



Université de Batna
Département d'Electrotechnique
Faculté des sciences de l'ingénieur



Mémoire
De Magistère En Électrotechnique
Option : Matériaux d'Électrotechniques

Thème

Contrôle Non Destructif et Propriétés Rhéologiques
Des Matériaux Diélectriques Mous

Présenté par :

KADDOUR BENYAHIA

Titulaire D'un Diplôme DES Physique
Option Électronique De L'université De Batna

Devant le jury composé de :

A . BENOUDJIT	Professeur	Université de Batna	Président
A . BENHAYA	M.C	Université de Batna	Rapporteur
L . BENYAHIA	Professeur	Université du Maine(France)	Co-Rapporteur
A . BELGACEM BOUZIDA	Professeur	Université de Batna	Examineur
S . MESSAADI	M.C	Université de Batna	Examineur
L . MOKHNACHE	M.C	Université de Batna	Examinatrice
M . BAHRI	M.C	Université de Biskra	Examineur

Remerciements :

Je remercie en premier lieu Dieu pour m'avoir donné de la force et de la patience pour mener à terme ce travail.

Je voudrais tout d'abord exprimer mes remerciements sincères à Monsieur Abdelhamid BENHAYA, Maître de Conférences au Département d'Electronique de l'université de Batna, d'avoir accepté de superviser ce travail et qui par son expérience et son enthousiasme, m'a aussi donné beaucoup de propositions tout au long de ce projet.

Je voudrais également exprimer ma profonde reconnaissance à Monsieur Lazhar BENYAHIA Professeur Responsable du laboratoire polymère colloïde, Université du (France) d'avoir accepté de diriger ce travail, de m'accueillir au sein de son Laboratoire et d'avoir mis à ma disposition les moyens matériels et logistiques indispensables à la réalisation des manipulations relatives à la partie rhéologie.

J'adresse aussi mes remerciements au professeur Tabellout, Responsable du Laboratoire LPEC à l'Université du Maine (France), qui sans lui les manipulations relatives aux ultrasons n'auraient vu le jour.

Je tiens bien à remercier Monsieur BENOUDJIT Azzedine, Professeur à l'Université de Batna, d'avoir accepté de juger ce travail et de présider le jury d'examination. Ses précieux conseils tout au long de mon travail et sa rigueur ont été un vrai capitale dans l'atteinte des objectifs de mon mémoire.

Je tien à remercier MM. BAHRI Mebarek, Maître de conférences à l'Université de Biskra, BELGACEM BOUZIDA Aissa, Professeur à l'Université de Batna, MESSAADI Saci, Maître de Conférences à l'université de Batna et MOKHNACHE Leila, Maître de Conférences à l'Université de Batna, qui ont accepté de juger ce travail et de faire partie du jury.

Finalement Je dédie ce travail à ma femme et mes enfants Abderraouf, Imène et soumia pour leur encouragement et le soutien moral tout le long de la période de réalisation de ce travail.

Résumé :

Le but principal de ce travail est de trouver un point commun entre l'étude rhéologique et l'application des ultrasons (technique non destructive), à l'étude des performances des huiles des transformateurs a basse et haute tension. Ces huiles, qui ont un double rôle d'isolation électrique et de refroidissement, se détériorent par la conjonction de plusieurs phénomènes à savoir :

- Cycle thermique (changement de température).
- Production de flashes dans les transformateurs.
- Oxydation due à la présence de la vapeur d'eau et d'oxygène
- Phénomènes thermique et électrique (décharge partielle, point chaud ...)

Tous ces phénomènes contribuent évidemment au claquage des transformateurs et induisent des pertes financières importantes.

Pour remédier à ces problèmes, on a opté pour une méthode simple et non coûteuse qui est l'étude rhéologique de matériaux de viscosités différentes (huile silicones, shampoing et gel de cheveux) accompagnée de la technique des ultrasons pour vérification et validation des résultats.

L'étude des propriétés mécaniques des produits retenus dans le cadre de cette étude a été accomplie par des mesures rhéologiques à basse fréquence et par la technique des ultrasons à haute fréquence.

Les résultats obtenus ont révélé trois comportements :

- Un comportement newtonien pour les huiles
- Un comportement de liquide viscoélastique pour le champoing
- Un comportement élastique parfait pour le gel de cheveux

Ces comportements nous ont permis de conclure qu'il n'est pas possible de différencier des huiles de même nature mais de viscosités différentes en ultrason et que le paramètre commun, entre la rhéologie et l'application des ultrasons, est la présence d'un caractère élastique dans le matériau facilement détectable par les ultrasons et les mesures rhéologiques.

Mot clé : *Contrôle non destructif, ultrasons, rhéologie, viscoélasticité linéaire, matière molle*

Sommaire

INTRODUCTION GENERALE	6
1. CHAPITRE I : ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE	9
1.1. LA RHEOLOGIE.....	9
1.1.1. Qu'est ce que la "rhéologie" ?	9
1.1.1. Historique de la rhéologie ou Hooke et Newton, les pionniers.....	9
1.1.2. Viscosité et différents types d'écoulement.....	11
1.1.3. Principaux comportements rhéologiques.....	12
1.1.4. Influence des paramètres moléculaires sur la rhéologie des polymères.....	15
1.2. VISCOÉLASTICITÉ LINÉAIRE.....	20
1.2.1. Sollicitation périodique	20
1.2.2. Exploitation quantitative des tests dynamiques.....	21
1.2.3. Dépendance en fréquence de quelques matériaux typiques.....	22
1.3. MODELES VISCOELASTIQUES ANALOGIQUES	24
1.3.1. Liquide de MAXWELL.....	24
1.3.2. Solide de KELVIN VOIGT	28
1.3.3. Modèles analogiques généralisés.....	31
1.3.4. Spectres de temps de relaxation et de temps de retard	34
1.4. CONCLUSION.....	35
2. CHAPITRE II : INTERPRETATION.....	37
2.1. INTRODUCTION.....	37
2.2. PROPAGATION DES ONDES ULTRASONORES	37
2.2.1. Ondes L et ondes T.....	38
2.2.2. Propagation dans les solides élastiques	38
2.2.3. Propagation dans les fluides purement visqueux	40
2.2.4. Propagation dans les milieux viscoélastiques.....	41
2.3. CONCLUSION.....	44
3. CHAPITRE III : INTERPRETATION.....	46
3.1. MATERIAUX	46
3.1.1. Les huiles silicones.....	46
3.1.2. Shampooining	46
3.1.3. Gel pour cheveux	47
3.2. MATERIEL	47
3.2.1. Rhéomètre et rhéométrie.....	47
3.2.2. Rhéomètre rotatif cône-plan	47
3.2.3. Protocoles.....	48
3.3. DESCRIPTION DU DISPOSITIF US	49
3.3.1. Partie Emission - Réception.....	49
3.3.2. Traducteurs ultrasonores.....	49
3.3.3. Cellule de mesure.....	50
3.3.4. Traitement numérique	50
4. CHAPITRE IV : RESULTATS.....	53
4.1. RHEOLOGIE	53
4.1.1. Ecoulement	53
4.1.2. Viscoélasticité linéaire	56
4.1.3. Conclusion.....	61
4.2. LES MESURES EN ULTRASONS.....	61
4.2.1. Les huiles silicones.....	61
4.2.2. Shampooining	62
4.2.3. Gel pour cheveux	63

5. CHAPITRE V : INTERPRETATION	65
5.1. COMPARAISON ECOULEMENT - DYNAMIQUE	65
5.2. LES ULTRASON.....	67
CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES	68
REFERENCES	69
LISTE DES FIGURES	70
LISTE DES TABLEAUX	72

Introduction générale

Un des grands challenges de la production est la durabilité des matériaux. Mise à part l'importance de l'enjeu économique, la fiabilité lors des applications, pour des raisons de sécurité notamment, est encore plus importante. Dans le cas des polymères et des huiles, la dégradation est sans doute plus critique pour deux raisons : la prépondérance des polymères dans la vie de tous les jours (textile, transport, santé ...) et la sensibilité, parfois excessive de certaines polymères, à la température et aux rayonnements (UV, IR...). Le cas particulier des transformateurs de haute tension illustre bien ces propos. En effet, suite à l'augmentation de température et, certainement, la production d'éclairs dans les boîtes des transformateurs, l'huile de refroidissement et d'isolation se détériore au cours du temps diminuant ainsi le rendement du transformateur et pouvant même provoquer des incidents. Une question se pose alors : comment peut-on rendre compte de l'état de l'huile des transformateurs ?

L'idée relativement séduisante et pratique, pour répondre à ce besoin, est l'utilisation des mesures ultrasons. En effet, le fait que ces mesures soient sans contact, on pourrait imaginer les mettre en œuvre sans l'arrêt des installations et de manière quasi-continue pour un contrôle régulier des installations.

Cependant, il faudrait répondre d'abord à plusieurs questions fondamentales : que signifie la dégradation des huiles des transformateurs ? S'agit-il d'un changement de viscosité de l'huile ? Si c'est le cas, est-ce qu'elle diminue car les chaînes de polymères sont coupées par les conditions extrêmes dans les transformateurs lors du fonctionnement ou augmente-t-elle car on pourrait imaginer une réticulation certaine au cours du temps ? Dans ce cas, y a-t-il une formation d'un réseau réticulé ou pas, et quelle serait la taille des agrégats dans ce cas ? D'autres hypothèses sont également envisageables. Peut-on avoir des inclusions de particules, ou une incorporation progressive de bulles d'air qui changerait non seulement les propriétés rhéologiques mais également électriques et thermiques des huiles au cours du temps ?

Dans ce travail, nous allons envisager la première hypothèse qui concerne le changement des propriétés rhéologiques des huiles au cours du temps. L'exploration des propriétés mécaniques des huiles sera envisagée par des mesures ultrasons et des mesures rhéologiques. La grande différence entre les deux mesures est la fréquence de mesure. En effet, les mesures rhéologiques mettent en œuvre des fréquences relativement basses alors que les mesures ultrasons se pratiquent à des fréquences très élevées avec le grand avantage de pouvoir faire des mesures in-situ et peut être même lors du fonctionnement des transformateurs. La question qui découle directement de ce constat est la suivante : comment peut-on faire le lien entre les deux types de mesures ?

Pour apporter des éléments de réponse à cette question nous avons choisi de travailler sur des fluides modèles avec des comportements rhéologiques bien choisis :

- une série d'huiles silicones de comportement newtonien et de différentes viscosités pour simuler un changement de viscosité des huiles des transformateurs au cours du temps,
- un liquide viscoélastique modèle à base de micelles géantes (un shampoing) pour simuler une introduction d'une élasticité modérée dans le système,

- puis un gel physique (gel pour cheveux) qui représente un comportement élastique parfait dans le domaine linéaire avec une partie dissipative quasi-négligeable.

Ce travail est exposé dans ce mémoire selon le plan suivant. Après une introduction générale, nous présenterons en bref, dans le chapitre 1, le principe de la rhéologie et de la viscoélasticité linéaire. Dans le chapitre 2, nous introduisons le principe des mesures ultrasons. Le chapitre 3 sera consacré à la présentation des matériaux et des équipements utilisés ainsi que la définition des protocoles, méthodes et conditions de mesures. Le chapitre 4 regroupera les principaux résultats des mesures rhéologies et ultrasons sur les différents matériaux choisis. Dans le chapitre 5, nous allons tenter de préciser les points communs et les divergences entre les deux types de mesures. En fin, nous couronnons ce mémoire par les conclusions de ce travail et dresserons les perspectives et pistes que nous jugeons intéressantes à envisager dans l'avenir.



Chapitre I

Etude bibliographique

Chapitre I : Etude bibliographique

1.1. La Rhéologie

1.1.1. Qu'est ce que la "rhéologie" ?

Le mot Rhéologie [1, 2] a été proposé en 1928 par le Professeur Bingham pour désigner *la science de la déformation et de l'écoulement de la matière*. L'origine du mot rhéologie est grecque et se décompose en :

- Rhéo : couler,
- Logos : étude.

Il s'agit donc d'une discipline très vaste, concernant une grande variété de matériaux (bitumes, peintures, polymères à l'état fondu, élastomères, boues...); et impliquant une grande diversité de disciplines (mécaniciens, mathématiciens, physiciens, physico-chimistes, chimistes...).

La Rhéologie comporte donc différents aspects :

1. caractérisation du comportement du fluide,
2. modélisation des comportements (lois de comportement),
3. calculs prédictifs des comportements lors de la mise en forme, de l'utilisation des matériaux...,
4. compréhension des origines physiques des comportements,
5. ajustement du fluide aux propriétés d'écoulement désirées (c'est une partie du rôle de la formulation).

Cette liste donne un premier aperçu des domaines ouverts (et pas encore couverts !) par la rhéologie mais n'est évidemment pas exhaustive.

1.1.2. Historique de la rhéologie ou Hooke et Newton, les pionniers

En 1678, Robert Hooke développe sa théorie de l'élasticité. A l'aide de différents types de ressorts et de masses, il établit une proportionnalité directe entre la tension (la force appliquée) et l'extension du ressort.

Cette théorie de l'élasticité (essentiellement vraie si les déformations restent modérées) a ensuite été élargie à d'autres matériaux que des ressorts. Elle caractérise un comportement élastique c'est-à-dire,

1. proportionnalité entre déformation et force appliquée
2. retour à l'état non déformé lorsque la force est supprimée
3. (2) est en réalité une conséquence de (1).

En 1687, Newton s'intéressa lui aussi aux liquides et publia dans les "*Principia Mathematica*" quelques idées de base sur les fluides. Il envisagera l'expérience suivante : 2 plaques parallèles séparées par une fine couche de fluide. La plaque inférieure est maintenue fixe, la plaque supérieure déplacée à la vitesse V .



Figure 1: Expérience de Newton

Il réalise qu'il existe une résistance au déplacement de la plaque qu'il attribue à l'absence de glissement au sein du liquide. Cette résistance (la force F) est, toutes choses égales par ailleurs, proportionnelle à la vitesse de déplacement V . Cette proportionnalité varie avec le type de fluide introduit. Elle caractérise donc la résistance à l'écoulement du fluide. Elle contient donc la viscosité du fluide.

Newton mit également en évidence, l'importance de l'épaisseur cisailée. Si pour un fluide donné et une vitesse donnée, l'épaisseur entre les plaques diminue, alors la force F augmente en proportion.

$$\text{Si } d \rightarrow \frac{d}{2} \text{ alors } F \rightarrow 2F \quad \text{Équation 1}$$

La grandeur importante n'est donc pas la vitesse V ou l'espacement d mais le rapport V/d . Ce rapport est appelé gradient de vitesse ou taux de cisaillement et noté $\dot{\gamma}$. La viscosité ainsi vue par Newton se définit comme

$$\eta = \frac{\sigma}{\dot{\gamma}} \quad \text{Équation 2}$$

avec

$$\sigma = \frac{F}{A} \quad \text{Équation 3}$$

et

$$\dot{\gamma} = \frac{V}{d} \quad \text{Équation 4}$$

Avec σ est la contrainte de cisaillement, F est la force de cisaillement et A la surface de la plaque. D'un point de vue dimensionnel, σ est une force par unité de surface soit Nm^{-2} donc des Pascals (Pa), $\dot{\gamma}$ est homogène à des s^{-1} donc l'inverse d'un temps. La viscosité s'exprime donc en Pa.s dans le système d'unités S.I.

Environ au 19^e siècle, les idées de Newton sur la viscosité ont été mises en défaut. On s'aperçut que contrairement à ce que Newton avait annoncé, la viscosité n'est pas toujours constante, quels que soient le niveau de contrainte ou de taux de cisaillement. Son étude, son pourquoi... constituent l'intérêt majeur de la rhéologie moderne.

1.1.3. Viscosité et différents types d'écoulement

Pour définir la viscosité de cisaillement, on donne l'exemple particulièrement simple de cisaillement concernant le mouvement d'un échantillon entre deux surfaces planes, l'une au repos, l'autre animée d'un déplacement parallèle à elle-même. Ce mouvement peut être celui d'une peinture brossée sur un mur, d'une crème cosmétique étendue sur la peau, du beurre étalé sur une tranche de pain ...

