE d'essai (pression maximum 50 MPa).

- L'élément chauffant est un enroulement résistant disposé à l'intérieur de la cellule autour de l'échantillon. La régulation s'effectue dans l'huile de confinement (température maximum 200°C).
- La contrainte axiale  $\sigma_1$  et la pression latérale P sont indépendantes, ce qui permet de les asservir au moyen de deux multiplicateurs hydro-pneumatiques.
- L'état triaxial peut être de compression ( $\sigma_1 > P$ ) ou d'extension ( $C < \sigma_1 < P$ ).

### 2.4.- Régulation et mesures

a - Température : l'équilibre thermique de l'échantillon est satisfaisant bien que l'existence de parties froides aux deux extrémités nécessite quelques dispositions techniques, notamment un isolement efficace des bases.

Pour un essai à 100°C on mesure typiquement 100°C à la partie supérieure, 102°C au centre et 99°C à la base.

b - Sollicitation : ordinairement, il est nécessaire de compenser régulièrement la pression d'huile dans le vérin. L'emploi de multiplicateur à entraînement pneumatique permet de résoudre ce problème d'une manière élégante en provoquant une fuite dans le circuit haute-pression. On sollicite alors le système plusieurs fois par minute et la charge est maintenue avec une bonne précision ( $\pm 1\%$  à  $2\%$ ).

- c - Mesures : au cours du fluage on réalise cinq mesures par unité d'essai :
  - sous sollicitation uniaxiale : contrôle de la charge axiale et de la température de l'échantillon à trois niveaux et mesure du déplacement longitudinal  $\Delta l$ .
  - sous sollicitation triaxiale : contrôle de la charge axiale, de la pression latérale et de la température de l'échantillon et mesures du déplacement longitudinal  $\Delta l$  et transversal  $\Delta t$ .

NOTA : Les mesures  $\Delta l$  sont réalisées sur des parties froides à l'extérieur du four et hors de la cellule d'essai au moyen de capteur de déplacement. En fluage triaxial, la mesure  $\Delta t$  s'effectuera dans la cellule au moyen d'un extensomètre à jauge (demi-arc élastique) scellé sur le diamètre central de l'échantillon.

Les mesures de contrôle (T,  $\sigma_1$ , P) et les mesures utiles (déformations, sont réalisées automatiquement au moyen d'une centrale de mesures.

## 3.- RESULTATS EXPERIMENTAUX

### 3.1.- Généralités

Quelques résultats typiques obtenus sur un sel de Bresse en fluage monoaxial à 20°C, 100°C et 200°C sont présentés ci-dessous.

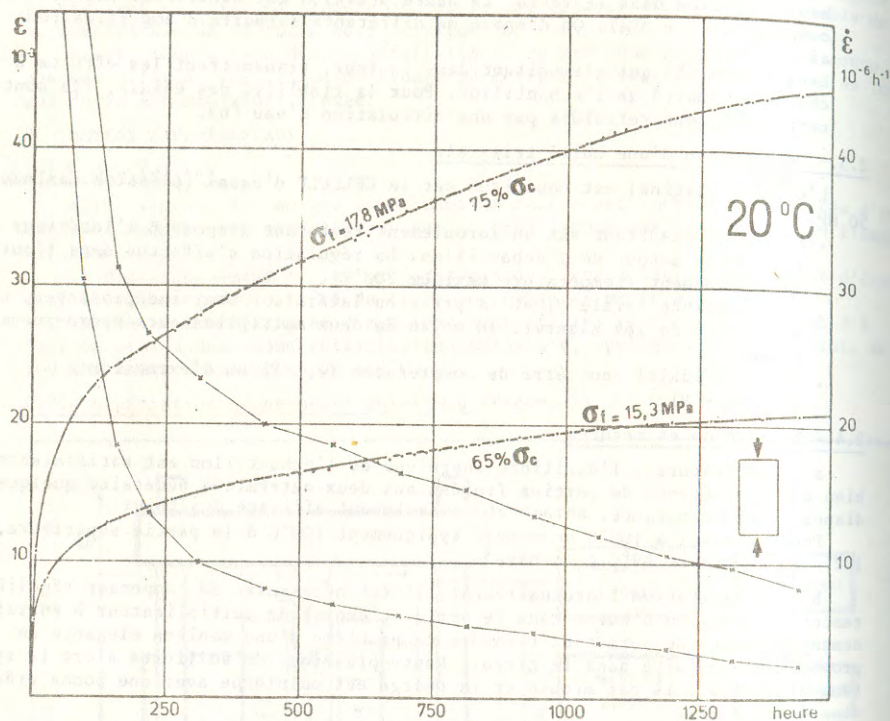
Le choix des charges et des températures est effectué pour explorer l'ensemble de la gamme des valeurs utiles. Les caractéristiques de référence sont



données par l'essai de compression simple ( $\sigma_c \sim 26 \text{ MPa}$  à  $20^\circ\text{C}$ ).

Ce sel contient 10% à 20% d'insolubles constitués principalement de marne et d'anhydrite.

### 3.2.- Essais à $20^\circ\text{C}$ (Figure 2)



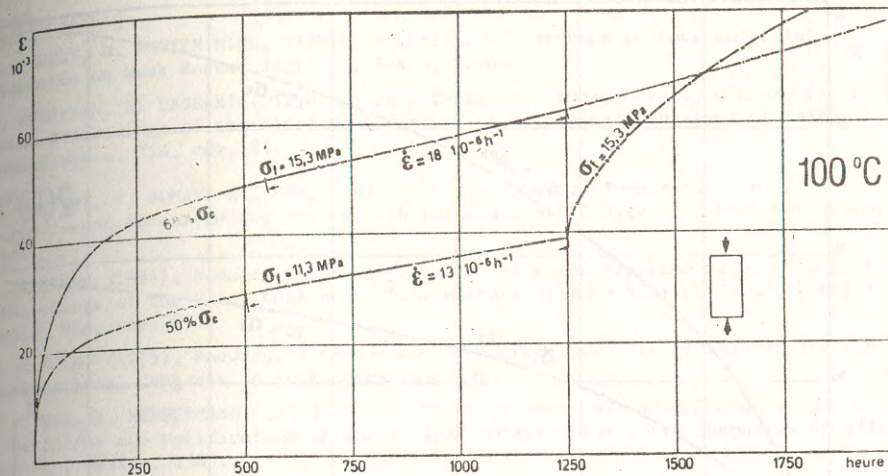
Fluage du Sel de Bresse à Température Ambiante

Les contraintes  $\sigma_f$  de 17,8 MPa et 15,3 MPa correspondent respectivement à 75% et 65% de la résistance en compression simple.

Le fluage a été observé pendant plus de deux mois. On se trouve encore dans une phase de transition de la déformation du sel gemme, la vitesse de déformation n'est pas stabilisée. Les courbes  $\epsilon = f(t)$  ont l'allure parabolique tout à fait classique du fluage transitoire.

### 3.3.- Essais à $100^\circ\text{C}$ (Figure 3)

Les contraintes  $\sigma_f$  de 15,3 MPa et 11,3 MPa correspondent respectivement à 68% et 50% de la résistance en compression simple à  $100^\circ\text{C}$ .



Fluage du Sel de Bresse à  $100^\circ\text{C}$

Pour une durée d'observation du même ordre que celle des essais à température ambiante, le comportement en fluage est modifié. Sur les deux courbes  $\epsilon = f(t)$ , on observe successivement :

- une phase primaire ou transitoire de 20 à 25 jours, au cours de laquelle la vitesse de déformation  $\dot{\epsilon}$  diminue ;
- une phase secondaire ou établie de 30 jours, avec une vitesse de déformation constante (respectivement  $\dot{\epsilon} = 18 \cdot 10^{-6} \text{ h}^{-1}$  et  $13 \cdot 10^{-6} \text{ h}^{-1}$ ).

Au bout d'une cinquantaine de jours, on a modifié le chargement de l'échantillon le moins sollicité en le portant au niveau de celui du second échantillon. Le résultat est paradoxal. L'histoire du chargement étant moins sévère, on s'attendait à ce que la courbe vienne se loger sous celle de l'échantillon témoin. On voit qu'il n'en est rien, les déformations dépassent largement celles enregistrées sur l'échantillon maintenu à 15,3 MPa. Nous imputons ce comportement à la dispersion importante des propriétés du sel gemme étudié, déjà notée au cours de la réalisation des essais instantanés.

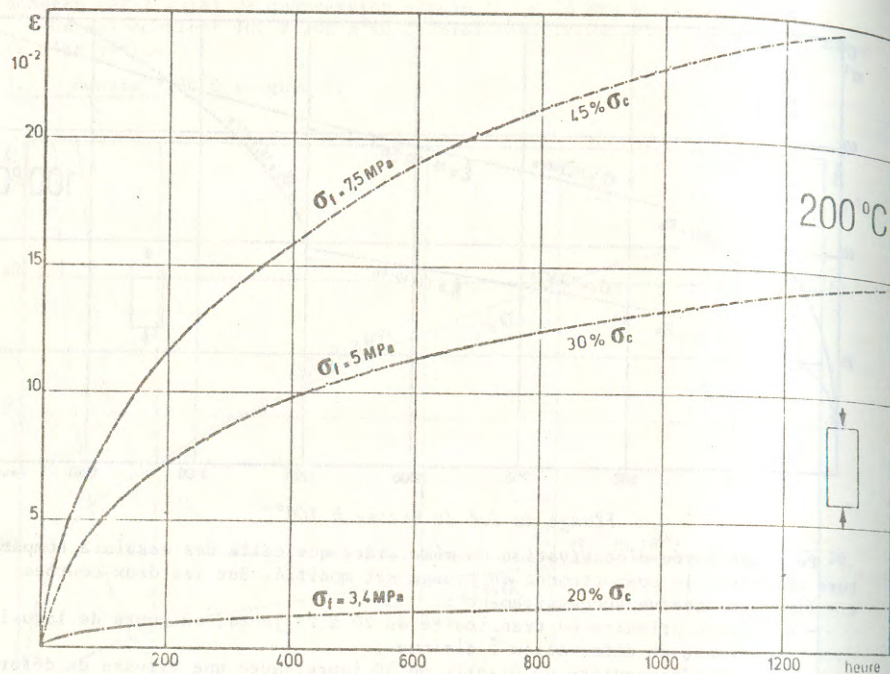
A noter, que sur l'essai maintenu à 15,3 MPa, apparaît au bout d'une cinquantaine de jours une phase tertiaire ou d'accélération qui pourrait conduire à la rupture.

### 3.4.- Essais à $200^\circ\text{C}$ (Figure 4)

Les contraintes  $\sigma_f$  de 7,5 MPa, 5 MPa et 3,4 MPa correspondent respectivement à 45%, 30% et 20% de la résistance en compression simple à  $200^\circ\text{C}$ .

- Les courbes  $\epsilon = f(t)$  des trois essais amènent les commentaires suivants :
- pour les deux niveaux de charge les plus élevés, le fluage observé est intense, on mesure au bout de deux mois de grandes déformations, respectivement 25% et 15% ;
  - pour l'échantillon le moins sollicité, on mesure au bout du même temps seulement 2% de déformation.

Cette différence importante peut faire penser à un effet de seuil dans le comportement différé, ou à une forte non linéarité en fonction de la contrainte appliquée.



Fluage du Sel de Bresse à 200°C

#### 4.- CONCLUSIONS

Avec la mise en oeuvre de cette installation du fluage en température -et plus particulièrement des unités d'essai triaxiales-, le LMS s'est doté de moyens figurant parmi les plus performants d'Europe.

Les premiers essais réalisés sur un sel de Bresse à 20°C, 100°C et 200°C confirment l'influence considérable de la température sur le comportement différé du matériau. Notons que la dispersion observée (10 à 20% d'insolubles) complique singulièrement notre tâche en augmentant le programme expérimental initialement envisagé.

Nous espérons pouvoir apporter, grâce aux moyens décrits, une contribution significative à l'effort d'analyse de la rhéologie du sel gemme indispensable avant l'éventuelle réalisation d'enfouissements de déchets nucléaires.

Nous remercions l'Agence Nationale pour la Gestion des Déchets Radioactifs pour le soutien apporté à la mise au point des matériels décrits dans cet article.

#### BIBLIOGRAPHIE

- P. BEREST, D. NGUYEN MINH, (1981), *Stability of Cavities in Rock Salt*, Int. Symposium on Weak Rocks, sept. 81, Tokyo, Japon.
- S. HORSEMAN, E. PASSARIS, (1981), *Creep Tests for Storage Cavity Closure Prediction*. Proceedings of the First Conference "The Mechanical Behaviour of Salt", Pennsylvania, USA, nov. 81.
- R. HOUPERT, F. HOMAND-ETIENNE, (1979), *Influence de la Température sur le Comportement Mécanique des Roches*. 4th International Congress of Rock Mechanics, 1979.
- U. HUNSCHKE, (1981), *Results and Interpretation of Creep Experiments on Rock Salt*. Proceedings of the First Conference "The Mechanical Behaviour of Salt", Pennsylvania, USA, nov. 81.
- M. LANGER, (1979), *Rheological Behaviour of Rock Masses*. Proceedings of the 4th International Congress on Rock Mechanics, 1979.
- K.H. LUX, S. HEUSERMANN, (1983), *Creep Tests on Rock Salt with Changing Load as a Basis for the Verification of Theoretical Material Laws*. 6th Symposium on Salt Toronto, Canada, 1983.
- K.H. LUX, R.B. ROKAHR, (1980), *Some Remarks on Theoretical Simulation Models in Salt Cavern Construction with Regard to the Evaluation of Discharge Measurement*. Rock Store, Stockholm, Suède, 1980.
- G. VOUILLE, J. FINE, S.M. TIJANI, P. BOUCLY, (1979), *Détermination Expérimentale de Quelques Paramètres Elastoviscoplastiques des Roches*. IV Int. Congress on Rock Mechanics, Montreux, Suisse, 1979.
- G. VOUILLE, J. MUSSO, (1974), *Etude Comparée des Essais de Fluage Relaxation et Chargements Cycliques pour la Détermination de Modèles Rhéologiques des Marnes et du Sel Gemme*. Proceedings of 3th Congress of the International Society for Rock Mechanics, 1974.
- W.R. WAVERSİK, D.W. HANNUM, (1978), *Mechanical Behaviour of New Mexico Rocksalt in Triaxial Compression up to 200°C*. V Symposium on Salt, Hambourg, 1978.

## PESONS POUR LA MESURE DE RELAXATION DE CABLES DE FORTE PUISSANCE LOAD CELLS FOR RELAXATION MEASUREMENTS OF HEAVY DUTY ROPES

S. BRETONNIERE Chef de la Section Instrumentation, J.P. GOURMELON Chef de la  
Division Essais d'Eléments de Structures - Laboratoire Central des Ponts  
et Chaussées, Centre de Nantes

### RESUME

L'étude du phénomène de relaxation nécessite des essais de longue durée et des dispositifs de mesure de force de grande précision présentant une bonne stabilité dans le temps. A l'heure actuelle, les pesons de mesure de force à faible dérive sous charge imposée de longue durée sont limités en puissance (200 KN). L'application à des câbles de forte puissance (2 000 à 3 000 KN) a nécessité la mise au point d'appareillages mis en charge uniquement au moment de la mesure.

On présente deux types de pesons répondant à ce critère :

- l'un d'une capacité de 2 000 KN, dérivé des appareillages de mesure des réactions d'appui d'ouvrages d'art et basé sur une mesure de pression dans une chambre,
- l'autre, comportant l'association d'un peson à jauges à bras cisailés et d'un vérin annulaire permettant la mise en charge au moment voulu.

Les avantages et les inconvénients, ainsi que les possibilités d'automatisation des deux systèmes sont discutés.

### ABSTRACT

The studies about relaxation phenomena need long time experiments and very accurate load cells, with a good time-dependant stability.

Nowadays, load cells with low-drift under long-time stresses are restricted in range (200 KN).

Their use with heavy duty ropes (2 000 to 3 000 KN) requires the adjustment of devices which are loaded just before experiment.

Two sorts of cells, agreeing with these criteria, are exposed :

- the first one, with a 2 000 KN range, comes from devices for bearing stresses measurements of bridges. It is based upon a pressure sensor in a chamber,
- the other one is built with a sheared strain gages load cell and an annulus jack, which allows the loading of the cell at the required moment.

Advantages and draw-backs, as well as automatisisation ability of the two systems are discussed here.

\* Communication au Groupe Français de Rhéologie le 30 novembre 1983.

En matière de construction en béton précontraint, la connaissance du taux de relaxation des câbles constituant les armatures actives revêt une importance primordiale. En effet, l'ignorance ou la sous-estimation de ce phénomène physique combinée à celle du fluage du béton a conduit, dans le passé, à des désordres graves dus à la perte de précontrainte qui en résultait.

Il convient donc, tant sur le plan des recherches concernant les lois d'extrapolation à long terme que sur le plan de la simple vérification des caractéristiques rhéologiques des armatures, de disposer des moyens expérimentaux permettant de tracer la courbe relaxation-temps pendant une durée suffisante.

Rappelons que les câbles utilisés dans les constructions en béton précontraint sont, actuellement, constituées de fils ou de torons parallèles, ancrés individuellement dans des dispositifs d'ancrage, par boutonnage, clavetage ou filage de manchons.

Les fils ont des diamètres variant de 5 à 12 mm pour des forces respectives de 28 à 152 KN. Les torons les plus utilisés sont des torons 7 fils, désignés sous l'appellation T 13 et T 15, présentant un diamètre extérieur respectif de 12,4 et 15,2 mm pour des forces de 146 et 214 KN.

Le groupement de ces divers éléments aboutit à la mise en oeuvre de forces pouvant aller jusqu'à 7 830 KN.

Le phénomène de relaxation étant une perte de force à longueur constante évolutive au cours du temps, son étude en laboratoire nécessite d'une part un bâti de longueur fixe et, d'autre part, une méthode de mesure permettant de connaître la force avec une précision suffisante et sans phénomène de dérive. Les recherches en ce domaine ont commencé sur des éléments unitaires, fil ou toron, de petite longueur (1 m environ) et diverses méthodes de mesures ont été utilisées :

- méthode des cordes vibrantes
- chargement par balance à délestage,
- ...

Plus récemment, en raison des progrès accomplis dans la technologie des pesons à jauges de déformation, des essais ont pu être menés en maintenant sous charge ces derniers pendant des durées supérieures à 3 000 heures. Les essais sont donc bien au point et font l'objet des normes françaises NF A 03-715 et NF A 03-716.

La transposition de ce type d'essai à l'étude du comportement d'unités de précontrainte s'avère plus complexe ; en effet, les méthodes évoquées plus haut sont inapplicables soit pour des raisons de précision, soit pour des raisons de capacité. Quant aux pesons à jauges de déformations, le phénomène de dérive de zéro sous charge, conduirait à les utiliser au mieux à 50 % de leur capacité nominale. Nous avons donc été amené à développer deux systèmes de mesure de forte capacité.

## 2. CELLULE HYDRAULIQUE

Il y a plus de dix ans les études expérimentales du LGPC sur la redistribution des réactions d'appuis d'ouvrages d'art due aux phénomènes combinés fluage béton, relaxation acier avaient nécessité la mise au point d'une méthode de mesure précise de forces importantes sur de longues durées. Pour satisfaire ces besoins, la technique de la cellule hydraulique fut développée.

### 2.1 Principe du fonctionnement

L'idée directrice a été de mettre en oeuvre le principe de la méthode de zéro appliquée au traducteur de la mesure en le séparant physiquement du détecteur. Le détecteur disposé (Fig. 1) à l'interface des éléments en appuis  $E_1$  et  $E_2$  constitue une chambre hydraulique de surface  $S$  à partir de deux plaques métalliques.

Pour faire une mesure de force, il suffit d'appliquer une pression  $P$  jusqu'à obtention de la force entraînant le décollement des deux plaques. A cet instant, la pression  $P$  traduit la force  $F$  à mesurer.

Pratiquement, le décollement des plaques se traduit par l'une des courbes ci-après (Fig. 2) suivant que le système présente ou non une raideur.

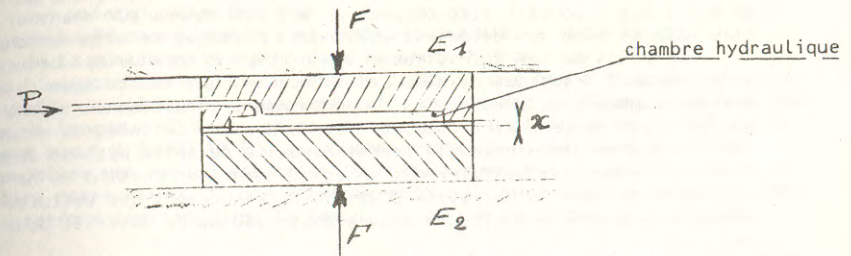


Fig. 1 - Schéma de principe de la cellule hydraulique

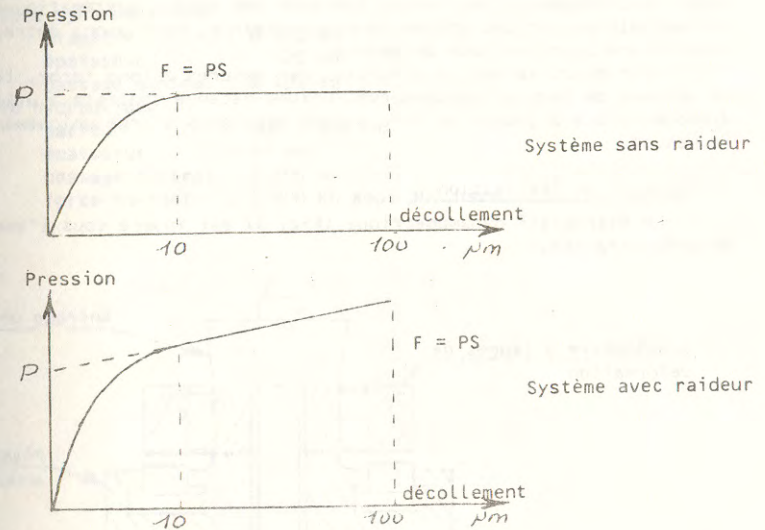


Fig. 2 - Relation pression-décollement

Dans les deux cas de figure, l'extrapolation de la courbe à écartement nul donne la valeur de la pression à prendre en compte pour avoir la force vraie. Pour des études nécessitant uniquement l'obtention de variations de force, il suffit de mesurer des variations de pression pour un écartement donné.

### 2.2 Performances et limites d'emploi

De nombreuses réalisations ont été utilisées pour des mesures de force allant de quelques centaines à quelques milliers de kilonewtons. Cette technique de mesure est particulièrement intéressante dans les cas où la position et l'orientation de la résultante des efforts sont mal définies.

Dans tous ces cas et en particulier à défaut de tout guidage des éléments de structure lors du soulèvement, l'utilisation de cellules de force multichambres (3 ou 4) permet de définir parfaitement le champ de force et de maîtriser le fonctionnement du système.

La précision obtenue sur les mesures de force est essentiellement liée à celle obtenue avec la chaîne de mesure des pressions qui peut être réétalonnée à tout moment. Les dilatations thermiques de la chambre hydraulique peuvent entraîner

une dérive de la sensibilité limitée à  $22 \cdot 10^{-6}$  par degré centigrade. Aucune dérive de zéro sur les pressions n'est à craindre, celle-ci pouvant être corrigée avant chaque mesure. Les nombreuses expériences réalisées ont montré qu'une précision de 0,1 à 0,2 % pouvait être obtenue durant des années sur chantier ce qui ne peut être garanti avec les matériels classiques à jauges de déformations par exemple.

Du point de vue investissement, le corps d'épreuve est beaucoup moins onéreux qu'un capteur classique de même capacité. Les équipements nécessaires à son exploitation, capteurs de pression et de déplacement conditionneurs sont des éléments courants qui peuvent être communs à de nombreuses cellules de mesures.

L'exploitation essentiellement manuelle de cette méthode de mesure point par point ne permet pas de faire des enregistrements en continu et ne se prête pas à l'automatisation. La nécessité d'utiliser fréquemment des cellules à plusieurs chambres entraîne une mise en oeuvre assez lourde de matériel pour exécuter les mesures.

### 3. SYSTEME BASE SUR UNE CELLULE DYNAMOMETRIQUE CLASSIQUE

Pour certaines applications, les inconvénients de la méthode précédente la rende inutilisable. C'est ainsi que pour des essais systématiques de relaxation en laboratoire sur des unités de précontrainte, nous avons entrepris la mise au point d'une autre méthode de mesure.

Afin de conserver la précision des mesures à long terme, le principe de la méthode de zéro a été conservé. L'idée retenue consiste à utiliser une cellule dynamométrique à jauges de déformation mise sous charge uniquement au moment de la mesure.

#### 3.1 Exemple de réalisation

Le dispositif dynamométrique (Fig. 3) est inséré sous l'ancrage de l'unité de précontrainte.

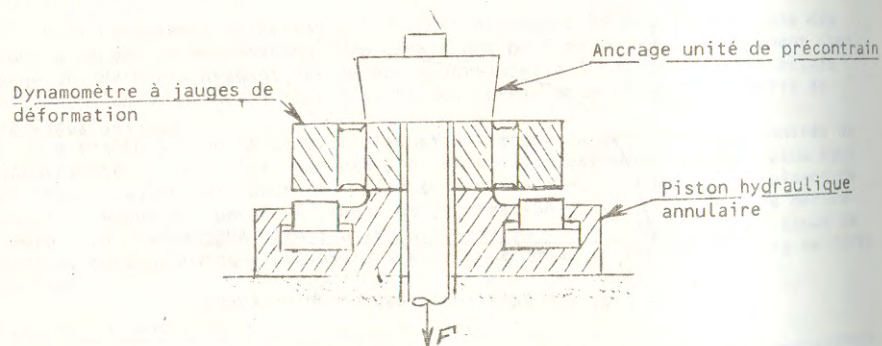


Fig. 3 - Schéma du dispositif dynamométrique (position au repos).

Le dynamomètre utilisé est constitué par un dynamomètre du type à bras cisailés avec passage central. Dans ce type de cellule, il y a cisaillement des bras reliant un moyeu central et une couronne extérieure avec mesure du taux de travail à l'aide de jauges de déformation. Dans cette application, le dynamomètre est normalement au repos et seul le moyeu central est mis en précontrainte. Pour effectuer une mesure, il suffit d'obtenir le décollement du moyeu à l'aide du vérin hydraulique annulaire qui soulève la couronne extérieure et assure la mise sous charge de la cellule.

La course du vérin est ajustée pour obtenir automatiquement le décollement nécessaire du moyeu pour une pression légèrement supérieure aux besoins.

#### 3.2 Caractéristiques du système

Avec un tel système, les avantages de la cellule hydraulique sont conservés (précision à long terme, dérive de zéro inexistante) avec en outre les possibilités

suivantes :

- enregistrement en continu durant des périodes où le vérin hydraulique est maintenu sous pression
- automatisation des mesures nécessitant une simple commande tout ou rien de la montée en pression dans le vérin hydraulique.

Dans l'exemple choisi, cette méthode présente une bonne finesse. Le décollement entraîne un allongement supplémentaire de l'ordre de  $50 \mu\text{m}$ , soit pour une éprouvette de longueur  $15 \text{ m}$ , un allongement relatif de l'ordre de  $3 \cdot 10^{-6}$  qui doit être comparé aux  $4$  à  $5 \cdot 10^{-6}$  d'allongement total sous la force à mesurer.

Le problème non résolu est celui du réétalonnage qui nécessite l'arrêt de l'essai. Dans notre cas où il n'y a pas de risque de surcharges excessives avec des sollicitations limitées dans le temps, la dérive de sensibilité est peu probable.

La réalisation en cours de mise au point au Centre de Nantes du LCPC porte sur un dispositif de force nominale  $3 \cdot 10^3 \text{ KN}$  (précision  $1 \cdot 10^{-3}$ ) adapté aux unités de précontrainte telles que  $24 \text{ T } 13$  ou  $16 \text{ T } 15$ . Les dimensions principales sont les suivantes :

- Cellule dynamométrique
  - diamètre :  $\emptyset 420 \text{ mm}$
  - épaisseur :  $120 \text{ mm}$
  - passage central :  $\emptyset 100 \text{ mm}$
- Vérin hydraulique
  - carré :  $500 \times 500 \text{ mm}$
  - épaisseur :  $90 \text{ mm}$
  - passage central :  $\emptyset 100 \text{ mm}$
  - force nominale :  $3 \cdot 10^3 \text{ KN}$  sous  $300 \text{ bars}$ .

## AMELIORATION DES APPAREILS D'ESSAIS TRIAXIAUX POUR LES SOLS ET BETONS

IMPROVEMENTS OF TRIAXIAL TESTING DEVICES FOR SOILS AND CONCRETE

J.C. ROBINET\*, M. MOHKAM\*\*, T. DOAHN\*\*, J.M. TORRENTI\*\*

\* Université de Lille 1

\*\* ENTPE Laboratoire de Mécanique 69120 VAULX EN VELIN

### RESUME

De nombreux problèmes sont posés par les appareils triaxiaux. Pour les sols se posent les problèmes du frottement, de la mesure de la variation de diamètre de l'échantillon et de l'apparition de discontinuités dues à l'appareillage. Les modifications proposées (têtes rotulées, collier de mesure, système anti-frottement) tendent à faire disparaître ces problèmes. Pour les bétons on rencontre également le problème du frottement mais aussi des problèmes spécifiques : hétérogénéité vis-à-vis de la teneur en eau, mesure des déformations. Les solutions proposées pour résoudre ces problèmes (jauges collées sur les parois d'une rainure faite dans l'éprouvette) s'appuient sur une étude par la méthode des éléments finis.

### ABSTRACT

Many problems are created by triaxial apparatus. For soils these problems are : friction, measurement of diameter of sample and discontinuities inside the sample induced by the apparatus itself. Many of these problems can be avoided by using the proposed improvements : swivels at top and bottom platens, special collar for diameter measurement and frictionless system. For concrete the following techniques : strain gauges on the side of a grooved sample, brush bearing platens are used to find solutions of additional problems : heterogeneity of degree of humidity, strain measurements. These techniques are chosen with the finite element method.

a. Introduction

Sous des sollicitations triaxiales les sols denses présentent une phase de dilatance très marquée. Ils sont alors le siège d'instabilités rhéologiques, qui gênent dans le cas de l'appareil triaxial classique des discontinuités (plans de cisaillement). Or l'étude des matériaux pour la détermination de leurs paramètres rhéologiques nécessite de conserver la continuité du matériau jusqu'à des taux de déformations importants (30 %).

Devant ce fait nous avons cherché à modifier l'appareil triaxial classique afin d'éliminer l'apparition précoce des discontinuités. Nous avons, à cet effet introduit en tête et au pied de l'échantillon des rotules dont le centre de rotation est confondu avec la surface de l'éprouvette. Nous présenterons une comparaison des essais réalisés avec l'appareil triaxial classique et l'appareil rotulé, et ce, pour différents matériaux.

L'amélioration de l'appareil a également porté sur le système d'antifrettage et sur les méthodes de mesure de la variation de diamètre de l'échantillon.

b. Les têtes rotulées

b.1. Défaut de l'appareil classique

Un des principaux défauts de l'appareil triaxial classique est dû à l'existence de moments parasites. En effet si l'axe de la cellule et celui de l'échantillon ne sont pas parfaitement confondus, il existe un moment  $M = FAd$  ou  $F$  est la force de compression et  $d$  l'excentrement.

Le rôle des têtes rotulées est de supprimer ce moment parasite.

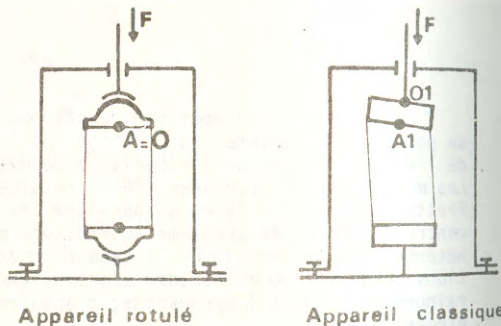


Fig. 1

b.2. Description de la technologie employée

L'appareil triaxial rotulé est obtenu par l'adjonction dans la cellule triaxiale classique, de 2 têtes dont le centre de rotation est confondu avec la surface de l'échantillon. Ce dispositif est constitué d'un contact sphère - sphère réalisé en acier inoxydable et en bronze pour obtenir un coefficient de frottement faible. (Fig. 2)

Pour les essais en extension, ont été réalisés sur la tête rotulée supérieure des encoches et tenons en étoile.

Cet appareil fait l'objet d'un brevet (4).

b.3. Résultats - Comparaison entre l'essai triaxial rotulé et l'essai classique

Une étude photoélastométrique effectuée par Robinet (1) a montré que l'on observe une dissymétrie dans le champ de contrainte lorsqu'il y a un léger excentrement de la force dans l'appareil triaxial classique. Il existe donc une hétérogénéité dans le champ de contrainte qui n'existe pas avec l'appareil rotulé. Le développement de ces hétérogénéités se concrétise par l'apparition d'une zone d'instabilité (Fig. 3).

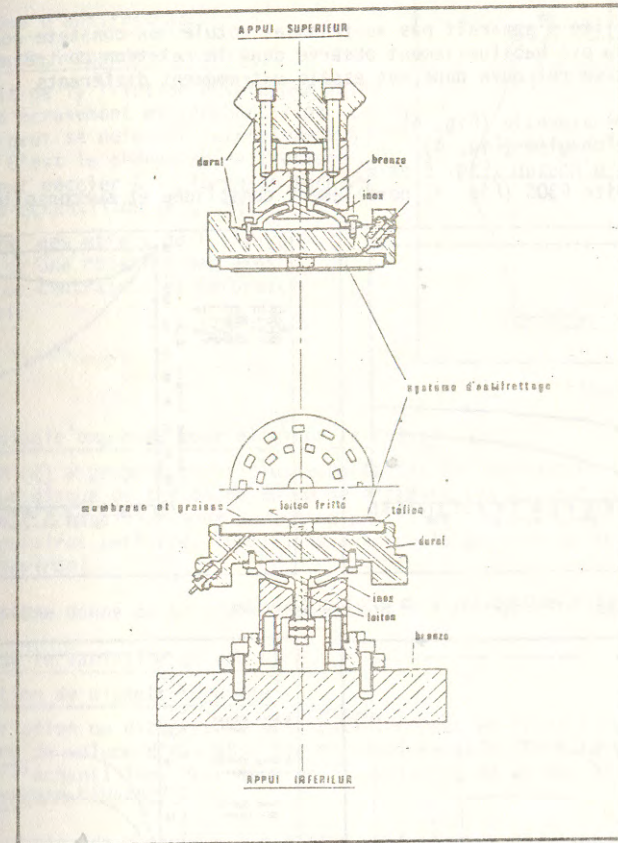


Fig. 2 - Têtes rotulées avec système d'antifrettage

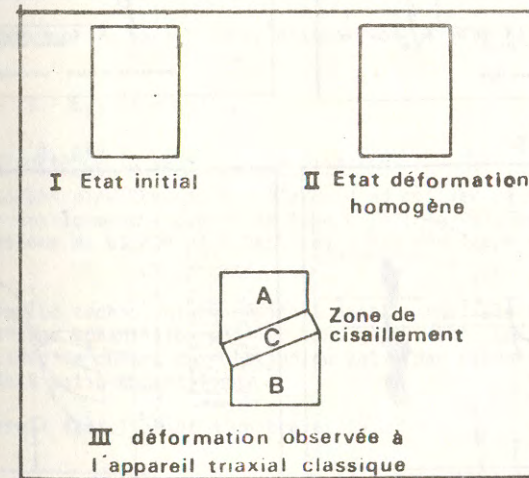


Fig. 3

Cette instabilité n'apparaît pas au triaxial rotulé. On constate également la disparition du pic habituellement observé dans la relation contrainte-déformation. Ce fait se retrouve dans des essais extrêmement différents :

- argile naturelle (Fig. 4)
- argile chaulée (Fig. 4)
- sables d'Hostun (Fig. 5 et 6)
- kaolinite P300 (Fig. 7) normalement consolidée et surconsolidée

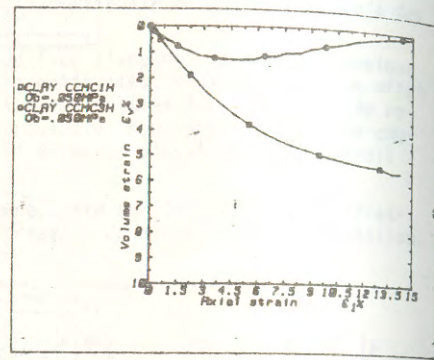
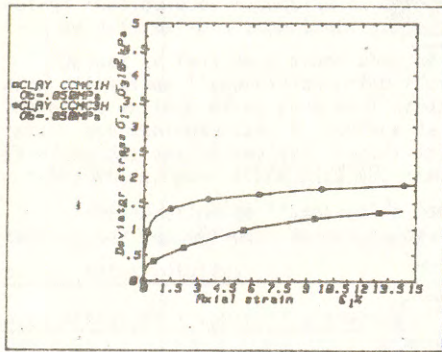


Fig. 4 : □ argile naturelle ○ argile chaulée

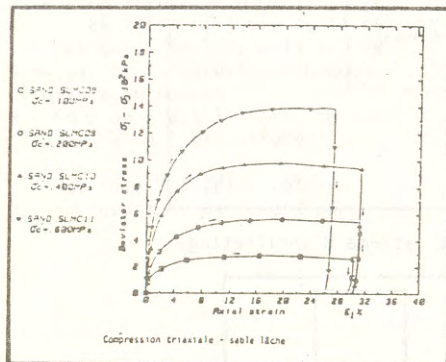


Fig. 5

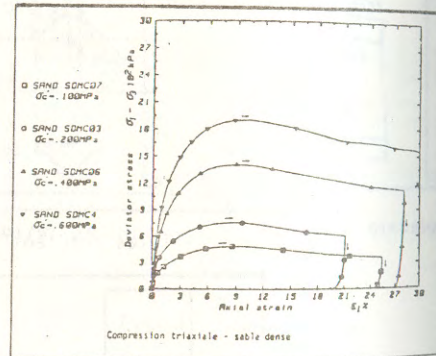


Fig. 6

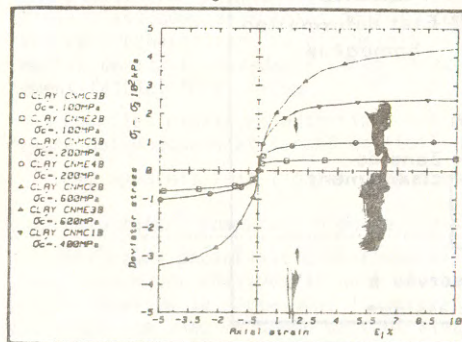


Fig. 7a argile normalement consolidée

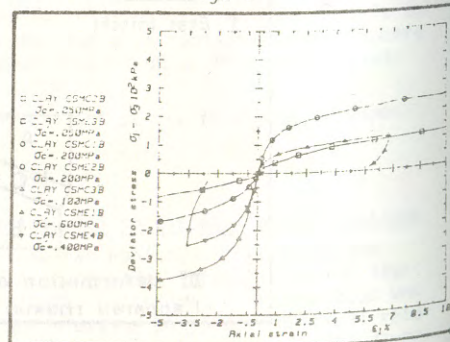


Fig. 7b argile surconsolidée

### c. Le système d'antifretage

#### c.1. Défaut de l'appareil classique

Du fait de la friction développée entre les têtes d'écrasement et l'échantillon, ce dernier ne peut se déformer latéralement à ce niveau. C'est le phénomène de fretage que l'on peut déceler à la forme en tonneau que prend l'échantillon (Fig. 8).