Sous l'effet de ce cisaillement, le matériau se décompose en couches planes parallèles entre elles animées de vitesses différentes qui varient continûment entre 0 pour la couche au contact de la surface fixe et V pour la couche au contact avec la surface mobile [3]. On admet en effet que les couches de matériau au contact avec les deux surfaces planes sont solidaires de ces surfaces ; c'est ce qu'on appelle **l'hypothèse de non glissement à la paroi**.

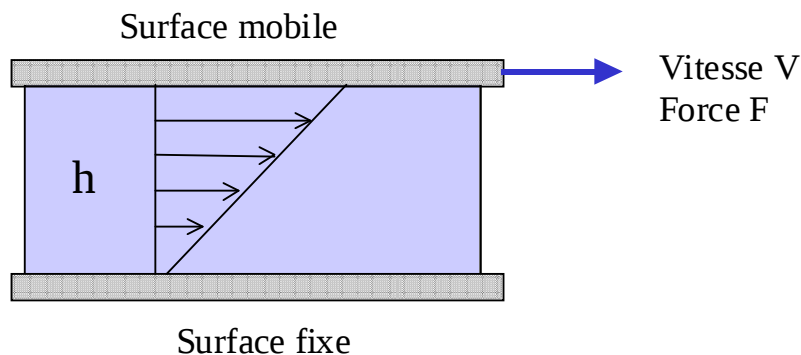


Figure 2: Ecoulement laminaire en cisaillement plan/plan

On définit plusieurs grandeurs importantes : la contrainte de cisaillement : σ et le taux de cisaillement $\dot{\gamma}$.

Le taux de cisaillement $\dot{\gamma}$, encore appelé "vitesse de cisaillement", ou "gradient de vitesse", caractérise la variation de la vitesse entre les couches limites et est égal au quotient de la vitesse V et de l'épaisseur d de l'échantillon. La vitesse étant une longueur divisée par un temps, ce quotient s'exprime donc en seconde⁻¹ (s^{-1}). La valeur de la vitesse de cisaillement dépend par conséquent, non seulement de la vitesse de déplacement de la couche mobile mais aussi et de façon critique de l'épaisseur d cisailée. Si cette dernière est faible, on peut atteindre des vitesses de cisaillement très élevées même avec des vitesses de déplacement relativement faibles, et inversement. Quelques valeurs de taux de cisaillement estimés à partir d'applications diverses sont résumées dans Tableau 1.

Taux de cisaillement (s^{-1})	phénomène
10^{-5}	sédimentation
10^{-2}	coulures
10^2	extrusion
10^3	application peinture pinceau
10^5	injection

Tableau 1: Valeurs types de taux de cisaillement d'applications connues

La *contrainte de cisaillement* est due au déplacement relatif des différentes couches. Il apparaît en effet des forces de frottement entre les couches, forces qui s'exercent

tangentiellement à la surface des couches. On a l'habitude de rapporter ces forces à l'unité de surface et de définir ainsi ce qu'on appelle la contrainte de cisaillement qu'on notera σ , et qui s'exprime en Pascal (Pa).

Il est bien évident que les mouvements de cisaillement réels ne possèdent pas toujours une symétrie plane de translation. C'est ainsi que la plupart des viscosimètres et rhéomètres sont rotatifs et présentent des symétries cylindriques coaxiales, ou cône plateau, ou plateau plateau [2-4]. De même, ces mouvements de cisaillement ne sont pas toujours engendrés par le déplacement d'une paroi solide. Dans de nombreuses applications, le cisaillement est provoqué par une différence de pression appliquée aux extrémités de l'échantillon, ou encore par le seul effet de la pesanteur : c'est le cas des écoulements dans les tubes cylindriques, qu'il s'agisse de canalisations industrielles, de vaisseaux sanguins, de tubes capillaires [1]...

Cette expérience simple dans laquelle on mesure une contrainte en appliquant un taux de cisaillement et réciproquement. Ces deux grandeurs permettent de définir la viscosité en cisaillement, en écrivant que la contrainte est proportionnelle au taux de cisaillement soit :

$$\sigma = \eta \dot{\gamma} \quad \text{ou} \quad \eta = \frac{\sigma}{\dot{\gamma}} \quad \text{Équation 5}$$

La viscosité s'exprime en Pa.s (Pascal.seconde). Elle peut varier très largement. Quelques exemples et ordres de grandeurs sont résumés dans le Tableau 2.

Viscosité (Pa.s)	Matériau
10^{-5}	air
10^{-3}	eau
10	miel liquide
10^{3-5}	polymères fondus
10^8	bitumes
10^{15}	verres

Tableau 2: Quelques exemples de viscosités usuelles

Tout l'intérêt de la rhéologie réside dans le fait que tous les matériaux ne se comportent pas de la même manière sous un cisaillement. Nous avons déjà tous fait de la rhéologie sans le savoir ! Certaines peintures sont épaisses dans le pot mais s'étalent, l'huile même visqueuse coule "facilement" sous son propre poids, ce qui n'est pas le cas du Ketch Up !

1.1.4. Principaux comportements rhéologiques

On s'intéresse à la variation de la viscosité en fonction du taux de cisaillement, **en régime permanent**, c'est à dire qu'on a attendu suffisamment longtemps que la contrainte soit en équilibre sous la vitesse appliquée ou réciproquement.

Le comportement le plus banal est celui où la viscosité est constante. C'est le **comportement Newtonien**. On le rencontre essentiellement avec les petites molécules [3, 5] (eau, huile, solvants usuels...). Figure 3.

Un autre comportement fréquemment rencontré correspond à une diminution de la viscosité avec le taux de cisaillement. Il est appelé **rhéofluidifiant** "shearthinning" en anglais. On le trouve dans certaines peintures, avec les polymères à l'état fondu. Figure 3.

Les **comportements rhéoépaississants** "shear thickening" sont plus rares. **Le produit s'épaissit quand on l'agite**. Figure 3.

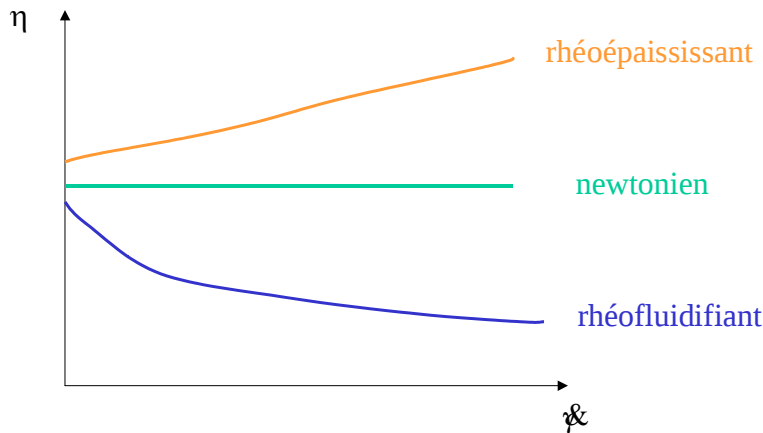


Figure 3: Viscosité en fonction du taux de cisaillement en représentation bilinéaire des trois comportements les plus usuelles

Généralement, la gamme de taux de cisaillement et la variation de viscosité couvrent plusieurs ordres de grandeurs. Ces graphiques sont présentés en log-log, de façon à "voir" le comportement sur toute la gamme. Une représentation lin-lin écrase ce qui se passe aux faibles taux de cisaillement. Voir

Figure 4.

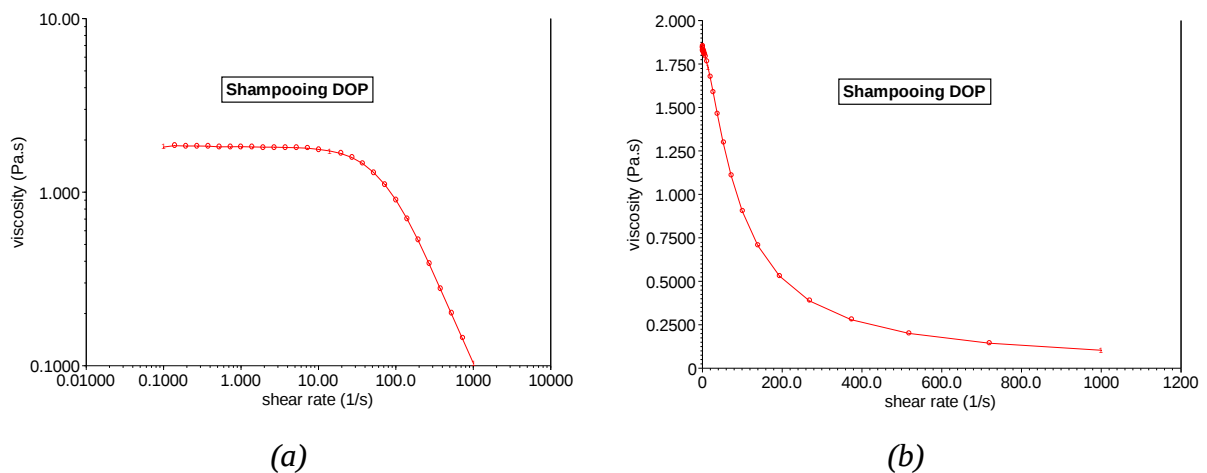


Figure 4 : Viscosité d'un shampooing en représentation bi logarithmique (a) et bilinéaire (b)

Certains matériaux ne coulent pas, par exemple sous l'effet de leur propre poids, ce qui n'empêche pas de les faire couler en utilisant une contrainte importante. C'est le cas du Ketchup ou d'une pâte dentifrice. Ces corps apparaissent donc comme des solides à l'équilibre mécanique, sans application de contrainte et comme des liquides si on applique des forces

suffisantes. Il s'agit de **fluides à seuil**¹. Leur comportement est représenté par la Figure 5. Dans la représentation bilinéaire, le graphe montre qu'en dessous de la contrainte seuil la vitesse d'écoulement est nulle. Par contre au delà, le matériau s'écoule !

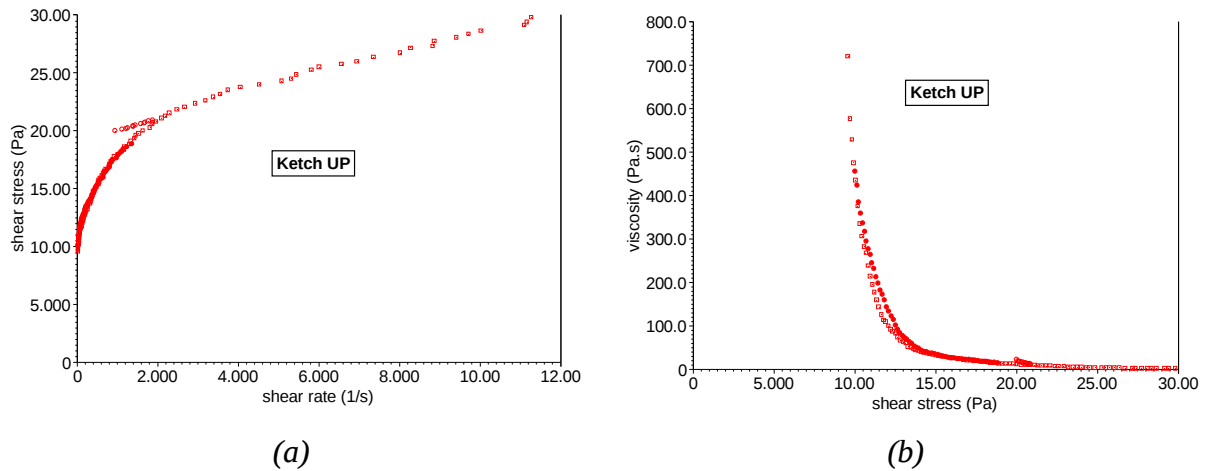


Figure 5 : Comportement d'un Ketchup dans une représentation contrainte taux de cisaillement (a) et dans une représentation viscosité contrainte (b). Cette représentation montre que la viscosité diverge en dessous de 10 Pa.

Maintenant, considérons la **dépendance temporelle** du comportement rhéologique. Nous avons tous fait l'expérience d'agiter un bol de crème fraîche épaisse, pour savoir qu'elle se liquéfie légèrement, mais que ce n'est pas instantané.

Nous appliquons donc un taux de cisaillement et regardons l'évolution de la viscosité. Hormis le cas banal d'une viscosité constante dans le temps, deux comportements sont à connaître :

- **thixotrope** : correspond à une diminution de la viscosité au cours du temps. Il faut noter que ceci doit être réversible, c'est à dire qu'après une période de repos suffisamment longue, la viscosité doit avoir retrouvé sa valeur en l'absence de cisaillement. C'est un cas très courant. Les boues (suspensions d'argile) sont fortement thixotropes [6] (voir Figure 6).
- **antithixotrope** : correspond à une augmentation de la viscosité au cours du temps. Ici encore la réversibilité est nécessaire. Les exemples sont beaucoup plus rares! (voir Figure 6).

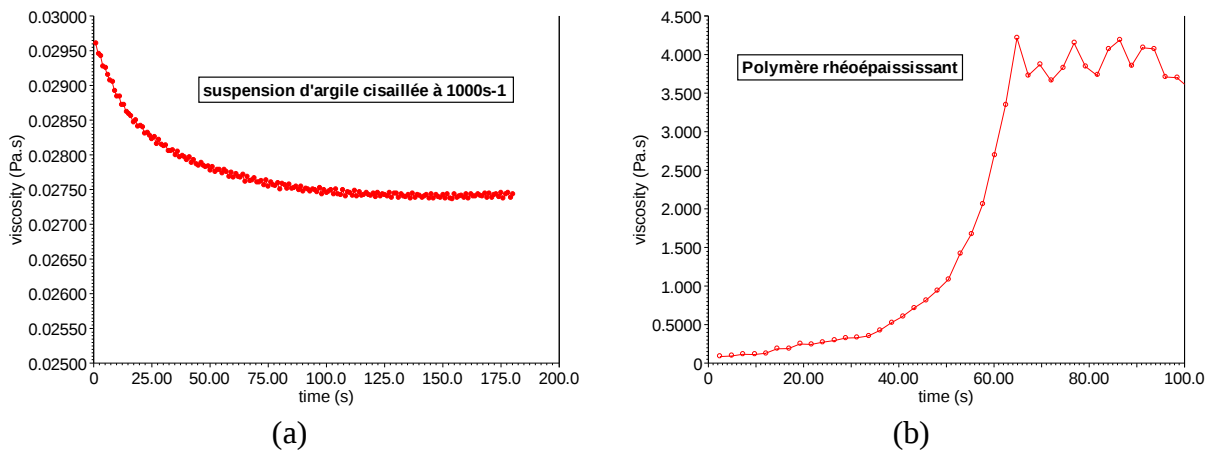


Figure 6: Thixotropie(a) et antithixotropie (b)

¹ "yield stress fluids" en anglais.

1.1.5. Influence des paramètres moléculaires sur la rhéologie des polymères

Nous allons exposer ici l'effet de paramètres moléculaires sur la viscosité des polymères [5].

1.1.5.1. Comportement général en fonction du taux de cisaillement

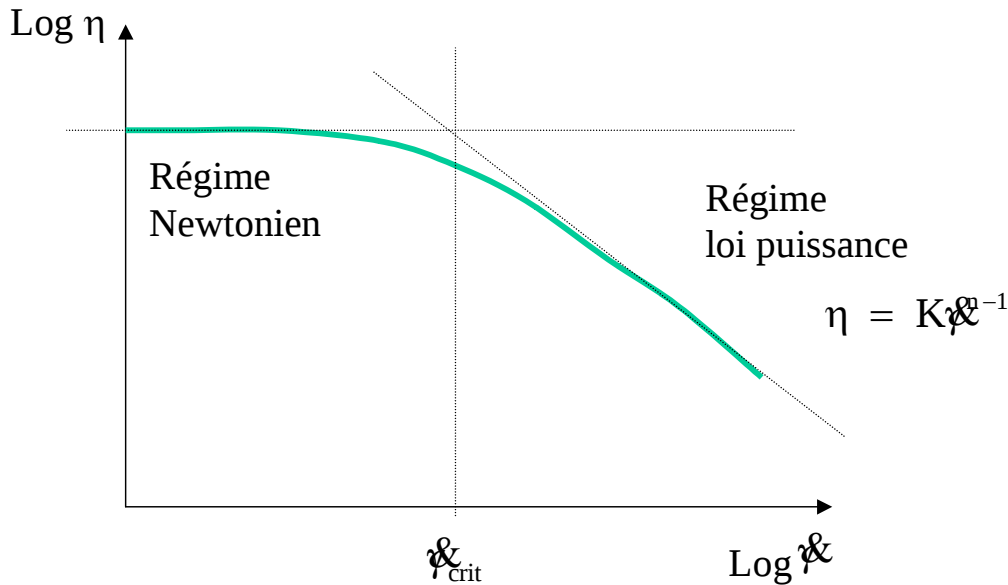


Figure 7: Comportement général en fonction du taux de cisaillement

Les polymères fondus montrent un comportement newtonien à bas taux de cisaillement [5]. Il est possible que ce comportement ne soit pas observé si le rhéomètre ne peut descendre assez bas en vitesse. Vient ensuite une zone de transition puis un comportement en loi puissance. n est souvent appelé (à tort) indice de pseudo plasticité et ce comportement global est également qualifié de pseudo plastique. Le vocable rhéofluidifiant doit être préféré.

Cette courbe générale peut être ajustée par une loi mathématique dite de Carreau-Yasuda à 3 paramètres :

$$\eta = \eta_0 (1 + (\dot{\gamma} \tau)^{2a})^{\frac{n-1}{2a}} \quad \text{Équation 6}$$

Cette loi fait apparaître un paramètre τ qui est homogène à un temps et qui correspond à l'inverse de $\dot{\gamma}_{\text{crit}} = \frac{1}{\tau}$. Le paramètre a permet essentiellement d'ajuster la courbure dans la zone de transition. On retrouve bien les comportements aux limites :

$$\lim_{\dot{\gamma} \rightarrow 0} \eta = \eta_0 \quad \text{et} \quad \lim_{\dot{\gamma} \rightarrow \infty} \eta \approx \eta_0 \dot{\gamma}^{n-1} \quad \text{Équation 7}$$

1.1.5.2. Influence de la masse molaire

Nous considérons ici le comportement de polymères à distribution étroite. On constate que lorsque **la masse molaire augmente** :

- la **viscosité augmente**. L'effet est surtout marqué aux faibles taux de cisaillement.
- La longueur du plateau Newtonien diminue (donc $\dot{\gamma}_{\text{crit}}$ **diminue**)

- La **pente** dans le domaine loi puissance est **inchangée**. Elle est de l'ordre de -0.8 pour des polymères à distribution étroite.

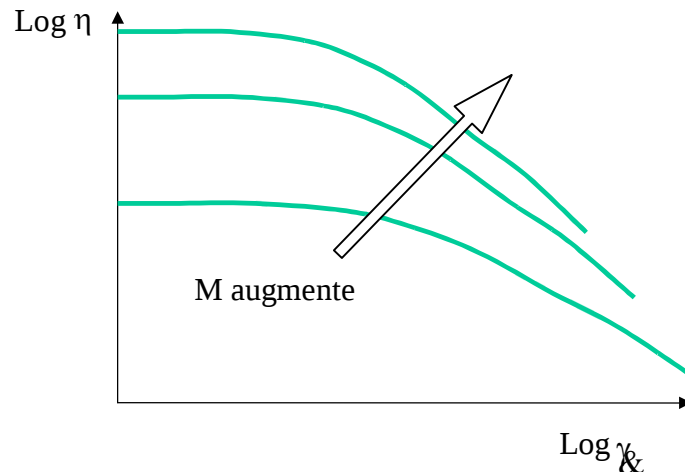


Figure 8: Effet de la masse molaire sur la viscosité des polymères

Il est possible, en décalant ces courbes les unes par rapport aux autres, à la fois horizontalement et verticalement, d'obtenir une courbe maîtresse sur laquelle les données associées à toutes les masses sont superposées. Cette superposition montre que la forme de la courbe est identique quel que soit la masse molaire. Elle le serait également identique quelle que soit la structure chimique.

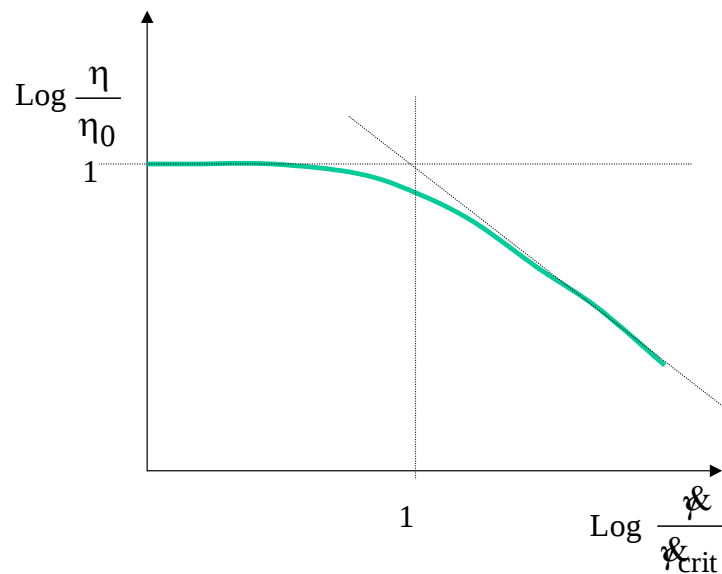


Figure 9 : Courbe maîtresse de la viscosité

Nous allons maintenant nous intéresser à la variation de η_0 avec la masse molaire. Ici encore, quelle que soit la structure chimique, on obtient le type de comportement ci-dessous.

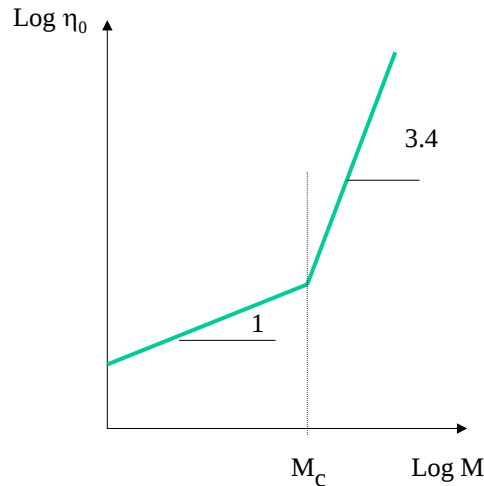


Figure 10 : Effet de la masse molaire sur la viscosité au plateau

On distingue deux domaines :

- Pour les masses faibles : $\eta_0 \approx M^1$. Ce régime se poursuit jusqu'aux environs d'une masse critique M_c .
- Pour les masses supérieures à M_c , on obtient : $\eta_0 \approx M^{3.4}$. Cet exposant se retrouve à ± 0.1 indépendamment de la chimie.

Dans la réalité, la transition entre les deux régimes est plus douce que ne le suggère le schéma. Le changement de régime s'interprète par **l'existence d'enchevêtrements**, c'est à dire de contraintes topologiques qui modifient profondément les mouvements de la chaîne. Alors que ce comportement est connu depuis longtemps, ce n'est que récemment qu'une interprétation théorique a été proposée.

1.1.5.3. Influence de la polymolécularité

Il convient de comparer des produits possédant la même masse moyenne en poids et des indices de polymolécularité IP différents. On constate que :

- la viscosité η_0 est identique
- la longueur du plateau newtonien diminue quand Ip augmente
- la zone de transition est de plus en plus grande quand Ip augmente
- la viscosité du produit poly moléculaire est toujours inférieure à celle du produit mono dispersé.

Il n'est manifestement pas possible de construire une courbe maîtresse dans ce cas !

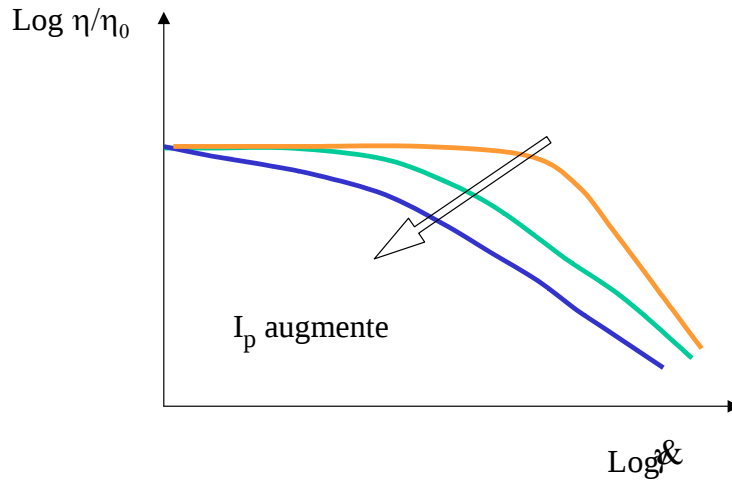


Figure 11: Influence de la poly molarité sur la viscosité des polymères

La viscosité à bas gradient varie comme $\eta_0 \approx \overline{M_w}^{3.4}$ (lorsque les chaînes sont suffisamment longues).

On peut déduire de ce que nous avons vu sur l'influence de la masse molaire que ce sont les grandes chaînes qui, dans un échantillon polydisperse, tendent à faire quitter rapidement le plateau Newtonien.

1.1.5.4. Influence des ramifications

L'exemple classique est la comparaison d'un PEBD et d'un PEHD ou d'un PEBDL (basse densité linéaire). On note le comportement très classique suivant :

- le polymère ramifié (avec des ramifications longues et enchevêtrées) possède une viscosité à bas gradient supérieure à celle de son homologue linéaire.
- la viscosité du ramifié chute plus vite et à haut gradient se retrouve inférieure à celle du linéaire.

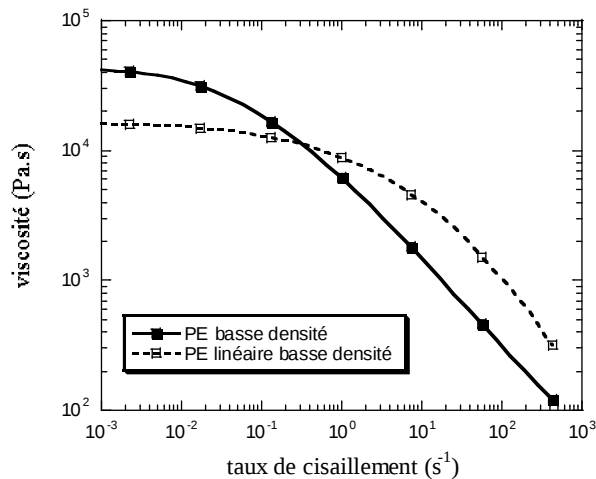


Figure 12: Influence des ramifications sur la viscosité des polymères

1.1.5.5. Influence de la température

Il est assez banal de dire que la viscosité des polymères fondus diminue quand la température augmente ! A haute température (disons $T > T_g^2 + 100^\circ\text{C}$), on peut considérer la loi d'Arrhenius comme valable [7].

$$\log \frac{\eta(T)}{\eta(T_0)} = \frac{E}{2.3RT} \quad \text{Équation 8}$$

Cependant, quand on se rapproche de T_g , si on cherche à utiliser cette loi, force est de constater que l'énergie d'activation E augmente quand la température diminue. On préfère utiliser une équation de type WLF :

$$\log \frac{\eta(T)}{\eta(T_{\text{ref}})} = -\frac{C_1^{\text{ref}}(T - T_{\text{ref}})}{C_2^{\text{ref}} + (T - T_{\text{ref}})} \quad \text{Équation 9}$$

L'équation 9 montre une divergence de la viscosité à des températures inférieures à $T_{\text{ref}} - C_2^{\text{ref}}$. Ceci est un comportement très classique des polymères. Les deux comportements sont comparés sur la figure ci-dessous.

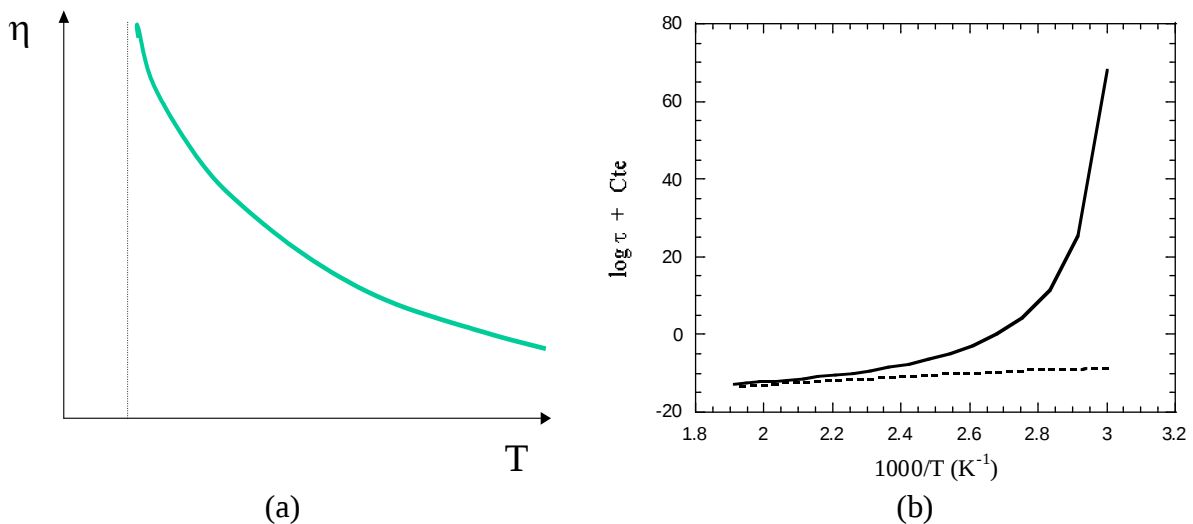


Figure 13: Variation de la viscosité avec la température

1.1.5.6. Influence de la pression

Les liquides sont connus pour être peu compressibles. Cependant, dans certaines mesures de rhéomètre capillaire, ou dans certains procédés de transformations, les pressions peuvent atteindre quelques centaines de bars et la viscosité commence à montrer une certaine sensibilité [3]. Ceci s'explique très bien par le concept du volume libre [7]. Si la pression augmente, le volume libre diminue, donc les mouvements moléculaires sont plus difficiles, donc la viscosité plus élevée. On peut admettre la loi suivante :

² T_g est la température de transition vitreuse (voir la référence [7] par exemple).

$$\eta = \eta_{1 \text{ bar}} \exp(\beta P)$$

Équation 10

où β est la compressibilité du matériau et est voisine de $3 \cdot 10^{-3} \text{ bar}^{-1}$. On en déduit que cet effet devient sensible au delà de 300 bars environ. La croissance exponentielle montre qu'il devient très important au delà (facteur 150 pour 1500 bars de pression !).

1.2. VISCOÉLASTICITÉ LINÉAIRE

Contrairement aux expériences précédentes d'écoulement, le but est maintenant de caractériser le matériau dans l'état où il se trouve en le sollicitant le moins possible, pour justement ne pas modifier cet état. Selon les cas, la réponse sera caractéristique d'un corps élastique, d'un corps purement visqueux ou au contraire "hybride" entre les deux. Nous qualifierons cet état de viscoélastique.

1.2.1. Sollicitation périodique

On applique une déformation (ou une contrainte) qui varie sinusoïdalement avec le temps, donc à fréquence donnée. On étudie la réponse respectivement en contrainte (ou en déformation). Nous donnons les comportements en supposant que c'est la déformation qui est appliquée.