Et l'un des effets du fretage est d'induire une rotation des axes principaux de contrainte et déformation sous l'appui.

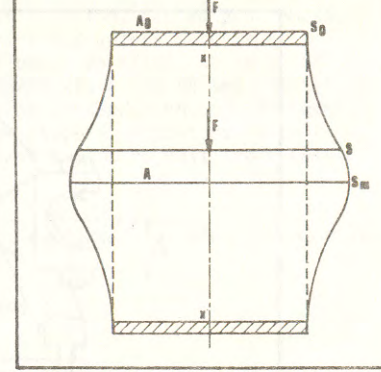


Fig. 8

#### c.2. Technologie employée pour éliminer le défaut

MOHKAM (2) a proposé après plusieurs tentatives un système d'antifretage composé d'un disque de teflon de 80 mm de diamètre (ce qui est supérieur au diamètre de l'échantillon pour permettre une extension radiale), et de 2 membranes circulaires perforées lubrifiées avec de la graisse au silicone (épaisseur 1 mm environ).

Ce système donne de bons résultats quant à l'homogénéité des déformations.

### d. Mesure de la variation de diamètre

#### d.1. Variation de diamètre déduite

La variation du diamètre de l'échantillon peut en effet être déduite de la variation de volume d'eau absorbée ou expulsée associée à la variation de hauteur de l'échantillon. Pour mesurer la variation de volume on utilise un appareil WYKEMAM-FARRANCE.

La variation de hauteur quant à elle, est mesurée directement toutefois à l'extérieur de la cellule à l'aide d'un capteur de déplacement inductif IFELEC L50, placé à l'extérieur de la cellule.

Pour déterminer la variation de diamètre on utilise la relation :

$$\frac{\Delta v}{v} = 1 - (1 - \epsilon_1) (1 - \epsilon_2)^2$$

#### d.2. Mesure directe de la variation de diamètre

Nous mesurons directement  $d$  à l'aide d'un collier de mesure comprenant un capteur de déplacement inductif de type L 20 (Fig. 9). Ce collier de mesure inspiré du système de BISHOP et HENKEL (3) a été développé par ROBINET (1) et MOHKAM (2).

La difficulté technologique résidait dans la réalisation d'un dispositif à point de palpation échantillon-collier sans glissement. Ceci a été permis en faisant coïncider le centre de rotation du patin par rapport au collier et le point de contact patin-échantillon.

Cet appareil fait l'objet d'un brevet (5).



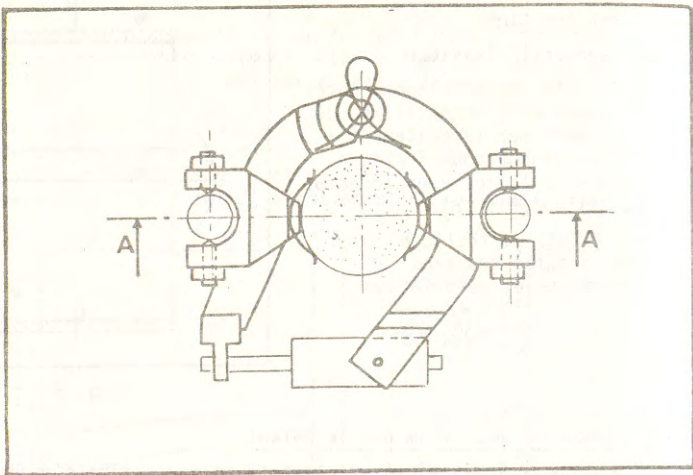


Fig. 9

## 2. PRESSE VÉRITABLEMENT TRIAXIALE POUR LES BÉTONS

### a. Pourquoi une presse véritablement triaxiale ?

Le modèle de comportement du béton mis au point au laboratoire de Mécanique de l'E.N.T.P.E., qui est un modèle incrémental non linéaire du type

$$\dot{\epsilon} = M \left( \frac{\sigma}{\sigma_0} \right) \dot{\sigma} \quad (6),$$

nécessite pour la simulation de la mémoire du matériau une bonne connaissance du comportement du béton sur des chemins isotropes, triaxiaux de révolution et véritables triaxiaux. C'est dans ce but que le laboratoire a entrepris la construction d'une presse permettant un état de contrainte triaxial.

### b. Principe général de la presse

On veut obtenir un état de contrainte véritablement triaxial. Il faut donc pouvoir appliquer 3 efforts différents. Ceci implique une forme cubique pour l'éprouvette. (L'influence de la forme des éprouvettes sur leur comportement a longtemps été une question discutée, mais il semble que ce soit surtout le frettage qui donne une importance à ce paramètre).

L'effort vertical est appliqué directement grâce à un vérin hydraulique de capacité d'utilisation allant jusqu'à 200 T. Les efforts horizontaux sont eux transmis grâce à un système multiplicateur. On arrive ainsi également à 200 T de poussée sur les faces latérales. Les vérins sont des vérins double effet et permettent donc de travailler en extension.

### c. Mesures rhéologiques

Le but de la manipulation que permet cette presse est de connaître le comportement du matériau béton sous un état de contrainte triaxial. Nous devons donc mesurer  $(\sigma, \epsilon)$ .

Les conditions expérimentales sont telles que l'on impose un champ de déplacement sous l'appui. (On négligera ici la déformation de l'appui). Si le milieu était parfaitement homogène, isotrope et qu'il n'y ait pas de frettage, nous aurions un champ de contrainte et de déformation parfaitement homogène et donc ne se présenterait aucun problème majeur pour les mesures de  $(\sigma, \epsilon)$

Malheureusement ceci n'est pas le cas pour le béton, car au problème du frettage commun on l'a vu dans la première partie à d'autres matériaux, viennent se rajouter des problèmes bien spécifiques. En effet, si le béton peut être considéré comme statistiquement homogène vis-à-vis de ses constituants il n'en est pas de même en ce qui concerne sa teneur en eau. De même les solutions apportées au problème du frettage (appuis discontinus dits à broches) créent de nouvelles conditions aux limites dont on doit tenir compte.

### d. Etude des différents problèmes posés

Nous avons fait une étude qualitative, des différents problèmes rencontrés, à l'aide du programme d'éléments finis ELIP.

Les hypothèses de départ sont les suivantes

- milieu élastique et isotrope
- on impose des conditions de déplacement uniquement.

Nous étudions l'influence de chacun des paramètres pris séparément.

#### d.1. Etude de référence

Hypothèses : - milieu homogène  
- pas de frettage

Résultats : - les champs de déformations et de contraintes sont homogènes.

#### d.2. Influence du frettage

Hypothèses : - milieu homogène  
- frettage : le déplacement latéral sous l'appui est imposé nul

Résultats : - on remarque (Fig. 10) une rotation des axes principaux sous l'appui. Seule la zone médiane de l'éprouvette est peu influencée par le phénomène.

Conséquence : dans le cas du triaxial véritable il faut absolument éliminer le frettage.

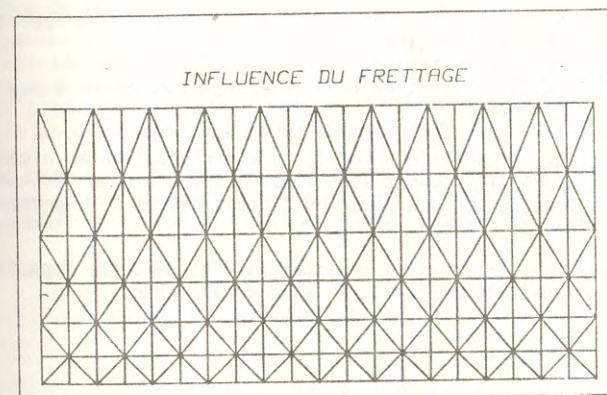


Fig. 10a maillage - 1/2 éprouvette

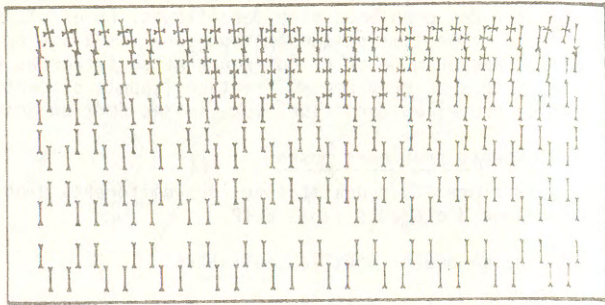


Fig. 10b contraintes principales

#### d.3. Influence de l'appareil d'appui

Différents auteurs tels LINSE et STEGBAUER (7) ont proposé des appareils d'appui de type discontinu dit à brosse (Fig. 11) qui éliminent le frottement en permettant le déplacement latéral.

Le principe du plateau à brosse consiste à remplacer l'appui unique utilisé habituellement par un grand nombre de tiges d'acier qui sont assez flexibles pour se déformer latéralement mais également assez rigides pour résister au flambement. A cet effet l'acier utilisé est un acier spécial de limite d'élasticité égale à 750 N/mm<sup>2</sup>.

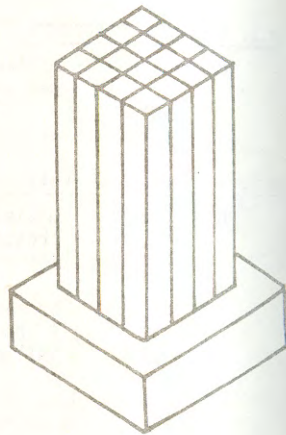


Fig. 11 appareil d'appui

Nous avons essayé d'étudier l'influence de ce type d'appareil d'appui avec hypothèses :

- milieu homogène
- pas de frottement
- appui discontinu (c'est-à-dire discontinuité des déplacements imposés).

Résultats : on constate (Fig. 12) une perturbation au niveau des éléments du maillage situés directement sous l'appui mais ensuite le champ est rapidement homogène. On peut penser que plus les discontinuités de chargement sont petites plus leur influence est réduite.

Conséquence : on adoptera un appareil d'appui de ce type les avantages (plus de frottement) l'emportant sur les inconvénients.

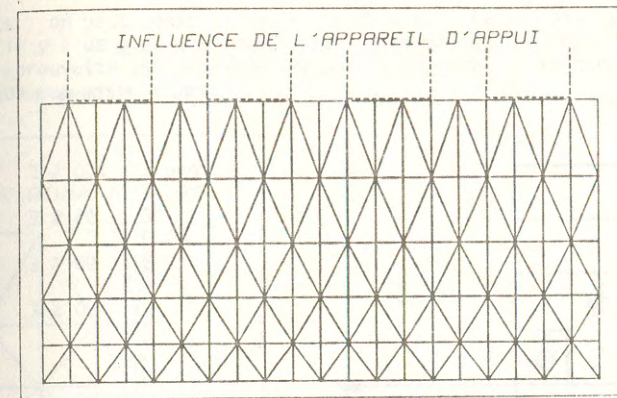


Fig. 12a maillage 1/2 éprouvette

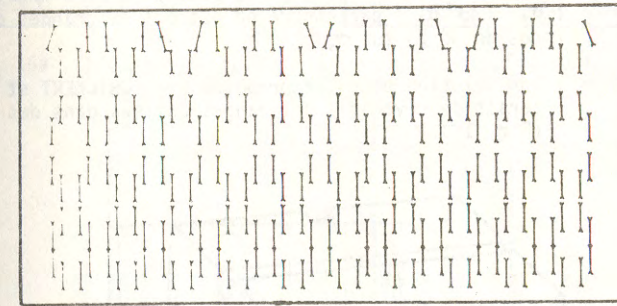


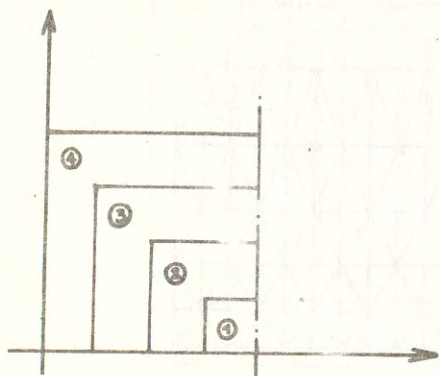
Fig. 12b Contraintes principales

#### d.4. Influence de la teneur en eau

Les expériences menées par différents auteurs (ACKER (8), MAMILLAN (9)) montrent l'extrême importance du facteur teneur en eau sur le comportement du béton. Il faut en effet savoir que le séchage du béton est très long : l'éprouvette Ø 16 x 32 n'atteint ainsi un équilibre hygrométrique qu'au bout de 10 ans. Et encore cet équilibre n'est pas homogène.

On doit donc tenir compte de ce fait. Pour cela nous ferons l'hypothèse que le séchage du béton entraîne un retrait et crée ainsi une microfissuration. Cet endommagement fait alors décroître le module d'Young.

- Hypothèses :
- pas de frottement
  - appui continu
  - milieu non homogène (Fig. 13)



module d'Young de la zone

- zone 1 : 100 % E
- " 2 : 95 % E
- " 3 : 90 % E
- " 4 : 80 % E

Fig. 13 zonage pour le comportement

Résultats : si la rotation des axes principaux peut être négligée ( $\sigma_2 \sim 10^4 \sigma_3$ ) par contre on obtient de grandes différences (près de 30 %) sur  $\sigma_1$

Conséquence : une solution possible proposée par SCHICKERT et WINKLER (10) serait de revenir à des jauges collées dans des rainures. (Fig. 14).

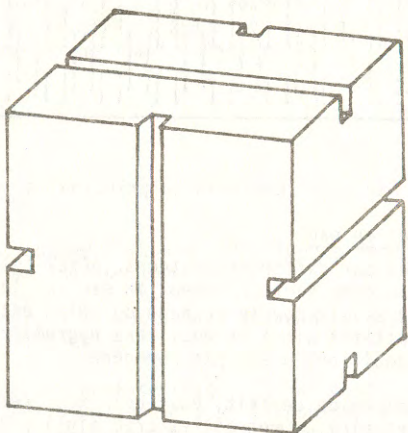


Fig. 14 cube rainuré

#### d.5. Influence des rainures

Nous devons maintenant étudier l'influence de ces rainures.

- Hypothèses :
- milieu homogène
  - pas de frettage
  - 1 seule rainure

Résultats : on peut constater qu'en fond de rainure la contrainte devient petite et qu'il y a de plus une rotation des axes principaux (Fig. 15). La zone médiane de l'éprouvette est peu affectée par la rainure : 2 rainures n'interfereront donc que peu entre elles.

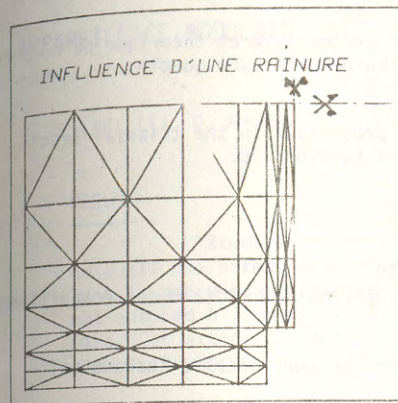


Fig. 15a 1/4 éprouvette

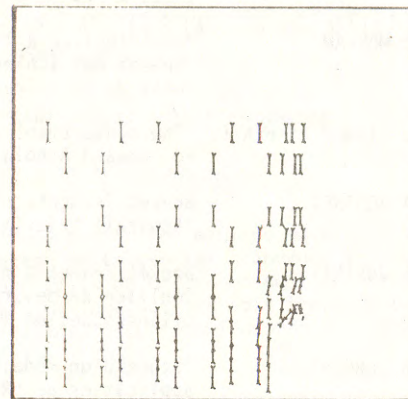


Fig. 15b

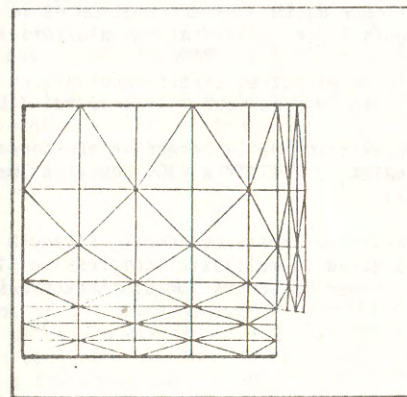


Fig. 15c maillage déformé

Conséquence : nous proposons de coller les jauges sur les parois de la rainure où le champ de contrainte apparaît assez homogène.

#### e. Conclusion

Nous proposons donc pour améliorer l'appareil triaxial véritable sur le béton d'utiliser :

- un appareil d'appui à brosses
- des jauges collées sur les parois latérales de rainures faites dans l'éprouvette.

Il nous semble que ceci est nécessaire pour que les mesures faites aient une signification rhéologique réelle.

### 3. BIBLIOGRAPHIE

- 1 ROBINET "Loi rhéologique en écriture incrémentale - Application aux sols et au béton"  
Thèse d'Etat - Grenoble 1980
- 2 MOHKAM "Contribution à l'étude expérimentale et théorique du comportement des sables sous chargements cycliques"  
Thèse de DI - Grenoble 1983
- 3 BISHOP et HENKEL "The measurement of soil properties in the triaxial test"  
Ed. Edward Arnold - Second Edition 1962
- 4 ROBINET Brevet Français n° 7723350  
"Appareil triaxial rotulé"
- 5 ROBINET Brevet Français n° 7632290  
"Collier de mesure de la déformation radiale des échantillons cylindriques de matériau".
- 6 TORRENTI "Etude d'un modèle rhéologique non linéaire incrémental - application au béton"  
Mémoire de DEA - ENPC - 1983
- 7 LINSE et STEGBAUER "Triaxial stress-strain behaviour of concrete - Testing Equipment"  
Colloque RILEM - La déformation et la rupture des solides soumis à des sollicitations pluri-axiales pp 103-115 - 1972
- 8 ACKER et BARON "Fluage et autres effets rhéologiques différés du béton"  
Le béton hydraulique - Presses de l'ENPC - pp 335-364 - 1983
- 9 MAMILLAN "Répartition de la teneur en eau dans le béton durci"  
Annales de l'ITBTP n° 309-310 - pp 30-34 - septembre-octobre 1973
- 10 SCHICKERT et WINKLER "Results of tests concerning strength and strain of concrete subjected to multiaxial compressive stresses"  
Deutscher Ausschuss für Stahlbeton - Berlin 1977

### APPAREILLAGE MODULAIRE POUR L'ETUDE DES ARGILES MOLLES NATURELLES\* MODULAR APPARATUS FOR THE STUDY OF SOFT NATURAL CLAYS

D. DEVEAUX (1), D. AMOROS (2) Département Génie Civil - INSA de Rennes

#### RESUME

L'étude expérimentale du comportement des argiles molles requiert un outil qui permette une mesure précise de toutes les grandeurs intervenant dans le phénomène. Les matériels disponibles actuellement sont relativement mal adaptés à l'étude des faibles déformations sur les sols très compressibles. Cet article présente un appareillage conçu pour répondre à ce type d'expérimentation ; il est constitué :

- 1) d'une cellule d'essai intégrant le système de chargement et les capteurs,
- 2) de dispositifs électroniques de conditionnement et de contrôle d'asservissement,
- 3) de logiciels sur mini-ordinateur qui permettent la gestion d'essais de chargement à chemins complexes.

Cet outil est utilisé en Mécanique des Sols pour la mise au point de nouvelles procédures d'essai, mais il permet également de faire des observations fines sur le comportement des argiles très compressibles ; deux exemples d'études réalisées sont présentés.

#### ABSTRACT

The experimental study of soft clays requires a tool for the accurate measurement of the quantities which interfere in the phenomenon. The available test materials are relatively inappropriate for study of small deformations in very compressible soils. This paper shows a device for this class of tests ; the setup consists of :

- 1) a test cell with a load system and transducers ,
- 2) electronic devices for the signal conditioning and feed-back control ,
- 3) mini-computer software for the test monitoring with complex stress paths.

This tool is used in Soil Mechanics for the study of new test procedures, but it allows also to study accurately the soft clays behaviour ; two examples of carried out research are described.

(\* ) Communication au Groupe Français de Rhéologie du 1er Décembre 1983.

## 1 - INTRODUCTION : POURQUOI UN NOUVEAU MATERIEL D'ESSAI OEDOMETRIQUE

Les recherches fondamentales sur le comportement des argiles molles ont été relancées ces dernières années. L'observation des ouvrages fondés sur des sols très compressibles, a mis en évidence les insuffisances des hypothèses utilisées couramment en Mécanique des Sols pour la prévision des tassements.

En Mécanique des Sols, le sol argileux n'est pas considéré comme un matériau dont on caractérise le comportement d'ensemble ; on analyse séparément la phase solide (les grains) et la ou les phases fluides (air et eau interstitiels) : le comportement global est déduit de la composition des comportements individuels de chaque phase. L'approche expérimentale de ces problèmes suppose donc que l'on dispose d'un outil qui permette une mesure fiable et précise de toutes les grandeurs de base intervenant dans le phénomène.

Jusqu'à présent, le seul appareillage universel disponible est l'essai triaxial ; mais il est relativement mal adapté aux études de tassements sur argiles très compressibles : impossibilité d'effectuer une mesure précise de la pression interstitielle, grands élongements des échantillons se prêtant mal à la réalisation de chemins de chargement oedométriques ou quasi-oedométriques (déformation latérale nulle), etc. Cet article présente un appareillage conçu pour répondre spécifiquement à ce type d'expérimentation ; il se compose :

- 1) d'une cellule d'essai intégrant le système de chargement et les capteurs ;
- 2) de dispositifs électroniques de conditionnement et de contrôle d'asservissement ;
- 3) de logiciels sur mini-ordinateur qui permettent la gestion d'essais de chargement à chemins complexes.

Ce matériel est utilisé depuis trois ans dans notre Laboratoire pour la mise au point de nouvelles procédures d'essai oedométrique et pour l'analyse du comportement des argiles très compressibles.

Après avoir décrit l'outil réalisé (ensemble matériel, plus logiciel de contrôle), cet article présente rapidement, à titre d'exemple, deux applications utilisant cet appareillage.

## 2 - OUTIL EXPERIMENTAL REALISE

L'appareillage présenté ici, a été entièrement réalisé au Laboratoire G.T.Ma de l'INSA de Rennes. Sa conception prend largement en compte les apports récents des outils microélectroniques et microinformatiques ; il présente de ce fait un certain nombre de solutions originales pour la conduite des essais mécaniques sur les sols.

### 2.1. La cellule d'essai et ses capteurs

La cellule (fig. 1), dont l'ensemble est compact (20 cm de hauteur, 15 cm de diamètre), intègre un bâti de chargement pneumatique et

les capteurs (déformation axiale, pression interstitielle, effort axial...). Le bâti de chargement est constitué par un vérin pneumatique de 6 mm de course dont l'étanchéité est assurée par une membrane de caoutchouc à déroulement BELLOFRAM : cette technique permet d'avoir des efforts de déplacement très faibles. Ce vérin permet de faire directement des essais à CONTRAINTES IMPOSEES. Nous verrons, dans la suite, qu'un asservissement de la pression dans le vérin autorise une gamme de chargements beaucoup plus vaste.

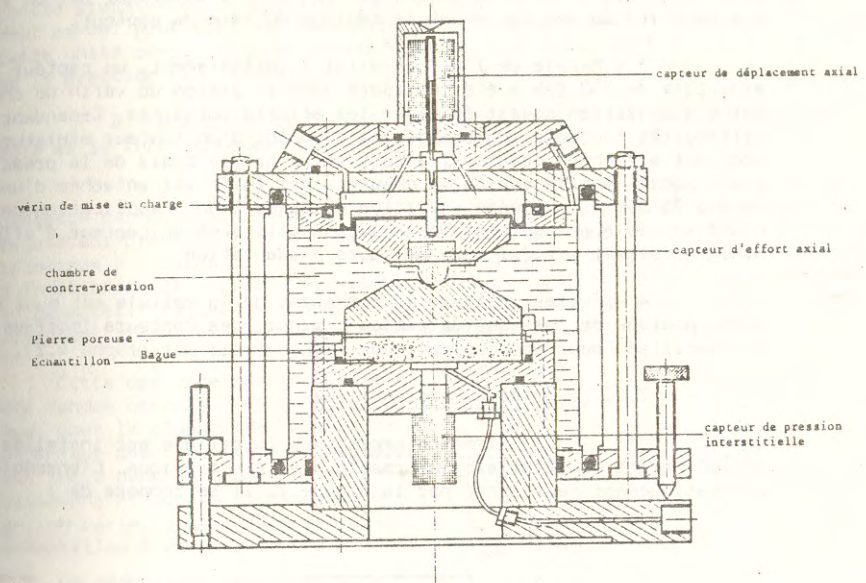


Fig.1 Cellule d'essai de consolidation

L'échantillon est disposé sur une embase facilement interchangeable. Le changement d'embase permet de faire varier le diamètre de l'échantillon (de 50 à 90 mm de diamètre). On peut, de plus, adapter la cellule à des échantillons de hauteurs différentes (10 à 40 mm) par coulissement de la partie supérieure. L'interchangeabilité des embases autorise en outre divers montages de l'échantillon. La figure 1 présente une embase destinée à l'étude de la consolidation unidimensionnelle, avec mesure de la pression interstitielle sous contre pression. A cet effet, l'échantillon est freiné latéralement dans un anneau rigide en TEFLON. La liaison avec l'embase inférieure est étanche (mesure de U) et le drainage se fait par la pierre poreuse, en verre fritté, disposée sur sa face supérieure. Un autre montage permettant un contrôle du drainage est présenté dans le paragraphe 4.2.

La conception de la cellule s'est fait en recherchant une grande qualité des sollicitations et une disposition optimale des capteurs ; trois y sont intégrés :

1 - Capteur de déplacement : c'est un capteur à transformateur différentiel, dont le noyau coulisse sans efforts parasites dans l'axe de guidage du piston. Le montage axial du capteur dans le vérin garantit une bonne qualité de la mesure (pas d'erreur due au déport du capteur).

2 - Capteur de pression interstitielle : un capteur à membrane affleurante solidaire de l'embase porte-échantillon, a été mise en oeuvre. Les dimensions de la chambre de mesure ont été choisies (10 mm de diamètre, 3 mm de hauteur) pour réduire l'inertie du système et les difficultés de saturation. La chambre de mesure est reliée à l'extérieur par un fin canal qui facilite la saturation et le réglage du zéro du capteur.

3 - Mesure de l'effort axial : initialement, un capteur d'effort miniature de 500 daN a été incorporé dans le piston du vérin de chargement. Cette disposition devait éliminer les efforts parasites. Cependant, des difficultés technologiques, liées à l'emploi d'un capteur miniature immergé, nous ont amené à mesurer l'effort axial par le biais de la pression de l'air admis dans le vérin. La mesure ainsi faite est antichée d'une erreur de 1 à 2% due à la légère variation de la section d'application de la pression quand le vérin se déplace. Une solution utilisant un capteur d'effort moins miniaturisé est actuellement en cours d'adaptation.

4 - Autres capteurs : le chapeau de la cellule est muni d'une collerette pourvue de passages de câbles : ainsi, des capteurs immergés peuvent être utilisés pour des mesures spécifiques (voir paragraphe 4.2).

## 2.2. Le matériel périphérique

2.2.1. Eléments généraux : la cellule est installée dans un environnement de matériels informatique et électronique. L'ensemble est schématiquement représenté par la figure 2. Il se compose de :

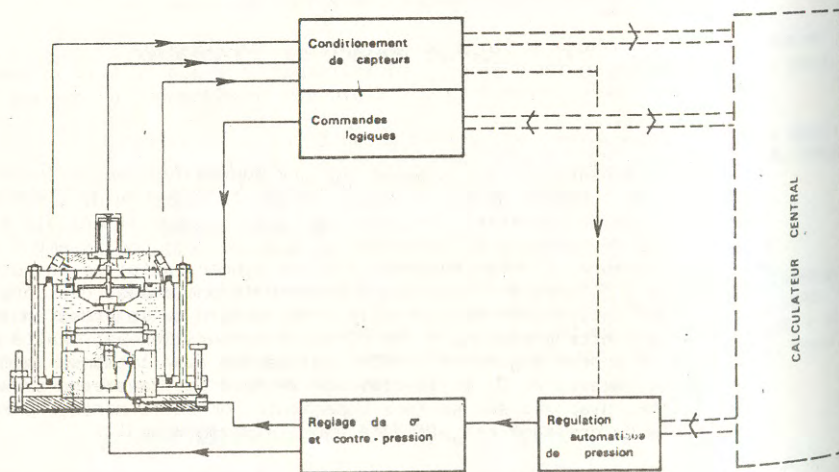


Figure 2 : Matériel périphérique

1 - Une UNITE DE CONDITIONNEMENT : elle permet d'amener à des niveaux suffisants et de transporter sans grandes perturbations les signaux provenant des capteurs.

2 - Une UNITE DE COMMANDE LOGIQUE qui assure l'échange de signaux de contrôle avec les E/S logiques d'un ordinateur P.D.P 11/05.

3 - Une UNITE DE REGLAGE DE PRESSION : elle comprend deux détendeurs de grande pression à commande manuelle pour régler indépendamment la contre pression et la pression dans le vérin ; pour chaque voie, le détendeur manuel peut être mis hors circuit et remplacé par un régulateur externe. Cette unité comporte un manomètre électronique permettant un réglage précis de la pression (+/- 1 kPa).

4 - Une UNITE DE REGULATION AUTOMATIQUE DE LA PRESSION dont le rôle et le fonctionnement sont détaillés ci-dessous.

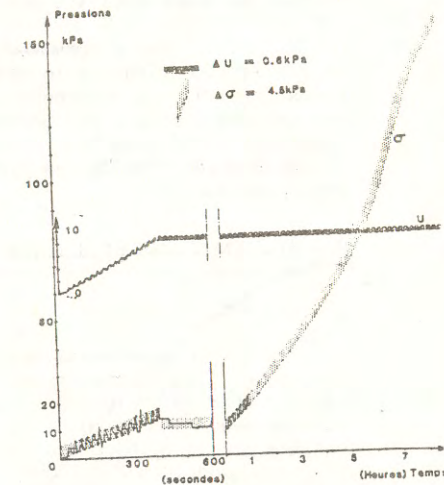
2.2.2. Le régulateur de pression : le pilotage direct d'une pression par un outil informatique requiert un appareillage spécifique. Le régulateur présente ici, a d'abord été construit pour la réalisation d'essais triaxiaux à chemins de contrainte imposés [6]. Il s'agit d'un moto-détendeur à fonctionnement incrémental pilote par ordinateur à l'aide d'un algorithme autoadaptatif (ajustement automatique de la vitesse de réaction de l'asservissement à la vitesse du phénomène à piloter).

Cette dernière particularité a été rendue nécessaire par le fait que, pour la plupart des essais de Mécanique des Sols, le matériau sol est inclus dans la boucle d'asservissement et que sa vitesse de réaction varie considérablement d'un échantillon à un autre.

Le régulateur peut fonctionner en boucle fermée (réglage direct d'une pression), et en boucle ouverte ; dans cette dernière disposition, n'importe quelle grandeur mesurée dans l'essai peut être contrôlée si elle est reliée, dans le sol, à la contrainte extérieure appliquée : dans le cas de l'essai oedométrique, des contrôles de la déformation verticale et de la pression interstitielle ont été mis en oeuvre avec succès.

Les contrôles réalisés peuvent être relativement simples (consigne fixe essais CG, vitesse d'évolution de consigne constante : essais CRS...) ou beaucoup plus complexes (calcul périodique de la nouvelle consigne à partir des paramètres évalués en temps réel sur l'essai).

La figure 3 donne un exemple de contrôle de l'essai par le régulateur dans le cas d'un essai oedométrique CG (maintien de la pression interstitielle constante à la base de l'échantillon) ; on distingue dans la figure deux phases



d'asservissement, une croissance linéaire de la pression interstitielle jusqu'à atteindre la valeur de consigne choisie, puis le maintien de cette pression. Les largeurs des zones grisées indiquent les amplitudes maximales de fluctuation des grandeurs mesurées à l'aide d'un enregistreur indépendant du dispositif d'asservissement.

Cet outil constitue en fait d'un appareillage associé à un logiciel de contrôle est décrit plus en détail dans la référence [6]; il fait actuellement l'objet d'un développement industriel, avec intégration de l'ensemble (matériel + logiciel) dans un appareil décentralisé à microprocesseur.

### 2.3. Environnement logiciel

L'appareillage oédométrique est contrôlé, comme les autres essais du laboratoire, à l'aide d'un mini-ordinateur DEC PDP 11 qui fonctionne sous un système d'exploitation multitâche temps réel. Le logiciel de contrôle a été écrit sous forme de tâches individuelles coopérantes. De ce fait, la mise en oeuvre de nouvelles procédures de chargement se résume en général à la définition de l'organisation des tâches, et ne nécessite qu'un très faible investissement en programmation.

En outre, une structure de données standard a été définie pour le stockage des résultats des mesures; un logiciel général de traitement de données (avec expression graphique des résultats) [chaîne EXPRES] permet d'effectuer la quasi-totalité des traitements sans écriture de programmes.

Les programmes réalisés pour la conduite de l'essai permettent la réalisation d'essais incrémentaux et de nombreux types de chargements continus (réf: 9). La documentation des essais est assurée à l'aide de dialogues sur grilles d'écran, les phases des essais sont enchaînées automatiquement en réduisant au minimum les interventions humaines. L'annexe 1 présente le schéma d'organisation d'un de ces programmes adapté à la conduite d'essais à chargement continu.

## 3 - MISE EN OEUVRE ET UTILISATION DU MATERIEL

### 3.1. Etalonnages

L'étalonnage des capteurs a été fait à l'aide d'une chaîne de programmes (TESCA) qui travaille en deux phases: mesure de la réponse du capteur et d'une référence, puis traitement et expression d'une loi d'étalonnage avec estimation de la précision (les coefficients de la loi sont estimés par la méthode des moindres carrés, la précision est exprimée par l'erreur quadratique moyenne [E.M.Q.]). Pour chaque capteur, l'étalonnage a été réalisé alors qu'il était monté à sa place dans la cellule (au besoin en réalisant des montages spéciaux): ce choix permet de prendre en compte non seulement la qualité du capteur, mais aussi l'influence sur sa réponse de ses conditions de montage (ceci à une grosse importance pour les capteurs de pression à membrane affleurante dont la réponse dépend du couple de serrage).

En plus des tests d'étalonnage qui ont permis d'estimer les qualités métrologiques de la cellule, des tests spécifiques ont permis d'évaluer les temps de réponse de la mesure de la pression interstitielle, du vérin de chargement et la variation de la section de la membrane en caoutchouc.

CAPTEUR	DOMAINE D'ETUDE	E.M.Q.
Pression interstitielle	0-600 KPa	0.3 KPa
Déformation axiale	+/- 2.5 mm	8 E-3 mm

- Temps de réponse du vérin 0.2 s.
- Temps de réponse de d<sub>Ub</sub>: 10 à 20 s (k du sol = 1 E-11 m/s).

### 3.2. Essais réalisés

La cellule est opérationnelle depuis le début de l'année 1980, son environnement matériel et logiciel s'étant depuis lors progressivement augmenté et amélioré. Depuis sa mise en service, plus d'une centaine d'essais ont été réalisés sur ce matériel, ces essais pouvant se ranger en deux classes:

- Essais d'étude de comportement.
- Essais de mise au point de procédures de chargement continu.

Sur ces essais, l'acquisition des données a été beaucoup plus dense que dans le cas des essais classiques (profitant en cela des possibilités de saisie et de traitement automatiques utilisés).

Au vu des résultats, et compte-tenu de la très grande régularité des courbes obtenues, il est possible d'affirmer que des variations de déplacement inférieures à un (1) micron et des variations de pression interstitielle inférieures à 0.1 KPa sont parfaitement décelables.

## 4 - EXEMPLES D'APPLICATIONS

### 4.1. Mise en évidence de la déformation retardée du squelette

Les observations relatives rapidement ci-dessous ont été faites sur une série d'essais incrémentaux avec mesure de pression interstitielle effectués sur trois argiles naturelles très compressibles. L'analyse a porté sur plus d'une centaine de cas de charge pour lesquels ont été enregistrés en fonction du temps la déformation verticale et l'accroissement de pression interstitielle à la base. Le comportement observé, peu variable d'un essai à l'autre, fait apparaître une décroissance de pression interstitielle à la base de l'échantillon beaucoup plus rapide que le développement de la déformation verticale.

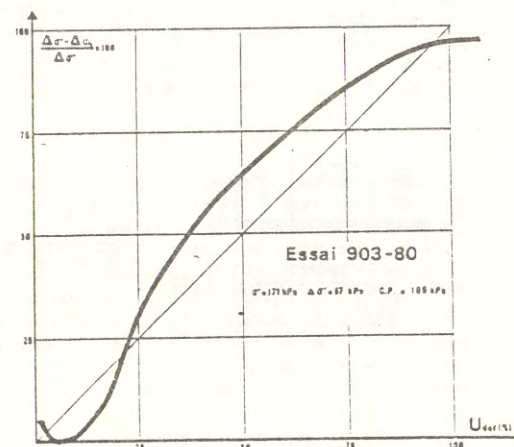


Figure : 4

Cette observation indique que, pour ces sols, la déformation du squelette solide est retardée par rapport à l'application d'une contrainte effective.

Ce phénomène est bien mis en évidence par la représentation de la figure 4 : ce diagramme traduit l'évolution du rapport  $(\Delta\sigma' - \Delta u) / \Delta\sigma'$  en fonction du degré de consolidation calculé à partir des déformations ( $U_{def} = \Delta H_t / \Delta H_{100}$ ). Pour un matériau qui ne présente pas de gonflement, il est aisé de démontrer la relation (1).

$$\frac{\Delta\sigma' - \Delta u}{\Delta\sigma'} < U_u \quad (1)$$

Si les hypothèses habituellement utilisées pour les calculs de prévision de durée des tassements (l'estimation du coefficient  $C_v$  suppose l'égalité  $U_u = U_{def}$ ) étaient vérifiées, la courbe expérimentale devrait se situer sous la première bissectrice du diagramme, ce qui n'est pas le cas. Cette constatation expérimentale se trouve par ailleurs confirmée par l'observation du comportement des remblais réels. (voir réf : 4).

#### 4.2. Etude des contraintes latérales

L'étude expérimentale du tassement unidimensionnel suppose une connaissance du comportement global du matériau, en particulier de la contrainte latérale et de la pression interstitielle. A cet effet, un dispositif de mesure de la contrainte latérale a été adapté dans la cellule. Ce capteur immergé est constitué d'un corps d'épreuve (un anneau en bronze) sur lequel sont collées une dizaine de jauges, connectées suivant un pont complet (figure 5). La disposition des jauges intègre la valeur moyenne de la contrainte latérale sur toute la périphérie de l'échantillon. C'est un capteur de contrainte totale.

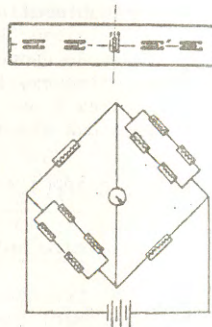


Figure : 5

La condition essentielle d'une bonne mesure est de découpler l'anneau et l'échantillon afin de réduire au maximum les frottements et les effets de bord. Une solution originale a été mise en oeuvre dans ce but. L'échantillon n'est pas directement en contact avec la bague de mesure mais il est monté dans une membrane en néoprène (comme un échantillon triaxial) fig.6. Une lubrification entre la membrane et la bague (graisse silicone) réduit les frottements. Un tel montage présente plusieurs avantages :

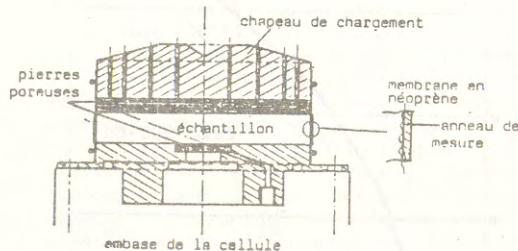


Figure : 6

1. Le frottement latéral est beaucoup plus faible que celui observé lors du montage classique de l'échantillon dans un anneau en Téflon : l'effort latéral exercé par l'échantillon est, de ce fait, normal à la surface de l'anneau. On améliore ainsi la qualité de l'essai oedométrique lui-même.

2. Le montage dans une membrane étanche donne une possibilité de contrôle du drainage.

Des essais avec chargements continus et par paliers ont été réalisés. Ils font apparaître que la manière dont évoluent les contraintes latérales dépend de l'état (surconsolidé ou normalement consolidé) du sol. Par exemple, la représentation dans le plan  $[\sigma_H, Q]$  (figure 7) fait apparaître une nette modification de l'état de contrainte au passage des deux domaines de consolidation.

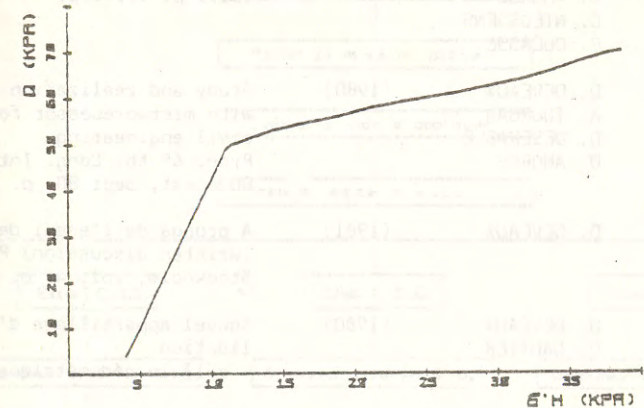


Figure : 7

Compte-tenu des remarques précédentes, la contrainte latérale semble constituer un outil intéressant pour expliciter certaines caractéristiques du sol, en particulier la notion de contrainte de préconsolidation.

#### 5 - CONCLUSIONS

L'emploi judicieux des techniques électroniques et informatiques peut amener des améliorations considérables dans la conduite des essais mécaniques. En effet, la facilité d'intégration des capteurs modernes autorise aujourd'hui la réalisation de montages jusqu'alors quasi impossibles. Ceci conduit à la réalisation de matériels d'essais plus compacts et plus faciles d'emploi, qui de plus apportent une meilleure qualité de sollicitation. En revanche, ce mode de travail nécessite une conception intégrée de l'ensemble de l'essai (système de sollicitation et système de mesure).

En outre, l'emploi d'un système d'asservissement sophistiqué, s'il nécessite un investissement relativement lourd au départ, permet par la suite de nombreuses économies matérielles (le même dispositif de chargement réalise tous les chemins requis) et de temps (les procédures de travail sont très standardisées).

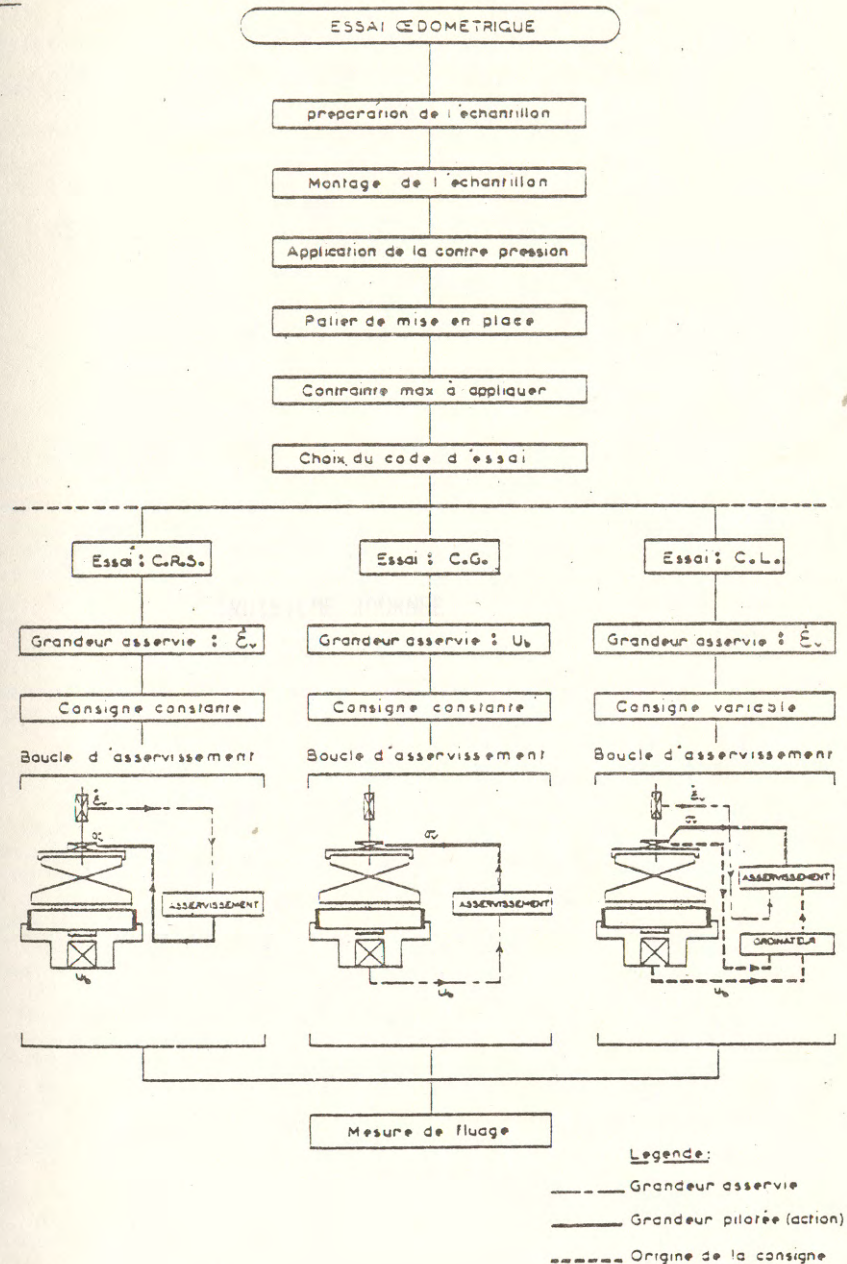


BIBLIOGRAPHIE

- [1] D. DEVEAUX (1977) Contrôle, réalisation et traitement automatiques d'essais de M.D.S. essais oedométriques et triaxiaux. Thèse Dr. Ing.
- [2] D. DEVEAUX (1981) Essais triaxiaux à chargement contrôlé. Proc. X<sup>e</sup> ICSMFE, Stockholm. Vol.1 p. 581-586.  
A. VUEZ  
D. AMOROS  
C. NIEUSSENS  
P. DUCASSE
- [3] D. DEVEAUX (1980) Study and realization of an automation with microprocessor for test drive in civil engineering. Proc. 6<sup>e</sup> th. Cong. Int. "Mini-Micro 80", Budapest, Sept 80, p. 273-278.  
A. TOURBAH  
D. DESERABLE  
D. AMOROS
- [4] D. DEVEAUX (1981) A propos de l'essai de consolidation (Written discussion) Proc. X<sup>e</sup> ICSMFE, Stockholm, vol. 4, p. 677.
- [5] D. DEVEAUX (1980) Nouvel appareillage d'étude de la consolidation. - cellule oedométrique -  
P. GAUTIER
- [6] D. DEVEAUX (1982) Le contrôle numérique des essais de mécanique des sols. Colloque I.C.D. 82, Tunis.  
D. AMOROS
- [7] A. AIT GHEZALA (1982) Rapport de D.E.A Contribution à l'étude de l'évolution des contraintes latérales pendant les chargements oedométriques.
- [8] D. DEVEAUX (1983) Etude de la contrainte latérale dans le chargement oedométrique. Journées Universitaires de Mécanique des Sols Appliquée, Nancy.  
A. AIT GHEZALA  
D. AMOROS
- [9] D. DEVEAUX (1983) Essais oedométriques à chargement continu: réalisation pratique et exploitation. Journées Universitaires de Mécanique des Sols Appliquée, Nancy.  
H. HATIRA  
D. AMOROS

ANNEXE

gestion par programme mise en place





## DETERMINATION DES CARACTERISTIQUES MECANQUES DES ROCHES A HAUTE TEMPERATURE A PARTIR DE L'ESSAI DE POINCON

### DETERMINATION OF MECHANICAL PROPERTIES OF ROCKS UNDER HIGH TEMPERATURE BY MEANS OF PUNCHING TEST

J. BERGUES, J.P. CHARPENTIER, P. HABIB  
Laboratoire de Mécanique des Solides, Ecole Polytechnique,  
91128 PALAISEAU CEDEX

#### RESUME

En Mécanique des Roches, l'étude de la stabilité de certains types de structures - sollicités mécaniquement et soumis à un effet thermique - nécessite pour le calcul la connaissance de l'influence de la température sur certaines caractéristiques de la roche dans laquelle est réalisé l'ouvrage.

A la température ambiante, les caractéristiques mécaniques sont déterminées à partir de l'essai triaxial classique de la compression ( $\sigma_1 \geq \sigma_2 = \sigma_3 = P$ ). Le fluide de confinement ne permet pas de réaliser ce type d'essais au-delà de 200°C. ; on a alors recours à des méthodes indirectes comme par exemple l'essai de poinçonnement.

Après avoir décrit la technique expérimentale les auteurs présentent et discutent les résultats obtenus sur deux charbons.

Ces essais sont interprétés à partir de l'état d'équilibre plastique d'un massif soumis à un poinçon cylindrique, le massif étant constitué par un matériau de Coulomb caractérisé par sa cohésion C et son frottement interne  $\phi$ .

#### ABSTRACT

In Rock Mechanics, the stability study of a structure in which some rocks are loaded mechanically with a thermal effect needs to know the influence of temperature on the properties of rocks.

At ambiente temperature, the mechanical properties are determined by using the classical compressive triaxial-test ( $\sigma_1 \geq \sigma_2 = \sigma_3 = P$ ). Over 200°C., because of confining fluid, such a test can not be done. It is so necessary to use indirect methods, for instance the puncheon test.

After a description of experimental technics, the authors give and discuss the results obtained on two coals.

These tests are interpreted by a plastic equilibrium state of rock mass under a cylindrical puncheon. The mass is supposed to be a Coulomb material characterised by its cohesion C and its internal friction  $\phi$ .

Pour calculer une structure il faut connaître les caractéristiques mécaniques du matériau avec lequel l'ouvrage doit être réalisé, et une des plus importantes est le critère de rupture.

Parfois, la seule connaissance de la résistance à la compression ou à la traction simple suffit. Mais lorsque les structures sont soumises à des sollicitations complexes, il faut introduire dans les calculs un critère de rupture sous sollicitations multiaxiales.

Pour les métaux, le problème est relativement facile à résoudre, dans la mesure où il est possible d'usiner des éprouvettes de formes compliquées, que l'on pourra solliciter par exemple :

- . en compression ou en traction,
- . en torsion,
- . avec une pression intérieure, dans le cas des tubes.

Les essais peuvent être réalisés directement dans un four si l'on veut étudier l'influence de la température.

Dans le cas des roches ou des sols, le problème est plus difficile dans la mesure où les éprouvettes sont souvent très délicates à confectionner. L'état de contrainte triaxial cylindrique en Mécanique des Roches ou en Mécanique des Sols est particulièrement intéressant :

$$\sigma_1 \neq \sigma_2 = \sigma_3 = P$$

où  $\sigma_1, \sigma_2, \sigma_3$  sont les contraintes principales et P la contrainte latérale. De ce fait, le critère de rupture est déterminé en laboratoire à partir d'essais du type "triaxial classique de compression ( $\sigma_1 > P$ ) ou d'extension ( $\sigma_1 < P$ )", qui consistent à superposer un déviateur sur une éprouvette soumise à une pression hydrostatique. Ces essais sont réalisés dans des cellules triaxiales appropriées avec des éprouvettes cylindriques. Dans ces cellules, le fluide de confinement est de l'eau ou de l'air pour les essais sur sol et de l'huile pour les essais sur roche.

Dans certains cas particuliers, ce type d'essai n'est pas possible et on peut citer les deux cas suivants :

- a- le matériau à étudier est tellement fissuré et friable qu'il est impossible de carotter des éprouvettes. Des matériaux de ce genre ont été rencontrés au cours du percement de tunnels dans des schistes très fracturés.
- b- Les essais doivent être réalisés dans des ambiances hostiles, par exemple sous très hautes températures, susceptibles de provoquer le "cracking" de l'huile de confinement qui apparaît au-delà de 200°C. On peut rencontrer des études de comportement mécanique des roches sous très hautes températures dans certains problèmes liés à la gazéification du charbon, comme par exemple l'étude de la stabilité du chenal non réactif dans lequel règne des températures pouvant atteindre plus de 700°C.

Pour déterminer les caractéristiques mécaniques, il faut alors avoir recours à des méthodes indirectes qui, compte-tenu d'hypothèses bien choisies, sont susceptibles de donner au moins des ordres de grandeur corrects.

Deux méthodes indirectes ont été utilisées au Laboratoire de Mécanique des Solides pour résoudre de tels problèmes :

- la méthode des galettes, qui consiste à soumettre des éprouvettes de différents élargissements à un effort de compression uniaxiale. Les résultats sont interprétés à partir de la théorie des tranches planes développées par J. Mandel, [1].
- La méthode de la compression simple et du poinçon, qui a trouvé de nombreuses applications en Génie Civil et a déjà été utilisée au Laboratoire de Mécanique des Solides par M.P. Luong, [2], pour l'étude du comportement différé des sols injectés.

L'essai consiste à soumettre un échantillon de roche d'un certain volume à l'effort de poinçonnement d'une surface plane rectifiée de diamètre d (figure 1). On note  $\sigma_p$  la contrainte maximum de poinçonnement.

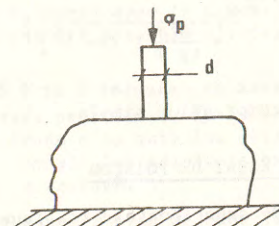


Fig.1 Essai de poinçon

Les résultats sont interprétés dans l'hypothèse de l'équilibre plastique d'un massif semi-infini constitué d'un matériau de Coulomb caractérisé par (figure 2) : sa cohésion C et son angle de frottement  $\phi$ .

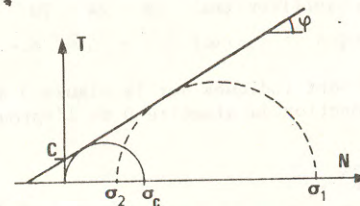


Fig.2 Matériau de Coulomb

La force portante d'un poinçon très allongé superficiel (problème à deux dimensions) est donnée par l'expression suivante :

$$\sigma_p = \gamma \frac{B}{2} N_\gamma + C N_c$$

avec :

- $\gamma$  : la densité du matériau,
- B : la largeur de la semelle,
- $N_\gamma$  et  $N_c$  sont les termes de surface et de cohésion dépendants de  $\phi$ .

Dans le cas de l'essai de poinçon au laboratoire, on peut négliger le terme de surface car la surface du poinçon est petite, et la formule devient :

$$\sigma_p = C N_c$$

avec :

$$N_c = \frac{1}{\text{tg } \phi} \left[ e^{\pi \text{ tg } \phi} \cdot \text{tg}^2 \left( \frac{\pi}{4} + \frac{\phi}{2} \right) - 1 \right]$$

Dans le cas d'un poinçon circulaire (cas tridimensionnel), on utilise un terme correctif et la formule devient :

$$(1) \quad \sigma_p = \alpha \cdot C \cdot N_c$$

Pour le dépouillement de nos résultats expérimentaux, nous avons utilisé suivant les cas, l'un des termes correctifs suivants :

-  $\alpha = 1,25$  pour les matériaux à forte dispersion [3].

-  $\alpha = (1 + 0,2 K)$  avec  $K = \text{tg}^2 [\pi/4 + \phi/2]$  pour les matériaux homogènes à faible dispersion, terme correctif dû à Vesic, [4], faisant intervenir l'angle de frottement interne.

Pour la compression simple, dans le cas d'un matériau de Coulomb, la résistance est donnée par l'expression :

$$(2) \quad \sigma_c = \frac{C}{\text{tg } \phi} [K - 1]$$

Ces deux équations permettent de calculer C et  $\phi$  à partir des résultats des essais de poinçonnement et de compression simple.

### 3 - ANALYSE EXPERIMENTALE DE L'ESSAI DE POINÇON

On a d'abord fait une étude expérimentale critique et détaillée de l'essai de poinçon sur un matériau homogène et on a choisi un marbre de Carrare à grains fins (0,1mm), dont la résistance à la compression simple était de 100MPa.

#### 3.1 - Influence du diamètre "d" du poinçon :

On a réalisé une série d'essais sur des échantillons cylindriques rectifiés, de diamètre D et d'élancement l, en faisant varier :

- le diamètre D de l'échantillon (mm) 18 - 24 - 70 - et 100 ;
- le diamètre d du poinçon (mm) 3 - 5 - 8 - et 11 .

Les résultats d'essais sont indiqués sur la figure 3 qui donne  $\sigma_p$  pour les différents poinçons en fonction du diamètre D de l'éprouvette.

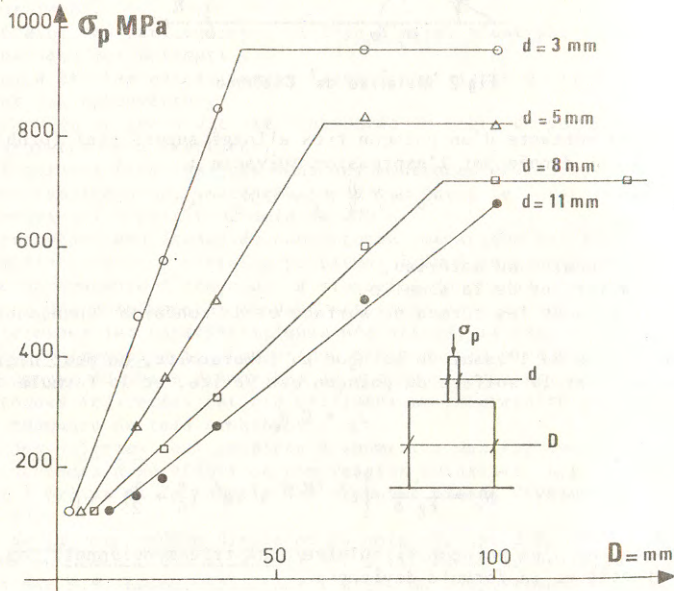


Fig.3 Essais de poinçon sur un marbre de CARRARE

Cette figure amène les deux remarques suivantes :

Pour un diamètre donné du poinçon  $\sigma_p$  atteint un palier à partir d'un certain diamètre de l'éprouvette  $D_0$ . L'essai se caractérise alors par une empreinte laissée sous le poinçon sans provoquer le fendage de l'éprouvette ; pour des diamètres inférieurs à  $D_0$  l'échantillon se rompt.

La valeur du palier  $\sigma_p$  varie avec la dimension du poinçon. Pour le gros poinçon ( $D = 11\text{mm}$ ), il n'a pas été possible d'atteindre le palier

#### 3.2 - Choix du poinçon :

Compte tenu des résultats précédents, la question se pose du choix du diamètre du poinçon pour l'étude d'un matériau déterminé. Pour tenter de donner un élément de réponse on a comparé les résultats précédents à la courbe intrinsèque à la rupture du marbre de Carrare.

La figure 4 représente dans le plan de Mohr (T,N) la courbe intrinsèque obtenue jusqu'à  $P = 125$  MPa à partir d'essais triaxiaux classiques de compression sur des échantillons cylindriques de 36mm de diamètre et d'élancement 2.

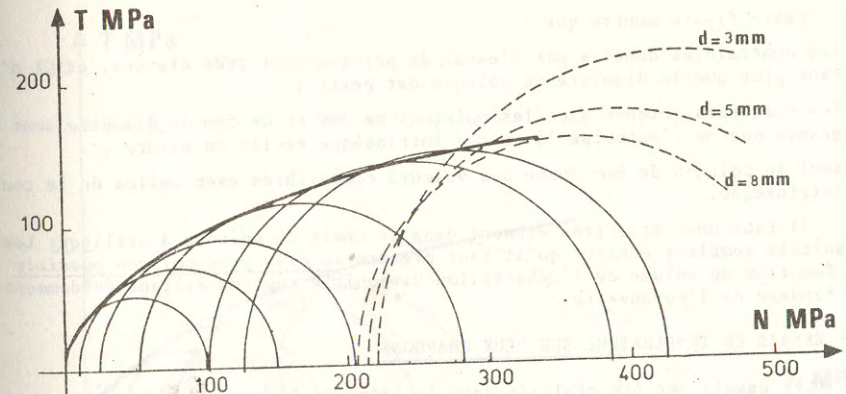


Fig.4 Courbe intrinsèque du marbre de CARRARE

Pour un poinçon à deux dimensions, les contraintes principales  $\sigma_1$  et  $\sigma_2$  sous le poinçon seraient données par les expressions suivantes :

$$\sigma_1 = \frac{\sigma_p}{\alpha}$$

$$\sigma_2 = \frac{\sigma_1 - \sigma_c}{K}$$

Comme la courbe intrinsèque du marbre (cf. figure 2) n'est pas une droite, nous avons pris le terme correctif de Vesic ;  $\alpha = (1 + 0,2 K)$ . Les valeurs calculées sont indiquées dans le tableau 1 ci-après.

d (mm)	$\sigma_p$ (MPa)	$\sigma_1$ (MPa)	$\sigma_2$ (MPa)
3	960	650	220
5	830	570	215
8	720	520	206

Tableau 1.

Les cercles de Mohr correspondants à ces trois essais de poinçon ont été reportés en pointillé sur la figure 4.

Cette figure montre que :

- les contraintes données par l'essai de poinçon sont très élevées, et ce d'autant plus que le diamètre du poinçon est petit ;
- les résultats obtenus avec les poinçons de 3mm et de 5mm de diamètre sont plus grands que ne l'autorise la courbe intrinsèque réelle du marbre ;
- seul le poinçon de 8mm donne des valeurs compatibles avec celles de la courbe intrinsèque.

Il faut donc être très prudent dans le choix du poinçon à utiliser. Les résultats semblent montrer qu'il faut prendre le plus gros poinçon possible en fonction du volume de l'échantillon disponible tout en évitant évidemment le fendage de l'éprouvette.

#### 4 - ESSAIS EN TEMPERATURE SUR DEUX CHARBONS

Ces essais ont été réalisés dans le cadre de l'étude de la stabilité du chenal non-réactif d'une opération de gazéification.

Deux charbons provenant des bassins houillers du Nord de la France ont été testés :

- le charbon d'Estevelles,
- le charbon de Liévin.

##### 4.1 - Technique expérimentale :

Des essais préliminaires réalisés sur les deux charbons ont permis de montrer que les poinçons de 3mm et 5mm donnaient de bons résultats.

. Les essais de compression simple ont été réalisés sur des éprouvettes de 36mm de diamètre et d'élanement 2.

. Les essais de poinçon sur des éprouvettes de 70mm de diamètre et d'élanement 1.

Pour les essais en température, les échantillons ont été mis dans un four circulaire vertical de 12cm de diamètre placé sous les plateaux de la presse. La partie supérieure du four est fermée par un couvercle dans lequel est ménagé un passage pour la mise en charge. Le four est régulé par thermo-couple et on attend plusieurs heures avant de commencer l'essai pour que l'équilibre de température soit assuré. Au-delà de 350°C., afin d'éviter la combustion du charbon, l'échantillon est placé dans un bain de plomb fondu ; la procédure expérimentale évite tout choc thermique.

##### 4.2 - Charbon d'Estevelles :

Les essais ont été réalisés pour les températures suivantes :

T °C. : 20 - 100 - 200 - 300 - 400 et 500

Poinçon : 3mm.

- Une étude complète a été réalisée à la température ambiante (T = 20°C.), les résultats sont indiqués sur la figure 5 représentant la courbe intrinsèque à la rupture dans le plan de Mohr :

. en trait plein, les résultats obtenus à partir des essais triaxiaux classiques ;

. en pointillé, le cercle correspondant à l'essai de poinçon, on peut constater que la corrélation entre les résultats triaxiaux classiques et le poinçon est très satisfaisante. Compte tenu de la faible dispersion obtenue sur ce charbon, les contraintes  $\sigma_1$  et  $\sigma_2$  ont été calculées avec le terme correctif de Vesic.

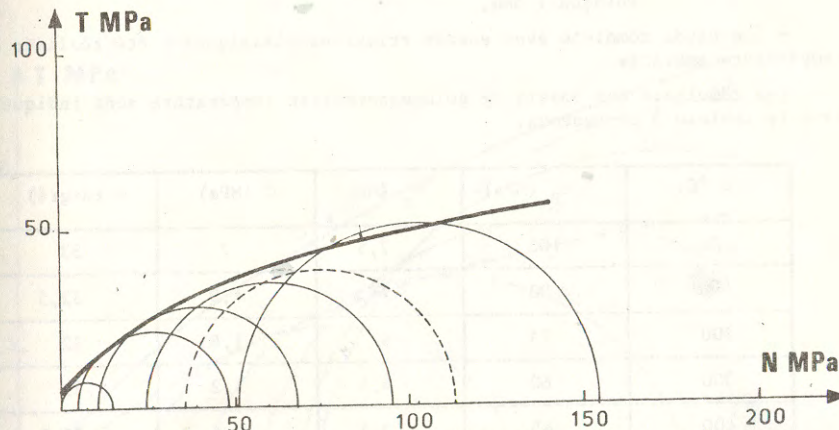


Fig.5 Courbe intrinsèque du charbon d'ESTEVELLES pour T = 20°C

Les résultats complets en température, sont indiqués dans le tableau 2 ci-dessous :

T °C.	$\sigma_p$ (MPa)	$\sigma_c$ (MPa)	C (MPa)	$\phi$ (degré)
20	175	15	4,4	28
100	175	15	4,4	28
200	170	14	4,2	28
300	145	12,2	3,3	29
400	90	5,3	1,8	30
500	25	3,3	0,6	28

Tableau 2.

Ces résultats montrent que l'angle de frottement interne reste pratiquement constant en fonction de la température mais que la cohésion commence à diminuer à partir de 200°C. et qu'elle s'est pratiquement effondrée à 500°C.

#### 4.3 - Charbon de Liévin :

Les essais ont été réalisés pour les températures suivantes :

T °C. : 20° - 100 - 200 - 300 et 400

Poinçon : 5mm,

- Une étude complète avec essais triaxiaux classiques a été réalisée à la température ambiante.

Les résultats des essais de poinçonnement en température sont indiqués dans le tableau 3 ci-dessous.

T °C.	$\sigma_p$ (MPa)	$\sigma_c$ (MPa)	C (MPa)	$\phi$ (degré)
20	100	7,5	2	33
100	90	7	1,9	32,5
200	75	6	1,65	32
300	60	4,5	1,2	33
400	45	2,5	0,6	37,5

Tableau 3.

La dispersion observée au cours des essais était relativement importante et les coefficients C et  $\phi$  ont été calculés en prenant le terme correctif constant  $\alpha = 1,25$ .

On a représenté sur la figure 6, en trait plein, la courbe intrinsèque à 20°C., et pour chaque température les cercles de Mohr relatifs à la compression simple et à l'état de contrainte sous le poinçon à deux dimensions.

L'analyse des résultats appelle quelques commentaires :

1- A température ambiante, il est intéressant de regarder comment se situe l'essai de poinçonnement par rapport à la courbe intrinsèque définie à partir des essais triaxiaux classiques.

Ici, fortuitement, la comparaison est encore plus aisée puisque l'état triaxial déduit du poinçonnement correspond sensiblement à celui d'un essai classique. On a trouvé en effet :

. pour le triaxial :  $\sigma_2 = \sigma_3 = 20$  MPa et  $\sigma_1 = 83$  MPa ;

. pour le poinçonnement :  $\sigma_2 = \sigma_3 = 21$  MPa et  $\sigma_1 = 80$  MPa .

A la température ambiante, la correspondance entre les méthodes directe et indirecte est donc satisfaisante dans cette zone de contrainte.

2- En température, les résultats du tableau 3 donnent la variation de  $\phi$  et de C. L'angle de frottement interne reste constant jusqu'à 300°C. alors que la cohésion diminue à partir de 100°C.

3- Sur la figure 6, par homothétie, on peut envisager que la courbe intrinsèque à 400°C. est voisine de la courbe tracée en pointillé, ceci est également valable pour toutes les températures intermédiaires.

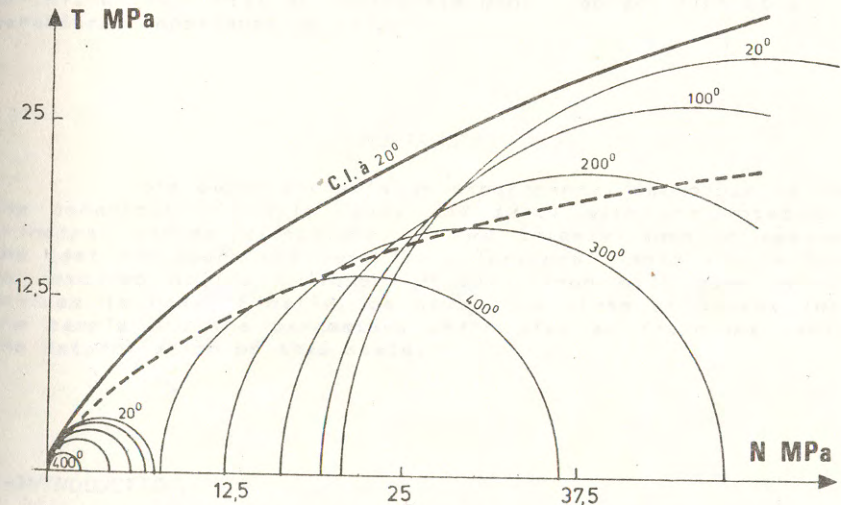


Fig.6 Courbe intrinsèque du charbon de LIEVIN

Pour déterminer les caractéristiques mécaniques de deux charbons sous haute température (jusqu'à  $T = 500^{\circ}\text{C}.$ ), une méthode indirecte à partir de l'essai de poinçonnement a été utilisée, les essais triaxiaux classiques n'étant plus réalisables avec les moyens usuels. La méthode a été préalablement discutée et testée sur un matériau connu, le marbre de Carrare.

Les résultats obtenus avec les charbons montrent que l'angle de frottement interne ne subit pas beaucoup de modifications en fonction de la température ; par contre, la cohésion chute à partir de  $200^{\circ}\text{C}.$  pour le charbon d'Estevelles et de  $100^{\circ}\text{C}.$  pour le charbon de Liévin.

#### BIBLIOGRAPHIE

- [1] J. MANDEL, *Equilibres par tranches planes des solides à la limite d'écoulement*, 1942.
- [2] M.P. LUONG, M. GANDAIS, P. ALLEMAND, *Comportement mécanique des sols injectés aux produits chimiques*, Annales ITBTP, Octo. 1977, n° 354, pp. 15-35.
- [3] P. HABIB, *Précis de Géotechnique*, Lib. Dunod, 1973, p. 71.
- [4] R.D. LAMA, V.S. VUTUKURI, *Handbook on Mechanical Properties of Rocks*, Trans. Tech. Pub., vol. III, p. 142.

## APPAREIL DE CISAILLEMENT DES SOLS PAR TORSION D'UN CYLINDRE CREUX

### APPARATUS FOR THE TESTING OF SOILS THROUGH TORSION OF A HOLLOW CYLINDER

J.C. ROBINET\*, Y. GOLCHECH\*\*, M. DEFFAYET\*\*, D. FAU\*\*

\* Université de Lille 1

\*\*Ecole Nationale des Travaux Publics de l'Etat 69120 VAULX EN VELIN

#### RESUME

Ce rapport s'inscrit dans l'étude du comportement des sols (sable et argile) en cinématique rotationnelle. La conception et la fabrication d'un appareil de triaxial-torsion, la méthode de fabrication des échantillons cylindriques creux et le déroulement des essais sont les sujets abordés. Une comparaison partielle avec quelques appareils existants est également faite. Dans la dernière partie, on insistera sur la définition de l'état de contrainte dans l'échantillon et sur des paramètres importants de celui-ci.

#### ABSTRACT

This paper presents an experimental technique to study the behaviour of soils (clay and sand) with the rotation of principal stress directions. A new triaxial-torsion apparatus and test procedure are described. Torsional tests are performed on remolded hollow cylinder. A comparison with some existing devices is made. Finally, we study the state of stress inside the sample and the parameters which play an important part in the determination of this state.

#### I-INTRODUCTION.

Afin de prédire le comportement des sols sous différents types de chargements, un certain nombre d'auteurs ont mis au point des lois de comportement, déduites de l'observation des essais de laboratoire. Ces essais, réalisés avec les



appareillages classiques (oedomètres, triaxial de révolution, ou même vrai triaxial), ont la particularité de conserver le trièdre principal de contraintes et de déformation.

Dans la réalité, dans bien des cas, lors d'interactions sol-structures, il existe une zone soumise à une rotation des axes principaux. Ainsi la mise en place d'une fondation, d'un pieu, ou le déclenchement d'un tremblement de terre, induisent ce genre de phénomène.

L'étude de la rotation du trièdre principal nécessite un appareillage adéquat. L'appareil de cisaillement simple, s'il procède par ce type de rotation, est mal connu quant aux contraintes latérales, et à l'influence des conditions aux limites. Le triaxial avec torsion de cylindre creux ne présente pas ces problèmes aux limites, et la pression de confinement est contrôlable.

La construction d'un tel appareil a donc été entreprise, et nous en présentons ici une description et une analyse du fonctionnement. Les essais alors réalisés permettent, dans la définition de la loi de comportement, de tenir compte de la rotation du trièdre principal, et ainsi des termes de cisaillement et de distortion.

## II-DESCRIPTION ET FONCTIONNEMENT DE L'APPAREILLAGE.

### II-1 Mise en forme de l'échantillon

#### a-Cas de l'argile: Golcheh(1)

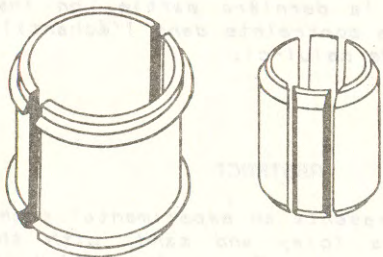
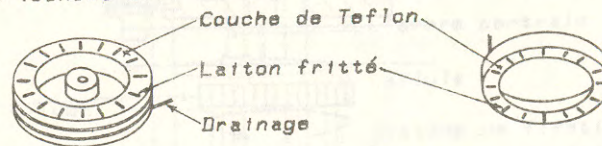


Schéma 2: Moule extérieur (intérieur) en 2 (4) parties.

L'argile utilisée est de type kaolinite. Elle est préparée par consolidation d'une pâte d'argile de teneur en eau donnée. Cette pâte est constituée d'un mélange de poudre de kaolinite et d'eau; après malaxage sous vide durant une heure, la consolidation se fait sur un chemin oedométrique (déformation radiale nulle). L'échantillon ayant une forme cylindrique creuse, il est nécessaire d'utiliser deux moules de fabrication; un moule intérieur et un autre extérieur. Pour faciliter le démontage des moules, et éviter le remaniement de l'échantillon après consolidation, ceux-ci sont formés de quatre et deux parties respectivement; le schéma 1 montre la conception particulière de ces moules. De plus, les surfaces en contact

avec l'argile sont traitées afin de diminuer le frottement. Un plateau supérieur et un autre inférieur emprisonnent l'échantillon selon la direction verticale, tout en autorisant le drainage. Une fois consolidé, l'échantillon a une hauteur de 40 ou 80 mm: les diamètres intérieur et extérieur sont de 120 et 160 mm.

Les deux plateaux cités précédemment restent solidaires avec l'échantillon après démoulage puis lui transmettent les efforts de torsion. Afin d'avoir une déformation radiale uniforme sur toute la hauteur, la mise en place d'une couche de téflon à l'interface plateau-argile a été effectuée (élimination des effets de bord). Le long de cette surface de téflon, 18 ailettes de laiton fritté assurent à la fois le drainage, et une bonne solidarité lors de l'entraînement en torsion (schéma 2).



Le Plateau Inferieur

Le Plateau Exterieur

Schéma 2: Les deux plateaux.

#### b-Cas du sable: Deffayat(2)

La constitution de l'échantillon de sable est assez différente de celle de l'argile. Le sable de type Hostun est disposé entre deux moules (intérieur et extérieur) munis chacun d'une membrane de néoprène.

Selon la façon de déposer ce sable, on obtiendra les catégories lâche, moyen ou dense. Une circulation d'eau se faisant entre la base et la tête supérieure, il est possible de saturer l'échantillon. Cette saturation sous vide, lors de la fermeture des robinets, permet le démoulage (pression interstitielle négative). Les moules et les plateaux sont identiques à ceux utilisés pour l'argile; à savoir les ailettes d'entraînement en torsion, de drainage, et le téflon pour l'antifrottement. Il suffit par la suite de mettre en place, progressivement, la pression de confinement ainsi que la contre-pression.

L'échantillon, en forme de cylindre creux, a alors une hauteur de 180 mm pour un rayon intérieur de 150 et extérieur de 180 mm (rapport 1/1 conseillé).