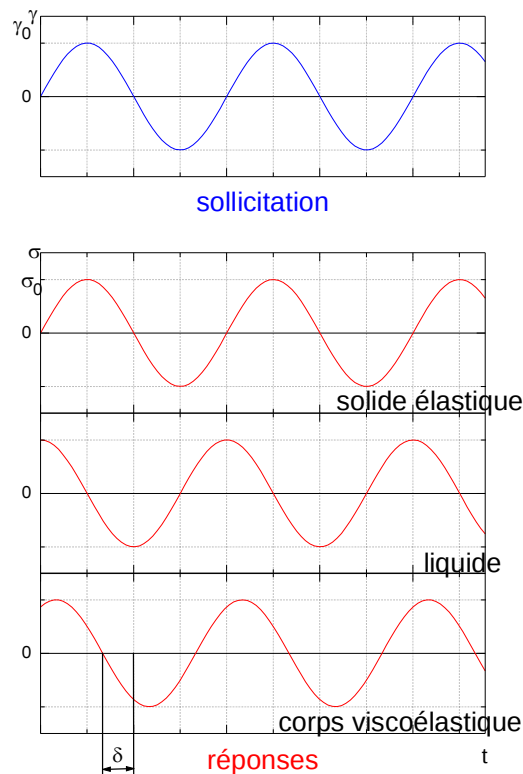


Figure 14 : Réponse de différents matériaux à un test dynamique

La réponse du solide élastique est en phase avec la sollicitation. On peut dire que le déphasage entre sollicitation et réponse est nul : $\delta = 0$.

La réponse du liquide est en quadrature de phase avec la déformation : $\delta = \frac{\pi}{2}$.

Ceci correspond au fait que dans un liquide simple, c'est la vitesse de déformation qui génère la contrainte. Quand on nage, on sait bien que plus on souhaite aller vite, plus il faut dépenser d'énergie. Hormis la fatigue, peu importe la distance !

On voit sur la Figure 14 : Réponse de différents matériaux à un test dynamique qu'effectivement, la contrainte est maximale quand la vitesse de la sollicitation (c'est à dire la pente de la courbe) est maximale.

Un matériau viscoélastique, qu'il soit de type solide ou liquide viscoélastique, présentera un déphasage δ par rapport à la sollicitation : $0 \leq \delta \leq \frac{\pi}{2}$.

Deux paramètres semblent a priori importants : pour une sollicitation à fréquence donnée, l'amplitude de la réponse et sa phase. On sait dès à présent que la phase est nulle pour un solide élastique, et égale à $\pi/2$ pour un liquide simple. Dans ce type de test, la réponse d'un matériau viscoélastique dépendra très fortement de la fréquence de sollicitation. En particulier, on reconnaîtra la nature liquide ou solide du comportement à très basse fréquence. Un solide viscoélastique aura une phase qui tend vers 0 quand la fréquence baisse, alors qu'un liquide viscoélastique verra sa phase tendre vers $\pi/2$ en allant vers les basses fréquences.

1.2.2. Exploitation quantitative des tests dynamiques

On applique une déformation : $\gamma = \gamma_0 \sin \omega t$. Etudions la réponse quantitative de différentes classes de matériaux.

1.2.2.1. Solide élastique

Un solide élastique est tel que la contrainte est proportionnelle à la déformation : soit $\sigma = G\gamma$. Donc en sollicitation dynamique, on aura :

$$\sigma = G\gamma_0 \sin \omega t \quad \text{Équation 11}$$

G est le module élastique du matériau.

1.2.2.2. Liquide purement visqueux

Un liquide visqueux est défini par sa viscosité η telle que $\sigma = \eta \dot{\gamma}$. Donc :

$$\begin{aligned} \sigma &= \eta \dot{\gamma} = \eta \omega \gamma_0 \cos \omega t \\ \sigma &= \eta \omega \gamma_0 \sin(\omega t + \pi/2) \end{aligned} \quad \text{Équation 12}$$

On retrouve donc le déphasage de $\pi/2$ que nous avons perçu sur la base d'arguments physiques. L'amplitude de la contrainte est proportionnelle au produit $\omega\eta$.

1.2.2.3. Matériau viscoélastique

Nous savons qu'il existe un déphasage δ , donc que :

$$\sigma = \sigma_0 \sin(\omega t + \delta) \text{ avec } 0 \leq \delta \leq \pi/2 \quad \text{Équation 13}$$

En développant le terme en sin, on obtient :

$$\sigma = \sigma_0 \sin(\omega t + \delta) = \sigma_0 [\cos \delta \sin(\omega t) + \sin \delta \cos(\omega t)] \quad \text{Équation 14}$$

A partir de cette équation, on voit apparaître un pré facteur du terme en phase $G'(\omega)$ et un pré facteur du terme en quadrature $G''(\omega)$.

$$\left. \begin{aligned} G'(\omega) &= \frac{\sigma_0}{\gamma_0} \cos \delta \\ G''(\omega) &= \frac{\sigma_0}{\gamma_0} \sin \delta \end{aligned} \right\} \Rightarrow \operatorname{tg} \delta = \frac{G''(\omega)}{G'(\omega)} \quad \text{Équation 15}$$

$G'(\omega)$ est appelé **module de conservation**. Il correspond à la **composante élastique** de la réponse et traduit donc l'énergie stockée dans le matériau et donc recouvrable.

$G''(\omega)$ est appelé **module de perte**. Il correspond à la **composante visqueuse** de la réponse. Il représente une quantité proportionnelle à l'énergie dissipée lors de la déformation.

On retrouve évidemment le fait que si le **matériau est purement élastique** : $G''(\omega) = 0$ et $\delta = 0$.

Si le **matériau est purement visqueux** : $G'(\omega) = 0$ et $\delta = \frac{\pi}{2}$.

D'autre part, $G''(\omega) = \eta\omega$

1.2.3. Dépendance en fréquence de quelques matériaux typiques

La caractérisation du comportement viscoélastique linéaire consiste à mesurer en fonction de la fréquence G' et G'' (ou J' et J'' , ou η' et η''). La variation de ces grandeurs avec la fréquence (loi d'échelles, existence d'un plateau...) fournit des informations pertinentes sur le comportement.

Dans la figure ci-dessous, on présente la réponse typique de quelques matériaux différents. Il faut noter que souvent un appareil commercial à température donnée ne peut couvrir qu'une fenêtre réduite de la totalité de la courbe du comportement du matériau. L'usage veut que l'on représente les comportements en échelle bi logarithmique.

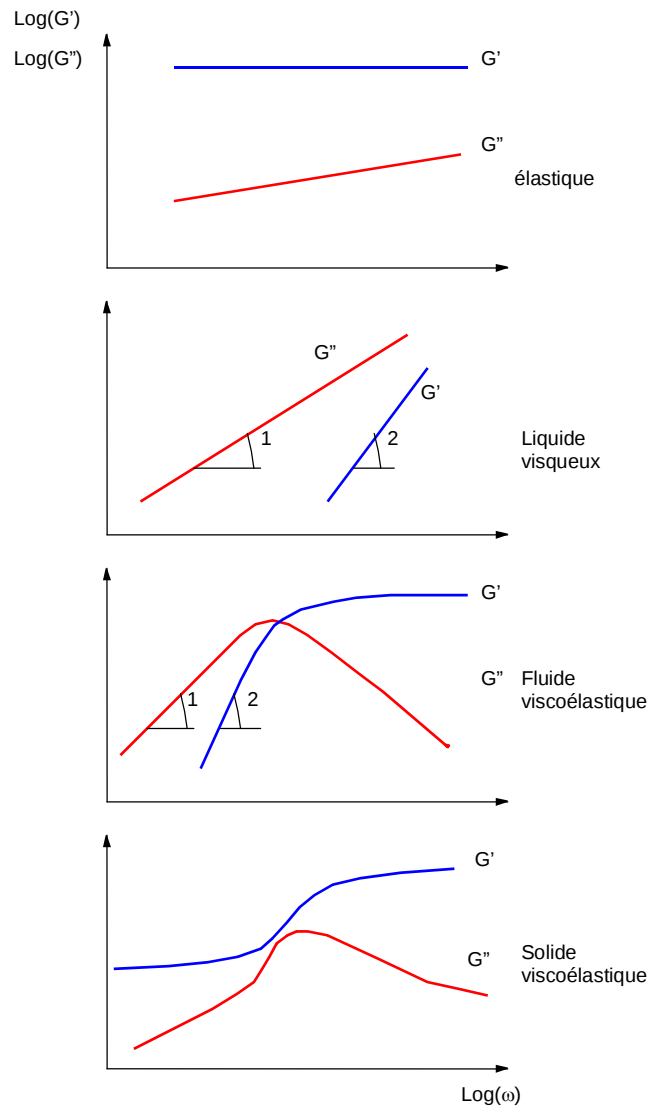


Figure 15: Réponses types de quelques matériaux à une sollicitation harmonique

Le solide élastique se caractérise par un G' indépendant de la fréquence. Normalement, G'' ne devrait pas exister (idéalement). En pratique, on en mesure toujours un, qui est souvent 50, 100 fois ou plus, inférieur à G' . Plus la fréquence est basse, plus ce G'' diminue.

Le liquide purement visqueux montre une droite de pente 1 en G'' , c'est à dire obéit à la loi : $G'' \approx \omega^1$ puisque nous avons vu que $G'' = \eta \omega$. Ici encore, G' devrait être rigoureusement nul. En fait, très souvent on mesure une valeur de G' qui est signe de viscoélasticité. Cette valeur est souvent très faible devant G'' et très bruitée. Lorsque $G' \approx \omega^2$, on a réellement un fluide viscoélastique dans la zone dite terminale. On peut d'ailleurs montrer que $G' = \eta_0^2 J_e^0 \omega^2$. La "hauteur" de G' est donc liée à l'élasticité du fluide.

Souvent, quand on va vers des fréquences élevées, le matériau devient plus élastique. On observe alors une diminution de G'' quand la fréquence augmente. C'est le dessin associé au fluide viscoélastique.

Enfin, nous avons dit plus haut que ce qui différencie le fluide du solide est le comportement à basse fréquence. Un solide viscoélastique montrera un plateau en G' à basse fréquence et un G'' qui ira décroissant.

Afin de mieux comprendre ces réponses, il est intéressant d'étudier la réponse de modèles analogiques, constitués d'associations de ressorts et d'amortisseurs.

1.3. MODELES VISCOELASTIQUES ANALOGIQUES

Un comportement élastique est typiquement celui d'un ressort.



Figure 16: Ressort

Un comportement visqueux correspond à celui d'un amortisseur.

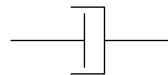


Figure 17 : Amortisseur

Les modules élastiques et visqueux des deux éléments précédents, suite à une sollicitation dynamique sont donnés par le tableau suivant.

Pour le ressort :	Pour l'amortisseur :
$G' = G$ $G'' = 0$	$G^*(\omega) = \frac{\sigma^*(t)}{\gamma^*(t)}$ $= \eta \frac{\dot{\gamma}^*(t)}{\gamma^*(t)}$ soit $G' = 0$ $G'' = \eta\omega$

Tableau 3 : Modules, élastiques et visqueux, pour un ressort et un amortisseur

Le matériau viscoélastique peut être schématisé par une association de ces deux éléments.

Examinons les deux associations les plus simples :

- en série (liquide de MAXWELL)
- en parallèle (solide de KELVIN VOIGT)

1.3.1. Liquide de MAXWELL

Ce modèle considère l'association en série d'un ressort caractérisé par une raideur G et d'un amortisseur de viscosité η .

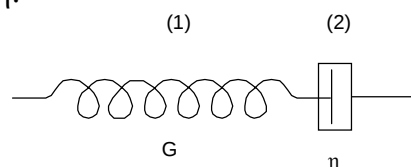


Figure 18: Liquide de MAXWELL

1.3.1.1. Réponse en dynamique

Il faut préalablement considérer que ce système possède un temps caractéristique que nous allons écrire de façon purement dimensionnelle. Le module du ressort est G (en Pa). La viscosité de l'amortisseur est η (en Pa.s). Il apparaît un temps $\tau = \frac{\eta}{G} = \eta J$. J est la complaisance (Pa^{-1}). La réponse du système va dépendre du paramètre $\omega\tau$.

En effet, si on travaille à basse fréquence, on imagine qu'on pourra déplacer l'amortisseur sans que le ressort soit tendu. Le système sera donc essentiellement visqueux et relativement "mou" si l'amortisseur n'est pas trop "dur". Si on travaille maintenant à haute fréquence, l'amortisseur ne va pas pouvoir se déplacer, c'est le ressort qui va encaisser toute la déformation. On aura donc un système très élastique et peu dissipatif. Enfin, aux fréquences intermédiaires, précisément pour $\omega\tau \approx 1$, les deux éléments du système vont réagir.

1.3.1.2. Résultats des calculs

Avant tout, déterminons l'équation différentielle du modèle. La contrainte imposée est uniforme dans le montage, et la déformation est la somme de celles des deux constituants.

$$\sigma(t) = G\gamma_1(t) \quad \text{Équation 16}$$

$$\gamma_2(t) = \int_0^t \frac{\sigma(t)}{\eta} dt \quad \text{Équation 17}$$

Soit :

$$\gamma(t) = \frac{\sigma(t)}{G} + \int_0^t \frac{\sigma(t)}{\eta} dt \quad \text{Équation 18}$$

On peut dériver cette expression et on en déduit :

$$\dot{\gamma}(t) = \frac{1}{G} \frac{d\sigma}{dt} + \frac{1}{\eta} \sigma \quad \text{Équation 19}$$

Cette expression permet de calculer la réponse dans les différents types de sollicitations.

Pour le liquide de MAXWELL, il faut résoudre l'équation différentielle en supposant une solution harmonique. En notations complexes :

$$j\omega\gamma^*(t) = \frac{1}{G}j\omega\sigma^*(t) + \frac{1}{\eta}\sigma^*(t)$$

$$G^*(\omega) = \frac{\sigma^*(t)}{\gamma^*(t)}$$

$$= \frac{j\omega}{\frac{j\omega}{G} + \frac{1}{\eta}}$$

$$= \frac{j\omega\eta}{j\omega\frac{\eta}{G} + 1}$$

Équation 20

$$= \frac{j\omega\eta}{1 + j\omega\tau}$$

$$= \frac{\omega^2\tau\eta + j\omega\eta}{1 + \omega^2\tau^2}$$

$$= G'(\omega) + jG''(\omega)$$

Soit :

$$G'(\omega) = G \frac{\omega^2\tau^2}{1 + \omega^2\tau^2}$$

Équation 21

$$G''(\omega) = G \frac{\omega\tau}{1 + \omega^2\tau^2}$$

La réponse est évidemment périodique dans le domaine linéaire. Par ailleurs, les expressions ci-dessus mettent en évidence l'importance du terme $\omega\tau$.

- Si $\omega\tau \gg 1$, c'est à dire à haute fréquence, il est clair que l'amortisseur ne pourra pas suivre la déformation. On va tendre vers une réponse élastique. Seul le ressort va se déformer.
- Si $\omega\tau \ll 1$, le ressort sera pratiquement tout le temps à sa longueur d'équilibre. La réponse proviendra du mouvement de l'amortisseur. La réponse sera purement visqueuse.

Quand on va des basses vers les hautes fréquences, la dissipation va donc augmenter, passer par un maximum puis diminuer. La partie élastique, très faible à basse fréquence ne va pas cesser d'augmenter. A haute fréquence, elle sera constante en fonction de la fréquence car associée uniquement à la réponse du ressort. On ne peut sur la base de ces considérations qualitatives tracer le comportement des modules G' et G'' . Cependant, nous donnons sur la figure ci-contre les résultats du calcul, simplement pour montrer qu'ils sont en accord avec notre analyse.

En échelle linéaire, l'allure des modules G' et G'' est donnée ci-dessous.