### II-2 Déroulement d'un essai:

L'échantillon consolidé et démoulé, sera couvert sur les deux faces extérieure et intérieure, d'un papier filtre afin d'améliorer le drainage de l'éprouvette pendant l'essai de torsion.

L'étanchéité parfaite de l'échantillon au cours de l'essai est un des problèmes les plus complexes qui se posent. Ce dernier est résolu à l'aide des formes particulières données

aux plateaux (schéma 3), et par l'utilisation de manchettes spéciales en néoprène et de joints toriques.

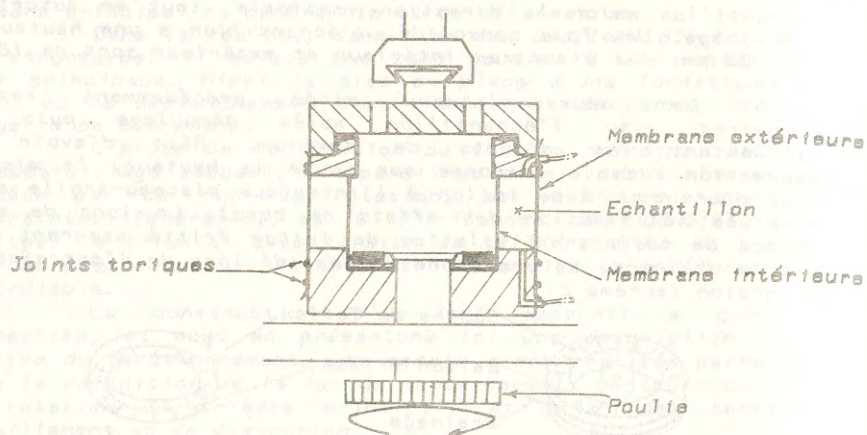


Schéma 3: Installation des membranes

Ayant posé "couvercle" sur le plateau supérieur, on installe l'échantillon sur la presse (schéma 4). Le "couvercle" sert à la fixation de l'arbre central de la presse sur l'éprouvette, permettant l'application des forces axiale et de torsion.

La cellule, une fois mise en place, sera remplie d'eau. La pression intérieure de la cellule (la pression de confinement) ainsi que la contre-pression dans l'échantillon sont réglables à l'aide de deux manomètres pouvant atteindre dix bars.

### II-3 Système d'application de la torsion.

La torsion est appliquée sur le plateau inférieur de l'échantillon (celui du haut étant fixe à l'aide d'un engrenage assuré par trois clavettes). Le principe de la conception de ce système est basé sur les exigences suivantes:

- des vitesses constantes de déformation de cisaillement (essai statique)
- des vitesses très basses, répondant au besoin des essais drainés sur l'argile
- une réaction rapide du système lors du changements de sens de distorsion en essais cycliques
- une durée de marche continue pendant quelques jours à une semaine ou plus
- transmettre des couples suffisamment considérables pour pouvoir amener l'échantillon à la rupture.

Le mécanisme de torsion est constitué de deux vérins mécaniques mus en des sens opposés en translation.

Ces vérins sont reliés d'une part à une courroie crantée qui entraîne en rotation une poulie calée sur le plateau

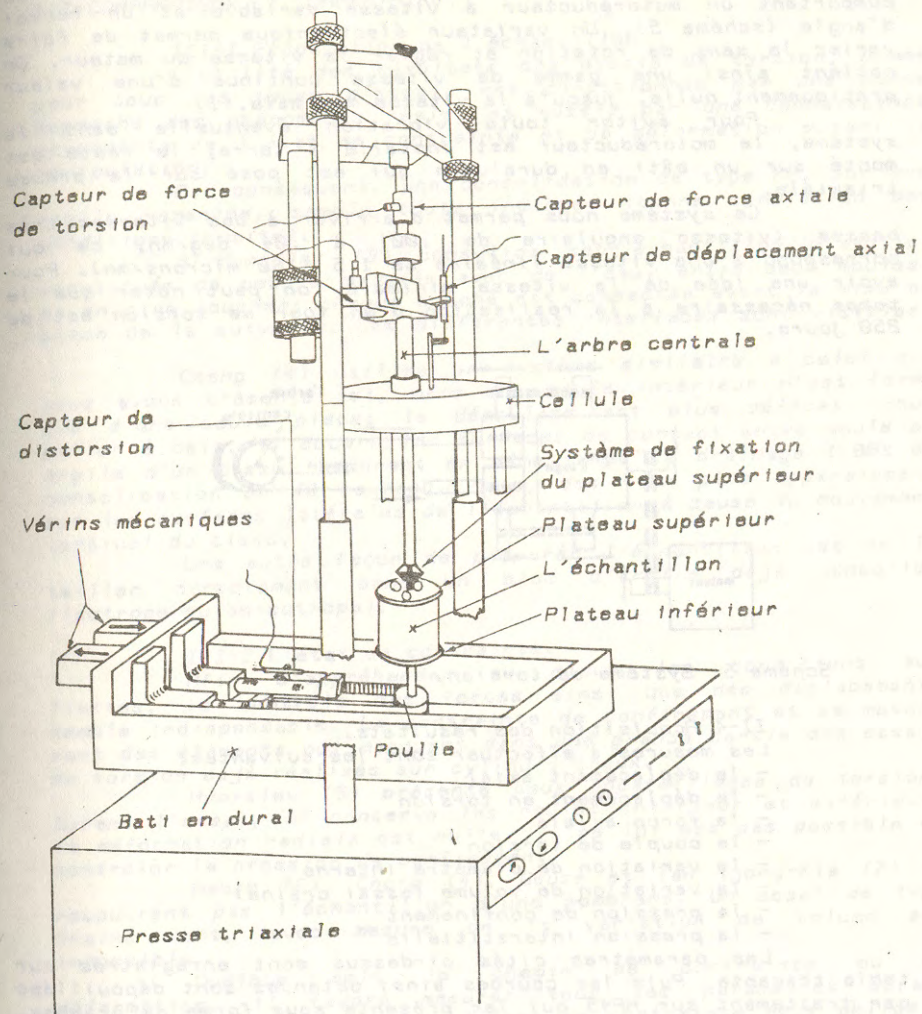


Schéma 4: Vue d'ensemble de l'appareil de torsion

inférieur de l'échantillon, et d'autre part à la partie motrice comportant un motoréducteur à vitesse variable et un renvoi d'angle (schéma 5). Un variateur électronique permet de faire varier le sens de rotation et régler la vitesse du moteur. On obtient ainsi une gamme de vitesse continue d'une valeur pratiquement nulle, jusqu'à la vitesse maximale. (1)

Pour éviter toute vibration éventuelle dans le système, le motoréducteur est installé à terre; le reste est monté sur un bâti en duralumin qui est posé sur la presse triaxiale.

Ce système nous permet d'arriver à des vitesses très basses (vitesse angulaire de .001 à .04 deg/mn, ce qui correspond à une vitesse linéaire de 1.5 à 60 microns/mn). Pour avoir une idée de la vitesse minimale, on peut noter que le temps nécessaire à la réalisation d'un tour de torsion est de 250 jours.

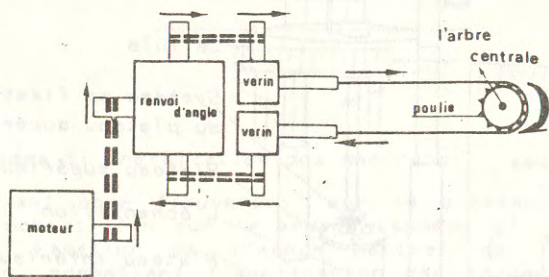


Schéma 5: Système de torsion.

#### II-4 Acquisition des résultats.

Les mesures à effectuer sont les suivantes:

- le déplacement axial
- le déplacement en torsion
- la force axiale
- le couple de torsion
- la variation de diamètre interne
- la variation de volume (essai drainé)
- la pression de confinement
- la pression interstitielle

Les paramètres cités ci-dessus sont enregistrés sur table traçante. Puis les courbes ainsi obtenues sont dépouillées par traitement sur HP45 qui les présente sous forme de graphes.

Nous désirons d'autre part, parvenir le plus tôt possible, à piloter l'essai par micro-ordinateur (HP85, voltmètre rapide et scanner) pour pouvoir suivre des chemins plus complexes, et ainsi étudier séparément l'influence de chacun des paramètres.

Ajoutons que notre presse fonctionnant en déplacement, ce système permettra d'imposer la force axiale constante pendant l'essai de torsion par exemple, ou bien d'appliquer des cycles, en force ou en déplacement, aussi bien dans la direction axiale qu'en torsion.

### III-COMPARAISON ET COMMENTAIRE

#### III-1 Préparation de l'échantillon.

L'utilité des résultats des essais de torsion, comme pour tous les types d'essai, est conditionnée par une bonne approche des phénomènes réels, et aussi, par une connaissance permanente de l'état de contrainte et de déformation durant la manipulation.

Par conséquent, une consolidation de type Ko, sur une argile remaniée, semble toute indiquée (bonne simulation des conditions in-situ).

Al-Hussaini (3) consolide son échantillon d'argile, constituée de poudre malaxée avec de l'eau, entre deux moules, et en cinq couches; chaque couche est compactée avant la mise en place de la suivante. Les différentes interfaces sont visibles.

Cheng (4) utilise un système similaire à celui que nous avons présenté ici; mais son moule intérieur n'est formé que d'une seule pièce; le démoulage est plus délicat. Pour palier à cela, il couvre les surfaces de contact entre moule et argile d'un tissu, assurant en même temps le drainage (100% de consolidation en 48 heures). Mais, des faux plis apparaissent sur les surfaces latérales de l'échantillon à cause du mouvement vertical du tissu.

Une autre façon de préparer l'échantillon est de le tailler directement dans un bloc d'argile déjà consolidé (isotrope ou anisotrope).

#### III-2 L'état de contraintes.

Afin d'appréhender au mieux les conditions aux limites, le contrôle des forces ainsi que des déplacements semble indispensable. La contrainte de confinement et sa mesure sont des éléments qui manquent dans une grande partie des essais de torsion déjà réalisés sur cylindre creux.

Hvorslev (5) présente deux appareillages de torsion. Durant l'essai, il conserve les moules intérieur et extérieur; la déformation radiale est nulle. Il ne lui est pas possible de contrôler la pression de confinement.

Habib (6), Cheng (4), Geuze et Tan Tjong-Kie (7) ne recouvrent pas l'échantillon d'une membrane. Un essai de type drainé lent, avec mesure de la variation de volume est impossible.

Quelque soit le chemin de contrainte ou de déformation, il faudra mesurer tous les paramètres durant l'essai. La connaissance de l'état de contrainte nous oblige à définir les six composantes présentées dans le schéma 6.

La distribution de  $T_{\theta z}$  sur la section de l'échantillon peut être considéré comme linéaire ou constante selon que l'on suppose un comportement élastique ou plastique. Le cas réel sera intermédiaire: Golcheh (1). Schéma 7.

Si l'épaisseur du cylindre est faible par rapport au rayon, la contrainte de cisaillement est quasi uniforme sur la section.

Dans le cas où les pressions intérieure et extérieure du cylindre creux ( $P_i$  et  $P_e$ ) sont différentes, la distribution

de contrainte est variable. Mais si  $P_i = P_e$ , cette dernière est uniforme, à condition de négliger l'effet de bord. Celui-ci règne à l'interface plateau-argile; il génère une force normale circonférentielle, une force de cisaillement et un moment dont les valeurs diminuent en s'éloignant des plateaux.

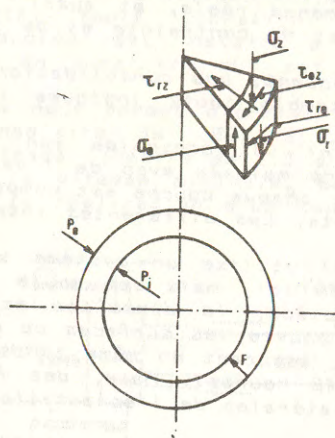


Schéma 6: Etat de contrainte dans un cylindre creux.

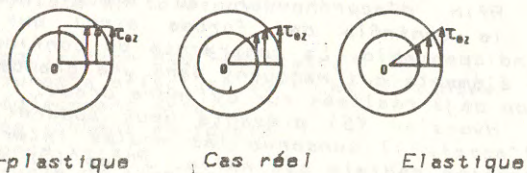


Schéma 7: Distribution de contrainte de cisaillement dans une section annulaire.

La théorie de l'élasticité nous donne la valeur de ces forces en fonction du frottement existant à l'interface (F). Afin de minimiser l'influence de ces efforts parasites, une hauteur minimale de l'échantillon a été proposée par Saada et Townsend (8). Mais la réalisation et la manipulation d'une éprouvette de cette hauteur est très difficile; aucun auteur n'a mis en oeuvre un tel échantillon.

Nous avons, par contre, essayé de diminuer au plus ce frottement aux interfaces (F) en posant des couches de téflon. Ceci permet à l'échantillon de se déformer latéralement plus librement. Une largeur supérieure a été donnée aux plateaux par rapport à l'épaisseur du cylindre de sol.

#### IV- CONCLUSION

Le présent article décrit essentiellement l'appareil de torsion pour l'argile, même si les deux appareillages, version sable et version argile, ont été développés parallèlement. Les objectifs visés, lors de la conception, étaient une bonne homogénéité de l'échantillon (avec une attention particulière aux effets de bord), ainsi que la possibilité de déterminer à tout instant tous les paramètres.

L'obtention de résultats très précis nécessitera, après une phase de mise au point et de vérification avec un appareil d'enregistrement analogique, la disposition d'un système automatique de pilotage et d'acquisition de données.

Ces essais, une fois quantifiés, constituent une banque de données utilisable dans la définition d'une loi de comportement plus générale, tenant compte du rôle des effets de cisaillement. Un modèle rhéologique non linéaire incrémental, Robinet (9), servira de base théorique à ce travail.

Pour l'heure, les premiers essais confirment à la fois la parfaite tenue des échantillons, ainsi que le bon fonctionnement du système.

#### BIBLIOGRAPHIE

- (1) GOLCHEH Y. "Comportement des sols en cinématique rotationnelle; réalisation d'un appareil de torsion". Mémoire de DEA, Ecole Centrale de Paris, 1982
- (2) DEFFAYET M. "Contribution à l'étude du comportement du sable en cinématique rotationnelle". Mémoire de DEA, Ecole Centrale de Paris, 1983
- (3) AL-HUSSAINI M. "Tensile properties of compacted soils", Laboratory shear strength of soil, ASTM STP 740, R.N. Yong and F.C. Townsend Eds, pp 207-225, 1981.
- (4) CHENG R.Y.K. "Effect of shearing strain-rate on the undrained strength of clay", Laboratory shear strength of soil, ASTM SPT 740, R.N. Yong and F.C. Townsend Eds, pp 243-253, 1981.
- (5) HVORSLEV M.J. & KAUFMAN R.I. "Torsion shear apparatus and testing procedures", Bulletin n°38, USAE Waterways Experiment Station, Vicksburg, Miss.
- (6) HABIB P. "La résistance au cisaillement des sols", Annales de l'I.T.B.T.P. Janvier 1953, pp 3-40
- (7) GEUZE E.C.W.A. & TAN TJONG-KIE "The mechanical behaviour of clays", Proc. of 2° International Congress on Rheology, Oxford, 1953
- (8) SAADA A.S. & TOWNSEND F.C. "State of the art: Laboratory strength testing of soils", Laboratory shear strength of soil, ASTM STP 740, R.N. Yong and F.C. Townsend Eds, pp 7-77, 1981
- (9) ROBINET J.C. "Loi rhéologique en écriture incrémentale. Applications aux sols et au béton". Thèse D.E. Grenoble 1980.

## NOUVELLES METHODES DE MESURE DE LONGUEUR DE FISSURE EN COURS DE PROPAGATION DANS LES MATERIAUX FRAGILES NON CONDUCTEURS

*NEW METHODS FOR LENGTH MEASUREMENTS OF EVOLUTING CRACKS IN BRITTLE  
NON CONDUCTING MATERIALS*

E. MOREL, Chercheur - J.P. HENRY, Professeur - Laboratoire de Mécanique des  
Matériaux Fragiles et des Structures - Ecole Universitaire d'Ingénieurs de Lille  
59655 - VILLENEUVE D'ASCQ CEDEX

### RÉSUMÉ

Les fissures se propageant dans les matériaux fragiles se caractérisent par le fait qu'elles ont, à l'inverse des matériaux à comportement ductile, une ouverture très faible. Pour cette raison, les techniques classiques à fils cassants utilisées habituellement pour étudier la propagation de fissures dans les métaux ductiles se révèlent inutilisables par la ductilité des fils en regard des faibles ouvertures.

Une première méthode proposée pour suivre l'évolution d'une fissure consiste à interpréter la réponse d'une jauge d'extensométrie placée orthogonalement à la fissure. Un dépouillement des jauges en fonction du champ de contrainte évoluant avec l'avancement du fond de fissure est proposé.

Une deuxième méthode basée sur le principe des jauges à fils cassants consiste à déposer sous vide à la surface des éprouvettes des fils conducteurs de carbone. Ce matériau est suffisamment fragile pour que les fils soient rompus au passage de la fissure.

Un appareillage électronique permet d'enregistrer les données relatives aux caractéristiques mécaniques correspondant à la position de la fissure détectée à chaque rupture d'un fil de carbone. L'équipement automatique permet de traiter ces données.

### ABSTRACT

Cracks which propagate in brittle materials are very closed compared to those in ductile materials. That is why the classical technics (breaking grids) are inefficient.

The first method we propose to follow the crack evolution, consists in interpreting the signal of strain gauge bowrded perpendicularly to the crack path. A study of the signal according to the stress field evolving with the crack position is given.

The second method uses the evaporation of a carbon grid under vacuum on the specimen. This material is brittle enough to break when the crack goes through. An electronic equipment allows to record the mechanical parameters (load, displacement) according to the crack position and automatically gives the fracture parameters.

## I - INTRODUCTION

Pour caractériser le comportement d'un matériau à la rupture, il est nécessaire d'en connaître les paramètres, par exemple l'énergie  $G_c$  dans le cas du critère de GRIFFITH [1] ; cependant le dépouillement fin et complet des essais impose une connaissance de la longueur de fissure à un instant donné.

Un problème important se pose pour les matériaux fragiles : les fissures sont fines, peu ouvertes ce qui rend inutilisables les méthodes optiques ou les méthodes par fils cassants classiques. De plus, la faible conductivité des roches, verres, céramiques ne permet pas non plus d'utiliser des méthodes résistives.

Le but de ce travail consiste à mettre au point deux méthodes fiables de détection de fissure. La première technique utilisera des jauges classiques d'extensométrie, la seconde consistera à trouver une technique de fil cassant efficace.

La mise au point sera faite sur des plaques de verre afin de maîtriser parfaitement par visée optique la longueur réelle de fissure. L'essai utilisé sera un essai de compression sur plaque percée d'un trou (fig. 1) car dans ce cas l'on obtient une propagation stable de la fissure de traction avec n'importe quel type de machine d'essais [2] ce qui facilite les observations.

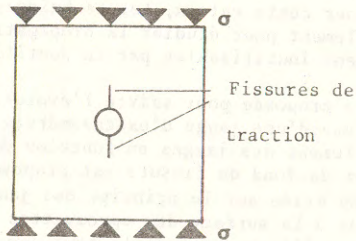


Figure 1 : type d'essai

## II - MÉTHODE PAR JAUGES D'EXTENSOMÉTRIE

### 2.1 Principe

Le but de la manipulation est de détecter sur la réponse d'une jauge d'extensométrie le passage d'une fissure au droit de celle-ci.

Supposons dans un premier temps que la jauge soit réduite à un seul fil (fig. 2). Celui-ci est placé sur le chemin de la fissure. A son approche, l'état de contrainte est approximativement

$$\sigma_{xx} = \frac{K_1}{\sqrt{2 \pi r}}$$

$$\sigma_{yy} = \frac{K_1}{\sqrt{2 \pi r}} - \sigma$$

avec les conventions de la Figure 2.

La jauge enregistre la réponse :

$$E \epsilon = \frac{K_1 (1 - \nu)}{\sqrt{2 \pi r}} + \nu \sigma$$

avec

$E$  Module d'Young  
 $\nu$  Coefficient de Poisson  
 $K_1$  Facteur d'intensité de contraintes

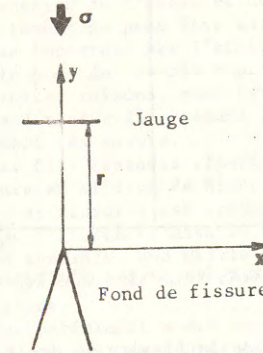


Figure 2 : Fissure à l'approche de la jauge : modélisation

Si la fissure se propage,  $K_1$  va varier. De ce fait, la jauge va enregistrer deux réponses : une déformation élastique linéaire due à  $\sigma$  et une déformation non linéaire due à la progression de la fissure.

En l'absence de fissure, la déformation de la jauge est  $E \epsilon = \nu \sigma$  soit

$\frac{E \epsilon}{\nu \sigma} = 1$ . Si une fissure existe, le défaut de linéarité peut s'exprimer par le rapport  $\frac{E \epsilon}{\nu \sigma}$  qui sera supérieur à 1.

Sur les roches calcaires, il a été montré [2] que le rapport  $\frac{E \epsilon}{\nu \sigma}$  était voisin de 1,5 pour des distances  $r$  voisines de 1mm du front de fissure (Figure 3) soit  $\nu \sigma / E \epsilon \approx 0,7$

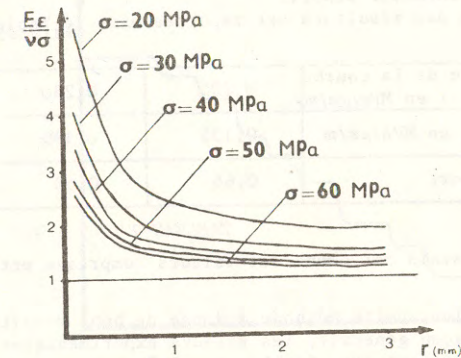


Figure 3 : Variation du  $E \epsilon / \nu \sigma$  en fonction de  $r$

Les courbes expérimentales ( $\sigma$ ,  $\epsilon$ ) pour différentes positions des jauges par rapport au trou sont rectilignes puis présentent une inflexion à l'approche de la fissure (Figure 4).

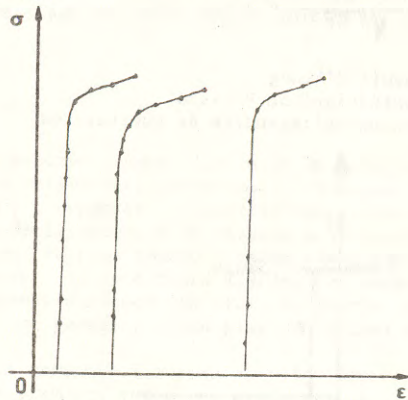


Figure 4 : Signaux des jauges d'extensométrie

Le point de passage du droit de la fissure au droit de la jauge peut être déterminé à partir des résultats précédents. Sur une courbe expérimentale, il suffit de tracer la droite passant par l'origine dont la pente est égale à 0,7 fois la pente de la partie linéaire de la courbe ( $\sigma$ ,  $\epsilon$ ). Le point d'intersection donne la contrainte  $\sigma_F$  lors du passage de la fissure sur la jauge.

## 2.2 Vérifications

Une détermination préalable du  $K_{Ic}$  du verre utilisé a donné  $K_{Ic} = 1 \text{ MPa m}^{-1/2}$ . Dans les roches calcaires le  $K_{Ic}$  était de l'ordre de  $1,1 \text{ MPa m}^{-1/2}$ . Ces valeurs proches induisent un comportement voisin lors de la propagation d'une fissure dans ces deux types de matériaux dans des conditions identiques.

Dans le verre, le passage de la fissure sur la jauge est détecté par visée optique. La contrainte  $\sigma_F$  et la déformation  $\epsilon_F$  enregistrée par les jauges d'extensométrie, lorsque la fissure atteint le premier brin de la jauge, sont alors déterminées ainsi que leur rapport. Il reste à calculer la pente de la partie linéaire de la courbe expérimentale ( $\sigma$ ,  $\epsilon$ ) et à comparer cette pente au rapport précédemment établi.

Une partie des résultats est reportée dans le Tableau 1 :

pente de la courbe ( $\sigma$ , $\epsilon$ ) en $\text{MPa}/\mu\text{m/m}$	0,205	0,280	0,240
$\sigma_F/\epsilon_F$ en $\text{MPa}/\mu\text{m/m}$	0,135	0,190	0,156
rapport	0,66	0,68	0,65

TABEAU 1

D'autres essais ont donné des valeurs comprises entre 0,61 et 0,7.

## 2.3 Conclusion

En conclusion, cette méthode a donné de bons résultats sur le verre ; cependant et de façon générale, les valeurs expérimentales des pentes de dépouillement sont légèrement plus faibles que 0,7, valeur proposée pour les roches calcaires. [ 2 ]. Remarquons que les charges nécessaires pour propager les fissures dans le verre sont de l'ordre de 15 à 20 MPa alors qu'elles sont de l'ordre de 25 à 40 MPa pour les roches, ce qui en fonction de la Figure 3 permet

## III - MÉTHODE PAR FILS CASSANTS

Les inconvénients de la méthode précédente sont nombreux :

- (1) elle nécessite l'utilisation d'appareillage multivoies pour les signaux d'extensométrie ;
- (2) le dépouillement des essais est long, et de plus, demande une calibration en fonction de l'essai et du matériau utilisé ;
- (3) le dépouillement ne peut être automatisé de façon simple ;
- (4) le coût est important par l'utilisation de jauges, ce qui la rend inutilisable pour des essais routiniers.

Pour ces différentes raisons, nous avons cherché à mettre au point un processus permettant de détecter directement la position de la fissure, et de dépouiller instantanément les essais.

Les systèmes par fils cassants classiques (par exemple : indicateurs de propagation de fissure en alliage de Nickel-Chrome) sont totalement inefficaces car l'ouverture des fissures est trop faible. Des dépôts minces sous vide, en forme de grille de différentes natures métalliques n'ont pas également apporté d'amélioration sensible. Une grille effectuée en graphite au moyen d'un crayon de 0,5mm n'a pas donné de bons résultats, les fils ne se cassant qu'après le passage de la fissure.

Le dépôt le plus performant a été un dépôt de carbone sous vide. Afin d'obtenir des fils, un cache muni de fentes est placé sur l'échantillon avant évaporation sous vide. Ces fils sont ensuite reliés en parallèle et alimentés en tension constante. Le réseau ainsi réalisé a une résistance de l'ordre du ce qui donne des intensités d'environ 10 $\mu$ A pour une tension d'alimentation de 10V.

La faiblesse des courants et le peu de stabilité de ceux-ci (dérive, fluctuations provoquées par des variations thermiques) sont les principales difficultés qui ont dû être résolues dans le traitement des signaux. L'objectif était, à partir du traitement du signal, de piloter un système d'acquisition de données de type HP 6942A connecté à un microordinateur HP 9835A de 128 KO de mémoire centrale.

L'avantage des fils de carbone est d'obtenir une rupture du fil assez franche lorsque la fissure le traverse, si bien que pour la grille on obtient bien un schéma en "escalier" (Figure 5) de l'intensité au fur et à mesure de la propagation de la fissure, les marches correspondant à la rupture d'un brin.

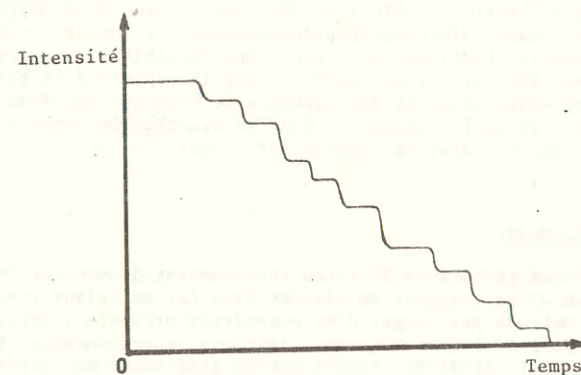


Figure 5 : Variation de l'intensité en cours de propagation

Pour automatiser les essais de  $K_{Ic}$ , un appareil a été mis au point. Ce système fournit une tension d'environ 10V ajustable de façon à ce que le signal de sortie se situe initialement aux environs de 10V. Cet ajustement est nécessaire car le signal de sortie dépend très fortement de l'épaisseur du dépôt, épaisseur difficilement maîtrisable.

L'appareil génère deux signaux en réponse :

- (1) une tension comprise entre 0 et 10V proportionnelle à l'intensité totale existant dans le réseau ;
- (2) un signal en créneau compris entre 0 et 5V, de durée variable, se produisant à chaque rupture de brin.

Ce signal en créneau déclenche la centrale d'acquisition (Figure 6) : les convertisseurs analogiques / numériques prennent directement les valeurs des différents paramètres mécaniques de l'essai (force, déplacement ...), et les stockent dans la carte mémoire. A la fin de l'essai, les résultats sont transférés dans le microordinateur lequel procède alors au dépouillement.

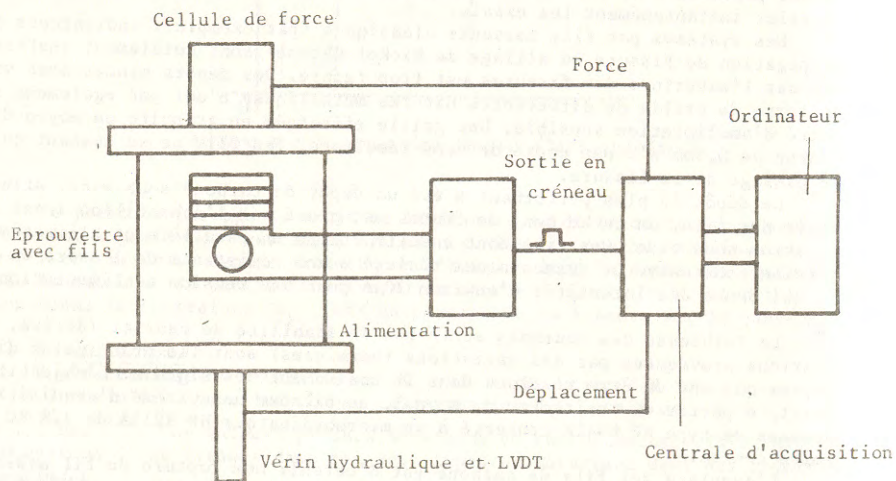


Figure 6 : Configuration des appareils (hors asservissement)

Comme nous l'avons précisé plus haut, les difficultés essentielles proviennent de la très faible intensité des signaux de la grille. Les différents parasites jouent alors un rôle déterminant. La conception de l'appareil en tient compte. Il est protégé contre des variations fortuites mais peu rapides en rapport des variations apportées par la rupture d'un fil de carbone. L'appareil élimine, également, les ruptures de brin qui se produisent en deux ou trois fois selon la vitesse d'essai en ajustant le temps du créneau ; plus l'essai sera rapide, plus le créneau sera court.

#### IV - CONCLUSION

Les deux techniques décrites précédemment donnent de bons résultats pour la détection de la longueur de fissure dans les matériaux fragiles non conducteurs.

La méthode par jauges d'extensométrie présente l'intérêt de pouvoir s'appliquer dans de nombreuses configurations expérimentales. Elle permet également de détecter le front de fissure sur une profondeur de l'ordre du millimètre, ce qui peut être un avantage lorsqu'il y a une grande différence entre le front de fissure dans le matériau, et sa trace sur la surface. Par contre, elle demande un étalonnage pour chaque matériau utilisé et chaque type d'essai, et est en dé-

finitive onéreuse.

La méthode par fils de carbone permet la mesure directe de la longueur de fissure et le traitement rapide des données. Il faut néanmoins éliminer bon nombre de facteurs parasites nuisant à la précision de la méthode, ce qui a été en grande partie réalisé par l'électronique proposée.

Remarquons que dans cette technique le fil n'enregistre que le passage de la fissure à la surface de l'éprouvette ; la fissure pouvant se propager d'une manière différente au cœur de l'échantillon.

Enfin, le but de la méthode est de pouvoir l'adapter aux roches. Pour cela, il faut vaincre quelques difficultés supplémentaires liées aux courants de surface, ce qui est en cours.

#### BIBLIOGRAPHIE

- | 1 | GRIFFITH A.A. (1921) The phenomena of rupture and flow in solids. *Phil. Trans. Royal. Soc. A.* 221 p. 163
- | 2 | HENRY J.Y. (1980) Plaque percée d'un trou et soumise en compression. Etude des conditions de propagation de la fissure de traction. *Thèse de Docteur Ingénieur*, U.S.T. LILLE



## MACHINE DE CISAILLEMENT BIAxiaL DES PANNEAUX DE MAÇONNERIE BIAXIAL SHEARING APPARATUS FOR MASONRY

JC. ROBINET - EUDIL, JM. TORRENTI - ENTPE, M. SABAITI - ENTPE

### RESUME

A la suite du tremblement de terre d'El Asnam, il s'est avéré qu'il était nécessaire de tenir compte dans les règlements de construction des remplissages en maçonnerie. Dans le cadre d'une étude financée par le Plan Construction, l'ENTPE étudie le comportement de la maçonnerie. A cet effet, a été construite une machine de cisaillement biaxial qui est décrite dans cet article.

### ABSTRACT

After El Asnam's earthquake it was deduced that masonry should be into account by the construction rules. In a research program financed by the Plan Construction, ENTPE is studying the masonry behaviour. For that purpose, ENTPE has built a biaxial shearing apparatus which is described in this paper.



(\*) Communication au Groupe Français de Rhéologie le 1er décembre 1983.

A la suite du tremblement de terre d'EL ASNAM, les milieux scientifiques ont été unanimes pour admettre que la rupture de certaines structures ne pouvait être expliquée que par des surcontraintes n'ayant pas été prises en compte dans les projets de calcul de bâtiments.

La structure traditionnelle des bâtiments dans le bassin méditerranéen est constituée d'ossatures en béton armé remplies de maçonnerie en brique. Dans le calcul de telles structures, le remplissage en brique n'est pas considéré. Une analyse du mode de sollicitations en sismique a montré la présence du phénomène de rotation des axes principaux de contrainte et de déformation ; ce phénomène induisant des contraintes supplémentaires que le règlement de calcul ne prévoit pas.

Devant de telles insuffisances, le Ministère de l'Urbanisme et du Logement a proposé l'étude du comportement de ces structures soumises à des sollicitations sismiques.

Dans cet article, nous proposons de décrire la machine de cisaillement biaxial développée dans le but de soumettre des panneaux de maçonnerie à des sollicitations en cinématique irrotationnelle et rotationnelle.

## 2 - INTERET DE LA RECHERCHE

### 2.1 - Notion de génie sismique

L'écorce terrestre est constituée de plaques rigides qui, en se déplaçant, pénètrent les unes dans les autres. L'énergie potentielle accumulée lors des déformations élastiques est libérée sous forme d'ondes à la suite de ruptures (cf. figure 1). Ces perturbations en se propageant, se réfléchissent et se réfractent sur la surface du globe ainsi que sur les couches plus denses pour donner naissance à des systèmes d'oscillations secondaires. La superposition de ces différents types d'ondes engendre la vibration des points de la surface suivant les trois directions.

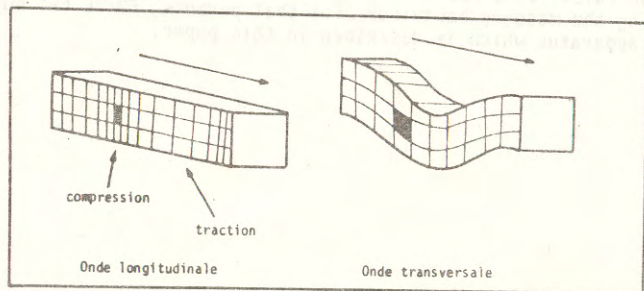


Fig. 1 : Exemple d'ondes sismiques

Pour éprouver la stabilité d'ensemble des bâtiments vis-à-vis de ces vibrations, deux types de calculs sont possibles :

- un calcul dynamique qui, grâce à un processus informatique, permet d'appliquer aux fondations d'une structure modélisée un système d'oscillations provoquées par un séisme connu grâce à son accélérogramme ;

- un calcul statique : la détermination de la fraction du poids qui, agissant horizontalement, va produire une déformation équivalente à celle obtenue par un calcul dynamique, conduit à l'apparition pour chaque mode de vibration d'un ensemble d'efforts internes (sollicitations horizontales et verticales, torsion). Leur cumul induit donc des efforts supplémentaires qui provoquent la rotation des axes principaux de contraintes.

### 2.2 - Séisme d'EL ASNAM

A la suite de cette catastrophe, les observateurs ont constaté des ruptures dans les ossatures en béton armées avec remplissage en maçonnerie (cf. fig. 2). Ces structures avaient été dimensionnées en respectant les règles parasismiques qui ne tiennent malheureusement pas compte de l'interaction entre les deux éléments ossature et maçonnerie.

Ainsi, le but des recherches, financées par le Plan Construction et menées conjointement par le CEBTP, l'ENTPE et le LCPC, est de faire ressortir les mécanismes pouvant entraîner des surcontraintes dans ce type de structures.

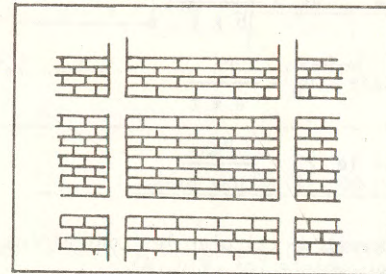


Fig. 2 : Structure en béton armé avec maçonnerie de remplissage

Si le comportement du béton armé est actuellement bien connu, celui de la maçonnerie, par contre, ne l'est pas. Il est donc indispensable, avant d'examiner les mécanismes d'interactions de ces deux matériaux, d'appréhender totalement le fonctionnement des murs de remplissage seuls, chargés dans leurs plans avec rotations des axes principaux. Ce travail nécessite l'utilisation de la machine qui fait l'objet de cet article.

### 2.3 - Principe de fonctionnement

La machine de cisaillement biaxial permet de charger des panneaux de maçonnerie à joints horizontaux suivant trois directions (horizontale, verticale, diagonale).

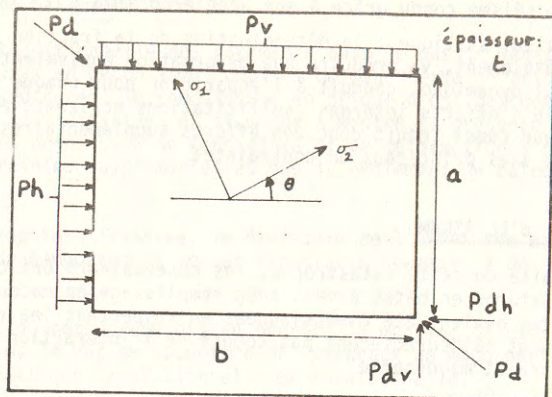


Fig. 3 : Chargement des panneaux

L'état de contrainte qui s'exerce sur les échantillons est le suivant :

$$\text{contrainte verticale } \sigma_v = \frac{P_v + P_{dv}}{b \times t}$$

$$\text{contrainte horizontale } \sigma_h = \frac{P_h}{a \times t}$$

$$\text{contrainte tangentielle } \tau_0 = \frac{P_{dh}}{b \times t}$$

Le cercle de Mohr permet de calculer les contraintes principales et leurs directions  $\theta$  par rapport aux joints (cf. fig. 4).

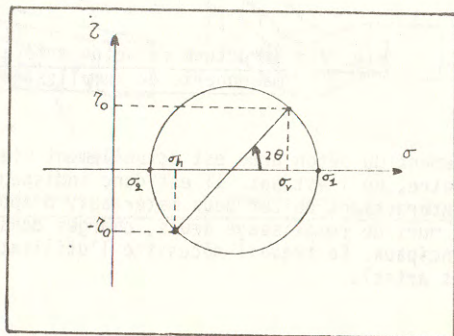


Fig. 4 : Cercle de Mohr

En faisant varier les différentes valeurs de Pd, Ph et Pv, on peut obtenir la rotation des directions principales.

### 3 - DISPOSITIF EXPERIMENTAL

#### 3.1 - Description

Les essais de cisaillement biaxiaux s'effectuent sur des murets maçonnés de dimensions : 1,10 m x 0,8 m x 0,1 m.

Ils comportent 16 couches de briques creuses en terre cuite assemblées à l'aide d'un mortier de ciment 1 ; 3,5 (poids ciment, sable) dans un coffrage vertical ; ce qui leur assure, du fait de la précompression initiale due au poids propre, une meilleure résistance au cisaillement.

L'appareil utilisé pour ces essais fonctionne à l'aide d'un cadre déformable sous l'action d'ensembles de poussée (cf. fig. 5).

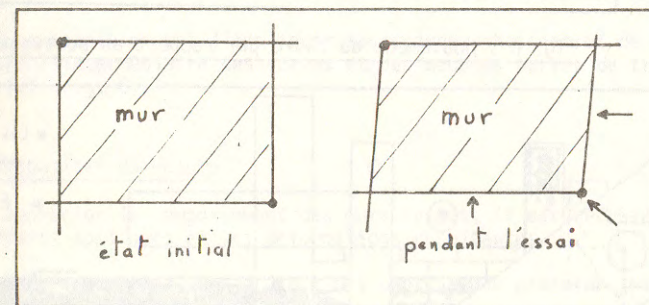


Fig. 5 : Schéma de fonctionnement

Il est constitué de la manière suivante : la partie immobile du cadre (poutrelle ② et ③) est fixée au portique support alors que la partie mobile (poutrelle ① et ④) permet la répartition uniforme des efforts (cf. fig. 6). L'existence de deux articulations A<sub>1</sub> et A<sub>2</sub> dont les axes coïncident avec les coins du panneau testé permet d'éviter la surcompression au niveau de ces angles en cas de distortion pure.

La création des efforts dans les trois directions retenues se réalise grâce à des ensembles de poussée (cf. fig. 7) :

- l'ensemble horizontale,
- l'ensemble verticale,
- l'ensemble diagonale.

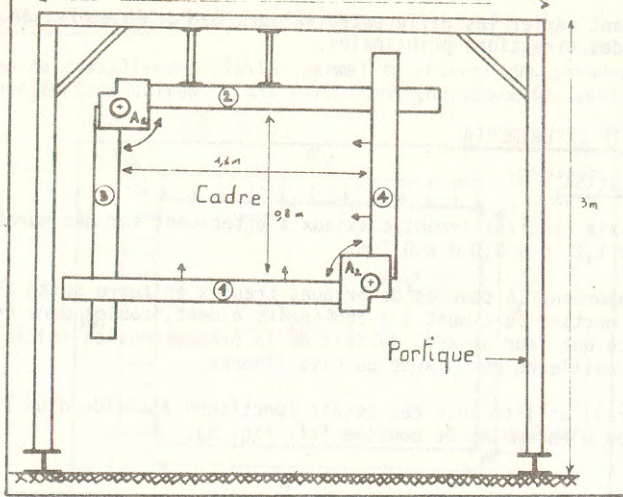


Fig. 6 : Mouvement du cadre par rapport au portique

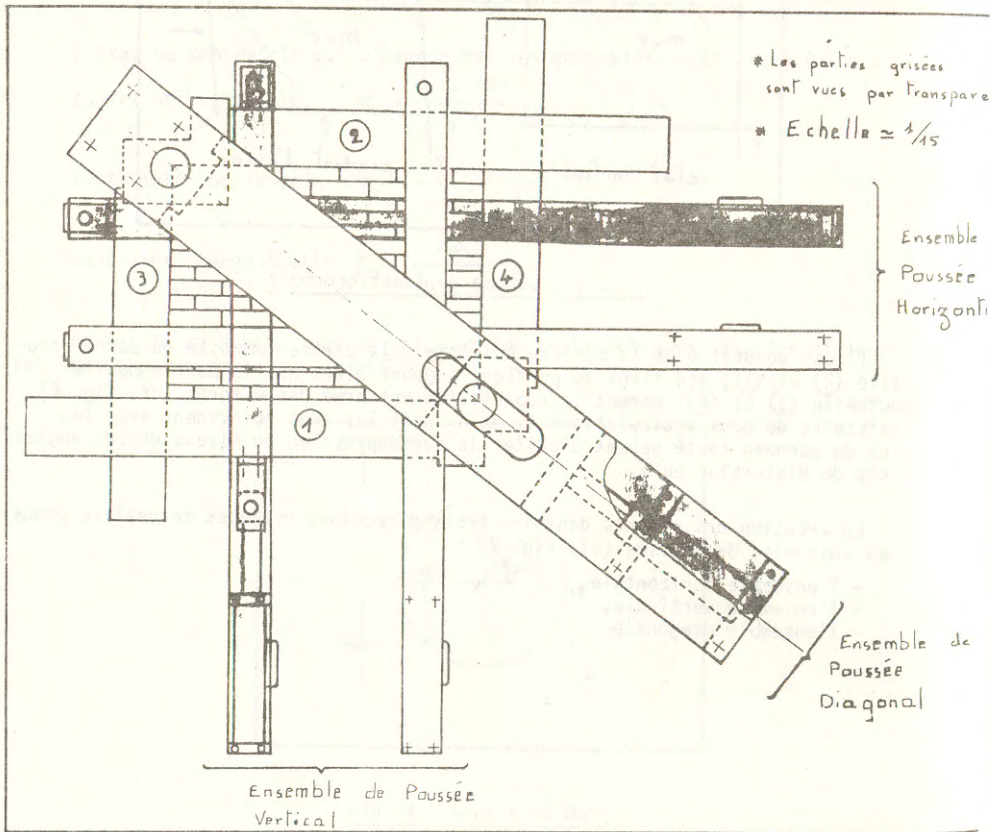


Fig. 7 : Vue d'ensemble de l'appareil

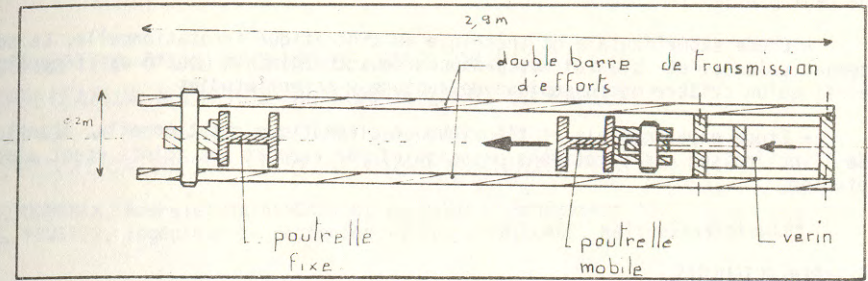


Fig. 8 : Principe d'un ensemble de poussée

Chaque ensemble permet d'appliquer les charges choisies et de les transmettre au cadre par l'intermédiaire des verins et des doubles barres de transmissions d'efforts (cf. fig. 8).

### 3.2 - Le dispositif de mesure

Pour apprécier le comportement des murs testés, il est nécessaire de connaître les efforts appliqués et les déformations résultantes.

Les charges sont évaluées grâce à des capteurs de pression installés sur chacun des verins.

La mesure des déplacements est moins aisée ; elle nécessite la mise en place de potentiomètres dont la résistance varie en fonction du déplacement d'une corde à piano tendue entre un point fixe et un point mobile (cf. fig. 9). Le mouvement de translation du fil permet par l'intermédiaire d'une poulie la rotation de la commande du potentiomètre.

Toutes ces données sont enregistrées automatiquement, puis exploitées sur micro-ordinateur à l'aide d'un programme qui permet de tracer les courbes contraintes-déformations.

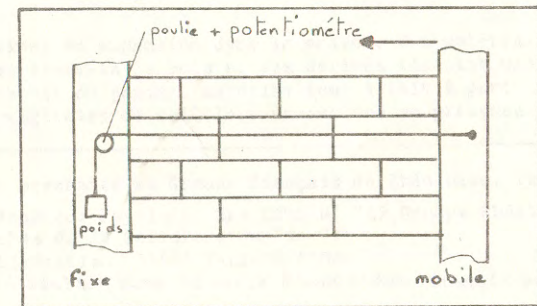


Fig. 9 : Système de mesure des déplacements

Cette machine, une fois opérationnelle, va permettre de lancer un vaste programme de recherche sur le comportement de la maçonnerie. Ce programme se compose de deux parties :

- Etude expérimentale et théorique en cinématique irrotationnelle. Le comportement uniaxial et biaxial des panneaux sous chargements monotones et cycliques ainsi qu'un critère macroscopique de rupture y seront étudiés.

- Etude expérimentale et théorique en cinématique rotationnelle, l'influence de l'inclinaison des directions principales par rapport aux joints étant alors étudiée.

#### 5 - REMERCIEMENTS

Les auteurs remercient M. Jean-Pierre CHAMBON pour l'aide qu'il leur a apportée dans cette étude.

### CONCEPTION D'UNE MACHINE DE TRACTION BIAXIALE : APPLICATION A L'ETUDE DU COMPORTEMENT DU PAPIER \*

DESIGN OF A BIAXIAL TRACTION MACHINE AND  
APPLICATION TO THE STUDY OF PAPER BEHAVIOUR

S. DUBROCA, Boursier Saint-Gobain, J. POUYET, Professeur \*\*  
J. POUSTIS, Ingénieur de recherche +, JL. LATAILLADE, Maître-Assistant\*\*

#### RESUME

Les applications des composites à base de bois tels que le papier sont assez nombreuses, pour qu'une recherche sur leurs propriétés mécaniques soit justifiée. En effet, la compréhension des liens entre la structure intime (fibres et liaisons entre fibres) et les caractéristiques apparentes peut conduire à optimiser les conditions de fabrication. Il existe à ce sujet des modèles qui prennent pour élément de base la fibre et les fibres voisines qui lui sont liées (PERKINS). Le mécanisme de transfert de charge permet d'évaluer l'énergie d'une fibre puis l'énergie totale par le biais de fonctions probabilistes (orientation, longueur, boucles), c'est-à-dire les coefficients orthotropes apparents. On peut montrer qu'un état de déformation biaxiale symétrique simplifie la confrontation théorie-expérience et favorise le mécanisme de dégradation par cisaillement des liaisons. On décrit comme première étape de ce projet la réalisation d'un dispositif de traction biaxiale.

#### ABSTRACT

A good understanding of relations between the structure at microscale itself (e.g fibers and bonds) and the apparent characteristics can lead to optimize the fabrication process. Related to this point, a self-consistent method allows one to compute the strain energy by using distribution functions. Starting from an orthotropic constitutive law it is possible to deduce the apparent characteristics of paper. It is easily proved that obtaining an equi-biaxial deformation state simplifies correlation between theory and experiments. As a first step to this aim, we describe the design and the realization of a biaxial testing device.

#### 1. INTRODUCTION

L'un des domaines en expansion dans la science des matériaux est celui des "composites" parmi lesquels le bois et ses dérivés tiennent une place grandissante. Ainsi en est-il du papier, matériau tout à fait à part, formé d'un arrangement de fibres végétales de cellulose assemblées en présence d'eau et que le

(\*) Communication présentée au Groupe Français de Rhéologie, le 2 décembre 1983  
Laboratoire de Mécanique Physique, ERA CNRS N° 769, Groupe Rhéologie des Solides (\*)  
Centre de Recherches de la Cellulose du Pin (+)  
351 Cours de la Libération, 33405 TALENCE CEDEX  
- Ce travail a été réalisé dans le cadre d'une thèse financée par le Groupe SAINT-GOBAIN.

chimiste s'efforce d'optimiser afin d'améliorer les propriétés physiques et en particulier mécaniques du produit fini.

Comme pour les autres matériaux, une étude mécanique doit être abordée à deux niveaux :

- dans un premier temps, on pense aux conditions de fabrication, de transformation, de stockage ou d'utilisation en emballages divers. De la nécessité de connaître des caractéristiques linéaires (raideurs, etc ...) les caractéristiques non-linéaires (contraintes à la rupture) on se tourne en général vers les essais uniaxiaux en suivant les règles de la rhéologie propres aux matériaux anisotropes.

En fait, ces déterminations sont un cas particulier de la réalité et des critères de rupture par exemple, n'ont de validité qu'obtenus sous chargements mécaniques plus complexes.

Cette observation conduit à se tourner vers la réalisation de dispositifs contrôlés qui réalisent des états de contraintes biaxiaux de façon à établir la surface limite d'utilisation dans l'espace des contraintes.

- le deuxième volet concerne la compréhension des mécanismes d'anisotropie, de viscoélasticité, de dégradation dans le but de corrélérer les propriétés microscopiques aux caractéristiques apparentes du réseau fibreux. Ces propriétés globales dépendent en effet des paramètres géométriques et mécaniques des fibres, des liaisons inter-fibres ... mais aussi de procédés de fabrication utilisés pour réaliser ce réseau et qui fait intervenir des vitesses de défilement, des pressions de calandrage etc ... Saisir l'influence de ces paramètres sur les propriétés mécaniques permettra en retour de modifier si nécessaire les conditions d'élaboration.

Cet aspect prévisionnel doit démontrer l'influence d'une caractéristique du réseau fibreux (élasticité d'une fibre, boucles ...) sur un module, une résistance. Il exige du Rhéologue lui-même une compréhension claire de façon à présenter au praticien les aspects essentiels.

### 1.1. Résumé bibliographique

Les théories aptes à prédire les caractéristiques élastiques dans le plan de la feuille existent. Différents auteurs ont insisté sur la prise en compte de un ou plusieurs paramètres microscopiques qu'ils concernent la géométrie /1/, les liaisons entre fibres /2/ /3/ et leur dégradation ou les propriétés mécaniques des fibres /2/.

A ces paramètres, on a fait correspondre des fonctions de distribution dont la définition devrait conduire à une évaluation expérimentale. Il semble que seule la fonction orientationnelle déterminée par une méthode de coloration et comptage /4/ puisse être acquise directement.

On peut dégager à ce sujet les travaux importants de deux auteurs : PEREZ /5/ pour un papier isotrope isole un volume élémentaire dans lequel il considère une fibre élastique, le long de laquelle la déformation reste constante ; la présence de boucles est ici prise en compte /6/. La fibre transmet un effort limité à la valeur qui provoque la détérioration de la liaison.

Cependant les dimensions de ces liaisons, leur forme, leur comportement sont des inconnues. L'auteur explicite alors une fonction de distribution orientationnelle ainsi que la distribution des boucles.

Ceci lui permet d'accéder à une fonction de distribution des forces de rupture des liaisons.

Dans une analyse plus générale, PERKINS /7/ assimile le segment entre deux liaisons à une portion de poutre élastique. L'effet des liaisons est remplacé par une force de cisaillement, qui peut être répartie de façon continue, si on consi-

dère qu'une fibre est soumise à de nombreuses liaisons /8/ /9/. Du fait de ce transfert de charge, la fibre transmet un effort normal non-uniforme. Il est alors possible de calculer, pour une fibre de longueur  $\lambda$ , d'orientation  $\theta$ , l'énergie de déformation  $W_f$  associée à la modélisation précédente, en fonction des caractéristiques mécaniques des fibres, des liaisons et des déformations apparentes de la feuille.

L'énergie totale est ensuite exprimée par l'intermédiaire d'une fonction de distribution en longueur des fibres  $D(\lambda)$  (supposée ici constante) et d'une fonction en orientation  $D(\theta)$ .

$$W = \int_0^{\infty} \int_0^{\pi} D(\theta) D(\lambda) W_f d\theta d\lambda$$

COX /10/ a montré qu'une fonction  $D(\theta)$  limitée aux deux premiers termes d'un développement en série de Fourier à termes pairs convenait.

La procédure de minimisation de  $W$  permet enfin d'explicitier les coefficients élastiques orthotropes du matériau, fonctions des caractéristiques des fibres et de celles "équivalentes" d'une liaison. Ce travail a reçu des tentatives de vérifications partielles dans les travaux de BREZINSKI /11/ et HARDACKER /12/.

On peut montrer que, dans tous les cas, un état de déformation qui ne privilégie aucune direction (état isotrope) facilite l'interprétation.

Ce premier objectif nécessite, comme indiqué en introduction, d'être complété par la connaissance du phénomène de dégradation c'est-à-dire l'établissement d'un critère de plasticité. Une première difficulté provient du fait que, même en état de contraintes planes, un critère anisotrope est représenté par une surface limite dans l'espace des contraintes /13/.

On trouve des formulations théoriques globales qui ne prennent pas en compte le fait que la rupture découle d'un endommagement cumulé dû aux ruptures successives des liaisons. Il n'est alors pas du tout certain que la partie de surface obtenue dans une expérience de bi-tension rende compte par continuité d'un état de bi-compression par exemple.

Certaines vérifications expérimentales sur le papier existent où les auteurs opèrent sur des cylindres soumis à pression interne et traction axiale /14/ ou, par simulation, sur des caisses en carton /15/. Plus récemment, GUNDERSON /16/ expérimente en compression et traction biaxiale sur des éprouvettes planes de carton ondulé.

Si ce n'est quelques tentatives pour corrélérer résistance et microstructure /9/ /17/ il n'existe pas à notre connaissance de travaux satisfaisants dans la recherche de cette enveloppe limite.

### 1.2. But de l'étude

Dans le double but de déterminer expérimentalement certaines fonctions de distribution caractéristiques des liaisons ainsi qu'un critère de ruine, nous proposons de réaliser un dispositif permettant d'imposer à une éprouvette plane, cruciforme, un état de tension biaxiale.

Le principe est d'appliquer à l'éprouvette, dans deux directions orthogonales, deux efforts de traction, à partir de deux vérins électrohydrauliques asservis et indépendants.

Pour un chargement biaxial symétrique, l'enregistrement automatique de la force en fonction du déplacement au centre de l'éprouvette permet, après un traitement de la courbe par ordinateur, de répondre au premier problème.

On trouve dans la bibliographie quelques réalisations de ce type adaptées à des études sur le papier. Ainsi celles de UESAKA /18/ /19/, HARDACKER /12/ qui ne donnent aucune indication sur le résultat des mesures effectuées. D'autres dispositifs équivalents sont adaptés aux études de fatigue sur polymères ou de concen-

tration de contraintes /20/ /21/ /22/. On peut citer aussi des dispositifs d'essais plans très simples tels que ceux utilisés par TRELOAR /23/ pour la détermination des lois de photoélasticimétrie ou par RIVLIN /24/ pour l'étude des matériaux viscoélastiques aux grandes déformations.

## 2. DISPOSITIF EXPERIMENTAL

L'idée de dispositifs à quatre mors mobiles jugés trop coûteux et complexes a été abandonnée pour un dispositif à deux mors mobiles et deux mors fixes. Les effets de cisaillements résultants sont éliminés en introduisant un système de découplage des efforts /25/. Pour ce faire, les efforts de traction sont transmis à l'éprouvette (1) par l'intermédiaire d'un système de deux lames flexibles (2). La fixation de l'échantillon est assurée par deux limes solidaires de chaque mors (3) et qui peuvent pivoter autour d'un axe permettant ainsi au papier un positionnement plan. Ce degré de liberté combiné avec une translation des mors perpendiculairement à la charge permet d'éviter tout moment parasite de torsion dans l'éprouvette. Les quatre mors reposent sur une embase horizontale (4) et se déplacent par l'intermédiaire de billes porteuses (figure 1).

Les efforts (1000 daN maximum pour chaque axe) sont générés par deux vérins électrohydrauliques asservis en force ou en déplacement, de course 50 mm. Ils sont mesurés par deux dynamomètres à jauges (5) placés en série avec l'éprouvette. Ceux-ci sont interchangeables et un système de sélection de gammes de force a été mis au point pour permettre d'avoir au minimum 20 daN pleine échelle. Deux capteurs de position intégrés mesurent de même les déplacements des têtes des vérins (6) (figure 2).

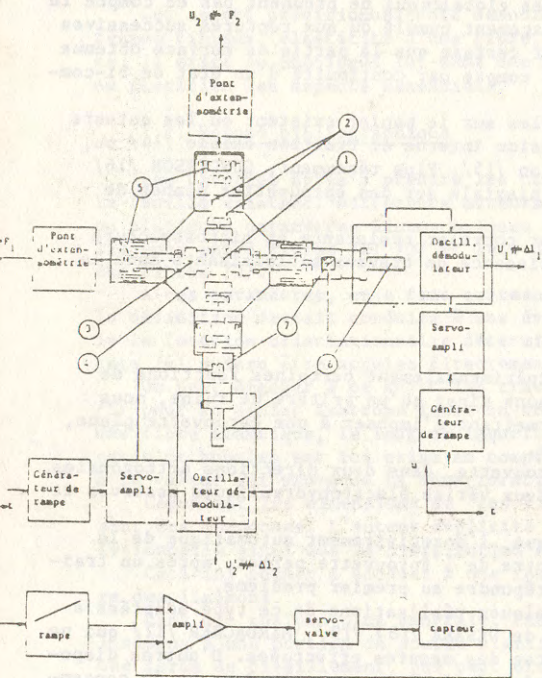


Figure 1 : Dispositif expérimental et asservissement en position de l'appareillage

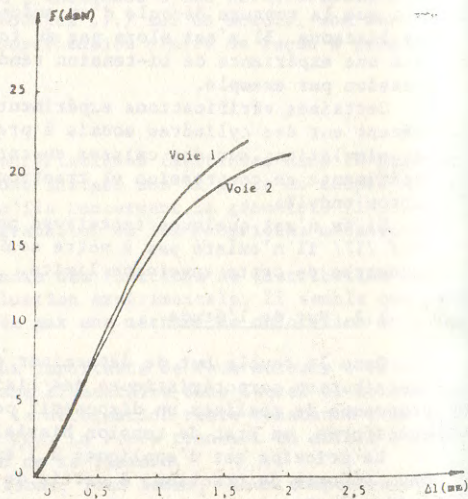


Figure 2 : Courbes de traction biaxiales sur des formettes d'une pâte au bisulfite de rémineux de 70 g/s<sup>2</sup>.

## 2.1. Epruvette

L'appareil peut accepter des éprouvettes de nature diverse. Les deux objectifs poursuivis nous ont amenés à rechercher un mode de fixation et une géométrie rendant, en mode de tension symétrique, la zone de déformation isotrope la plus étendue possible. Deux simulations ont été conduites dans ce sens, l'une numérique par éléments finis, l'autre par photoélasticimétrie /26/. On arrive ainsi à obtenir une zone d'isotropie de diamètre 35 mm. Nous expérimentons actuellement une éprouvette du type décrit par MONCH /27/ afin d'augmenter la zone précédente (figure 3).

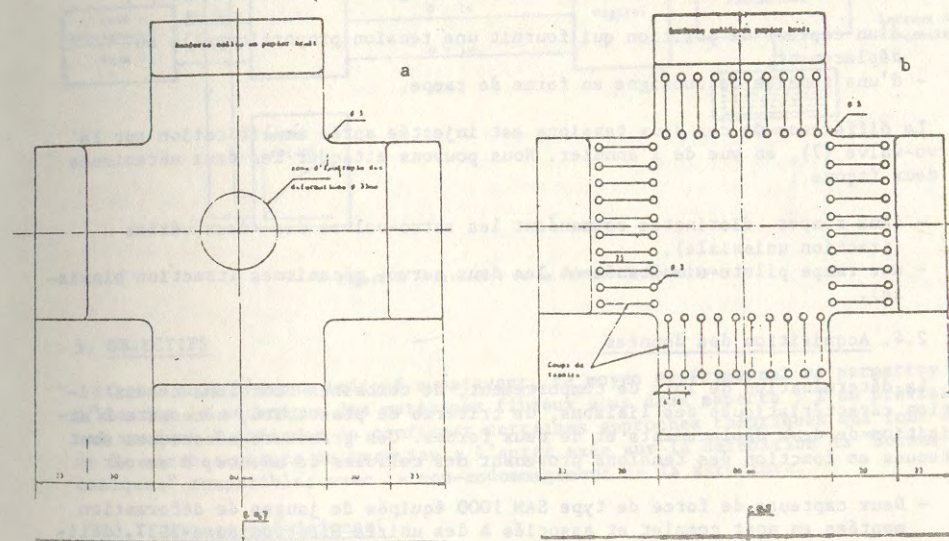


Figure 3 : Formes d'éprouvette adoptées a : forme actuelle b : forme en cours d'expérimentation

## 2.2. Métrologie

Les deux grandeurs mécaniques directement mesurables sont les forces et les déplacements. Pour obtenir les déformations dans la zone isotrope, nous avons étalonné les capteurs de position en fonction du déplacement de deux repères fixés au centre de l'échantillon. Ces allongements sont obtenus par visée optique. En outre, des études sont actuellement en cours pour mettre au point un dispositif de mesure de déplacements en continu in situ. Les contraintes dans la zone de déformation isotrope ne sont pas directement mesurables. Toutefois elles peuvent être atteintes grâce aux mesures de déformation précédemment décrites. On sait que dans cette région la contrainte est reliée à l'extension par la relation  $\sigma = \frac{E}{(1-\nu)} \epsilon$ . Il suffit alors de déterminer E et  $\nu$  par un essai de traction conventionnel préalable. On en déduit ainsi en comparant l'effort me-

suré F et la contrainte  $\sigma$ , une "section équivalente". Celle-ci n'est pas constante quelque soit le matériau testé. Elle dépend de leurs caractéristiques mécaniques et géométriques. Pour un même produit, cette section varie légèrement avec le taux de déformation imposé. Cette variation est d'autant plus importante que la zone isotrope est faible et que les concentrations de contraintes dans les angles sont élevées. Une extension de la région de tension symétrique doit permettre d'uniformiser cette section pour tout type de matériau.

### 2.3. Asservissement

Celui-ci est réalisé à déplacement imposé (figure 1). Il est composé :

- d'un capteur de position qui fournit une tension proportionnelle au déplacement,
- d'une tension de consigne en forme de rampe.

La différence de ces deux tensions est injectée après amplification sur la servo-valve (7), en vue de l'annuler. Nous pouvons attaquer les deux mécanismes de deux façons :

- deux rampes distinctes commandent les servo-valves des deux vérins (traction uniaxiale),
- une rampe pilote simultanément les deux servo-mécanismes (traction biaxiale).

### 2.4. Acquisition des données

La détermination de lois de comportement, de certaines fonctions de distribution caractéristiques des liaisons, de critères de plasticité, nécessite l'acquisition de deux déplacements et de deux forces. Ces grandeurs mécaniques sont obtenues en fonction des tensions provenant des cellules de mesure, à savoir :

- Deux capteurs de force de type SAM 1000 équipés de jauges de déformation montées en pont complet et associés à des unités électroniques TS37, délivrent une tension continue proportionnelle à la charge.
- Deux capteurs de type inductif fournissent des tensions représentatives des déplacements du centre de l'éprouvette.

Ces quatre signaux, variant entre 0 et + 10 v, sont directement envoyés sur une table traçante et, parallèlement, sont reliés à une chaîne d'acquisition automatique pilotée par un micro-ordinateur APPLE II (figure 4). Elle est composée des éléments suivants :

- un convertisseur analogique/digital qui code la valeur des tensions comprises entre 0 et + 1v,
- une horloge interne qui commande la période avec laquelle se font les acquisitions,
- une série de périphériques comportant :
  - . une unité de disques souples d'une capacité de 144 K octets
  - . un moniteur.

Le programme d'acquisition utilise un fichier résultats dans lequel sont stockées les valeurs des tensions fournies par les différentes cellules de mesure, la période des acquisitions, ainsi que les caractéristiques propres du test effectué (dimensions de l'éprouvette, vitesse de traction, nature du matériau, ...).

Des programmes de calcul formulés en BASIC permettent par la suite de traiter ces informations afin d'obtenir les grandeurs et caractéristiques désirées.

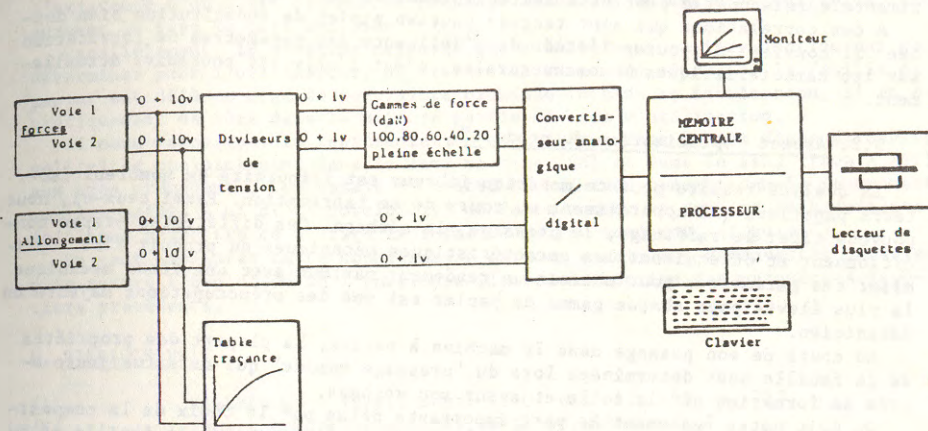


Figure 4 : Structure de la chaîne d'acquisition

### 3. OBJECTIFS

Comme nous l'avons indiqué auparavant, ce moyen expérimental va permettre d'aborder la mécanique des matériaux fibreux sous deux aspects : l'un prévisionnel tendant à infirmer ou confirmer certaines approches théoriques qui font état de la microstructure du matériau ; l'autre axée sur la définition de "bornes mécaniques" compatibles avec le non-endommagement de la structure.

#### 3.1. Aspect prévisionnel

Tout le problème de la prévision est dans le choix d'un modèle le plus rapproché possible de la réalité. S'il n'est pas possible de prendre en compte tous les paramètres microstructuraux, on peut rechercher, dans un premier temps, à privilégier l'un d'eux. Ainsi PEREZ /28/, pour un papier isotrope, attribue aux forces moyennes de rupture par cisaillement ( $\tau$ ) des liaisons, une fonction de distribution  $P(\tau)$ . Il montre que dans la zone de déformation isotrope ( $\epsilon$ ), l'effort (F) nécessaire à produire cette déformation est reliée à la fonction  $P(\tau)$  par la relation :

$$- P(\tau) = \frac{\bar{e}_c}{e_c} \frac{d^3 F}{d\epsilon^3} + \frac{d^2 F}{d\epsilon^2}$$

où  $\bar{e}_c$  est la courbure moyenne des fibres,  $\frac{d^{(n)} F}{d\epsilon^n}$ , les pentes successives de la loi  $e_c$  de comportement  $F(\epsilon)$  en déformation isotrope. La technique de dépouillement consiste alors soit :

- à déduire la fonction  $P(\tau)$  à partir de l'enregistrement de la courbe  $F(\epsilon)$
- à admettre une expression pour  $P(\tau)$  et à comparer les courbes  $F(\epsilon)$  mesurées et calculées.



Le mécanisme plus général de PERKINS explicite et les constantes orthotropes et le mécanisme de dégradation des liaisons, rendant possible une formulation de la loi contrainte-déformation jusqu'à rupture. Ici encore une vérification expérimentale raisonnable peut être tentée en état de déformation isotrope.

A ces corrélations qui sont tentées pour un papier de constitution bien donnée, il convient d'ajouter l'étude de l'influence des paramètres de fabrication sur les caractéristiques microstructurales; c'est l'objectif poursuivi actuellement.

### 3.2. Aspect "optimisation du produit"

La qualité requise pour ce matériau fibreux est tributaire de nombreux facteurs papetiers qui apparaissent au cours de sa fabrication. Parmi ceux-ci, nous pouvons citer le raffinage, le pressage, le séchage. Ces différentes étapes conditionnent et déterminent les caractéristiques mécaniques du produit fini. Optimiser ces paramètres pour obtenir un rendement maximum avec une tenue mécanique la plus élevée pour chaque gamme de papier est une des préoccupations majeure du Mécanicien.

Au cours de son passage dans la machine à papier, la plupart des propriétés de la feuille sont déterminées lors du "pressage humide" qui se situe juste après sa formation sur la toile et avant son séchage.

On doit noter également la part importante prise par le choix de la composition fibreuse, de la conduite du raffinage, de la formation de la feuille et du séchage. Des études préalables effectuées en traction uniaxiale /26/ montrent que les constantes de ce matériau atteignent des valeurs limites qui sont fonction de tous ces paramètres (figure 5).

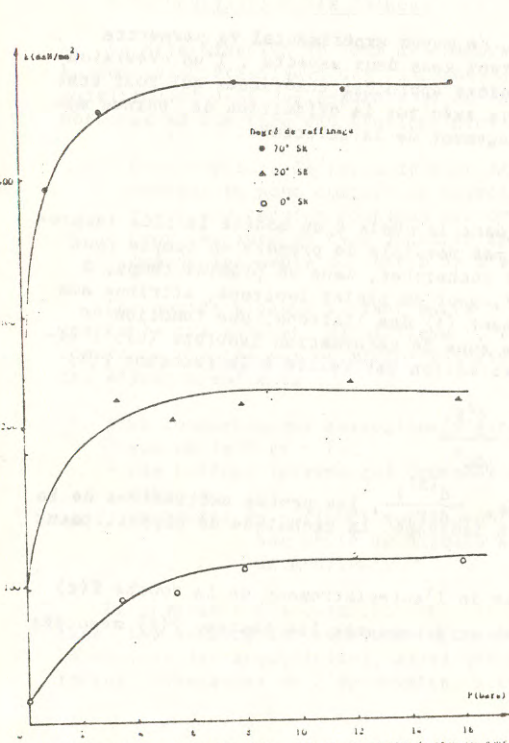


Figure 5 : Evolution d'une caractéristique linéaire en fonction du pressage pour des degrés de raffinage différents, obtenues d'une pâte au blanchiment avancé de résineux.

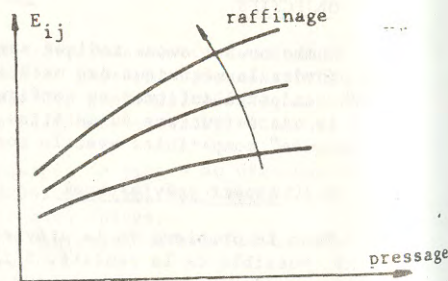


Figure 6 : Evolution des caractéristiques linéaires en fonction du pressage pour des degrés de raffinage différents.

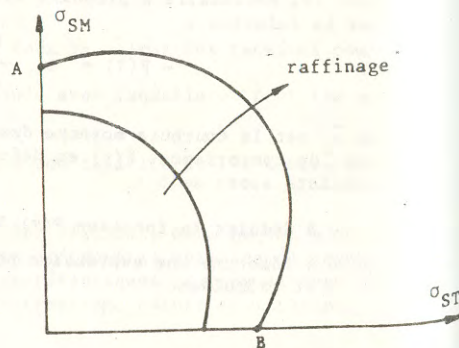


Figure 7 : Critère de ruine dans le plan des contraintes normales ( $\sigma_A - \sigma_B$ ).

L'étude conjointe de l'influence du raffinage, du pressage et du séchage sur les caractéristiques linéaires du papier doit permettre de constater par exemple l'existence d'un effet optimum du pressage associé à un degré de raffinage donné suivant le type de pâte utilisée (figure 6).

Parallèlement, le deuxième objectif qui a été évoqué en introduction est de déterminer pour l'utilisateur, un critère de ruine. En effet, si la feuille de papier est déjà en état de contrainte biaxiale lors de sa fabrication, il en est pratiquement de même dans la majeure partie des cas d'utilisation.

Si nous rapportons la représentation du critère, dans le cas d'une éprouvette sollicitée conjointement dans le sens machine (SM) et dans le sens travers (ST), aux axes précédents, les essais de traction uniaxiaux conventionnels ne donnent que les points A et B. La possibilité de faire varier le rapport de biaxialité doit nous permettre de décrire la totalité du 1er quadrant, (figure 7).

On peut améliorer cette connaissance par des essais sur éprouvettes désaxées puis suivre l'évolution de l'enveloppe limite en fonction des paramètres papetiers précédents.

### 4. BIBLIOGRAPHIE

- /1/ KALLMES O. - Tappi, sept. 1960, vol. 43, n°9, p. 737.
- /2/ THORPE - Tappi, mai 1976, vol. 59, n°5.
- /3/ YANG - Svensk, papperstidning, n°13, 1978, p. 426.
- /4/ SILVY J. - Thèse de doctorat d'état, E.F.P., 1980, Grenoble.
- /5/ PEREZ - Tappi, sept. 1960, vol. 43, n°9, p. 737.
- /6/ PEREZ - Tappi, oct. 1965, vol. 48, n°10.
- /7/ PERKINS - Proceedings of the conference "The cutting edge", Appleton, Wisconsin, mai 1979.
- /8/ RILEY - J. Composite Materials, vol. 2, n°4, oct. 1968, p. 436.
- /9/ PAGE - Tappi, vol. 52, n°4, 1969, p. 674.
- /10/ COX - Brit. J. Appl. Phys. 1952, 3, p. 72
- /11/ BREZINSKI J.P. - Tappi, Aug. 1982, vol. 65, n°8, p. 111.
- /12/ HARDACKER - J.Phys.E.Sci.Instrum., vol. 14, 1981, p. 593.
- /13/ JONES - Mechanics of composite materials, Mc Graw-Hill, 1975.
- /14/ DE RUVO - Tappi, mai 1980, vol. 63, n°5, p.133.
- /15/ PETERSON - Tappi, nov. 1980, vol. 63, n° 11, p. 115.
- /16/ GUNDERSON - Int. Paper Phys. Conferences, 1983, p. 253.
- /17/ KALLMES - C.P.P.A., Feb. 1977.
- /18/ UESAKA T. - Tappi, Aug. 1979, vol. 62, n°8, p. 111.
- /19/ UESAKA T. - Tappi, Aug. 1979, vol. 62, n°8, p. 115.
- /20/ SAXENA - Experimental Mechanics, vol. 1, 1972, p. 95.
- /21/ SAN MIGUEL A. - Experimental Mechanics, vol. 1, 1972, p. 155.
- /22/ CHAUDONNERET - Thèse de doctorat d'état, Paris VI, 27 juin 1978.
- /23/ TRELOAR - Proc. Phys. Soc., 60, 1948, p. 135.
- /24/ RIVLIN - Phil. Trans. Roy. Soc., London, A.243, 1951.
- /25/ CHAUDONNERET - La recherche aérospatiale, 1977, n°5, p. 299.
- /26/ DUBROCA S. - Thèse de 3e cycle, Université de Bordeaux I, (à par.f.in
- /27/ MONCH et GALSTER - Brit. J. Appl. Phys., 1963, vol. 14.
- /28/ PEREZ - Tappi, déc. 1970, vol. 53, n°12.