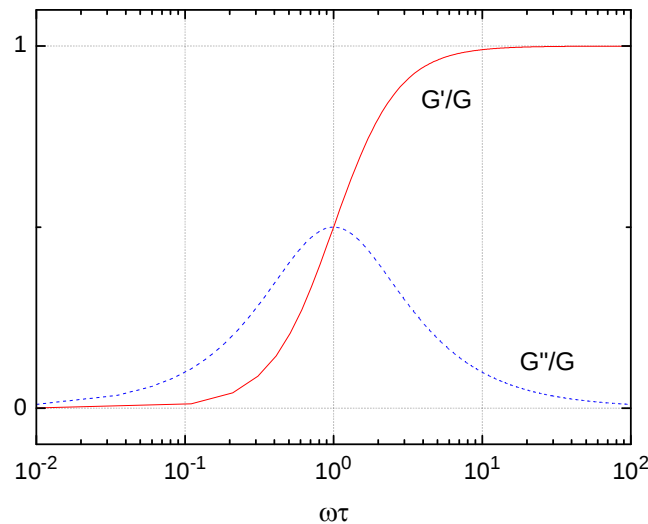


Figure 19: Réponse d'un fluide de MAXWELL à une sollicitation dynamique : représentation linéaire

En échelle logarithmique, on voit que :

- Si $\omega\tau \ll 1$, $G'(\omega) \approx G\omega^2\tau^2$ et $G''(\omega) \approx G\omega\tau$ d'où des pentes 2 et 1 pour G' et G'' respectivement.
- Si $\omega\tau \gg 1$, $G'(\omega) \rightarrow G$ et $G''(\omega) \approx \frac{G}{\omega\tau}$ d'où une loi en ω^{-1} .

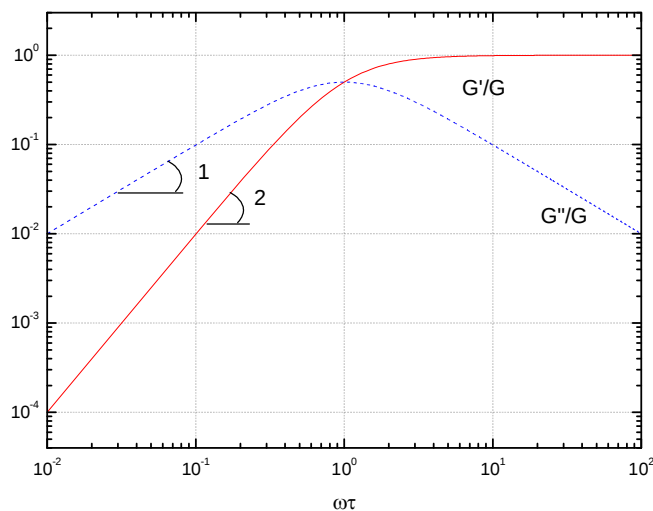


Figure 20: Réponse d'un fluide de MAXWELL à une sollicitation dynamique : représentation logarithmique

Il apparaît clairement un maximum de dissipation (G'' est max.) pour $\omega\tau=1$. Un maximum en G'' sera donc ainsi caractéristique d'un temps de relaxation.

1.3.1.3. Vérification expérimentale

En fait assez peu de fluides répondent au modèle de MAXWELL qui ne contient qu'un seul temps de relaxation. Citons cependant deux cas :

- Les micelles géantes (solutions semi-diluées de tensioactifs)
- Les polymères associatifs sous certaines conditions.

Dans les deux cas, le processus qui commande la relaxation est :

- soit le temps de coupure d'une chaîne.

- soit la durée de vie d'une extrémité hydrophobe dans une micelle.

1.3.2. Solide de KELVIN VOIGT

Le modèle considère l'association en parallèle d'un ressort caractérisé par une raideur G ou une complaisance J et un amortisseur de viscosité η .

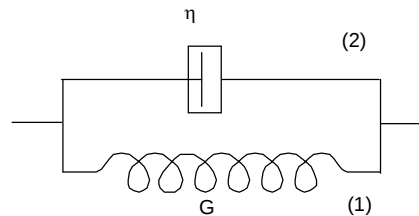


Figure 21: Solide de KELVIN VOIGT

1.3.2.1. Réponse à un test dynamique

On peut encore chercher qualitativement la réponse puis on la vérifiera par le calcul. Ce système possède un temps caractéristique $\tau = \eta J$:

- A basse fréquence (ce qui équivaut à des temps très longs) on mesurera toujours une déformation en phase avec la contrainte, l'amortisseur étant apte à "suivre". Le système est donc élastique à basse fréquence.
- A haute fréquence, on peut attendre une déformation très faible puisque l'amortisseur qui réagit proportionnellement à t va la limiter. Le système va devenir très rigide.

La réponse est donc fondamentalement différente d'un modèle de MAXWELL.

1.3.2.2. Résultats des calculs

La contrainte imposée est uniforme dans le montage, et la déformation est la somme de celles des deux constituants.

La déformation est la même dans chaque branche de telle sorte que :

$$\begin{aligned} \gamma(t) &= J\sigma_1(t) \\ &= \int_0^t \frac{\sigma_2(t)}{\eta} dt \end{aligned} \quad \text{Équation 22}$$

donc :

$$\frac{d\gamma}{dt} = \frac{\sigma_2(t)}{\eta} \quad \text{Équation 23}$$

La contrainte σ est la somme de σ_1 et σ_2 . Ce qui donne :

$$\sigma(t) = \frac{\gamma}{J} + \eta \frac{d\gamma}{dt} \quad \text{Équation 24}$$

Cette expression permet de calculer la réponse dans les différents types de sollicitations.

Pour la solution aux sollicitations dynamiques, il faut résoudre l'équation différentielle ci-dessus en supposant une solution harmonique. En notations complexes :

$$\begin{aligned}
 \sigma^*(t) &= \sigma_0 e^{j(\omega t)} \\
 &= \frac{1}{J} \gamma^*(t) + j\eta \omega \gamma^*(t) \\
 &= \left(\frac{1}{J} + j\eta \omega \right) \gamma^*(t)
 \end{aligned}
 \quad \text{Équation 25}$$

D'autre part :

$$\begin{aligned}
 J^*(\omega) &= \frac{\gamma^*(t)}{\sigma^*(t)} \\
 &= \frac{1}{\frac{1}{J} + j\eta \omega} \\
 &= \frac{J}{1 + jJ\eta \omega} \\
 &= \frac{J(1 - jJ\eta \omega)}{1 + J^2 \eta^2 \omega^2} \\
 &= J'(\omega) - jJ''(\omega)
 \end{aligned}
 \quad \text{Équation 26}$$

soit :

$$\begin{aligned}
 J'(\omega) &= \frac{J}{1 + \omega^2 \tau^2} \\
 J''(\omega) &= \frac{J\omega \tau}{1 + \omega^2 \tau^2}
 \end{aligned}
 \quad \text{Équation 27}$$

On retrouve l'analyse qualitative :

- Si $\omega \tau \rightarrow 0 \Rightarrow J'(\omega) \rightarrow J$ et $J''(\omega) \rightarrow 0$ donc on a un comportement élastique.
- Si $\omega \tau \rightarrow \infty \Rightarrow J'(\omega) \rightarrow 0$ (pente -2 en log) et $J''(\omega) \rightarrow 0$ (pente -1 en log).
- $\tan \delta = \omega \tau$

Ce système possède un temps caractéristique $\tau = \eta J$:

- A basse fréquence (ce qui équivaut à des temps très longs) on mesurera toujours une déformation en phase avec la contrainte, l'amortisseur étant apte à "suivre". Le système est donc élastique à basse fréquence.
- A haute fréquence, on peut attendre une déformation très faible puisque l'amortisseur qui réagit proportionnellement à t va la limiter.

En échelle linéaire, l'allure des modules J' et J'' est donnée ci-dessous.

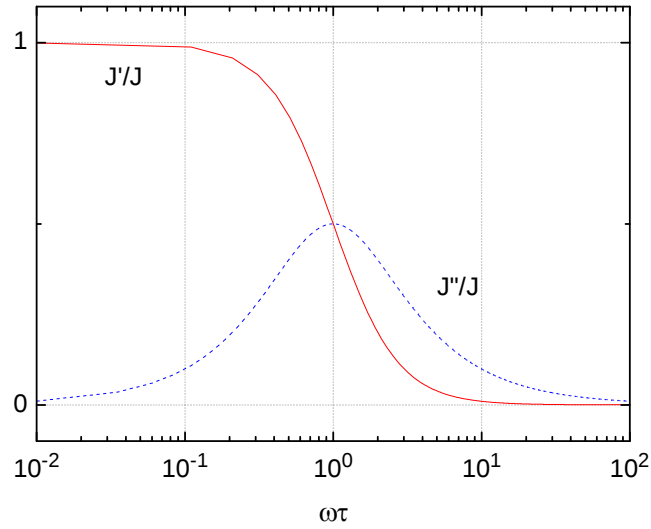


Figure 22: Réponse d'un solide de KELVIN-VOIGT à une sollicitation dynamique : représentation linéaire

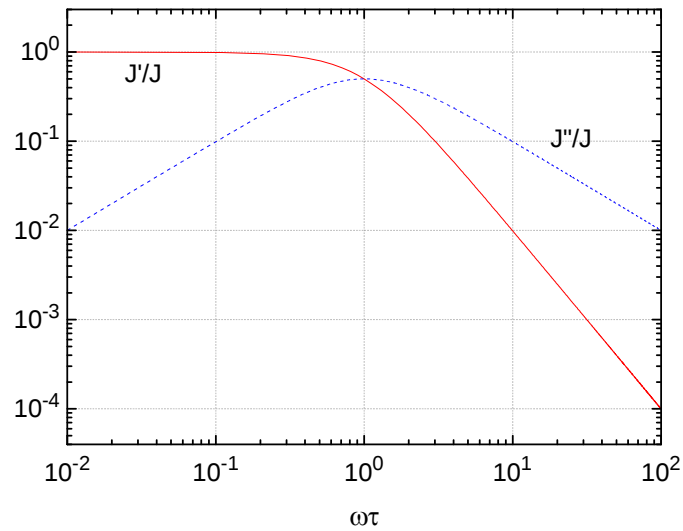


Figure 23 : Réponse d'un solide de KELVIN-VOIGT à une sollicitation dynamique : représentation logarithmique

On peut également retracer les modules complexes G' et G'' .

$$\begin{aligned}
 G'(\omega) &= \frac{J'}{J^2 + J'^2} \\
 &= \frac{J(1 + \omega^2 \tau^2)^2}{(1 + \omega^2 \tau^2)(J^2 + J^2 \omega^2 \tau^2)} \\
 &= \frac{1}{J}
 \end{aligned}
 \quad \text{Équation 28}$$

G' est donc indépendant de ω .

$$\begin{aligned}
 G''(\omega) &= \frac{J''}{J'^2 + J''^2} \\
 &= \frac{J\omega\tau(1+\omega^2\tau^2)^2}{(1+\omega^2\tau^2)(J^2 + J^2\omega^2\tau^2)} \\
 &= \frac{\omega\tau}{J}
 \end{aligned}
 \quad \text{Équation 29}$$

La réponse est donc fondamentalement différente d'un modèle de MAXWELL.

1.3.3. Modèles analogiques généralisés

Nous venons de mettre en évidence l'intérêt, mais aussi les limites, des modèles de MAXWELL et KELVIN VOIGT. On peut clairement les améliorer, par exemple ajouter de l'élasticité instantanée à KELVIN VOIGT ou bien de l'élasticité retardée à MAXWELL.

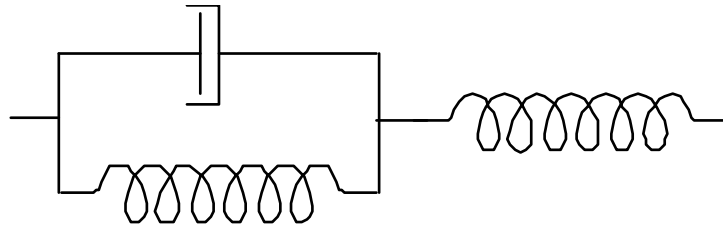


Figure 24 : Amélioration du modèle de KELVIN-VOIGT

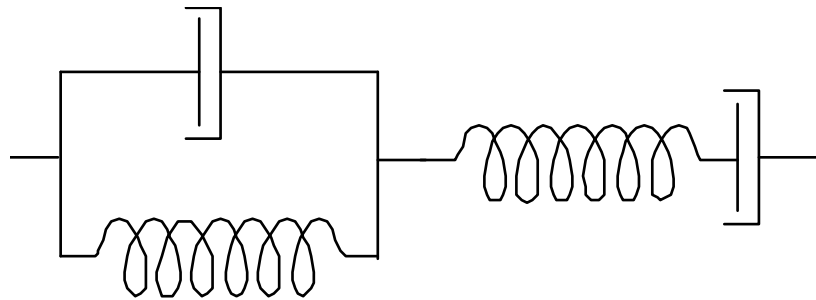


Figure 25 : Amélioration du modèle de MAXWELL

On peut également envisager d'autres associations assez complexes, pour lesquelles on peut calculer la fonction fluage ou relaxation.

Ceci n'est pas nécessaire car on montre que toutes les associations peuvent être représentées par des modèles de structures bien définies : MAXWELL généralisé ou KELVIN VOIGT généralisé.

Ces modèles permettent un ajustement de toute une variété de données expérimentales.

1.3.3.1. KELVIN VOIGT GENERALISE

Il correspond à l'association en série de n cellules de KELVIN VOIGT.

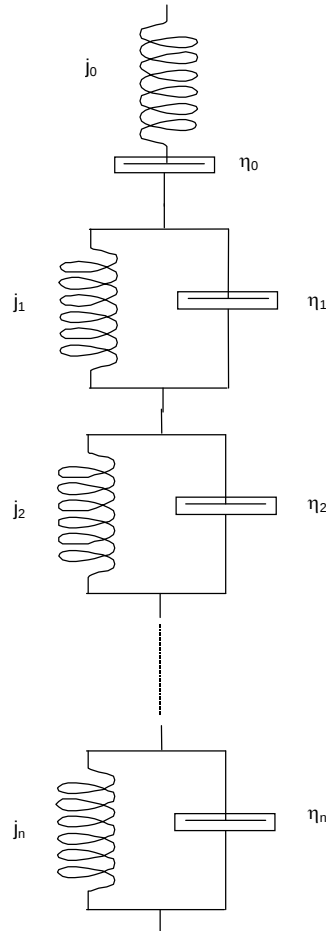


Figure 26: Modèle de KELVIN-VOIGT généralisé

Il est assez évident que :

$$J(t) = J_0 + \frac{t}{\eta_0} + \sum_{i=1}^n J_i \left(1 - e^{-\frac{t}{\tau_i}} \right) \quad \text{Équation 30}$$

avec $\tau_i = \eta_i J_i$: temps de retard du $i^{ème}$ élément.

La présence de l'amortisseur η_0 conduira à décrire un comportement fluide. Si l'on veut un solide, on peut faire $\eta_0 \rightarrow \infty$, c.à.d. supprimer cet amortisseur.

On définit classiquement la complaisance élastique limite J_e^0 qui correspond à la déformation uniquement élastique. Elle s'écrit :

$$J_e^0 = J_0 + \sum J_i \quad \text{Équation 31}$$

Ce qui conduit à une autre écriture de $J(t)$:

$$J(t) = J_e^0 + \frac{t}{\eta_0} - \sum J_i e^{-\frac{t}{\tau_i}} \quad \text{Équation 32}$$

1.3.3.2. MAXWELL généralisé

Il consiste à la mise en parallèle de n éléments de MAXWELL.

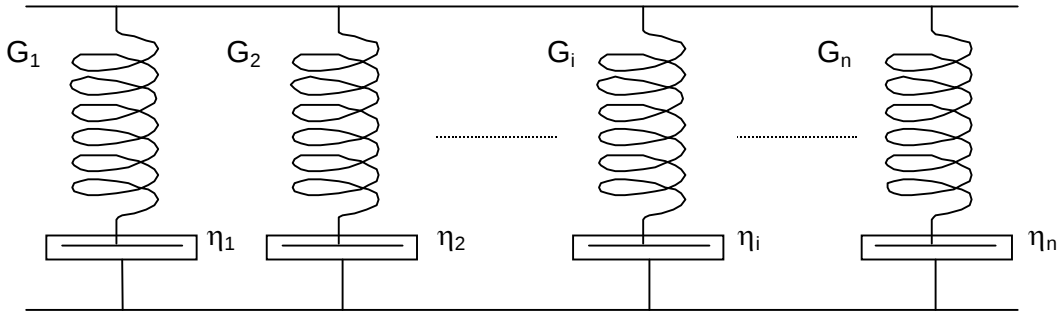


Figure 27 : Modèle de MAXWELL généralisé

Il s'agit ici clairement d'un fluide, mais qui peut encore se transformer en solide en remplaçant un amortisseur par un amortisseur de viscosité infinie.

La réponse en relaxation est particulièrement simple :

$$G(t) = \sum G_i e^{-\frac{t}{\tau_i}} \quad \text{Équation 33}$$

Avec

$$\tau_i = \eta_i / G_i \quad \text{Équation 34}$$

En effet, dans une expérience de relaxation, toutes les cellules sont à γ .

$$\begin{aligned} \sigma &= \sum \sigma_i \\ \sigma_i &= \gamma G_i(t) \\ \sigma_i &= \gamma G_i e^{-\frac{t}{\tau_i}} \end{aligned} \quad \text{Équation 35}$$

d'où le résultat de l'équation précédente.

Si la viscosité du matériau est η alors on a :

$$\eta = \sum \eta_i = \sum G_i \tau_i \quad \text{Équation 36}$$

Par ailleurs, si le matériau admet une limite à temps court de son module élastique G alors :

$$G = \sum G_i \quad \text{Équation 37}$$

On peut également écrire :

$$G = \sum \frac{\eta_i}{\tau_i} \quad \text{Équation 38}$$

Ces modèles peuvent également être utilisés en dynamique.

En pratique, c'est surtout le MAXWELL généralisé qui est utilisé. On va clairement voir apparaître une somme de modules :

$$\begin{aligned} G'(\omega) &= \sum \frac{G_i \omega^2 \tau_i^2}{1 + \omega^2 \tau_i^2} \\ G''(\omega) &= \sum \frac{G_i \omega \tau_i}{1 + \omega^2 \tau_i^2} \end{aligned} \quad \text{Équation 39}$$

On notera que :

$$\frac{G''(\omega)}{\omega} = \sum \frac{G_i \tau_i}{1 + \omega^2 \tau_i^2} \quad \text{Équation 40}$$

Si on s'intéresse à la limite de G''/ω quand ω tend vers 0, on trouve :

$$\lim_{\omega \rightarrow 0} \frac{G''(\omega)}{\omega} = \sum G_i \tau_i = \eta \quad \text{Équation 41}$$

De même :

$$\frac{G'(\omega)}{\omega^2} = \sum \frac{G_i \tau_i^2}{1 + \omega^2 \tau_i^2} \quad \text{Équation 42}$$

donc

$$\lim_{\omega \rightarrow 0} \frac{G'(\omega)}{\omega^2} = \sum G_i \tau_i^2 = \eta^2 J_e^0 \quad \text{Équation 43}$$

1.3.4. Spectres de temps de relaxation et de temps de retard

1.3.4.1. Temps de relaxation

Le modèle de MAXWELL généralisé conduit à définir des G_i et τ_i qui vont ajuster certaines données expérimentales. La situation pourra se résumer par la figure ci-contre.

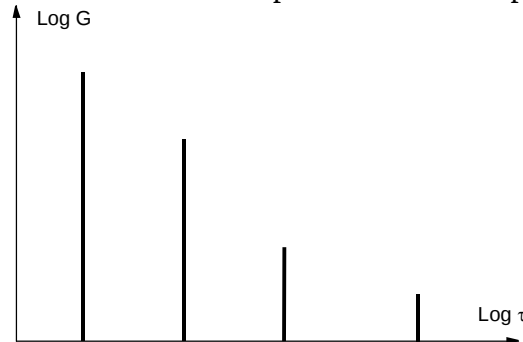


Figure 28 : Spectre des temps de relaxation

Il s'agit d'un spectre de raies donc d'un spectre discret. On peut passer au continu et remplacer :

$$G = \sum G_i e^{-\frac{t}{\tau_i}} \quad \text{Équation 44}$$

par

$$G = \int_{-\infty}^{+\infty} H(\tau) e^{-\frac{t}{\tau}} d \ln \tau \quad \text{Équation 45}$$

Expression qui montre que la contribution à la rigidité s'écrit $H(\tau) d \ln \tau$ pour un temps τ compris entre τ et $\tau + d \ln \tau$.

Finalement H a donc les dimensions d'un module. Les maximums de $H(\tau)$ représentent des concentrations de processus de relaxation.

1.3.4.2. Temps de retard

La procédure est analogue. Plutôt que d'écrire :

$$J(t) = \frac{t}{\eta} + \sum J_i \left(1 - e^{-\frac{t}{\tau_i}} \right) \quad \text{Équation 46}$$

nous écrirons :

$$J(t) = \frac{t}{\eta} + \int L(\tau) \left(1 - e^{-\frac{t}{\tau}} \right) d \ln \tau \quad \text{Équation 47}$$

L désigne le spectre des temps de retard mais possède la dimension d'une complaisance.

1.4. Conclusion

La rhéologie est une science qui étudie les modes de déformation de la matière, considérée comme un milieu continu. L'objectif de la rhéologie est de donner un cadre théorique permettant de décrire les comportements mécaniques complexes des matériaux qu'ils soient solides ou liquides, en prenant en compte à la fois les échelles de taille des matériaux, le type de sollicitation appliquée et les conditions thermodynamiques comme la température et la pression.



Chapitre II

Ultrasons

2. Chapitre II : Ultrasons

2.1. Introduction

Les propriétés mécaniques d'un système dépendent de la fréquence. Cette dépendance est liée à l'apparition de phénomènes de relaxation. Les méthodes d'investigation généralement utilisées pour appréhender ces propriétés sont de deux types. Aux basses fréquences, les appareils de mesure imposent au matériau une contrainte mécanique (cisaillement, allongement...) statique ou dynamique (Instron, Rheometrics, DMTA, pour des fréquences comprises entre 10^{-2} et 200Hz). Aux fréquences plus élevées (quelques MHz), des techniques de propagation d'ondes mécaniques, les ultrasons, sont utilisées.

Quelle que soit la fréquence, une contrainte provoque une déformation du milieu sur lequel elle est appliquée. Contrainte et déformation sont liées entre elles par les modules mécaniques qui sont des caractéristiques intrinsèques du matériau. Selon la nature de la contrainte appliquée, le module, et par conséquent la déformation, seront différents. Les principales contraintes donnant lieu aux différents modules [7] cisaillement G, compression K, longitudinal M, sont présentées sur la Figure 29.

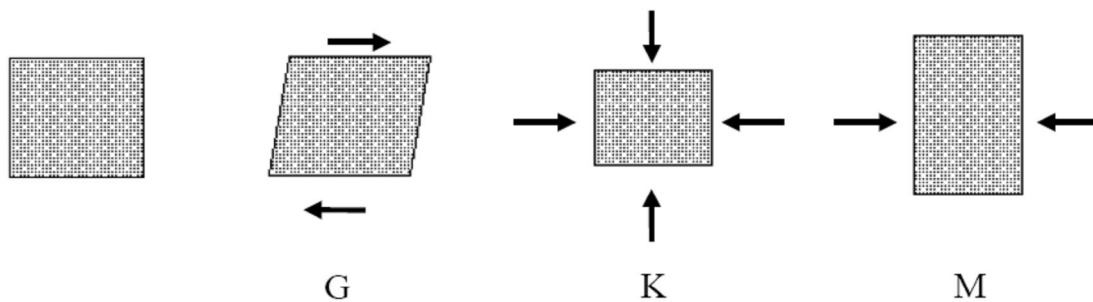


Figure 29: Direction des contraintes appliquées pour les différents modules mécaniques et élastiques

Les techniques ultrasonores conduisent à l'obtention de M et G. Les techniques rhéologiques permettent d'obtenir essentiellement G et E, le module d'Young. Il est nécessaire d'avoir une large gamme de fréquences expérimentales, avec des techniques mesurant des grandeurs comparables entre elles, afin d'avoir une description la plus complète possible de la dynamique du système étudié.

2.2. Propagation des ondes ultrasonores

Le champ d'application des ultrasons est vaste et ne se limite pas à l'étude des propriétés mécaniques haute fréquence des matériaux. Une onde ultrasonore très puissante (~ 100 Watts) peut modifier le milieu dans lequel elle se propage : les phénomènes de cavitation engendrés sont utilisés pour catalyser certaines réactions chimiques (sonochimie) [8]. A faible puissance (quelques mW), les ultrasons se propagent dans la matière de façon non destructive. Dans ce cas, suivant son état (solide, liquide...), le milieu agit sur l'onde ultrasonore en modifiant ses paramètres (vitesse, amplitude, longueur d'onde). Les ondes ultrasonores sont donc sensibles à un changement d'état comme, par exemple, la transition vitreuse [9, 10]. Dans le cadre de

cette étude, l'énergie mise en jeu est suffisamment faible pour considérer que les déformations engendrées sont infinitésimales et réversibles (on reste toujours dans le domaine élastique).

2.2.1. Ondes L et ondes T

Les équations de propagation acoustique mènent à deux solutions, donc deux types d'ondes :

- Les ondes longitudinales (L) pour lesquelles les déplacements moléculaires se font parallèlement à la direction de propagation de l'onde ultrasonore. Le module mécanique mis en jeu est le module longitudinal M possédant une composante de compression pure K et de cisaillement pur G [11] :

$$M = K + \frac{4}{3}G \quad \text{Équation 48}$$

- Les ondes transversales (T) : les déplacements moléculaires se font perpendiculairement à la direction de propagation de l'onde. Le module mécanique mis en jeu est le module de cisaillement G .

Une représentation schématique de ces deux types d'ondes est présentée Figure 30.

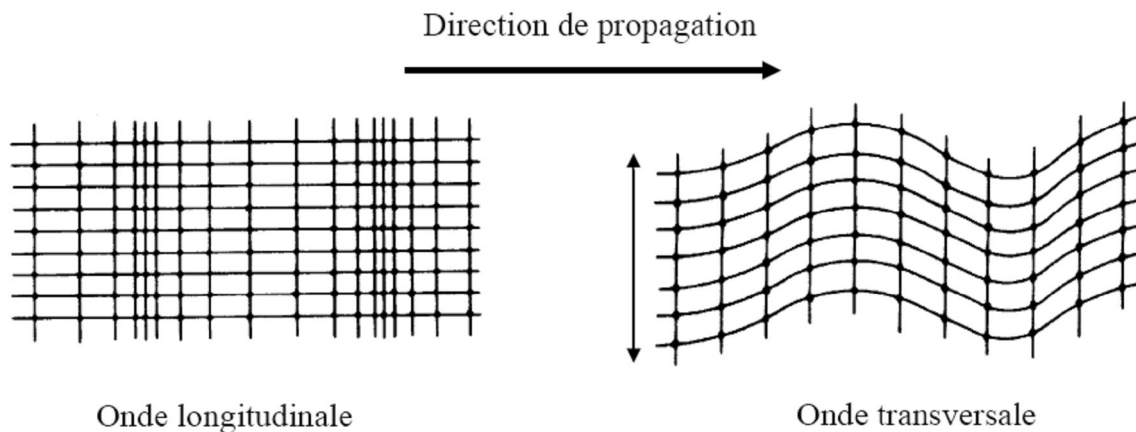


Figure 30 : Mouvement des particules dans un réseau sous l'action d'ondes L et T

Il existe deux comportements mécaniques limites pour les matériaux, qui sont le comportement élastique et le comportement visqueux. Cependant, la plupart des matériaux ont un comportement intermédiaire qualifié de viscoélastique.

2.2.2. Propagation dans les solides élastiques

Pour une température donnée, la relation entre la contrainte σ_{ij} (élément du tenseur des contraintes $[\sigma]$, symétrique de rang 2) et la déformation S_{kl} (élément du tenseur des déformations $[S]$, symétrique de rang 2) est donnée par la loi de Hooke généralisée :

$$\sigma_{ij} = C_{ijkl} S_{kl} \quad \text{Équation 49}$$

Où C_{ijkl} est le tenseur des constantes élastiques (symétrique de rang 4).

Pour un milieu isotrope, on montre que C_{ijkl} peut être défini uniquement à l'aide de deux grandeurs λ et μ qui sont les coefficients de Lamé [12].

Si on considère une contrainte périodique ayant une direction donnée, la déformation résultante est également périodique et lui est proportionnelle :

$$S \rightarrow S^* = S_0 \exp i(\omega t) \quad \text{Équation 50}$$

$$\sigma \rightarrow \sigma^* = \sigma_0 \exp i(\omega t + \delta) \quad \text{Équation 51}$$

où δ représente un déphasage et,

$$\sigma^* = H^* \cdot S^* \quad \text{avec} \quad H^* = H' + iH'' \quad \text{Équation 52}$$

où H représente le module mécanique (G , M , K ou E) associé à la contrainte appliquée.

Dans le cas de solides élastiques, la réponse à la sollicitation est immédiate, soit $\delta=0$. Les modules mécaniques sont donc réels ($H'=H$ et $H''=0$) et ne dépendent pas de la fréquence de sollicitation. Les mesures ultrasonores doivent donc donner les mêmes valeurs de modules que les techniques basses fréquences.

Si $\vec{A}$ est le déplacement subi par une particule sous l'action de la contrainte σ_{ij} , la solution de l'équation de propagation des ondes conduit à deux types d'équations de propagation ayant chacune, pour solution, une forme d'onde plane progressive de la forme :

$$\vec{A} = \vec{A}_0 \exp i(\omega t - \vec{k} \cdot \vec{r}) \quad \text{Équation 53}$$

L'une correspond à une onde transversale : le vecteur d'onde $\vec{k}$ est perpendiculaire à $\vec{A}$, l'équation de propagation étant :

$$\Delta \vec{A} = \frac{1}{v_T^2} \frac{\partial^2 \vec{A}}{\partial t^2} \quad \text{avec} \quad v_T = \sqrt{\frac{\mu}{\rho}} \quad \text{Équation 54}$$

où ρ est la masse volumique et Δ le Laplacien.

L'autre correspond à une onde longitudinale : le vecteur d'onde $\vec{k}$ est parallèle à $\vec{A}$ et l'équation de propagation est :

$$\Delta \vec{A} = \frac{1}{v_L^2} \frac{\partial^2 \vec{A}}{\partial t^2} \quad \text{avec} \quad v_L = \sqrt{\frac{\lambda + 2\mu}{\rho}} \quad \text{Équation 55}$$

La mesure des vitesses de propagation des ondes L et T permet de calculer les coefficients de Lamé :

$$\begin{aligned} \lambda &= \rho(v_L^2 - 2v_T^2) \\ \mu &= \rho v_T^2 \end{aligned} \quad \text{Équation 56}$$

Ces coefficients sont reliés de manière simple aux différents modules mécaniques K (module de compression), M (module longitudinal), G (module de cisaillement) et E module d'Young) ainsi qu'au coefficient de Poisson σ_p par les relations figurant dans le tableau suivant [6] :

G	K	M	E	σ_p
μ	$\lambda + \frac{2}{3}\mu$	$\lambda + 2\mu$	$\mu \frac{3\lambda + 2\mu}{\lambda + \mu}$	$\frac{\lambda}{2(\lambda + \mu)}$

Tableau 4 : Modules et coefficients de Lamé

Quel que soit le type de module mis en jeu, σ est directement proportionnelle à S. L'image typique de l'élasticité linéaire est celle d'un ressort de raideur égale à la valeur du module et qui, sous l'action de σ , se déforme selon S. Dans le cas du solide parfaitement Hookéen, les modules sont réels et ne dépendent pas de la fréquence de sollicitation. L'onde ultrasonore se propage sans perte.