## METHODE DE MESURE DES CARACTERISTIQUES VISCOELASTIQUES D'UNE RESINE FILMOGENE

METHOD FOR MEASURING THE VISCOELASTIC BEHAVIOUR OF A FILM  
FORMING RESIN

J. BOUTON\* AV GINDRE  
HERAEUS FRANCE B.P. 18 91941 LES ULIS CEDEX

### RESUME

Pour protéger durablement un ouvrage métallique en extérieur il est essentiel d'appliquer en un minimum de couches, chacune parfaitement homogène, un revêtement aussi épais que possible. Intuitivement la maîtrise de l'élasticité des peintures liquides apparaît comme un facteur important pour atteindre cet objectif.

Les composantes visqueuses et élastiques du comportement viscoélastique ont été isolées au moyen d'une méthode de mesure dynamique en utilisant un rhéomètre équipé d'une géométrie Mooney Evaert.

L'étude des modules de conservation et de perte corrélée à des tests d'application permet de confirmer quantitativement l'hypothèse de départ.

### ABSTRACT

To obtain a long protection of exterior metallic structures it is essential to apply a system in as few layers as possible, which are perfectly homogeneous, and having a high thickness. The control of the elasticity of the liquid paints looks intuitively to be an important factor in obtaining this compromise.

The two parameters of a paint's viscoelastic behavior, viscosity and elasticity have been separated and measured independently by using a dynamic method. The rheometer used was equipped with a Mooney Evaert geometry.

The correlation between the viscous and elastic modulus with practical evaluation of the paints has permitted a quantitative confirmation of the initial hypothesis.

\* Actuellement chez RHEO 112, place des Miroirs 91000 EVRY

Cette communication de rhéométrie expérimentale ne prétend pas apporter d'éléments nouveaux sur une méthode de mesure connue, elle est une illustration de l'intérêt que présente pour le formulateur et l'utilisateur de matériaux viscoélastiques l'emploi de cette technique d'analyse. Les matériaux sur lesquels ont porté l'étude sont des peintures pour protection métallique dites en couches épaisses. La méthode utilisée a permis de mesurer des caractéristiques non accessibles avec les méthodes pratiquées habituellement dans l'industrie des peintures et d'expliquer des comportements qui restaient jusqu'ici mystérieux.

En quelques mots, les revêtements dont il est question ici sont obtenus par dispersion d'un ou de plusieurs pigments dans une solution de polymère dans des solvants organiques. De telles solutions sont presque toujours de viscosité newtonienne ce qui a pour conséquence, si aucune modification n'est apportée à la formule, de donner de mauvaises caractéristiques d'application aux peintures ; celles-ci s'étalant difficilement, tendant à donner des coulures et ne pouvant le plus souvent n'être appliquées qu'en couche très mince.

La technique traditionnelle pour contourner cette difficulté est d'introduire dans les formules des peintures des agents épaississants tel que le Ricin Hydrogéné, la "Bentone" ou les silices colloïdales.

Ces produits sont très satisfaisants au regard des caractéristiques d'application des peintures, malheureusement ils tendent à réduire les performances apportées en soi par le liant principal : réduction du brillant, formation de grains, augmentation de la sensibilité à l'eau du film etc... Sans oublier qu'ils sont d'un prix sensiblement plus élevé que les autres ingrédients de la formule et ont une incidence néfaste sur le coût de la peinture finie.

Une autre technique plus récente et qui est celle proposée par la Société GOODYEAR est de préparer des polymères tels qu'ils donnent des gels en milieu solvant au lieu de donner des solutions ordinaires. Ils permettent ainsi d'ajuster la rhéologie des peintures sans avoir recours aux agents épaississants.

L'usage a montré que cette manière de faire répondait tout à fait aux exigences techniques et économiques évoquées plus haut.

Toutefois, les peintures formulées ainsi, bien que d'un niveau de viscosité similaire à celles formulées avec des agents épaississants classiques, montrent des comportements différents : aspect caoutchouteux de la peinture liquide, meilleur tendu du film, absence quasi complète de bullage. Et cela, sans qu'il soit possible de relier ces phénomènes à des caractéristiques de viscosité classiques, de pseudo-plasticité ou de thixotropie par exemple.

Alors que faire, sinon aller plus loin dans la caractérisation de la rhéologie des peintures ?

L'application aux peintures à tester de techniques connues mais non

mais non encore utilisées dans ce domaine s'est montrée particulièrement fructueuse pour répondre à cette question.

Cet exposé décrit la méthode et l'appareillage utilisés, analyse les résultats obtenus et en tire les conclusions pour de nouveaux développements.

## 2 - METHODE DE MESURE

### 2.1. Principe

La méthode que nous avons retenue pour caractériser le comportement viscoélastique des différentes peintures étudiées est une méthode de mesure dynamique. Elle nous permet de mesurer les deux composantes de perte  $G''$  et de conservation  $G'$  du module complexe  $G^*$ . L'échantillon étant soumis dans un rhéomètre à cylindres coaxiaux à une déformation sinusoïdale, on mesure la contrainte sinusoïdale  $\tau$  qui en résulte ainsi que le déphasage entre la contrainte et la déformation.

On obtient les deux composantes  $G'$  et  $G''$  du module de cisaillement par le calcul suivant :

$$G' = A \cdot \frac{\tau}{\phi} \cos \delta$$

$$G'' = A \cdot \frac{\tau}{\phi} \sin \delta \quad \text{tg } \delta = \frac{G''}{G'}$$

La constante  $A$  dépend de l'appareil et en particulier de la géométrie de mesure utilisée,  $\phi$  est l'amplitude du mouvement sinusoïdal.

### 2.2 Détermination du domaine viscoélastique linéaire

Afin de se situer dans le domaine de la viscoélasticité linéaire on se limite en général à de faibles déformations. On commencera donc par tracer la courbe  $G^*$  en fonction de la déformation de façon à se trouver dans le domaine linéaire. Dans le cadre de notre étude cela nous a conduit à retenir une amplitude  $\phi = 3^\circ$  pour des fréquences variant de  $5 \cdot 10^{-2}$  Hz à 1 Hz.

### 2.3 Destruction de la structure thixotrope

Les peintures étudiées étant plus ou moins thixotropées et l'influence de la thixotropie sur leurs caractéristiques de mise en oeuvre ayant fait l'objet d'une autre étude, il était souhaitable de s'affranchir de ce paramètre pour les essais. D'autre part l'étude portant sur la formation du film juste après application, le matériau vient d'être cisailé et la thixotropie est détruite.

Nous avons effectué une première série d'essais sur des peintures préalablement cisailées dans le pot avec un disperseur rapide. Il s'est avéré qu'à cause d'une reprise de thixotropie très rapide de certaines peintures ce mode opératoire n'offrait pas la reproductibilité souhaitée. Nous avons donc choisi de cisailier les échantillons dans la cellule de mesure du

rhéomètre avant la mesure, l'appareil utilisé permettant également la mesure de la viscosité de cisaillement en écoulement permanent, cela ne posait aucun problème. Pour avoir un cisaillement homogène sur l'ensemble de l'échantillon nous avons choisi une géométrie de MOONEY EVAERT. Le gradient de vitesse utilisé pour cette destruction de thixotropie était de 150 S<sup>-1</sup> et il était appliqué pendant 9 minutes bien qu'en fait 2 à 3 minutes aient suffi à casser la structure thixotrope.

#### 2.4 Présentation des résultats

Le comportement visco-élastique sera étudié à déformation constante  $\phi = 3^\circ$  en faisant varier la fréquence. Les résultats seront tracés en fonction de la vitesse angulaire sous la forme de courbes.

$$G''(\omega) \quad G'(\omega) \quad G''(\omega) \quad \text{et} \quad \text{tg} \delta(\omega)$$

### 3 - APPAREILLAGE UTILISÉ

#### 3.1 Rhéomètre

L'appareil employé est un visco élasticimètre ROTOVISCO RV 100 HAAKE utilisant à la fois des dispositifs de mesure de type searle permettant d'atteindre en écoulement permanent des gradients de vitesse de  $2.10^4 \text{ S}^{-1}$  et de mesurer des couples de 0 à 15 N.cm et des dispositifs de mesure de type Couette recommandés pour la mesure précise des faibles contraintes. C'est ce dernier dispositif qui a été employé pour effectuer les mesures dynamiques en régime transitoire, il permet de mesurer des couples compris entre 0 et 0,1 N.cm.

L'appareil de base qui possède un enregistreur incorporé permet de tracer les courbes  $\tau = f(\dot{\gamma})$  ou  $\tau = f(t)$ . En mode dynamique il trace l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation, le tracé sera donc une ellipse dont les axes de symétrie seront parallèles aux axes du graphique.

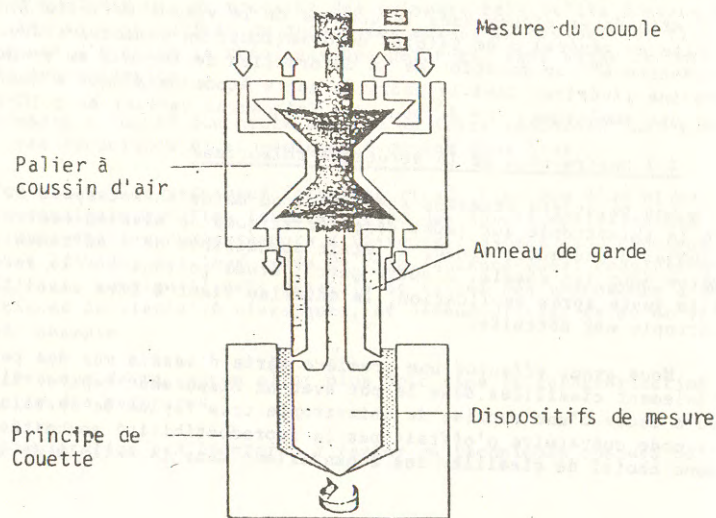


Figure 1

Ce rhéomètre peut être équipé de géométries de mesure plan cône, plan-plan, cylindres coaxiaux ou comme dans le cas présent Mooney Evaert. Ce dernier dispositif alliant l'avantage d'une grande sensibilité à ceux de l'absence de volume mort et d'uniformité de cisaillement.

L'utilisation de l'anneau de garde nous a permis en déplaçant le ménisque hors de la zone de mesure d'éliminer l'influence du séchage pendant la durée de l'essai.

Le palier à coussin d'air garantit, sans aucun contact mécanique le centrage du corps de mesure même lorsque la substance ou les conditions de mesure ont tendance à le décentrer.

La mesure au couple par un système opto électronique à compensation assure une mesure sans inertie.

Bien que de nombreux paramètres soient parfaitement connus et étalonnés:

vitesse - fréquence - amplitude - couple -  
dimensions de la géométrie de mesure

il en est d'autres qui en mode dynamique influencent considérablement les résultats.

- Temps de réponse du capteur et de l'électronique.
- Inertie du dispositif de mesure.
- Inertie du volume échantillon

Ferry (1) a proposé plusieurs solutions pour éliminer ces "erreurs". Nous avons utilisé la correction par étalonnage avec une huile minérale de viscosité voisine de celle des peintures analysées. Le déphasage théorique pour une substance newtonienne est toujours de  $90^\circ$  quelque soit la fréquence on peut en déduire pour chaque fréquence la correction  $\delta'$

$$\delta' = 90^\circ - \delta \text{ huile}$$

et obtenir la valeur corrigée de  $\delta$

$$\delta \text{ corrigé} = \delta \text{ mesuré} + \delta'$$

#### 3.2 Traitement des résultats

Pour permettre une plus grande rapidité d'analyse le rhéomètre a été interfacé avec un ordinateur HP 85 lui même relié à un traceur. Le logiciel permet la saisie de chaque oscillation: déformation imposée et contrainte résultante et la décompose en amplitude et déphasage. La méthode utilisée est une analyse de Fourier à fréquence connue. Le logiciel permet également le tracé des courbes.

(1) John D. Ferry, Viscoelastic Properties of Polymers 3rd edition

#### 4- RESULTATS

##### 4.1 Peintures testées

Quatre peintures ont été évaluées par la méthode ci-dessus décrite. (Tableau 1)

Une peinture type référencée G dont le liant est un caoutchouc chloré, représentant la technologie traditionnelle basée sur l'utilisation d'un ricin hydrogéné comme agent épaississant.

Une peinture référencée B formulée avec des résines de GOODYEAR et dont la rhéologie a été ajustée avec une résine rhéologique filmogène.

Et deux peintures référencées H et J formulées avec la même résine de GOODYEAR mais dont la rhéologie a été ajustée avec le même agent épaississant que la peinture type G. Les peintures H et J se différencient simplement par la dose d'agent épaississant utilisé, 1% dans le cas de H et 2% dans le cas de J.

Référence de la peinture	Liant	Agent épaississant	
		Type	Dose
G	Caoutchouc Chloré	Ricin Hydrogéné	1,8 %
B	Pliolite AC80/AC4	-	0 %
H	Pliolite AC80	Ricin Hydrogéné	1,0 %
J	Pliolite AC80	Ricin Hydrogéné	2,0 %

Tableau 1

##### 4.2. Mesures obtenues

L'appareil donne des diagrammes sur lesquels sont tracés respectivement en coordonnées logarithmiques le module élastique  $G'$ , le module visqueux  $G''$ , le module complexe  $G$  et le rapport du module élastique au module visqueux ( $tg\delta$ ) en fonction de la fréquence (voir diagrammes 2, 3, 4 et 5).

On observe d'abord que les courbes obtenues sont pratiquement horizontales dans le domaine de fréquence utilisé.

On peut donc considérer chacun des paramètres comme une caractéristique des peintures testées. Afin de comparer les peintures sur une base identique on a pris la valeur de chacun d'entre eux à la fréquence de 1 rad/sec. Les résultats sont regroupés dans le tableau 2 à partir duquel est tracé le diagramme 7.

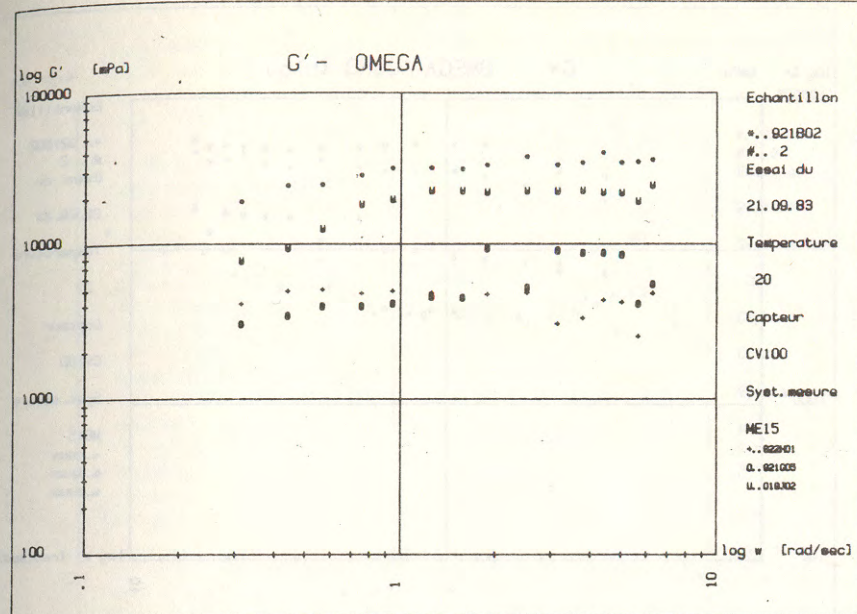


Figure 2

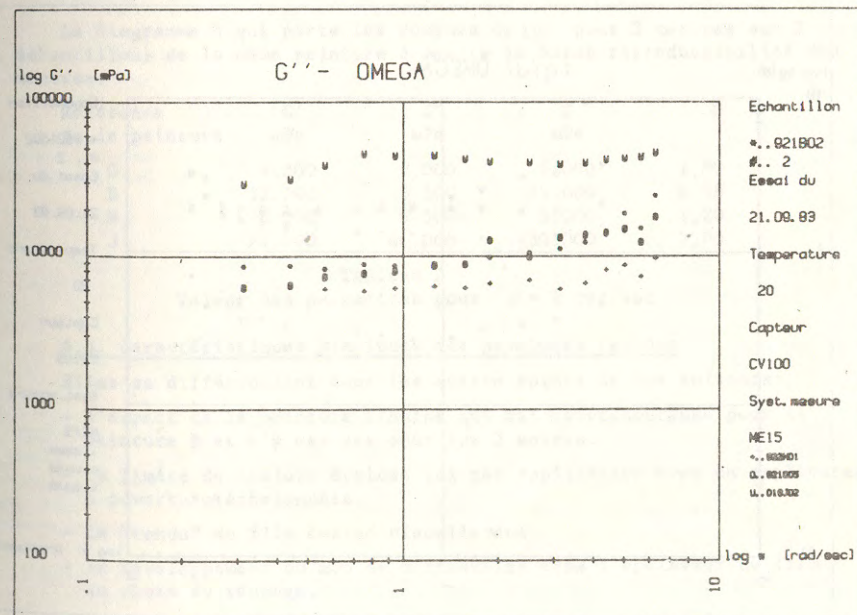


Figure 3

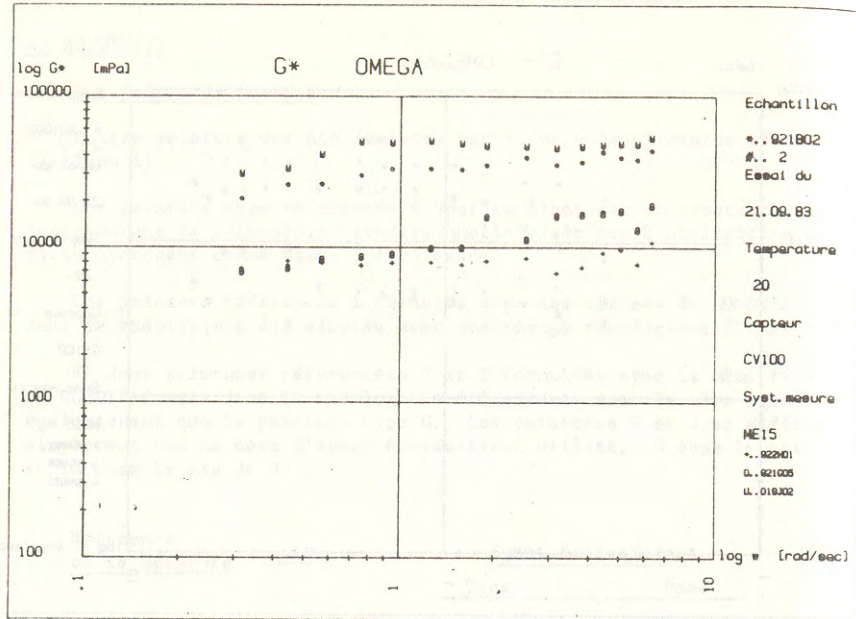


Figure 4

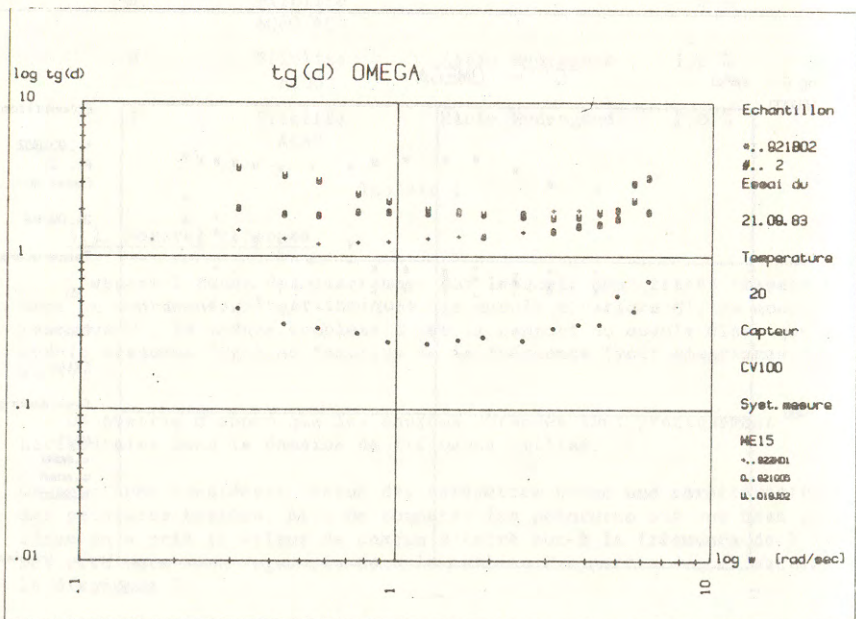


Figure 5

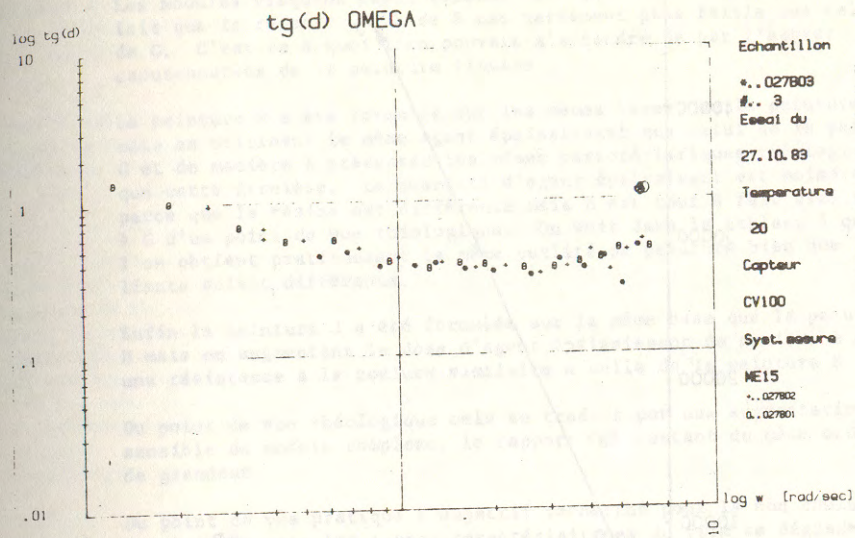


Figure 6

Essai de Reproductibilité

Le diagramme 6 qui porte les courbes de  $tg\delta$  pour 3 mesures sur 3 échantillons de la même peinture B montre la bonne reproductibilité des mesures.

Référence de la peinture	$G'$ mPa	$G''$ mPa	$G^*$ mPa	$tg\delta$
G	4.300	8.000	9.000	1,90
B	32.000	8.500	33.000	0,28
H	5.000	6.300	8.000	1,20
J	21.000	46.000	50.000	2,00

Tableau 2

Valeur des paramètres pour  $\omega = 1$  rad/sec

4.3. Caractéristiques pratiques des peintures testées

Elles se différencient sous les quatre points de vue suivants:

- l'aspect de la peinture liquide qui est caoutchouteuse pour la peinture B et n'y est pas pour les 3 autres.
- la limite de coulure évaluée ici par application avec un applicateur à ouvertures échelonnées.
- le "tendu" du film évalué visuellement.
- le développement ou non de microbulles dans l'épaisseur du film au cours du séchage.

Toutes ces observations sont regroupées dans le tableau 3.

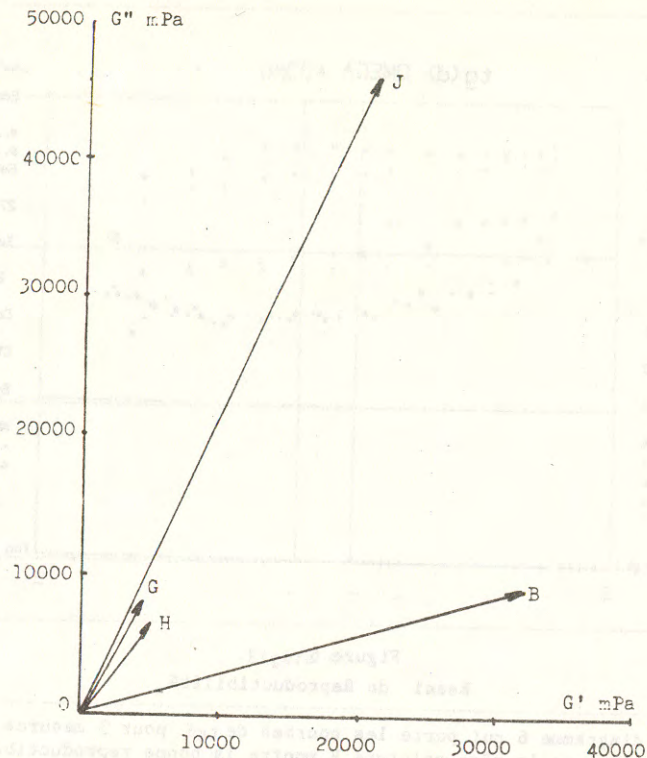


Figure 7  
G', G'', G\* pour  $\omega = 1$  rad/sec

Référence de la peinture	Aspect liquide	Limite de coulure	Tendu du film	Developpement de microbulles
G	-	90 $\mu$	Moyen	Moyen
B	Caoutchouteuse	360 $\mu$	Bon	Nul
H	-	90 $\mu$	Moyen	Moyen
J	-	360 $\mu$	Très mauvais	Très fort

Tableau 3

#### 4.4. Analyse des résultats

On peut voir dans le tableau 3 que la peinture B dont la rhéologie est réglée par une résine rhéologique filmogène donne une bien meilleure qualité de film que la peinture type G et cela à une épaisseur de film sec très supérieure. Or au niveau des caractéristiques mesurées la principale différence entre G et B est que la viscosité de cette dernière présente un module élastique beaucoup plus élevé que G.

Les modules visqueux étant voisins cela se traduit aussi par le fait que le rapport  $tg\delta$  de B est nettement plus faible que celui de G. C'est ce à quoi l'on pouvait s'attendre de par l'aspect caoutchouteux de la peinture liquide.

La peinture H a été formulée sur les mêmes bases que la peinture B mais en utilisant le même agent épaississant que celui de la peinture G et de manière à présenter les mêmes caractéristiques rhéologiques que cette dernière. La quantité d'agent épaississant est moindre parce que la résine est différente mais H est tout à fait similaire à G d'un point de vue rhéologique. On voit dans le tableau 3 que l'on obtient pratiquement la même qualité de peinture bien que les liants soient différents.

Enfin la peinture J a été formulée sur la même base que la peinture H mais en augmentant la dose d'agent épaississant de manière à obtenir une résistance à la coulure similaire à celle de la peinture B.

Du point de vue rhéologique cela se traduit par une augmentation sensible du module complexe, le rapport  $tg\delta$  restant du même ordre de grandeur.

Du point de vue pratique l'objectif recherché pour la non coulure est atteint mais les autres caractéristiques du film se dégradent. Le tendu du film devient très mauvais et la tendance au micro-bullage s'accroît.

Il est donc de plus en plus clair que la composante élastique de la peinture B est bénéfique pour ses performances.

On notera aussi que les rapports  $tg\delta$  des 3 peintures H, G et J dont la rhéologie a été réglée avec le même agent épaississant sont relativement voisins et que la seule peinture présentant un autre type de rhéologie est épaissie par un autre moyen. Il semble bien que cette caractéristique soit liée au type d'agent épaississant utilisé.

#### 5. CONCLUSION

Deux sortes de conclusions peuvent être tirées de cette étude, celles concernant la méthode et l'appareillage et celles concernant les peintures et la résine rhéologique.

En ce qui concerne la méthode, celle-ci a permis d'appréhender des comportements qui jusqu'ici restaient flous.

Le point le plus important est la mise en évidence de la composante élastique de la peinture contenant la résine rhéologique. Cela permet d'expliquer ses performances par rapport aux peintures épaissies de manières individuelles et également par la suite de les régler.

L'enjeu en est très important. En effet si comme on est amené à le conclure à partir de cette étude, la maîtrise de l'élasticité de la peinture liquide permet de formuler des produits qui peuvent être appliqués en

couche deux fois plus épaisse avec une qualité de film au moins égale si non supérieure aux revêtements traditionnels, cela permet d'obtenir la même protection avec deux fois moins de travail et donc de diminuer très sensiblement le coût d'un chantier.

Le deuxième point intéressant est la caractérisation d'un agent épaississant donné par le rapport  $tg\delta$ . Nul doute que la méthode et l'appareillage utilisés ici sont des outils intéressants pour développer de nouveaux produits répondant mieux aux besoins du formulateur de peinture.

Enfin il est intéressant de noter les relations qui existent entre les différents modules et les propriétés de la peinture. La résistance à la coulure paraît liée au module complexe alors que le tendu du film paraît lui lié au rapport  $tg\delta$ . La décomposition de la mesure en plusieurs paramètres permet de concilier des propriétés réputées contradictoires. Comment obtenir par exemple un film bien lisse, ce qui implique une faible viscosité à faible taux de cisaillement, et une couche épaisse qui ne coule pas ce qui requiert apparemment des caractéristiques opposées.

Le travail fait ici permet de l'envisager et donne les moyens pour le faire.

En ce qui concerne la résine rhéologique elle même il n'y a pas grand chose à ajouter si non que c'est elle qui apporte les caractéristiques intéressantes à la peinture et qu'elle représente sans conteste des possibilités nouvelles pour le formulateur.

## METHODE INFORMATISEE POUR LA CARACTERISATION DU COMPORTEMENT DU PAPIER DANS UN DES STADES DE SA TRANSFORMATION

### SOFT SYSTEM ANALYSING THE PAPER BEHAVIOUR IN ONE OF ITS CONVERSION STAGES

J.C. POMMIER et J. POUSTIS - Centre de Recherches La Cellulose du Pin 351, cours de la Libération - 33405 TALENCE

#### RESUME

Le papier possède un comportement viscoélastique relativement complexe qui peut être transcrit à l'aide d'un système de MAXWELL auquel on ajoute en série un KELVIN-VOIGT généralisé.

Il est présenté dans cette conférence l'outil informatique qui a été mis en oeuvre pour effectuer le traitement de ce modèle, ceci à partir d'essais de fluage ou de relaxation sur un papier présentant une orientation préférentielle.

Il a été trouvé un domaine d'application assez large : c'est la connaissance de l'aptitude au passage du papier sur machine de transformation.

#### ABSTRACT

The paper has a relatively complex viscoelastic behaviour which can be transcribed with a MAXWELL's system to which is added in serie a generalized KELVIN-VOIGT body.

We present here the soft system which was used to calculate this model with creep and relaxation data.

A quite large application area was found : it is the knowledge of paper runnability on conversion machine.



## I - CARACTERISATION RHEOLOGIQUE D'UN PAPIER MONOJET

La composition du papier est déterminée par un mélange convenable de pâtes auquel on additionne des charges minérales, colorants, colle, suivant la nature du papier à fabriquer.

A ce stade de la fabrication, la pâte à papier se présente comme une suspension dans l'eau, à une faible concentration (quelques grammes par litre). A partir de cette pâte, on peut former une feuille de papier. Cette fabrication peut se décomposer en quatre phases :

- \* Répartition du volume de la suspension de pâte sur une toile sans fin pour obtenir une nappe de fibres régulièrement disposées en nombre et en orientation (un grand nombre de fibres prendront une direction privilégiée, en général celle du sens marche de la machine).
- \* Elimination par égouttage de l'eau libre au travers de la toile. Les fibres sont ainsi amenées au contact les unes des autres.
- \* Essorage, par pression, pour éliminer la plus grande partie d'eau d'imbibition, le compactage des éléments solides (fibres et charges) assurant par contact naturel la liaison de ces éléments entre eux.
- \* Séchage, par évaporation du résidu d'eau d'imbibition et de l'eau capillaire, voire d'une partie de l'eau colloïdale (eau liée).

Les différentes vitesses de rotation (supérieures à 500 m/mn) alliées à des pressions de 25 à 90 daN/cm<sup>2</sup> lors du passage dans les presses, impriment à la feuille de papier diverses contraintes mécaniques influant directement sur sa qualité.

Une connaissance approfondie de la rhéologie des papiers permet de donner au fabricant :

- une réponse fiable à ses problèmes de variation de qualité,
- les paramètres significatifs qu'il devra modifier sur son procédé.

\*  
\* \*  
\*

Dans le cas d'un corps viscoélastique, linéaire, isotrope, nous avons la relation suivante :

$$\sigma(t) = r(t) \otimes \varepsilon(t)$$

où  $r(t)$  est le module de relaxation.

Dans le cas du papier, matériau anisotrope, la disposition des fibres sur la toile est conditionnée par la différence de vitesse jet/vitesse toile. Au cours de cette opération, les fibres se disposant dans le sens marche seront beaucoup plus nombreuses que celles prenant une direction perpendiculaire, d'où il existe des modules  $E_1$  et  $E_2$ .

$$r(t) = \begin{cases} E_1(t) & : \text{sens marche} \\ E_2(t) & : \text{sens travers} \end{cases}$$

Si nous pratiquons un essai à vitesse de déformation constante, nous avons :

$$\varepsilon(t) = \dot{\varepsilon}_0 \cdot t$$

d'où :

$$\sigma = r(t) \otimes \varepsilon(t) = \dot{\varepsilon}_0 \int_0^t r(t-u) du = \dot{\varepsilon}_0 R(t)$$

$$\text{soit : } \frac{\sigma}{\dot{\varepsilon}} = R \left( \frac{\varepsilon}{\dot{\varepsilon}} \right)$$

Si le matériau testé est linéaire, les points expérimentaux correspondant à plusieurs essais faits à différentes vitesses de déformation s'alignent sur une courbe :

$$\sigma / \dot{\epsilon} = R (\epsilon / \dot{\epsilon})$$

Le réseau de courbes obtenu par ce test de linéarité atteste bien de la linéarité du papier dans les conditions d'essais. (fig.1 et 2).

Le caractère de linéarité d'un matériau viscoélastique prend en compte les effets de proportionnalité et de mémoire. Ce qu'il est important de rechercher dans le cas d'un tel matériau, c'est la frontière du domaine de linéarité dans l'espace temps, contrainte (ou déformation) à température constante.

Des essais complémentaires à différentes vitesses de déformation supérieures à  $9,1 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  montrent une chute des modules d'Young de près d'un tiers, au fur et à mesure que la vitesse augmente. Cela peut venir du fait que l'augmentation de la vitesse de déformation peut occasionner dans un temps très court des ruptures importantes de liaisons modifiant pour la suite de l'essai le comportement du papier, tout en entraînant de meilleures caractéristiques mécaniques.

En ce qui concerne les contraintes à la rupture, elles augmentent avec la vitesse de déformation.

Le phénomène observé sur le papier est plausible du fait de l'aspect structural de ce matériau et de l'anisotropie des fibres. De plus, l'augmentation des contraintes à la rupture avec la vitesse de déformation montre que le papier peut supporter des charges plus grandes au cours d'une contrainte de traction dynamique que sous une charge quasi statique. Ceci confirme son caractère viscoélastique.

Figure 1  
Courbes réalisées à différentes vitesses de déformation sur du papier kraft (250 g/m<sup>2</sup>) dans le sens marche (t = 20°C; % HR = 65)

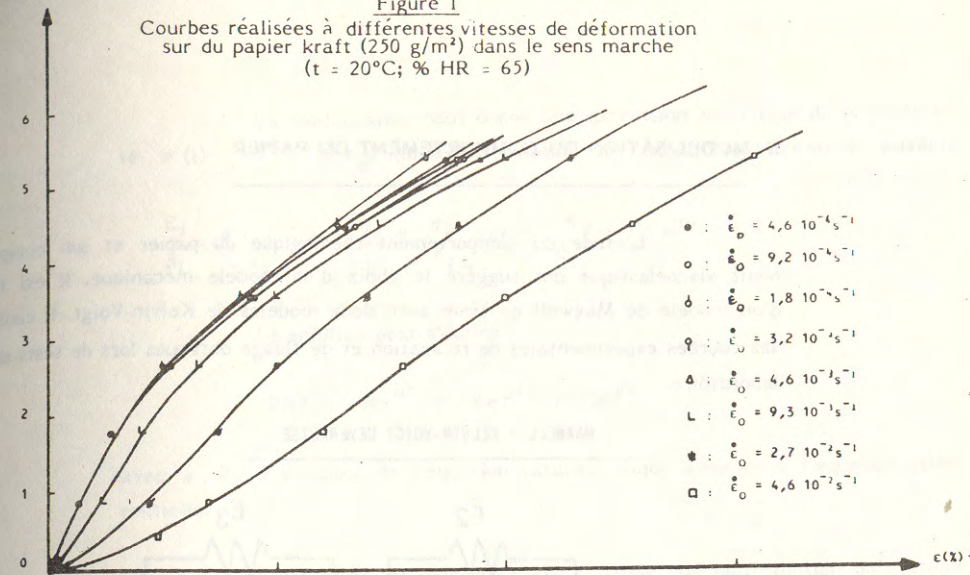
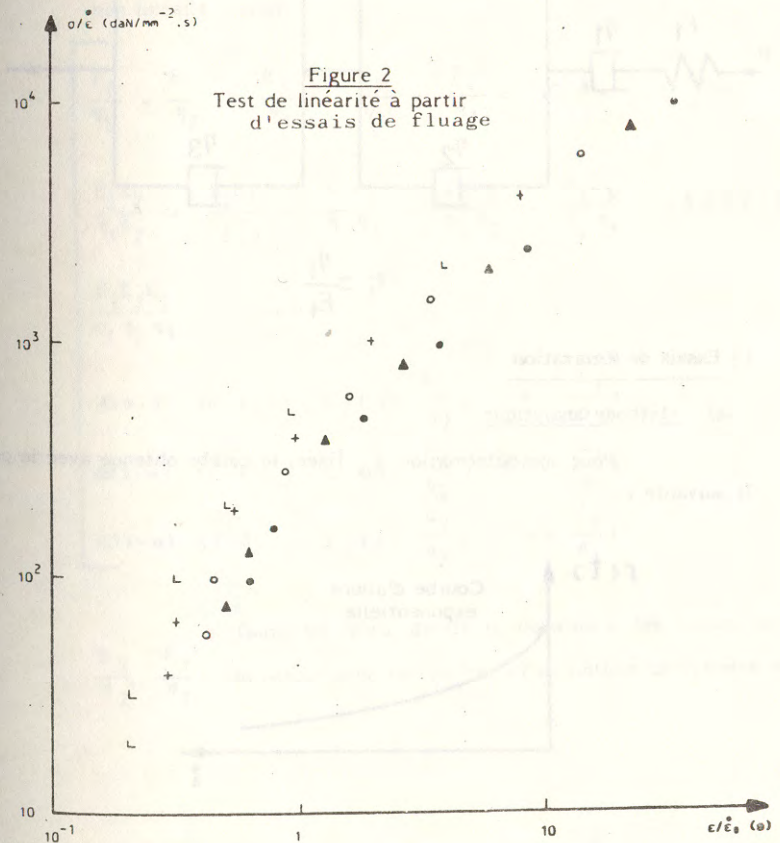


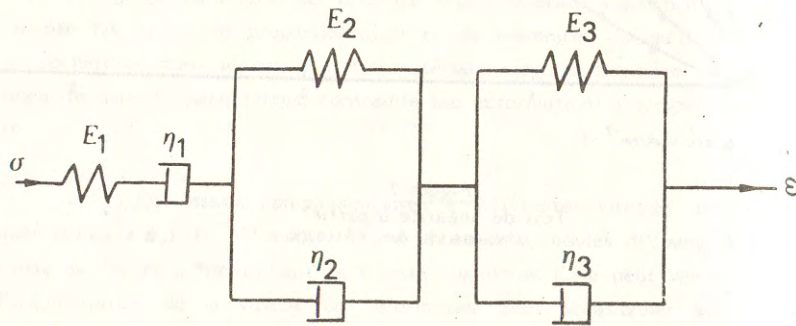
Figure 2  
Test de linéarité à partir d'essais de fluage



## II- MODELISATION DU COMPORTEMENT DU PAPIER

L'étude du comportement rhéologique du papier et son comportement viscoélastique ont suggéré le choix d'un modèle mécanique. Il est formé d'un modèle de Maxwell en série avec deux modèles de Kelvin-Voigt. Il confirme les courbes expérimentales de relaxation et de fluage obtenues lors de tests de laboratoire.