2.2.3. Propagation dans les fluides purement visqueux

Le passage de l'onde dans le fluide entraîne une variation de la masse spécifique :

$$\rho = \rho_0 + d\rho \quad \text{Équation 57}$$

avec ρ_0 la masse spécifique du matériau au repos.

Lorsque l'onde se propage, il se produit des frottements entre particules de vitesses différentes. Ce phénomène de viscosité est responsable de l'absorption de l'onde ultrasonore : La propagation de l'onde est régie par l'équation de Navier-Stokes [11] :

$$\rho_0 \frac{\partial \vec{v}_p}{\partial t} = -\text{grad}(P) + \left(\eta_v + \frac{4}{3}\eta_s \right) \Delta \vec{v}_p + \left(\eta_v + \frac{1}{3}\eta_s \right) \text{rot} \text{rot}(\vec{v}_p) \quad \text{Équation 58}$$

où P est la pression et $\vec{v}_p$ la vitesse d'oscillation de la particule entre sa position d'équilibre et ses positions extrémales quand l'onde passe. η_v est la viscosité de volume tandis que η_s est la viscosité de cisaillement.

L'équation de Navier-Stokes conduit également à deux équations de propagation donnant des vitesses longitudinales et transversales. Lorsque ces ondes se propagent, elles induisent une contrainte. La viscosité s'oppose à l'écoulement et la loi de comportement est donnée par l'équation de Newton.

Il est possible, comme dans le cas du solide Hookéen, d'écrire la relation entre contrainte et déformation. Dans le cas d'un cisaillement (module G^*),

$$G^* = \frac{\sigma^*}{S^*} = \eta \frac{\dot{S}^*}{S^*} \quad \text{Équation 59}$$

Ce qui mène à $G^* = i\omega\eta$ donc à un comportement dépendant de la fréquence d'excitation, contrairement au solide Hookéen. Soit, pour un milieu purement visqueux,

$$\begin{aligned} G' &= 0 \\ G'' &= \omega\eta \end{aligned} \quad \text{Équation 60}$$

2.2.4. Propagation dans les milieux viscoélastiques

Un matériau viscoélastique possède des propriétés intermédiaires entre celles d'un liquide parfaitement visqueux et celles d'un solide parfaitement Hookéen. Pour ces milieux, l'angle δ ($S \rightarrow S^* = S_0 \exp i(\omega t)$ Équation 50) n'est pas nul. Les déformations mettent un certain temps à s'établir, d'où l'apparition de phénomènes de relaxation. Les paramètres de l'onde ultrasonore, la vitesse et l'absorption, permettent de calculer les modules mécaniques qui sont, pour les milieux viscoélastiques, des quantités complexes. Leur partie réelle sera associée au comportement élastique du milieu, la partie imaginaire traduira les effets de frottement visqueux.

2.2.4.1. Origine de l'absorption de l'onde ultrasonore

2.2.4.1.1. Absorption liée à la viscosité de volume

Sous l'effet de la composante de compression K , la variation de pression locale conduit à des variations de densité, également locales. L'existence d'une viscosité de volume η_v liée à ce phénomène [13] conduit à une absorption de l'onde ultrasonore.

$$\frac{\alpha_v}{f^2} = 2 \frac{\eta_v}{\rho} \frac{\pi^2}{v_L^3} \quad \text{Équation 61}$$

2.2.4.1.2. Absorption liée à la viscosité de cisaillement

Sous l'effet de la composante de cisaillement de l'onde, les particules du milieu sont déplacées. Si les forces de cohésion ne sont pas négligeables (milieu viscoélastique), il y a perte d'énergie par frottement visqueux. L'absorption, liée à la viscosité de cisaillement η_s , est alors donnée par la relation suivante [14] :

$$\frac{\alpha_s}{f^2} = \frac{8}{3} \frac{\eta_s}{\rho} \frac{\pi^2}{v_L^3} \quad \text{Équation 62}$$

L'absorption d'origine visqueuse s'exprime par : $\alpha_{vis} = \alpha_s + \alpha_v$, soit :

$$\frac{\alpha_{vis}}{f^2} = \frac{2}{\rho} \frac{\pi^2}{v_L^3} \left[\eta_v + \frac{4}{3} \eta_s \right] \quad \text{Équation 63}$$

Comme les liquides ne transmettent pas les ondes transverses, on s'intéresse ici au cas des ondes longitudinales.

2.2.4.2. Cas des ondes longitudinales

L'équation de propagation s'écrit [15] :

$$v_L^{*2} \Delta A^\rho = \frac{\partial^2 \dot{A}^\rho}{\partial t^2} \text{ ou encore } \frac{\partial^2 \dot{A}^\rho}{\partial t^2} = \frac{M^*}{\rho} \Delta A^\rho \quad \text{Équation 64}$$

On obtient alors de la même façon les parties réelle et imaginaire de M^* à partir des paramètres de l'onde ultrasonore (vitesse et absorption). L'approximation $\frac{\alpha_L v_L}{\omega} \ll 1$ est vérifiée dans cette étude. Lorsque l'absorption atteint son maximum, la valeur de α/f^2 est dans tous les cas inférieure à 10^{-10} Neper.m⁻¹.s⁻² avec une vitesse inférieure à 2000m/s. Pour la fréquence d'étude (10MHz), on obtient donc au maximum : $\frac{\alpha_L v_L}{\omega} \approx 0.006$. Ce paramètre est donc négligeable.

Les expressions de M' et M'' sont les suivantes :

$$\begin{aligned} M' &\approx \rho V_L^2 \\ M'' &\approx 2\rho V_L^3 \frac{\alpha_L}{\omega} \end{aligned} \quad \text{Équation 65}$$

Le module longitudinal possède deux composantes, K^* et G^* . Au phénomène de relaxation de cisaillement, il faut superposer une relaxation de volume due au module K^* . Quand la fréquence de l'onde de pression est grande, le milieu n'a pas le temps de suivre les variations de la pression, il ne relaxe pas. Lorsque la fréquence est faible, le milieu suit les variations de pression de l'onde. Lorsque la fréquence de l'onde est comparable à la fréquence de relaxation des mouvements moléculaires du milieu, le temps caractéristique τ_v , lié à la viscosité de volume, entraîne un déphasage entre contrainte et déformation. Le processus de relaxation tend à égaliser les vitesses des particules du milieu, à uniformiser la température et à réarranger les molécules, provoquant ainsi une absorption de l'onde ultrasonore.

Le modèle rhéologique servant à décrire le comportement mécanique du milieu soumis à une telle contrainte est, dans le cas d'un système à un seul temps de relaxation, le modèle de Zener qui est en fait un modèle de Maxwell en parallèle avec un module de compression pure K_2 . Il est présenté sur la figure suivante :

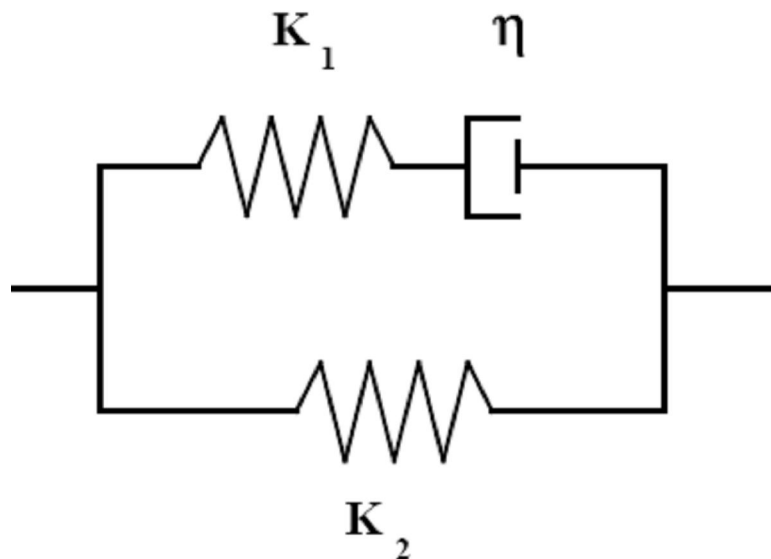


Figure 31: Modèle de Zener

L'équation rhéologique d'un tel modèle est donnée par :

$$P + \tau_v \frac{\partial P}{\partial t} = -K_0 \theta - K_\infty \tau_v \frac{\partial \theta}{\partial t} \quad \text{Équation 66}$$

Avec $P = -K\theta$, la pression et $\theta = dV/V$, la dilatation. K_0 ($K_0=K_1$) est le module à fréquence nulle et K_∞ ($K_\infty=K_1+K_2$), le module à haute fréquence.

Comme la pression varie de façon sinusoïdale, $P = P_0 \cdot \exp(i\omega t)$, on obtient le module de compression :

$$K^* = \frac{K_0 + K_\infty i \omega \tau_v}{1 + i \omega \tau_v} \quad \text{Équation 67}$$

avec les parties réelle et imaginaire :

$$K' = K_0 + (K_\infty - K_0) \frac{\omega^2 \tau_v^2}{1 + \omega^2 \tau_v^2}$$

$$K'' = (K_\infty - K_0) \frac{\omega \tau_v}{1 + \omega^2 \tau_v^2} \quad \text{Équation 68}$$

avec :

$$\tau_v = \frac{\eta_v}{K_\infty - K_0} \quad \text{Équation 69}$$

Les équations précédentes permettent d'écrire les parties réelle et imaginaire du module M^* :

$$M' = K_0 + \eta_v \frac{\omega^2 \tau_v^2}{1 + \omega^2 \tau_v^2} + \frac{4}{3} \eta_v \frac{\omega^2 \tau_v^2}{1 + \omega^2 \tau_s^2}$$

$$M'' = \omega \left[\eta_v \frac{1}{1 + \omega^2 \tau_v^2} + \frac{4}{3} \eta_v \frac{1}{1 + \omega^2 \tau_s^2} \right] \quad \text{Équation 70}$$

2.2.4.3. Application des ultrasons

Les applications des ultrasons sont variées :

- En médecine : avec notamment l'échographie et la thérapie par ultrasons focalisés ;
- En laboratoire (biologie, chimie, etc.) : la sonication est l'utilisation d'ultrasons pour rompre les membranes des cellules, pour nettoyer ou désinfecter du matériel, en utilisant un sonicateur, par exemple ;
- En agriculture : par vibration (nébulisation) de l'eau qui se transforme en aérosol et alimente le système racinaire et en oxygène ;
- En télé-détection : pour le sonar ;
- En télémétrie : pour mesurer les distances ;
- Dans l'industrie : par exemple pour les essais non destructifs de matériaux, pour la coupe ou soudure des thermoplastiques (non-tissé, ruban, sangle, pe et pp), la soudure

des métaux non ferreux (cuivre/aluminium par exemple) nettoyage par u.s l'une des toutes premières applications industrielles ; en alimentaire pour la découpe des fromages, des pâtes, viandes, poissons, gâteaux à très haute vitesse et sans pertes ;

- Pour certaines activités de loisir, par exemple pour créer des brouillards d'eau ;
- Pour chasser des animaux repêtes nuisibles, tels les rongeurs ou les moustiques, sans produit chimique toxique (générateurs peste chasser) ; de telles utilisations sont considérées comme potentiellement néfastes sur le plan écologique.
- En téléphonie, comme sonnerie inaudible, appelée aussi "ultra sonnerie", "sonnerie antivieilles" ou "sonnerie anti-adulte", car les sons de fréquences élevées deviennent inaudibles pour les adultes à partir de 25 ans environ. on l'appelle parfois "teen buzz" ou "sonnerie mosquito", en référence aux moustiques ; il s'agit cependant dans ce cas d'une appellation de mercatique (marketing). par définition, les vrais ultrasons sont inaudibles pour n'importe quel être humain sans systèmes de conversion.
- Dans l'industrie automobile, afin d'éviter les obstacles ;
- En coiffure pour les implants de rallonges capillaires ;
- Calcul du débit par ultrason (via le temps de transit ou effet doppler [7]).

2.3. Conclusion

L'ultrason est une onde mécanique élastique, diffusée par les gaz (ex : air), les liquides (eau), les tissus mous (chair, organes) et les solides (partie métallique comme la sonotrode). Sa fréquence est supérieure à 20 000 Hz. Le nom vient du fait que leur fréquence est trop élevée pour être audible pour l'oreille humaine (le son est trop aigu). Il existe deux sortes d'ondes ultrasoniques (ondes longitudinales et ondes transversales). Ces dernières se propagent dans les milieux viscoélastiques, dans les fluides purement visqueux, dans les solides élastiques et fait ainsi intervenir différents paramètres comme la viscosité de cisaillement, l'allongement

Chapitre III

Partie Expérimentale

3. Chapitre III : Partie Expérimentale

Cette partie sera consacrée à la description des matériaux utilisés pour cette étude, des appareillages ainsi que des protocoles et conditions opératoires.

3.1. Matériaux

Nous avons choisi de travailler sur 3 fluides de natures différentes :

- une série d'huiles de polydiméthyle siloxane (PDMS) appelées couramment huiles silicones. Ces huiles sont choisies pour leur comportement newtonien.
- un liquide viscoélastique : le shampoing. Ce produit, bien que très courant est un excellent exemple de fluide de Maxwell avec un seul temps de relaxation.
- un solide viscoélastique : un gel pour cheveux. Le côté gel physique de ce matériau lui confère un seuil d'écoulement intéressant.

3.1.1. Les huiles silicones

Les huiles sont fournies par la société Rhodia. Les 4 références sélectionnées sont 48V750, 48V3500, 47V33000 et 47V100000. Ces lots sont des polymères linéaires offrant une gamme intéressante de comportement newtonien sur toute la plage de taux de cisaillement couvert par les rhéomètres rotatifs classiques.

3.1.2. Shampoing

L'idée du choix de ce matériaux et d'introduire une élasticité dans le comportement rhéologique. Néanmoins, le comportement reste liquide et sera désigné comme un liquide viscoélastique.

Le shampoing est une solution de micelle géante composée de tensioactifs[16]. Les "micelles géantes" résultent de l'auto assemblage de molécules tensioactives sous forme de longs agrégats cylindriques pouvant atteindre plusieurs microns de longueur pour un diamètre de quelques nanomètres. En solution, ces objets se comportent de façon analogue à des polymères classiques. Toutefois, ils sont susceptibles de se couper et de se recombinaison en permanence sous l'effet de l'agitation thermique, ce qui leur a valu le nom de "polymères vivants". Dans le régime semi dilué, la compétition entre reptation et processus de coupure/recombinaison confère aux micelles géantes des propriétés rhéologiques très particulières. Le plus simple étant le comportement viscoélastique analogue à celui d'un liquide de Maxwell avec un temps caractéristique distinct et bien défini correspondant à l'équilibre rupture / formation des micelles.

Le lot de cette étude est un produit de la marque Carrefour.

3.1.3. Gel pour cheveux

Le gel pour cheveux est couramment utilisé pour des illustrations de comportement rhéologiques types. Ce qui nous intéresse dans ce cas est le côté gel physique et réversible du matériau. En effet, en dessous d'une certaine contrainte seuil, le matériau peut être considéré comme un gel ou un solide. En augmentant la contrainte, on peut provoquer l'écoulement du matériau. Juste après l'élimination de la contrainte, le matériau reprend immédiatement sa consistance. Pour des sollicitations faibles (dans le domaine linéaire), on peut considérer ce matériau comme un élastique "parfait".

Le lot de cette étude est un produit de la marque Carrefour.

3.2. Matériel

3.2.1. Rhéomètre et rhéométrie

Les mesures rhéologiques ont eu lieu sur un rhéomètre à contrainte imposée AR2000 de la société TA INSTRUMENT. Les mesures sont faites avec un cône/plan en aluminium de 40 mm de diamètre et de 2° d'angle. La régulation de la température est assurée par la partie inférieure : le plan, par effet Peltier. La température est fixée à 20 °C pour tous les essais sauf dans le cas d'une étude en température.

3.2.2. Rhéomètre rotatif cône-plan

Dans cette géométrie, le fluide est confiné entre un plan et un cône d'angle très faible (5° au maximum), dont la pointe affleure le plan (en théorie; en pratique, on prend de cônes tronqués de quelques dizaines de μm).