MAXWELL + KELVIN-VOIGT GENERALISE

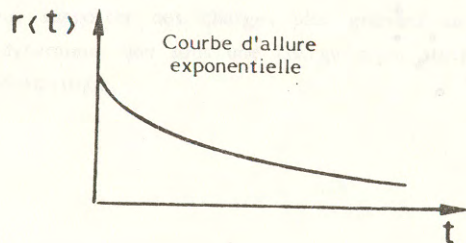


$$\tau_i = \frac{\eta_i}{E_i}$$

### I - Essais de Relaxation

#### a/ - Méthode analytique

Pour une déformation  $\varepsilon_0$  fixée, la courbe obtenue avec le papier est la suivante :



La modélisation nous donne une expression analytique de la contrainte  $\sigma(t) = \sigma(t, \varepsilon_0)$  qui est la solution de l'équation différentielle suivante

$$\frac{E_2}{\eta_1} \sigma + \left(1 + \frac{E_2}{E_1} + \frac{\eta_2}{\eta_1}\right) \sigma' + \frac{\eta_2}{E_1} \sigma'' + \sigma''' = 0$$

La solution peut s'écrire :

$$\sigma(t) = Ae^{\alpha t} + Be^{\beta t} + Ce^{\gamma t}$$

avec  $\alpha, \beta, \gamma$  solutions de l'équation caractéristique associée à l'équation différentielle.

L'obtention des termes A, B, C passe par la résolution du système non linéaire suivant :

$$\frac{E_1}{\eta_1} + \frac{E_2}{\eta_2} + \frac{E_3}{\eta_3} + \frac{E_1}{\eta_2} + \frac{E_1}{\eta_3} = -\alpha - \beta - \gamma$$

$$\frac{E_1 E_2}{\eta_1 \eta_2} + \frac{E_2 E_3}{\eta_2 \eta_3} + \frac{E_1 E_3}{\eta_1 \eta_3} + \frac{E_1 E_3}{\eta_3 \eta_2} + \frac{E_1 E_3}{\eta_2 \eta_3} = \alpha \beta + \beta \gamma + \gamma \alpha$$

$$\frac{E_1 E_2 E_3}{\eta_1 \eta_2 \eta_3} = -\alpha \beta \gamma$$

$$A(\alpha - \beta) (\alpha - \gamma) = E_1 \left(x + \frac{E_2}{\eta_2}\right) \left(\alpha + \frac{E_3}{\eta_3}\right)$$

$$B(\beta - \alpha) (\beta - \gamma) = E_1 \left(\beta + \frac{E_2}{\eta_2}\right) \left(\beta + \frac{E_3}{\eta_3}\right)$$

$$C(\gamma - \alpha) (\gamma - \beta) = E_1 \left(\gamma + \frac{E_2}{\eta_2}\right) \left(\gamma + \frac{E_3}{\eta_3}\right)$$

Dans les trois dernières équations, les seules inconnues sont  $E_2, E_3, \eta_3$ . On résout donc ce système et on obtient un système de deux équations

à deux inconnues en S et P si on pose :

$$S = \frac{E_2}{\eta_2} + \frac{E_3}{\eta_3} \quad \text{et} \quad P = \frac{E_2 E_3}{\eta_2 \eta_3}$$

On en déduit  $\frac{E_2}{\eta_2}$  et  $\frac{E_3}{\eta_3}$  avec  $\frac{E_2}{\eta_2} < \frac{E_3}{\eta_3}$  puis  $E_1$ .

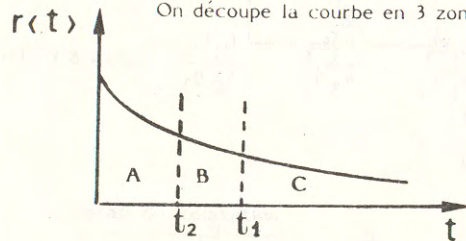
On s'intéresse aux 3 premières équations du système. L'équation 3 nous permet de tirer  $\frac{E_1}{\eta_1}$ . Posons :

$$x_2 = \frac{E_1}{\eta_2} \quad x_3 = \frac{E_1}{\eta_3}$$

Les équations 1 et 2 nous permettent de trouver  $x_2$  et  $x_3$ . On peut ensuite déduire  $\eta_2$ ,  $\eta_3$ ,  $E_2$ ,  $E_3$  et  $\eta_1$ .

#### b/ - Approche expérimentale

On découpe la courbe en 3 zones :



Zone A :  $t > t_1$ ,  $r(t) = Ae^{\alpha t} + Be^{\beta t} + Ce^{\gamma t}$

Zone B :  $t_2 < t < t_1$ ,  $r(t) = Ae^{\alpha t} + Be^{\beta t}$

Zone C :  $0 < t < t_2$ ,  $r(t) = Ae^{\alpha t}$

Pour effectuer la résolution, on utilise la méthode des moindres carrés non linéaires.

Zone C :  $\text{Log } r(t) = \text{Log } A + \alpha t$ .

On pose :  $u_i = \text{Log } r_i$

On cherche la droite passant par les points  $(u_i, t_i)$  pour  $t_i > t_1$ .

Zone B : on pose  $v(t) = r(t) - Ae^{\alpha t} \Leftrightarrow v(t) \simeq Be^{\beta t}$

On cherche la droite passant par les points  $(v_i, t_i)$  pour  $t_2 \leq t_i \leq t_1$

Zone A : on pose  $w(t) = r(t) - Ae^{\alpha t} - Be^{\beta t}$

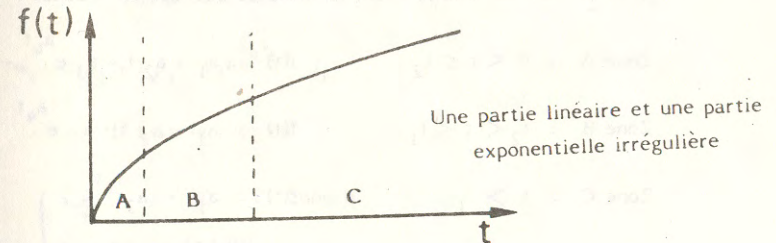
$$w_i = \text{Log}(r_i - Ae^{\alpha t_i} - Be^{\beta t_i}) \quad \text{pour} \quad t_i < t_2$$

Le découpage en 3 zones doit être adapté aux données. Il nécessite un nombre suffisant de points en zone A et B. On peut ensuite commencer à appliquer la méthode de Marquardt, c'est-à-dire minimiser la fonctionnelle :

$$G(A, \alpha, B, \beta) = \sum_{i=1}^n [\sigma_i - (Ae^{\alpha t_i} + Be^{\beta t_i})]^2$$

#### 2 - Fluage

Pour une contrainte fixée  $\sigma_0$ , la courbe observée est la suivante :



Soit  $f_i$  la fonction fluage à l'instant  $t_i$ , ( $i = 1, n$ )

$$f(t) = \frac{\varepsilon(t)}{\sigma_0}$$

Le modèle de Burgers n'offrant pas une modélisation idéale pour les temps faibles, le modèle choisi est un modèle de Burgers généralisé. Il conduit à l'expression de la fonction fluage suivante :

$$f(t) = \frac{1}{E_1} \left(1 + \frac{t}{\tau_1}\right) + \frac{1}{E_2} (1 - e^{-t/\tau_2}) + \frac{1}{E_3} (1 - e^{-t/\tau_3})$$

On peut expliquer par l'apport d'un troisième temps de retard le changement de courbure de la fonction exponentielle.

Il faut construire un programme qui ajuste la courbe et permette la sortie des valeurs  $E_1, E_2, E_3, \tau_1, \tau_2, \tau_3$ . Pour cela, on ajuste une fonction analytique du type :

$$f(t) = a_1 + a_2 t - a_3 e^{a_4 t} - a_5 e^{a_6 t}$$

avec :  $a_1, a_2, a_3, a_5 > 0$  et  $a_4, a_6 < 0$ .

La courbe expérimentale se découpe en 3 zones :

$$\text{Zone A : } 0 < t < t_2 \quad f(t) = a_1 + a_2 t - a_3 e^{a_4 t} - a_5 e^{a_6 t}$$

$$\text{Zone B : } t_2 < t < t_1 \quad f(t) = a_1 + a_2 t - a_3 e^{a_4 t}$$

$$\text{Zone C : } t > t_1 \quad f(t) = a_1 + a_2 t$$

En déterminant  $a_1, a_2, a_3, a_4, a_5, a_6$ , les coefficients au temps sont donnés par les relations :

$$E_1 = \frac{1}{a_1 - a_3 - a_5}, \quad E_2 = \frac{1}{a_3}, \quad E_3 = \frac{1}{a_5}, \quad \eta_1 = \frac{1}{a_2}$$

$$\tau_1 = \frac{a_1 - a_3 - a_5}{a_2}, \quad \tau_2 = -\frac{1}{a_4}, \quad \tau_3 = -\frac{1}{a_6}$$

a/ - Partie linéaire : recherche de  $a_1$  et  $a_2$  pour  $t \geq 5 \cdot 10^3$  s

La méthode utilisée est la méthode des moindres carrés linéaires qui donne :

$$E_1 = \frac{1}{f(0)}; \quad \eta_1 = \frac{1}{a_2}; \quad \frac{1}{E_2} + \frac{1}{E_3} = a_1 - f(0)$$

b/ - Parties exponentielles : recherche de  $a_3, a_4, a_5$  et  $a_6$

$$v_i = a_1 + a_2 t_i - f_i$$

On raisonne par linéarisation. On détermine par le contrôle de l'erreur relative moyenne les points à partir desquels  $a_5 e^{a_6 t} = 0$

Après avoir déterminé  $a_3$  et  $a_4$ , on calcule  $a_5$  et  $a_6$

$$w_i = a_1 + a_2 t_i - a_3 e^{a_4 t_i} - f_i$$

Il faut vérifier que :

$$\begin{cases} a_5 e^{a_6 t} \approx 0 & : \text{zone B} \\ a_1 - a_3 - a_5 \approx f(0) \\ a_5 e^{a_6 t} + a_3 e^{a_4 t} \approx 0 & : \text{zone C} \end{cases}$$

On a vérifié que les paramètres obtenus étaient satisfaisants en soumettant un même papier au fluage et à la relaxation pour une contrainte et une déformation correspondantes. Il apparaît donc que le modèle de Burgers généralisé à 2 éléments Kelvin-Voigt est adapté à la modélisation du comportement rhéologique du papier.

### III - EXEMPLE D'APPLICATION

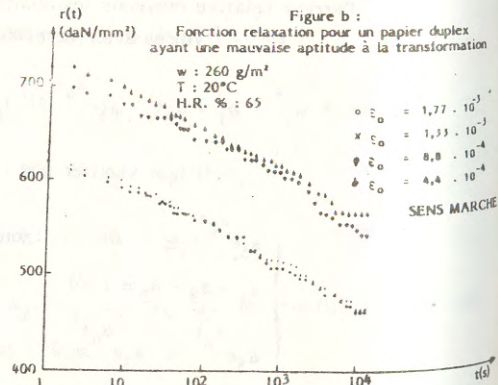
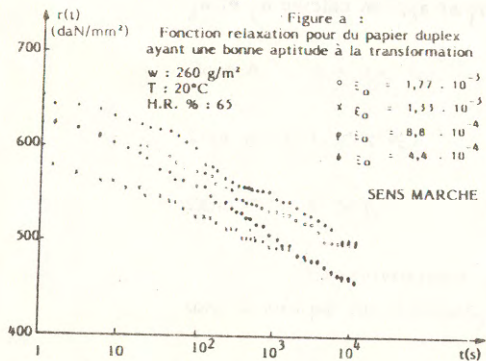
#### a/ - Observations :

Au cours de l'utilisation du papier duplex pour la fabrication de briques de lait UHT, nous avons constaté que des lots entiers de papier perturbaient considérablement la marche de l'unité de transformation.

L'analyse des paramètres classiques ( $E$ ,  $\sigma_r$ ,  $\varepsilon_r$ ....) ne nous a pas permis d'expliquer les causes de ces états; l'étude du comportement rhéologique de ce produit devrait nous permettre de quantifier les vrais paramètres qui définissent l'aptitude à la transformation du papier.

#### b/ - Essais de relaxation :

Nous présentons les résultats obtenus à partir d'éprouvettes découpées dans la direction machine. La juxtaposition des figures (a et b) montre qu'il existe une plage de dispersion quand  $\varepsilon_0$  varie et qui s'accroît lorsque le produit présente un mauvais comportement sur machine.



D'après les résultats publiés ci-dessous, il est clair que l'aptitude à la transformation peut être quantifiée à l'aide des valeurs de dispersion sur le temps de relaxation.

	Duplex "bonne transformation"				Duplex "mauvaise transformation"			
	A				B			
$\varepsilon_0 \cdot 10^{-4}$	4,4	8,8	13,3	17,7	4,4	8,8	13,3	17,7
r(0) daN/mm <sup>2</sup>	656	625	587	640	720	706	630	620
r(t=1600) daN/mm <sup>2</sup>	542	495	485	519	606	576	513	509
$\tau_2$ (s)	8381	6861	8382	7634	10442	14741	2715	5322
Résultat final	$\bar{\tau}_2 = 7814$ s $\Delta \tau_2 / \tau_2 = 8$ %				$\bar{\tau}_2 = 8307$ s $\Delta \tau_2 / \tau_2 = 55$ %			

Si, dans le cas A, la dispersion est de l'ordre des erreurs de manipulation, pour le cas B, celle-ci est importante et semble liée à la nature du matériau.

### CONCLUSION

Le Centre de Recherches de LA CELLULOSE DU PIN possède un outil informatique puissant qui, à partir de résultats expérimentaux (couplé temps, fonction relaxation ou fluage) permet d'obtenir les composantes du modèle rhéologique du papier. Son utilisation, dans des cas concrets de l'industrie papetière, n'est pas encore systématique, mais peut uniquement apporter des solutions pour des cas ponctuels.

## APPAREILLAGE POUR L'ETUDE DE FILMS BITUMINEUX SOUS FAIBLE EPAISSEUR

APPARATUS FOR THE INVESTIGATION OF THIN FILMS OF BITUMEN

F. DERKX, J. CAMPIN, C. SUCH - Laboratoire Central des Ponts et Chaussées  
58 bd Lefebvre 75732 PARIS CEDEX 15

### RESUME

Afin de connaître le comportement rhéologique des bitumes en film mince, nous avons développé, au LCPC, un viscosimètre à plans glissants qui se distingue par :

- l'épaisseur imposée du film étudié : un banc de "collage" permet de réaliser ce film parallélépipédique de 18 cm<sup>2</sup> de surface et de quelques microns ( $\sim 10 \mu\text{m}$ ) d'épaisseur ;
- l'étendue des charges autorisées (1 à 10 000 g) : elle a pu être obtenue par un dimensionnement suffisant et une conception du glissement qui annulent tous mouvements parasites ;
- le système de mise en tension : il autorise le chargement et le déchargement sans perturber le film de bitume et la mise en tension est quasi instantanée ;
- enfin, et selon l'épaisseur choisie, l'étendue des vitesses mesurables est comprise entre  $10^{-4} \mu\text{m/s}$  et  $10 \mu\text{m/s}$  ; les gradients correspondants s'étalent de  $10^{-6} \text{s}^{-1}$  à  $1 \text{s}^{-1}$ .

### ABSTRACT

To investigate the rheological behaviour of thin films of bitumen, we have developed, at LCPC, a sliding-plane viscosimeter characterized by :

- the thickness imposed on the film under investigation : a "gluing" bench is used to prepare a rectangular film having an area of 18 cm<sup>2</sup> and a thickness of a few microns (approx.  $10 \mu\text{m}$ ) ;
- the range of loadings possible, from 1 to 10 000 g, achieved by means of adequate size and a sliding design that cancels out all extraneous movements ;
- the tensioning system which makes it possible to load an unload without disturbing the film of bitumen ; tensioning is practically instantaneous ;
- finally, the range of measurable speeds, from  $10^{-4} \mu\text{m/s}$  to  $10 \mu\text{m/s}$  depending on the thickness chosen ; the corresponding strain rates extend from  $10^{-6} \text{s}^{-1}$  to  $1 \text{s}^{-1}$ .

Communication au Groupe Français de Rhéologie, le 2 décembre 1983.  
F.DERKX, J.CAMPIN, Service Materiel L.C.P.C. PARIS  
C.SUCH, Service Chimie L.C.P.C. PARIS

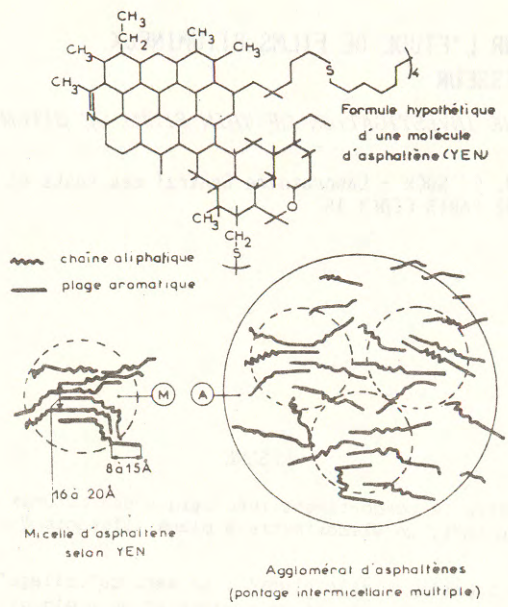
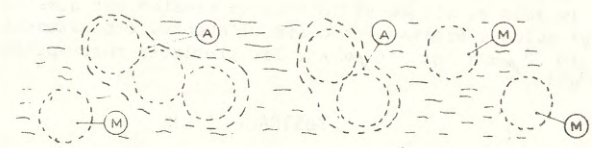


fig. n° 1 Structure des asphaltènes (4)



Dispersion d'asphaltènes dans un milieu naphthéno-aromatique

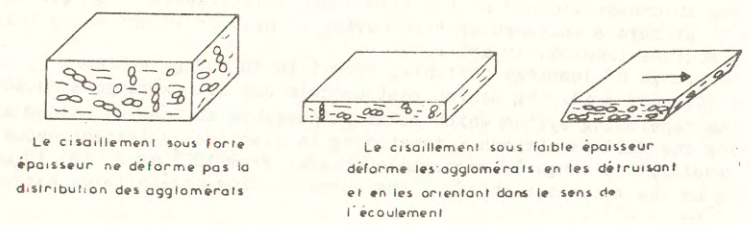


fig. n° 2 Modèle de la structure colloïdale des bitumes.

I. INTRODUCTION ET PRESENTATION DU PROBLEME

Le comportement non linéaire de la viscosité des bitumes a été bien observé expérimentalement depuis plus d'une vingtaine d'années (1) (2) ( et leurs références bibliographiques). Qu'il s'agisse de produits tels quels ou de matériaux modèles (réalisés pour l'expérience dans la but de simplifier la complexité chimique du milieu) (3), la viscosité varie notablement pour les bitumes rou-tiers les plus durs et cela même pour de faibles vitesses de cisaillement ( $\dot{\epsilon} < 10^{-3} s^{-1}$ ). De plus, leur comportement n'est pas boltzmanien.

Les études et travaux de YEN (4) d'une part sur la structure des asphaltènes (fig. n° 1), ceux du LCPC et plus particulièrement ceux de BRULE (5) (6) d'autre part, pour appréhender et cerner les problèmes d'associations et d'interactions intermicellaires, ont conduit à l'élaboration d'un modèle de l'état colloïdal des bitumes (7) (fig. n° 2).

Ce modèle admet comme hypothèse la formation d'agglomérats de taille importante qu'on estime être, d'après les analyses en solution par GPC, de l'ordre du micron. Ces agglomérats sont dissociables lentement sous l'action d'un solvant par dilution (7) et sous l'effet d'une contrainte de cisaillement (8). les entités micellaires libérées sont constituées (selon YEN) de molécules d'asphaltènes disposées en feuillets, ils forment le noyau dur. Les constituants polaires et aromatiques de la phase continue s'absorbent dans ces feuillets et permettent ainsi la solubilisation et la dispersion des asphaltènes dans le milieu naphthéno-aromatique.

Les conséquences d'un tel modèle sur les caractéristiques rhéologiques sont alors prévisibles :

- 1 - comportement non linéaire de la viscosité en fonction des vitesses de cisaillement (9).
- 2 - aspect thixotrope lié à la vitesse de réassociation des micelles pour former les agglomérats.
- 3 - par conséquent, ces deux caractéristiques impliquent un comportement non boltzmanien du matériau mis en évidence expérimentalement par ailleurs (10).
- 4 - Enfin, l'effet coopératif des plans de cisaillement conduit à la formulation de loi de type NURTON (11).

Une autre conséquence inattendue du comportement de ce modèle est liée au phénomène de floculation et aux anomalies d'écoulement proche des parois. En effet, le modèle colloïdal proposé est un système en équilibre de phase, les agglomérats formant les produits de floculation des micelles. Or, on sait qu'à l'interface de deux liquides, ou d'une solution et d'un solide, la concentration d'équilibre est différente de la concentration en volume (12). Cette variation n'est pas brutale, mais s'étale au voisinage de la surface de contact (13) (14).

Si l'on place deux parois parallèles séparées par une distance telle que l'on se trouve encore dans ce domaine de variation de concentration, c'est-à-dire à une distance inférieure à la distance de corrélation, de GENNES a montré (15) que les solutions colloïdales, stabilisées dans la masse. pourraient devenir instables et floculer dans ces conditions. On aurait alors pour ce modèle proposé une variation de la composition d'équilibre pour les faibles épaisseurs, et donc modification de la viscosité du mélange. L'évaluation de cette distance critique, dans notre cas, n'est pas aisée ; si on l'évalue à quelques unités d'agglomérats, cette valeur serait de l'ordre de quelques microns ( $10^{-6} m$ ), donc à des distances encore mécaniquement accessibles.



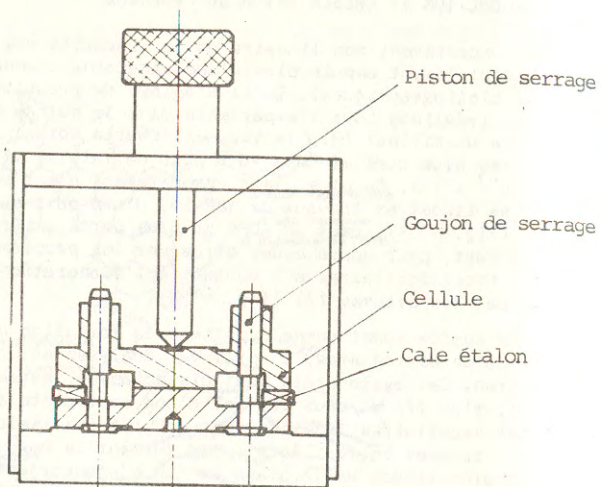


Fig. 3 Schéma du banc de collage

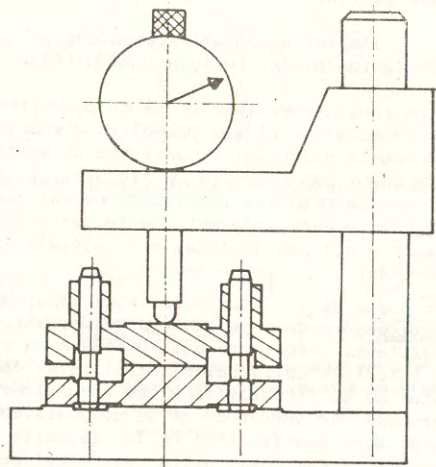


fig. 4 Schéma du banc de contrôle

Par ailleurs, on peut également s'appuyer sur une analyse des écoulements viscosimétriques de polymères enchevêtrés faite par de Gennes au voisinage de la paroi solide (16). Il a montré que, pour une paroi lisse en prenant comme hypothèse le modèle de reptation (17), les écoulements dans un tube capillaire pour un polystyrène fondu de masse moléculaire 200 000 sont alors fortement modifiés, puisqu'il y a glissement sur la paroi ; l'épaisseur de la couche concernée, encore appelée longueur d'extrapolation, est de l'ordre de 60  $\mu\text{m}$ . De plus, la relation de proportionnalité entre la vitesse d'écoulement sur la paroi et la contrainte est indépendante de la longueur des chaînes, donc des masses moléculaires. Par contre, lorsqu'il y a absorption sur la paroi, le glissement devient négligeable, mais la longueur d'extrapolation reste de même amplitude ; l'écoulement entre deux parois espacées de cette distance sera donc fortement perturbé.

Certes, l'extrapolation au bitume des notions d'enchevêtrement et de reptation entre les macromolécules ne peut être acceptée telle quelle, car les tailles moléculaires y sont bien plus faibles (200  $\langle M_n \rangle$  < 1500). Néanmoins, des entités de fortes tailles, dont la masse peut atteindre quelques centaines de mille, sont formées par association intermicellaire ; les instabilités au voisinage de la surface solide d'une part, et l'étendue du domaine de variation de concentration d'autre part, doivent nécessairement exister aussi pour les bitumes. Les valeurs de longueur de corrélation données pour les polymères seraient donc des limites supérieures. Enfin, les travaux d'ENSLEY (18) sur l'absorption multicouche d'asphalte sur des substrats minéraux font état d'orientations privilégiées des molécules d'asphaltènes sur plusieurs centaines d'angströms, confirmant ainsi l'existence de cette zone de gradient de concentration.

Nous nous sommes donc proposé de tenter de vérifier ce comportement a priori différent du matériau lorsqu'il se trouve entre deux solides séparés de quelques microns (dimension qu'on rencontre entre les granulats dans un béton bitumineux).

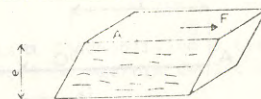
Il paraît donc important d'étudier le fluage de films minces de bitume pour connaître le comportement de cette fraction de liant qui se trouve à l'interface des granulats de l'enrobé. Pour cela, il a été nécessaire de concevoir et de réaliser un appareillage spécifiquement adapté à ce problème.

## II. DEFINITION ET DESCRIPTION DU MATERIEL

### 1 - Principe de la mesure

L'appareillage de fluage a été alors construit sur le principe du cisaillement simple entre deux plans parallèles glissants. La charge est imposée et l'on mesure le déplacement relatif de l'un des plans en fonction du temps. La viscosité du film confiné entre les deux plans est alors calculée à partir de l'expression suivante :

$$\eta = \frac{F}{A} \cdot \frac{1}{\frac{DV}{e}} \quad (1)$$



où  $F$  est la force appliquée à la surface ( $A$ ) du film,

$e$  est l'épaisseur du film,

$DV$  est la vitesse de cisaillement en régime stationnaire d'écoulement.

Le principe du transfert de charge par l'intermédiaire d'un fléau d'une balance a été retenu de façon à pouvoir maîtriser précisément la valeur de la charge imposée et à s'accorder une étendue de contrainte la plus large possible.

Les impératifs technologiques sont alors les suivants :

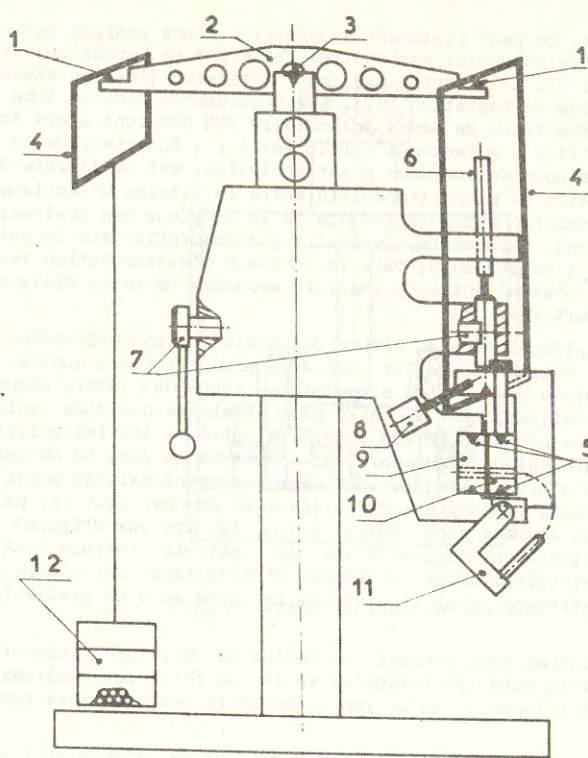
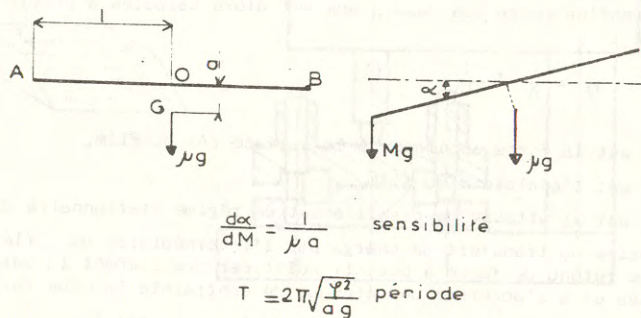


Fig. n° 5 : Schéma du bâti de fluage

- |                               |  |
|-------------------------------|--|
| 1 - Pointe en carbure         | 7 - Dispositif de blocage                |
| 2 - Fléau                     | 8 - Système d'équilibrage                |
| 3 - Axe monté sur roulement   | 9 - Cellule fixée sur le bâti            |
| 4 - Cadre de traction         | 10 - Cellule fixée sur le cadre mobile   |
| 5 - Appuis en vé des cellules | 11 - Dispositif d'extraction des goujons |
| 6 - Capteur inductif          | 12 - Masses calibrées.                   |



$$\frac{d\alpha}{dM} = \frac{1}{\mu a} \quad \text{sensibilité}$$

$$T = 2\pi\sqrt{\frac{I^2}{ag}} \quad \text{période}$$

Fig n° 6 : Décomposition des forces exercées sur un fléau à bras égaux symétrique

a - Les cellules pour le confinement du film de bitume doivent permettre de réaliser des épaisseurs de moins de  $10 \mu\text{m}$  et, par le jeu de cales étalons, obtenir des épaisseurs différentes jusqu'à  $100 \mu\text{m}$ .

b - Les charges appliquées seront comprises entre  $10^{-2} \text{ N}$  et  $10^2 \text{ N}$ , soit pour des cellules de  $18 \text{ cm}^2$  de surface, des contraintes de quelques pascal à  $10^5$  pascal environ.

## 2 La Cellule porte-échantillon

Afin de disposer de films de bitume de très faible épaisseur (de l'ordre de  $10 \mu\text{m}$ ), il a été nécessaire d'étudier, de concevoir et de réaliser :

- une cellule spéciale composée de deux parties ;
- un dispositif autorisant la préparation du film de bitume appelé banc de collage ;
- un banc de métrologie permettant le contrôle de la planéité du film et la mesure de son épaisseur exacte.

### a - La Cellule

Elle présente une surface utile rectangulaire (S) de  $18 \text{ cm}^2$ . Cette surface importante (comparée à celle des éprouvettes courantes) permet de conserver en cours d'essai une zone de recouvrement importante dont la valeur est peu affectée par le déplacement relatif des deux parties de la cellule

$$\left( \frac{DS_{\text{max}}}{S} \leq 4\% \right)$$

Pour obtenir la régularité du film, les deux demi-cellules ont une excellente qualité métrologique. Ainsi le parallélisme entre les plans actifs et les plans de référence est assuré au  $1/1000$ , la cote obtenue entre ces deux types de plans ayant une tolérance de  $\pm 0,5 \mu\text{m}$ .

Ces caractéristiques dimensionnelles jointes à un état de surface obtenu par rectification et rodage correspondent à une qualité de type cale étalon. Elles sont en relation avec la faible épaisseur de film recherché.

Les cellules, en cours de préparation de l'éprouvette, ont un écartement imposé constant au moyen de cales étalons reposant sur les plans de référence. Cet écartement correspond à l'épaisseur du film de bitume choisie pour l'essai. Elles sont, en plus, centrées et maintenues par deux goujons empêchant, pendant la préparation, tout mouvement relatif pouvant provoquer le cisaillement inopiné du film. Les deux goujons sont éjectables au dernier moment lorsque la cellule est en place sur le viscosimètre.

### b - Le banc de collage (fig. 3)

Il a pour but d'amener à l'épaisseur choisie l'échantillon à tester. Pour cela, les deux cellules sont soumises à un effort de serrage centré et constant (réglable entre 0 et  $100 \text{ N}$ ).

Pratiquement, pour des produits de viscosité élevées ( $> 10^6$  Poises), l'ensemble banc de collage et cellules est introduit dans une étuve à  $60^\circ$  environ et soumis au vide pour accélérer l'étalement du film et éviter toutes inclusions d'air néfastes à l'homogénéité de l'éprouvette.

### c - Le banc de contrôle (fig. n° 4)

Le parallélisme et l'épaisseur de l'échantillon du bitume ainsi confectionné sont mesurés à l'aide d'un banc de métrologie et d'un comparateur mécanique à cadran donnant une lecture au micron. Ce matériel de collage ainsi que la méthode

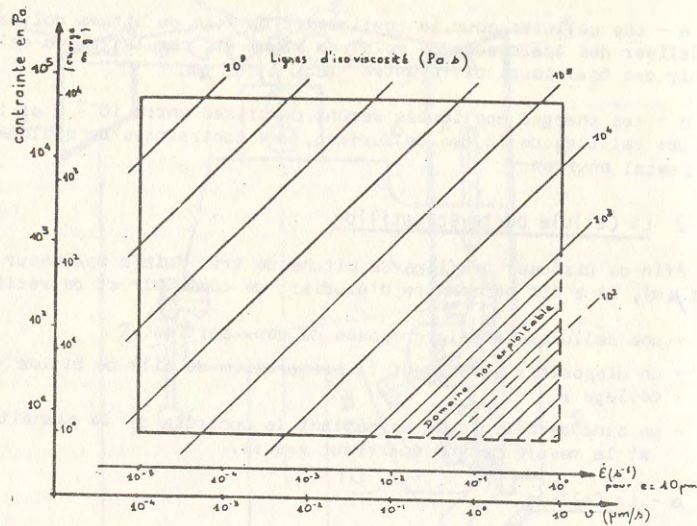


Fig. n° 7 : Diagramme du domaine global de mesure.

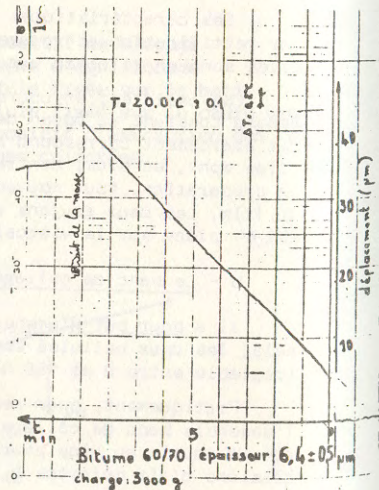
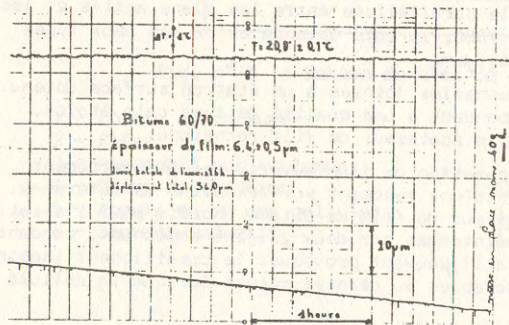
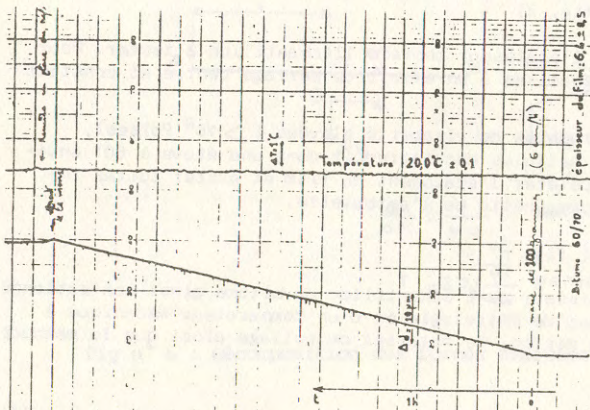


Fig. n° 8: Courbes de fluage d'un film de 6,4 μm de bitume 60/70 soumis à différentes charges.



employée ont permis d'obtenir des films de bitume de 6 μm d'épaisseur avec une régularité se tenant dans une tolérance de ± 0,5 μm.

### 3 Le Bâti de fluage (fig. n° 5)

L'appareil sur lequel sont montées les cellules se compose essentiellement des parties suivantes :

a - Un dispositif de blocage : il autorise le chargement sans perturber le film de bitume jusqu'au moment de la mise sous tension. Conçu pour réduire au maximum les phénomènes de transfert de charge, il permet l'enregistrement de la courbe de fluage dès les premiers instants de l'essai.

b - Un fléau : il permet d'exercer dans le plan du film de bitume un effort connu par l'intermédiaire de poids calibrés. Sa sensibilité et sa conception ont été basées sur les considérations suivantes :

L'expression de la sensibilité d'un fléau rectiligne à bras égaux symétriques (fig n°6.) s'écrit (19) :

$$\frac{d\alpha}{dM} = \frac{1}{\mu a} \quad (2)$$

- avec  $\alpha$  = angle de déviation du fléau  
 $M$  = masse de chargement  
 $l$  = longueur d'un bras  
 $\mu$  = masse du fléau  
 $a$  = distance du centre de gravité à l'axe de rotation.

D'après cette expression, nous constatons que la sensibilité est indépendante de la masse de chargement  $M$  et que l'on peut améliorer celle-ci, soit en augmentant la longueur du fléau, soit en diminuant sa masse  $\mu$ , soit encore en réduisant la distance du centre de gravité à l'axe de rotation sans toutefois diminuer trop ce dernier paramètre, ce qui aurait pour conséquence d'augmenter sa période d'oscillation.

Pour toutes ces considérations, nous avons été conduits à fabriquer un fléau rectiligne dit "au fil", c'est-à-dire ayant les trois points A, O, B alignés, en alliage léger présentant des évidements et ayant son centre de gravité à quelques mm en dessous de l'axe de rotation,

$$(l = 125 \text{ mm} \quad \mu = 300 \text{ g} \quad a = 3 \text{ mm})$$

Les frottements ont été minimisés notamment en assurant la rotation du fléau sur un roulement de haute précision et en transmettant les efforts par l'intermédiaire du couple, pointe et plan d'appui en carbure de tungstène, à chaque extrémité du fléau.

Dans ces conditions, nous avons mesuré une déviation de + 1000 μm pour une charge de 100 mg, révélant ainsi la grande sensibilité du dispositif adopté.

#### c - Remarques sur la mesure du déplacement

Pour obtenir la précision du micron, indispensable dans le cas de mesures de déplacement envisagées, il a fallu :

- apporter une très grande rigidité au bâti (1 μm pour 1 kg);
- annuler le plus possible les causes de déplacements parasites, ceci notamment par un blocage "positif" de la cellule, cette dernière possédant des entailles en V s'appuyant sur des couteaux fixés au bâti ;
- prélever la mesure la plus près possible de la cellule avec un capteur inductif.

Par ailleurs, un dispositif d'équilibrage de la cellule permet d'annuler tout couple parasite afin d'exercer sur le film de bitume un effort aussi pur

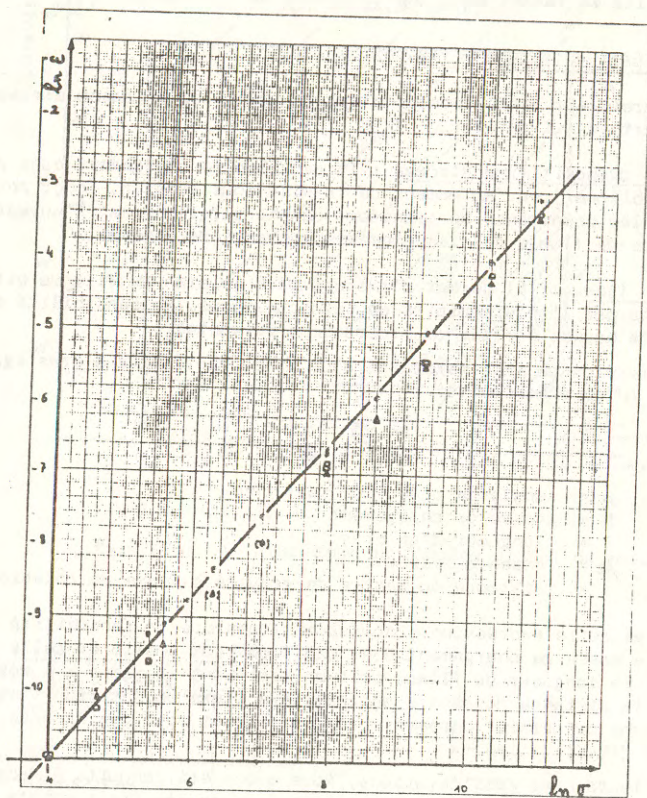


Fig. n° 9 : Evolution de la vitesse de cisaillement ( $\dot{\gamma}$ ) en fonction de la charge appliquée ( $\sigma$ ) pour différentes épaisseurs.  
( + 6,5  $\mu\text{m}$  ; ▲ 55  $\mu\text{m}$  ; ■ 26  $\mu\text{m}$  )

que possible.

Enfin, en cours d'essai, l'ensemble est placé en ambiance thermostatée garantissant la température à  $\pm 0,1^\circ \text{C}$ .

### III . RESULTATS EXPERIMENTAUX

#### Etendue de mesures

Les premières expériences réalisées ont eu pour but essentiel de vérifier et de préciser les performances de ce matériel. C'est ainsi que nous avons pu réaliser effectivement des films de bitumes homogènes, d'épaisseur constante à  $\pm 0,5 \mu\text{m}$  et de valeur minimale de  $6,5 \mu\text{m}$  avec des bitumes routiers de classe 60/70, c'est-à-dire ayant une viscosité moyenne à  $20^\circ \text{C}$  de  $10^6$  à  $10^7 \text{ Pa.s}$ . Les tests de sensibilité de la déviation sous faible charge ont montré qu'en présence d'un film de bitume de plus de  $50 \mu\text{m}$  d'épaisseur, l'équilibre du fléau doit être réalisé à moins de 500 mg si l'on ne veut pas observer de fluage important des éprouvettes (quelques microns en deux ou trois heures). La dynamique des charges possibles est donc très large.

La vitesse minimale de déplacement est fonction, certes, de la patience de l'opérateur, mais également du système de régulation de température qui impose les fluctuations de viscosité. On a estimé la fluctuation tolérable dans la limite du 1/10ème de degré. Les courbes déterminées pour les charges les plus faibles (entre 1 et 5 g) et pour le capteur utilisé montrent que le régime d'écoulement stationnaire établi dès les premiers instants reste stable pendant toute la durée de l'essai (18 heures environ). Ces vitesses sont de l'ordre de  $10^{-4} \mu\text{m/s}$ . A l'inverse, les vitesses les plus rapides mesurables sont volontairement limitées à  $10 \mu\text{m/s}$  pour des raisons pratiques d'enregistrement. Ainsi, le diagramme du domaine global de mesure donné sur la figure n° 7 résume ces performances.

Sur la figure n° 8 nous avons reporté les courbes de fluage obtenues pour un même échantillon soumis à différentes charges. Le déplacement total imposé correspond à 3 ou 4 fois l'épaisseur du film (soit  $40 \mu\text{m}$  à  $400 \mu\text{m}$  de déplacement); la variation de la section, et donc de la contrainte appliquée, reste négligeable. Comme on peut le constater, le domaine d'écoulement stationnaire n'est pas atteint immédiatement pour toutes les charges; il est précédé d'une région transitoire et il peut être suivi, pour les fortes charges, d'une troisième région à écoulement accéléré. De plus, et par retrait des charges, on a pu obtenir une courbe apparente de retrait de la déformation.

Sur la figure n° 9, nous avons donné les vitesses mesurées en fonction des charges pour 3 épaisseurs différentes.

#### CONCLUSION

Afin de pouvoir tester le modèle de l'état colloïdal des bitumes routiers, bâti sur les observations expérimentales de rayon X, d'analyses élémentaires, de chromatographie liquide et d'études rhéologiques, nous avons recherché un moyen expérimental d'observation de l'une des propriétés de ce modèle; c'est-à-dire que nous nous sommes proposé d'analyser le comportement visqueux sous faible épaisseur dans la région de perturbation de l'équilibre colloïdal. Pour cela, nous avons conçu et réalisé un appareillage d'étude du fluage d'un grand éventail de charges (entre  $10^{-2} \text{ N}$  et  $10^2 \text{ N}$ ). Les premiers résultats obtenus sont conformes au comportement des échantillons, qu'on peut analyser à l'aide d'autres techniques viscosimétriques (cône-plan, par exemple).

## BIBLIOGRAPHIE

- (1) TRAXLER R.N., Bituminous Materials, Asphalts, Tars and Pitches, Arnold J. Holberg ed., Inter. Sc. Publ.(N.Y.), Vol. 1, 1964, p. 43-291
- (2) Bituminous Materials in road construction, Her Majesty's stationary office ed. (London) 1962, p. 88-124
- (3) DROW R., BESTOUGEFF H., VOINOVIITCH I.A., Contribution à l'étude des états structuraux des bitumes, Rapp. Rech. LCPC, 75, (Paris), 1978
- (4) DICKIE J.P., YEN T.F., Anal. Chem. 39 (14), 1967, p. 1847
- (5) BRULE B. Characterization of bituminous compounds by Gel permeation chromatography (GPC), J. Liq. Chrom. 2 (2), 1979, P. 165-192
- (6) BRULE B., Contribution de la chromatographie sur gel perméable (GPC) à caractérisation qualitative et quantitative des bitumes. Structure colloïdale, Rapp. Rech., LCPC, n° 76, (Paris), 1978
- (7) MIGLIORI F., BRULE B., Le pic d'interaction, Bulletin de Liaison Lab. des Ponts et Chaussées (à paraître)
- (8) SUCH C., Etude de la structure des bitumes, Rapp. LCPC (RDUP), (Paris) 1982
- (9) SUCH C., FRIAA A., Un modèle rhéologique de type Maxwell-Norton pour le bitume routier, Cahier Gr. Franç. Rhéologie, 5 (4), 1980, P.155
- (10) SOLEMANN P., Etude sur le comportement visqueux des matériaux bitumineux par la méthode de fluage, thèse univers. (Paris) 1965
- (11) SUCH C., Analyse du comportement visqueux des bitumes, Bull. Liaison Lab. des P. et Ch., 127, 1983, p. 25,35
- (12) DAVIES J.T., RIDEAL E.K., Interfacial phenomena, II<sup>d</sup> edition, Academic Press (N.Y. and London) 1963, p. 154-216
- (13) STANLEY H.E., Introduction to phase transitions, Oxford Univers. Press 1970
- (14) Voir (12), p. 167- L'épaisseur calculée pour une solution d'acide stéarique et d'un aluminium est de 13  $\mu\text{m}$ .
- (15) FISCHER M.E., de GENNES P.G., Phénomène aux parois dans un mélange binaire critique, C.R.Acad.Sc. PARIS, t 287, série B, 1978, p. 207
- (16) de GENNES P.G., Ecoulements viscosimétriques de polymères enchevêtrés, C.R. Acad. Sc. (Paris), t 288, série B, 1979, p. 219
- (17) de GENNES P.G., J. Chem. Phys., 55, 1971, p. 572
- (18) ENSLEY E.K., Multilayer absorption with molecular orientation of asphalt on minéral aggregate and other substrates, J. Appl. Chem. Biotechnol., 25, 1975, p. 671-682
- (19) TRAMUS J., Instrument de pesage à équilibre non automatique, Techniques de l'Ingénieur - Vol. Mesure et Contrôle, R 1732  
1 à 19

APPAREILLAGE POUR LA MESURE DE L'IMPEDANCE MECANIQUE DANS  
DES MATERIAUX VISCO-ELASTIQUES EN COUCHES MINCES  
DEVICE FOR MECHANICAL IMPEDANCE MEASUREMENT ON VISCO-ELASTIC  
MATERIAL IN THIN LAYER

M. GAGNON, J.F. PALIERNE et G. DURAND - Laboratoire de Physique des Solides  
Université de Paris-Sud, Bât. 510 - 91405 ORSAY CEDEX

## RESUME

Nous avons réalisé un appareillage de mesure d'impédance mécanique, c'est-à-dire du rapport  $Z = \sigma/\epsilon$  entre la contrainte  $\sigma$  transmise par un échantillon et la déformation imposée  $\epsilon$ . Ce dispositif, initialement prévu pour l'étude des propriétés mécaniques des cristaux liquides, est adapté à d'autres matériaux visco-élastiques. Les mesures sont effectuées sur des échantillons minces d'épaisseur comprise entre 20 et 500  $\mu\text{m}$  pour une surface de 1  $\text{cm}^2$ . Le déplacement imposé, en compression ou en cisaillement, a une amplitude comprise entre 1 et 300 Å; il peut avoir diverses formes et peut être sinusoïdal avec une fréquence comprise entre  $10^{-3}$  et  $10^4$  Hz. L'amplitude et la phase de la contrainte transmise sont mesurées avec une sensibilité de  $10^5$  dyne/ $\text{cm}^2$  pour l'amplitude. Il est également possible d'utiliser l'appareil en viscosimètre.

## ABSTRACT

A device was built in order to measure a mechanical impedance, i.e. the ratio  $Z = \sigma/\epsilon$  between the transmitted stress  $\sigma$  through a specimen and the imposed deformation  $\epsilon$ . This apparatus, built for the study of liquid crystals mechanical properties, is adequate for measurements on other visco-elastic materials. Measurements are carried out on thin specimens, with a thickness in the range 20-500  $\mu\text{m}$  and an surface of 1  $\text{cm}^2$ . The amplitude of the imposed displacement, by compression or shear, is between 1 and 300 Å; it may have different forms, and may be sinusoidal with a frequency in the range  $10^{-3}$  -  $10^4$  Hz. Amplitude and phase of the transmitted force are measured with an accuracy of  $10^5$  dyne/ $\text{cm}^2$  for the amplitude. The apparatus may also be used for viscosity measurements.

## INTRODUCTION

L'appareillage présenté a été mis au point pour l'étude des propriétés mécaniques des cristaux liquides et est donc adapté aux contraintes expérimentales rencontrées dans l'étude de ce type de matériaux. Son domaine d'utilisation peut être étendu à d'autres corps visco-élastiques étudiés en couche mince, de quelques microns à 500 microns d'épaisseur, sur une surface de l'ordre du  $\text{cm}^2$ .

Le principe de la mesure consiste à imposer un déplacement sur l'une des faces de l'échantillon et à mesurer la force transmise sur l'autre face. Etant donnée la faible épaisseur des échantillons, le déplacement imposé doit être très faible pour pouvoir travailler dans le domaine de l'élasticité linéaire et, par suite, les forces mesurées sont également très faibles. Les transducteurs utilisés sont des céramiques piézo-électriques, préalablement polarisées, permettant d'atteindre ces faibles valeurs de déformation et de contrainte; il est possible de créer différents types de sollicitations, compression, cisaillement, de formes différentes suivant la loi de variation avec le temps de la tension appliquée à la céramique créant la déformation. Ceci donne au montage une grande souplesse : possibilité de déformation sinusoïdale, à vitesse de déformation constante, en signaux carrés avec étude de la relaxation, etc....

Nous décrivons ci-dessous le montage expérimental en précisant ses caractéristiques et ses limites, puis nous citerons quelques exemples d'application sur les cristaux liquides et sur son utilisation en viscosimètre.

### I - MONTAGE EXPERIMENTAL

#### I.1. Cellule de mesure

Le montage a pour élément de base une cellule de mesure schématisée sur la figure 1. La cellule est formée de deux demi-boîtiers en acier inox maintenus

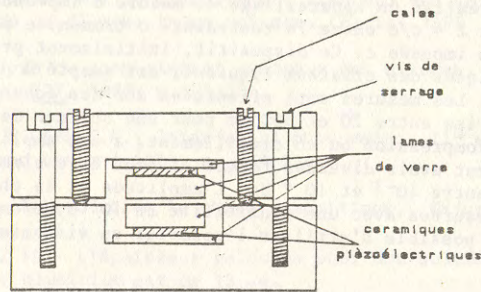


Fig. 1 : Schéma de la cellule de mesure

par 3 vis de serrage et 3 vis jouant le rôle de cales; l'ensemble forme un cylindre de 4 cm. de diamètre et de 2 cm de hauteur; ces dimensions réduites sont utiles d'une part pour permettre l'introduction de la cellule dans un four réglé et contrôler la température, d'autre part pour placer l'ensemble sur une platine de microscope permettant l'observation de l'échantillon et le contrôle optique de sa qualité (orientation, présence de défauts, etc....); à cet effet les boîtiers et les céramiques sont percés d'un trou central permettant le passage de la lumière.

Dans chaque demi-boîtier, les céramiques piézoélectriques sont fixées, avec une colle ou un ciment conducteurs, et isolées du boîtier par une lame de verre. Une autre lame de verre est fixée sur la seconde face de chaque céramique; c'est entre ces dernières lames que l'échantillon est introduit par capillarité, dans une phase peu visqueuse à haute température, une fois les boîtiers

vissés. Au préalable, le parallélisme et l'épaisseur entre les lames de verre ont été réglé à l'aide des 3 vis de serrage et des 3 cales. Le parallélisme est contrôlé par l'écart entre les réflexions d'un faisceau laser sur chacune des lames de verre intérieures (précision  $\sim 10^{-3}$  radian) et l'épaisseur est mesurée au microscope optique par mises au point successives sur les imperfections de surface des lames de verre, ce qui permet d'atteindre une précision de l'ordre de  $5 \mu\text{m}$ .

Les céramiques piézoélectriques sont à base de titanate de baryum et fournies par Quartz et Silice. Leur sensibilité est environ 100 fois plus grande que celle de cellules en quartz. Elles ont la forme de parallélépipèdes plats ou d'anneaux et ont été polarisées soit parallèlement, soit perpendiculairement aux grandes faces, ce qui permet de créer des déplacements respectivement de cisaillement ou de compression, en appliquant une tension entre leurs faces; de même la mesure de la tension apparaissant sur la seconde céramique permet d'en déduire la force exercée par l'échantillon.

#### I.2. Electronique

La figure 2 schématise le montage électronique. La tension appliquée à la céramique de déformation est fournie par un générateur de fonctions muni d'une sortie "synchronisation" qui sert d'horloge à tout l'ensemble. Pour la mesure de la force, le faible signal (quelques microvolts) fourni par la céramique capteur doit être amplifié sans déformation ni introduction de bruit.

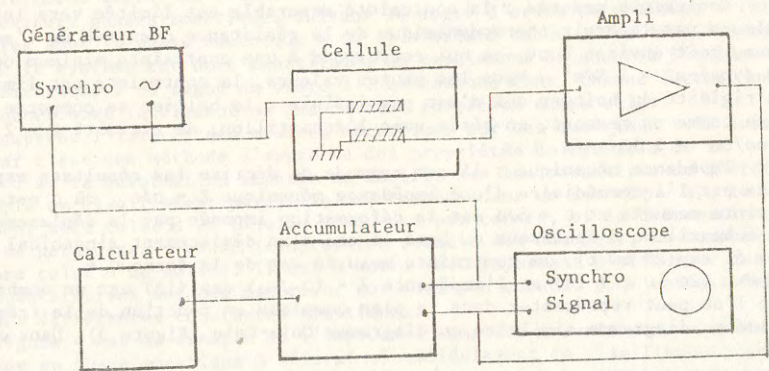


Fig. 2 : Schéma du montage électronique

Il a été nécessaire de construire un amplificateur pouvant fournir un gain égal à 1.000, sans rotation de phase dans la gamme de fréquences utilisée (depuis une tension continue jusqu'à 10 KHz). De plus l'impédance d'entrée doit être grande ( $> 10^{11} \Omega$ ): en effet chaque céramique a une capacité  $C$  de l'ordre de  $1 \text{ nF}$  et forme avec la résistance d'entrée  $R$  de l'amplificateur un circuit électrique de constante de temps  $RC$ , et par suite crée une relaxation d'origine électrique que l'on peut confondre avec une relaxation mécanique de l'échantillon; avec des transistors à effet de champ à haut isolement d'entrée, ces caractéristiques ont pu être assurées, la constante de temps électrique étant supérieure à 100 s.

Après amplification, le signal reçu est comparé à la tension appliquée par visualisation sur un oscilloscope à mémoire; il peut aussi être enregistré sur

un accumulateur digital, découpant un temps donné en 1.000 intervalles et additionnant les valeurs de la tension fournie en chaque instant sur un grand nombre de périodes; ceci permet d'augmenter le rapport signal/bruit. Enfin un calculateur permet de traiter ces données pour déterminer, par exemple, l'amplitude et la phase de la contrainte par rapport à la déformation dans le cas d'une sollicitation sinusoïdale.

### 1.3. Caractéristiques et limites du montage

Dimensions de l'échantillon : de qq mm<sup>2</sup> à 1 cm<sup>2</sup> sur une épaisseur variant de 10 à quelques centaines de microns. Ceci permet d'effectuer des mesures avec des masses de matière de l'ordre du mg.

Déformation imposée : avec les céramiques utilisées, le déplacement imposé, en cisaillement comme en compression, est de 4 Å par volt appliqué et n'est limité vers les hautes valeurs que par la tension de claquage de la céramique (600 V). Il est donc possible de créer des déplacements dans une gamme comprise entre une fraction et quelques centaines d'Å, et des déformations aussi faibles que 10<sup>-6</sup>. Dans le cas de déformation sinusoïdale, le domaine de fréquences utilisables est compris entre 10<sup>-3</sup> et 10<sup>4</sup> Hz. La limite inférieure est liée au temps de relaxation électrique du circuit qui ne doit pas être trop faible devant la période. Par ailleurs, la conductibilité propre des céramiques augmente avec la température et fait monter la limite inférieure des fréquences utilisables d'un facteur 10 tous les 25°C environ pour atteindre 1 Hz à 100°C. La limite vers les hautes fréquences est liée à l'apparition des résonances mécaniques du boîtier, dont la première se situe vers 15 KHz.

Contrainte mesurée : la contrainte mesurable est limitée vers les faibles valeurs par le bruit thermodynamique de la résistance d'entrée de l'amplificateur, soit environ 8 μV, ce qui correspond à une contrainte minimum de 10 dyne/cm<sup>2</sup> = 1 N/m<sup>2</sup>. Vers les hautes valeurs, la contrainte est limitée par la rigidité du boîtier qui n'est pas infinie : le boîtier se comporte en compression comme un ressort, en série avec l'échantillon, de rigidité K = 2 · 10<sup>10</sup> dyne/cm = 2 · 10<sup>7</sup> N/m.

Impédance mécanique : il est commode de décrire les résultats expérimentaux par l'intermédiaire d'une impédance mécanique  $Z = \sigma/\epsilon$ , où  $\sigma$  est la contrainte mesurée et  $\epsilon = \delta/d$  est la déformation imposée par le déplacement  $\delta$  sur un échantillon d'épaisseur  $d$ . Dans le cas d'un déplacement sinusoïdal  $\delta = \delta_0 \exp(2\pi i \nu t)$ , la contrainte mesurée est de la forme  $\sigma = \sigma_0 \exp(2\pi i \nu t + i\phi)$  et l'impédance  $Z = (\sigma_0/\epsilon_0) \exp(i\phi)$  est un nombre complexe que l'on peut représenter dans le plan complexe en fonction de la fréquence, selon un diagramme similaire au diagramme Cole-Cole (Figure 3). Dans cette

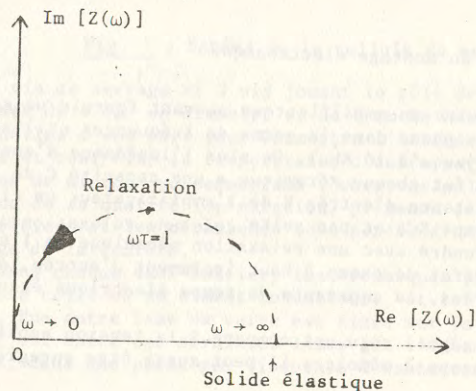


Fig. 3 : Représentation dans le plan complexe de l'impédance mécanique d'un corps viscoélastique (modèle de Maxwell).

représentation un solide élastique est représenté par un point de l'axe réel à toutes fréquences, la valeur de l'impédance étant égale au module d'élasticité mesuré; un liquide visqueux a une impédance  $Z = i \eta \omega$  et est représenté par une droite, sur l'axe imaginaire; un solide visco-élastique est représenté par une courbe tendant vers un point de l'axe réel à haute fréquence et vers l'axe imaginaire dans la limite des basses fréquences. Cette courbe est un demi-cercle dans le cas du modèle de Maxwell (1 seul temps de relaxation) et devient une courbe aplatie dans le cas d'une distribution de temps de relaxation.

Les limitations présentées plus haut entraînent que les impédances mesurables sont comprises entre 10<sup>5</sup> et 2 · 10<sup>8</sup> cgs soit entre 0,01 et 20 MN/m<sup>2</sup>.

### II - EXEMPLES D'UTILISATION

Notre appareillage n'a jusqu'à présent été utilisé que pour l'étude des propriétés mécaniques de cristaux liquides. Ce type de matériaux, dont on trouvera une description dans la référence (1), se caractérise par des propriétés de symétries intermédiaires entre l'état solide et l'état liquide. Les cristaux liquides sont essentiellement constitués de molécules dissymétriques, en forme de bâtonnet ou de disque. Les cristaux liquides thermotropes présentent, entre l'état solide à basse température et l'état liquide isotrope à haute température, une succession de phases intermédiaires où l'ordre de position et l'ordre d'orientation des molécules se détruit progressivement lorsque la température augmente. Ainsi les phases dites smectiques sont caractérisées par un ordre de position dans une seule direction; le système peut être décrit comme un ensemble régulièrement empilé de couches de molécules parallèles entre elles; on distingue plusieurs phases smectiques suivant le degré d'ordre de position : les plus simples sont la phase smectique A où il n'existe aucun ordre dans les couches et où le système est donc constitué d'un empilement de couches liquides et la phase smectique B où règne un ordre à 2 dimensions dans chaque couche, mais où les couches sont faiblement ou pas du tout corrélées entre elles.

On comprend l'intérêt des mesures mécaniques sur ces matériaux très anisotropes, car c'est une méthode d'approche des propriétés de symétrie de la structure : si la déformation imposée ne modifie pas les paramètres de l'ordre (par exemple un cisaillement parallèle aux couches dans un smectique A), le comportement sera celui d'un liquide visqueux; par contre, si la déformation modifie les paramètres d'ordre (compression normale aux couches), le comportement sera celui d'un solide. Il est d'autre part important d'effectuer des mesures quantitatives sur ces matériaux nouveaux peu connus, pour obtenir les valeurs des différentes constantes élastiques.

La figure 4 est un exemple de l'impédance complexe mesurée sur un cristal liquide en phase smectique B déformé sinusoïdalement en cisaillement; les chiffres sur la figure représentent les fréquences en Hz. Le comportement est celui d'un corps viscoélastique avec une partie dissipative, représentée par la

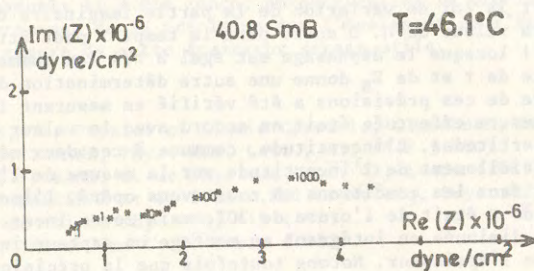


Fig. 4 : Exemple d'impédance mécanique d'un cristal liquide smectique B déformé en cisaillement.

partie imaginaire de l'impédance, relativement faible.

Il a été possible, avec ce type d'expérience, de montrer que certains smectiques B se comportent comme un solide élastique à trois dimensions à haute fréquence (2) et se déforment plastiquement à très basse fréquence (3). L'analyse des constantes élastiques avec la température au voisinage d'une transition de phase (4) donnent des indications sur la nature de cette transition. Il a aussi été possible de mettre en évidence des instabilités d'ondulation des couches dans un smectique A (5). Des mesures de constantes élastiques ont également été faites sur des cristaux liquides discotiques (6), composés de molécules plates, en forme de disques, qui s'empilent en colonnes régulières et parallèles.

Dans tous ces exemples, les caractéristiques de notre appareillage ont permis d'obtenir des résultats expérimentaux relativement précis en effectuant les mesures sur des quantités de matière très faibles, ce qui est important pour certains de ces corps difficiles à synthétiser.

### III - UTILISATION EN VISCOSIMETRE

Dans le cas où l'échantillon est un liquide visqueux, l'appareil permet de mesurer sa viscosité avec une bonne précision. On utilise dans ce cas le montage muni de céramiques de compression avec une déformation sinusoïdale; le mouvement de la plaque de verre transmettant la déformation comprime le liquide et le chasse latéralement dans un mouvement freiné par la viscosité. Il a été montré (6) que, dans ces conditions, l'écoulement latéral est un écoulement de Poiseuille; il est alors possible de calculer les champs de pression et de vitesse, compte tenu de la géométrie de l'échantillon et des conditions aux limites, et d'en déduire l'impédance mécanique mesurée.

Dans la limite des basses fréquences, on trouve que l'impédance est purement imaginaire et de la forme  $Z = \alpha(S/d^2) i\omega\eta$ , où  $\alpha$  est un paramètre dépendant de la forme de l'échantillon et voisin de 0,4,  $\omega = 2\pi\nu$  est la pulsation utilisée et  $\eta$  la viscosité du liquide. On remarque que la géométrie du système et le mouvement latéral du fluide ont pour conséquence de multiplier l'impédance par un facteur  $S/d^2$ , où  $S$  est la surface de l'échantillon et  $d$  son épaisseur; ce facteur est environ  $10^4$  à  $10^5$ , ce qui fait l'intérêt de ce montage et permet d'atteindre des viscosités de l'ordre de 1 cp.

D'autre part, le boîtier se déforme élastiquement et la déformation totale imposée se répartit entre celle du boîtier et celle de l'échantillon. L'impédance résultante est alors  $Z = Z_B / (1 + i\omega\tau)$  où  $Z_B$  est l'impédance équivalente du boîtier et  $\tau$  un temps de relaxation défini par  $\tau = \eta\alpha S / Z_B d^2$ . Le graphe de cette impédance dans le plan complexe est un demi-cercle tendant vers le point de l'axe réel  $Z = Z_B$  à haute fréquence et dont le comportement à basse fréquence est celui décrit ci-dessus.

La valeur de la viscosité peut donc être déduite de deux façons différentes à partir des mesures de l'impédance mécanique en fonction de la fréquence : d'une part la loi de variation de la partie imaginaire de  $Z$  à basse fréquence donne la valeur de  $\eta$ . D'autre part le temps  $\tau$  peut être obtenu en remarquant que  $\omega\tau = 1$  lorsque le déphasage est égal à  $\pi/4$  (au sommet du demi-cercle); la connaissance de  $\tau$  et de  $Z_B$  donne une autre détermination de  $\eta$ .

L'ensemble de ces prévisions a été vérifié en mesurant la viscosité d'huile étalon et la mesure effectuée était en accord avec la valeur donnée dans la limite des incertitudes. L'incertitude, commune à ces deux méthodes de mesure, provient essentiellement de l'incertitude sur la mesure de l'épaisseur  $d$  de l'échantillon; dans les conditions où nous avons opéré, l'incertitude relative sur la mesure de  $\eta$  était de l'ordre de 30%, mais cette incertitude pourrait être fortement diminuée en intégrant au montage un capteur in situ pour la mesure précise de l'épaisseur. Notons toutefois que la précision devient bien meilleure si on effectue des mesures différentielles sur un même échantillon.

C'est ce qui a été fait dans l'étude de la viscosité de la phase dite "liquide isotrope" d'un cristal liquide discotique à haute température (6). Un exemple d'une courbe décrivant l'impédance mécanique en fonction de la fréquence est donné figure 5 : on a bien un graphe en forme de demi-cercle tangent à l'axe imaginaire à basse fréquence; les deux mesures de la viscosité coïncident et on trouve ici  $\eta = 22$  cp. Le comportement de la viscosité a pu être étudié en fonction de la température dans la phase liquide : la viscosité suit une loi d'Arrhenius usuelle, sauf au voisinage de la température de transition entre la phase liquide et la phase cristal liquide où la déviation observée a permis de mettre en évidence un effet prétransitionnel.

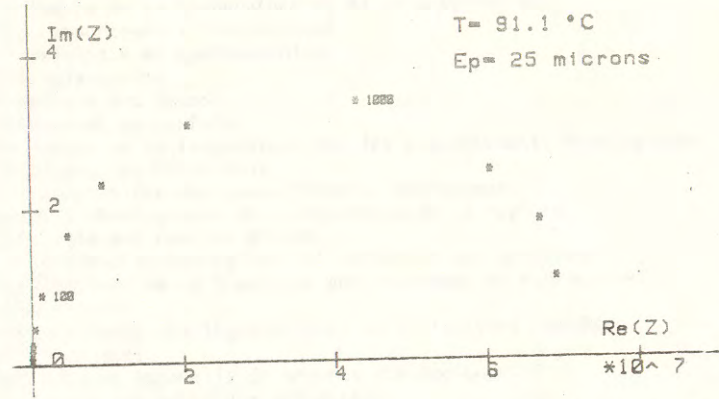


Fig. 5 : Impédance mécanique obtenue dans la phase liquide d'un échantillon discotique.

### CONCLUSION

Nous avons décrit un montage expérimental permettant des mesures de la contrainte en fonction de la déformation imposée sur des corps visco-élastique étudiés en couche mince. Les principaux avantages de ce montage sont les suivants : il est possible de créer différents types de déformations avec des valeurs très faibles; les mesures peuvent être effectuées sur des quantités de matière très faibles; la détermination de l'impédance mécanique complexe permet de distinguer à toute fréquence les composantes élastique et dissipative de la réponse de l'échantillon; enfin le montage permet de mesurer la viscosité d'un liquide dans une gamme assez large. Des améliorations peuvent être apportées à ce montage pour l'adapter à d'autres corps que les cristaux liquides, pour lesquels il a été conçu; en particulier la précision des mesures dépend fortement de la précision sur l'épaisseur de l'échantillon et un dispositif de mesure de cette épaisseur serait utile.

### BIBLIOGRAPHIE

- 1) P.G. de GENNES, The Physics of Liquid Crystals, Clarendon, Oxford (1974).
- 2) M. CAGNON et G. DURAND, Phys. Rev. Lett., 45, 1418 (1980).
- 3) M. CAGNON et G. DURAND, J. de Physique Lett. 42, L-451 (1981).
- 4) M. CAGNON, J.F. PALIERNE et G. DURAND, Mol. Cryst. Liq. Cryst. 82, 185 (1982).
- 5) G. DURAND, J. de Chimie Phys. 80, 119 (1983).
- 6) J.F. PALIERNE, Thèse 3ème Cycle Orsay (1983).



LES COLLOQUES ANNUELS DU GROUPE FRANCAIS DE RHEOLOGIE (1965-1985)

THE ANNUAL COLLOQUIA OF THE FRENCH GROUP OF RHEOLOGY (1965-1985)

1 - Rhéologie des systèmes à 2 phases	1965
2 - Aspects énergétiques en Rhéologie	1966
3 - Progrès récents des effets du 2eme ordre	1967
4 - Rhéologie en relation avec la structure	1968
5 - Comportements mécaniques des matériaux composites	1969
6 - Influence de la température et de la pression sur les comportements rhéologiques	1970
6bis - Rhéologie et hydrotechnique	1970
7 - Viscoplasticité	1971
8 - Rhéologie des bétons	1973
9 - Phénomènes de surface	1974
10 - Influence de la température sur les comportements rhéologiques	1975
11 - Rhéologie des corps mous	1976
12 - Thermodynamique des comportements rhéologiques	1977
13 - Aspects rhéologiques de la mécanique de la rupture	1978
14 - Rhéologie des couches minces	1979
15 - Comportements rhéologiques et structure des matériaux	1980
16 - Applications de la Rhéologie aux problèmes de fabrication industrielle	1981
17 - Comportements rhéologiques sous sollicitations rapides ou dynamiques	1982
18 - Méthodes et Appareils de mesures rhéologiques	1983
19 - Rhéologie des matériaux anisotropes	1984
20 - Vingt ans de Groupe Français de Rhéologie : Progrès récents	1985

Renseignements sur conditions d'obtention des Comptes-Rendus :  
*Information on conditions to obtain Proceedings :*

Cahiers du Groupe Français de Rhéologie

CERMaC  
ENPC

La Courtine B.P. 105

93194 NOISY LE GRAND CEDEX  
France

tel : (1) 304 40 98

## LE GROUPE FRANÇAIS DE RHEOLOGIE

### THE FRENCH GROUP OF RHEOLOGY

La Rhéologie est la science des DEFORMATIONS et ECOULEMENTS de la matière, des CONTRAINTES qui en résultent et des EFFORTS qu'il faut lui appliquer pour les obtenir.

UNIVERSELLE, on la rencontre dans tous les domaines de l'activité humaine, et ses applications vont de la mise en forme des produits industriels quel qu'en soit le matériau, aux comportements de la matière vivante, en passant par la tenue des pneumatiques ou la durabilité des constructions. Son impact économique est donc considérable.

INTERDISCIPLINAIRE, elle fait appel à la MECANIQUE, à la PHYSIQUE, à la CHIMIE, à la BIOLOGIE, qui lui fournissent ses instruments de base, et se montre utile à chacune de ces disciplines.

ASSOCIATION SANS BUT LUCRATIF à vocation purement scientifique fondée en 1964 et régie par la loi de 1901, le GROUPE FRANÇAIS DE RHEOLOGIE a pour OBJECTIFS de contribuer au DEVELOPPEMENT des études et recherches relatives à la Rhéologie, et de favoriser la DIFFUSION ou le TRANSFERT des progrès accomplis dans ses diverses branches.

Dans ce but, le Groupe Français de Rhéologie

- organise des REUNIONS où les chercheurs et les industriels peuvent présenter et discuter leurs résultats ou leurs préoccupations ;
- entretient des relations avec le COMITE INTERNATION DE RHEOLOGIE et les SOCIETES DE RHEOLOGIE d'autres pays ;
- organise un COLLOQUE NATIONAL ANNUEL ;
- édite des CAHIERS consacrés aux exposés scientifiques (une cinquantaine de numéros édités à ce jour), et un BULLETIN consacré aux informations courantes ;
- contribue à la clarification du langage par l'établissement d'un DICTIONNAIRE ;
- etc...

Cette activité vous intéresse et vous souhaitez devenir membre ou obtenir de plus amples renseignements, écrivez à l'adresse ci-dessous :

GROUPE FRANÇAIS DE RHEOLOGIE  
Secrétariat Général

C.E.B.T.P.  
12, rue Brancion  
75737 PARIS CEDEX 15

#### Anciens Présidents du G. F. R. :

J. MANDEL (Président fondateur, 1964-1967)

M. JOLY (1967-1970)

B. PERSOZ (1970-1973)

P. HABIB (1973-1976)

R. COURTEL (1976-1979)

C. HUET (1979-1983)

Président actuel : J.D. WEBER (1983- )

---

Association régie par la loi du 1.7.1901 J.O. du 30.7.1964  
CCP PARIS 8045-90 K