On fait tourner le plan à une vitesse donnée et on mesure le couple nécessaire.

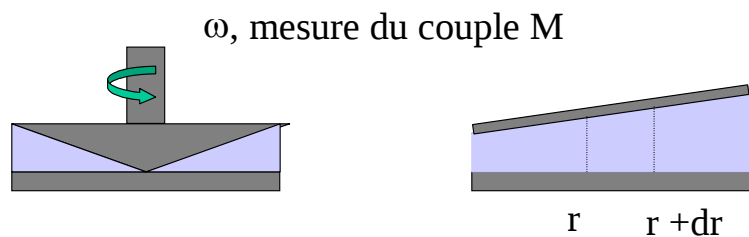


Figure 32 : Géométrie de mesure

Il est assez facile de voir que dans l'hypothèse où l'angle est très faible, entre les distances r et $r+dr$, on a pratiquement un écoulement entre deux plaques parallèles. On montre que dans ce cas,

$$\dot{\gamma} = \frac{r\omega}{r \sin \beta} \approx \frac{\omega}{\beta} \quad \text{Équation 71}$$

(où β est l'angle du cône). La contrainte qui est homogène dans l'entrefer est proportionnelle au couple mesuré, via un facteur géométrique :

$$\sigma = \frac{3}{2\pi R^3} M \quad \text{Équation 72}$$

On en déduit donc la viscosité, que le fluide soit newtonien ou non, par la relation

$$\eta = K \frac{M}{\omega} \quad \text{Équation 73}$$

où K est encore un facteur géométrique qui prend en compte l'angle du cône et le rayon. Ce type de rhéomètre est très adapté aux solutions, surtout s'il est utilisé à vitesse lente ($<10\text{s}^{-1}$ en général).

3.2.3. Protocoles

Sur l'ensemble des échantillons, nous avons conduit aussi bien des mesures en écoulement où la viscosité du produit est déterminée dans le régime stationnaire, et des mesures en cisaillement dynamique où les propriétés de viscoélasticité linéaire sont déterminées.

Les mesures en écoulement sont réalisées avec un balayage en taux de cisaillement entre 0.1 et 1000 s^{-1} en mode logarithmique avec 10 points par décade. Les mesures sont faites à température constante, proche de la température ambiante qui est de 20 °C.

Les mesures en cisaillement dynamique sont réalisées en deux étapes. D'abord, la recherche du domaine linéaire puis la détermination du comportement en fréquence.

3.2.3.1. Domaine linéaire

La recherche du domaine s'effectue pour chaque matériau avant la détermination du comportement en fréquence.

Les mesures sont faites à une fréquence de 1Hz. Le balayage en contrainte en mode logarithmique est privilégié dans ce cas entre deux contrainte limites $\sigma_{\min}$ et $\sigma_{\max}$ qui sont adaptées selon la consistance du matériau. 7 points par décades sont fixés dans ce cas.

Le domaine linéaire est déterminée comme étant la limité haute de contrainte (ou de déformation) pour laquelle les modules mesurées G' et G'' restent indépendants de la sollicitation.

3.2.3.2. Balayage en fréquence

Dans cette partie, et c'est la plus importante en générale dans ce genre de mesure, on détermine le comportement fréquentiel du matériau. Dans ce cas, la contrainte est fixée à une valeur se situant dans le domaine linéaire précédemment déterminé. Puis on effectue un balayage en fréquence, de la plus haute fréquence (10 Hz) à la plus basse (0.1 Hz) avec un mode logarithmique avec 7 points par décade.

3.3. Description du dispositif ultrason

Le dispositif expérimental utilisé est développé dans le laboratoire LPEC (UMR CNRS-Université du Maine) par Dr. Tabellout. Le principe est présenté sur la figure suivante.

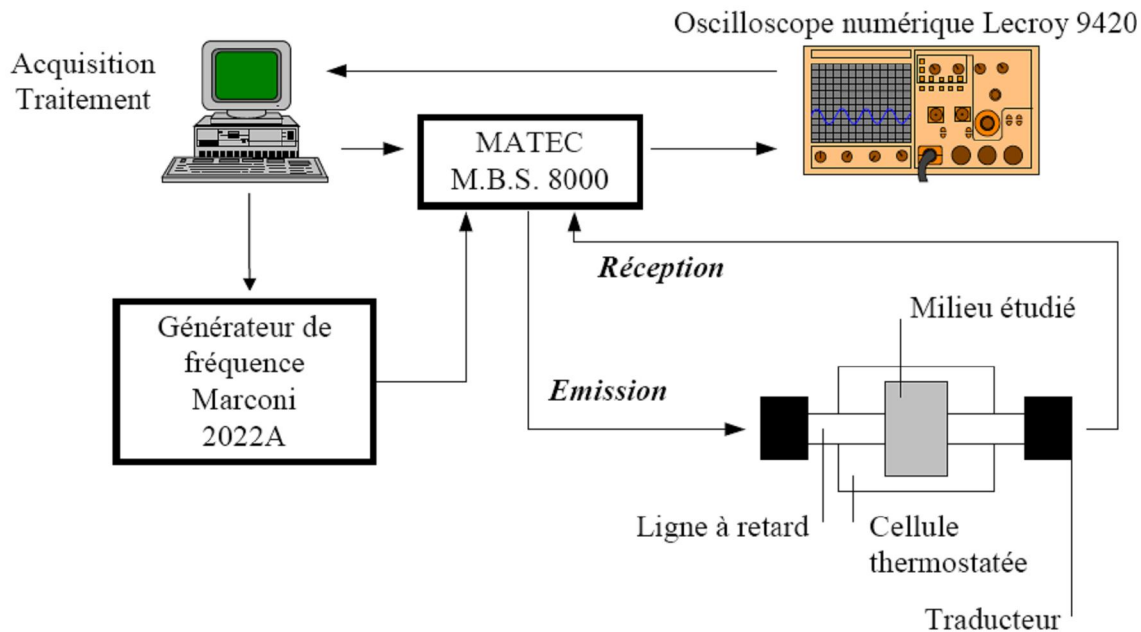


Figure 33 : Présentation du dispositif expérimental utilisée pour les mesures ultrasons [17]

3.3.1. Partie Emission - Réception

Un générateur Marconi délivre des signaux sinusoïdaux. Ils sont amplifiés et mis sous la forme de trains d'ondes par le Matec MBS 8000. L'allure de ces signaux est montrée sur la figure 34. Ils ont une fréquence de récurrence réglable (entre 10Hz et 10kHz) et une largeur temporelle variable (entre $0.05\mu\text{s}$ et $100\mu\text{s}$) et, à la sortie du générateur, une amplitude allant jusqu'à 1000V. Leur fréquence est comprise, dans la configuration matérielle utilisée, entre 100kHz et 20MHz. Les réglages de ces paramètres s'effectuent par ordinateur via une connexion IEEE entre les différents systèmes.

3.3.2. Transducteurs ultrasonores

Les trains d'ondes électriques sont appliqués à un transducteur ultrasonore qui, par effet piézo-électrique inverse, génère des ondes mécaniques périodiques de faible amplitude (rendement très faible). Celles-ci se propagent dans le matériau via une ligne à retard en acier inoxydable. Son rôle est de séparer les différents échos dus aux réflexions et transmissions multiples apparaissant aux interfaces lignes à retard-matériau. Après propagation dans le matériau, les signaux sont transmis dans une seconde ligne à retard couplée à un second transducteur de caractéristiques identiques au premier. Les signaux électriques obtenus sont appliqués à un amplificateur (de gain réglable entre 0 et 95dB) large bande associée au Matec puis visualisés sur un oscilloscope numérique avant d'être acquis (après 200 moyennes). Le signal qui nous intéresse est le premier signal transmis.

Plusieurs paires de capteurs ultrasonores sont disponibles au Laboratoire, permettant une exploration fréquentielle entre 1MHz et 400MHz (cette gamme est couverte en utilisant 4 paires de capteurs large bande). Une paire de transducteurs longitudinaux Krautkramer de fréquence nominale de 10MHz a été utilisée lors de cette étude.

3.3.3. Cellule de mesure

L'échantillon est placé dans une cellule en acier inoxydable. Les mesures sont faites à température ambiante.

3.3.4. Traitement numérique

L'exploitation de la bande passante des capteurs utilisés (entre 8 et 12MHz) ne présente pas vraiment d'intérêt. La fréquence d'étude est alors fixée à 10MHz, fréquence pour laquelle le rendement du transducteur est maximum. La forme typique des signaux obtenus et le module de la transformée de Fourier associé sont présentés respectivement sur les Figure 34 et Figure 35 : Transformée de Fourier du signal obtenu. L'allure des signaux ne change pas fondamentalement en fonction de la température et des échantillons. Lorsque le matériau est très absorbant (lorsqu'il approche de la zone de transition vitreuse dynamique), les débuts et fin du signal sont déformés (voir Figure 34).

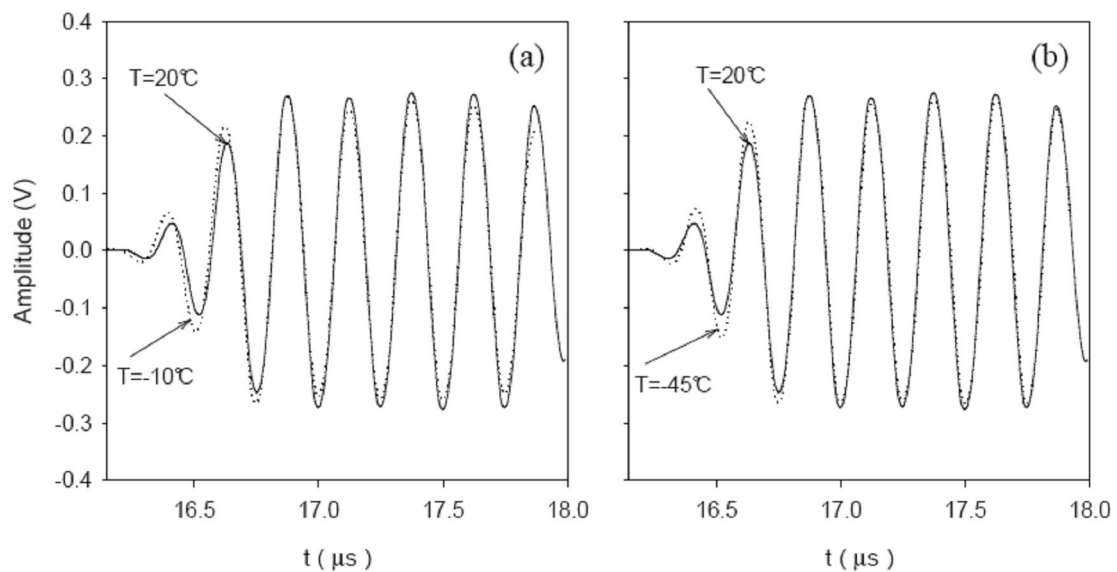


Figure 34 : Aspect des trains d'ondes ultrasonores pour différentes températures

Une portion de sinusöide est alors choisie pour tous les échantillons. Elle est ajustée par une fonction Gaussienne permettant d'obtenir avec précision le temps de transit correspondant au maximum. L'amplitude est obtenue par la détermination du maximum et du minimum du signal global.

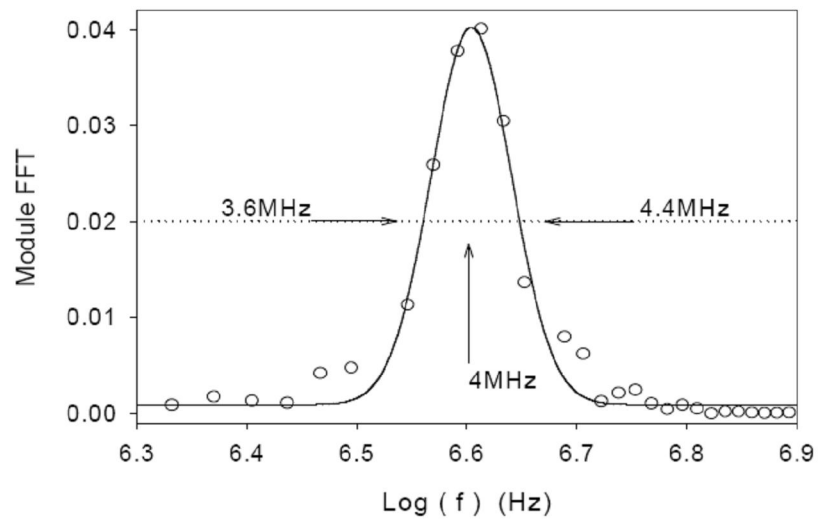


Figure 35 : Transformée de Fourier du signal obtenu

Chapitre IV

Résultats

4. Chapitre IV : Résultats

Dans cette partie, nous allons exposer les différents résultats obtenus d'abord par les mesures rhéologiques puis les mesures en ultrasons.

4.1. Rhéologie

Tout d'abord, nous allons présenter les mesures en écoulement des différents matériaux pour mieux cerner le comportement rhéologique. Puis, nous présenterons les propriétés viscoélastiques linéaires.

4.1.1. Ecoulement

Toutes les mesures en écoulement sont réalisées en régime stationnaire selon la procédure décrite dans le chapitre I.

4.1.1.1. Les huiles silicones

La Figure 36 montre la viscosité dynamique des huiles silicones utilisées dans cette étude en fonction du taux de cisaillement à la température ambiante. Pour l'ensemble des huiles, nous observons un comportement newtonien sur toute la gamme du taux de cisaillement exploré : viscosité indépendante en fonction du taux de cisaillement. On constate tout de même pour les deux échantillons les plus visqueux (47V 33000 et 47V 1000000) une diminution de la viscosité à fort taux de cisaillement. Une divergence du comportement newtonien qui intervient plus tôt avec l'augmentation de la viscosité. Ce genre de comportement peut laisser penser à un début de comportement rhéofluidifiant sauf que dans la réalité il s'agit d'un artéfact de mesure. En effet, à ces vitesses de cisaillement, nous avons observé un phénomène de creusement puis une expulsion du produit de la géométrie de mesure. Ceci entraîne donc une diminution de la contrainte de cisaillement qui génère donc une diminution de la viscosité.

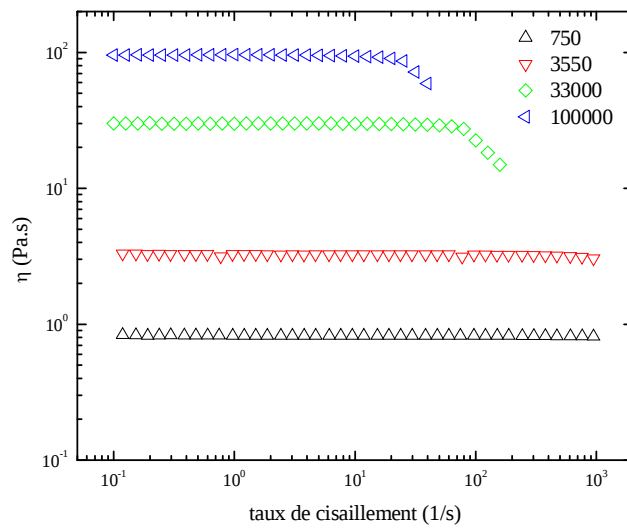


Figure 36: Viscosité des huiles silicones en fonction du taux de cisaillement

Les viscosités newtoniennes des différentes huiles sont résumées dans le tableau suivant.

48V 750	48V 3500	47V 33000	47V 100000
0.82 (Pa.s)	3.3 (Pa.s)	30 (Pa.s)	95 (Pa.s)

Tableau 5 : Viscosités des différentes huiles silicones

4.1.1.2. Shampoing

La Figure 37 montre la viscosité dynamique du shampoing en fonction du taux de cisaillement à la température ambiante. Le comportement du shampoing est typique des liquides viscoélastiques rhéofluidifiant avec un plateau newtonien à faibles $\dot{\gamma}$ et un régime rhéofluidifiant à forts taux de cisaillement.

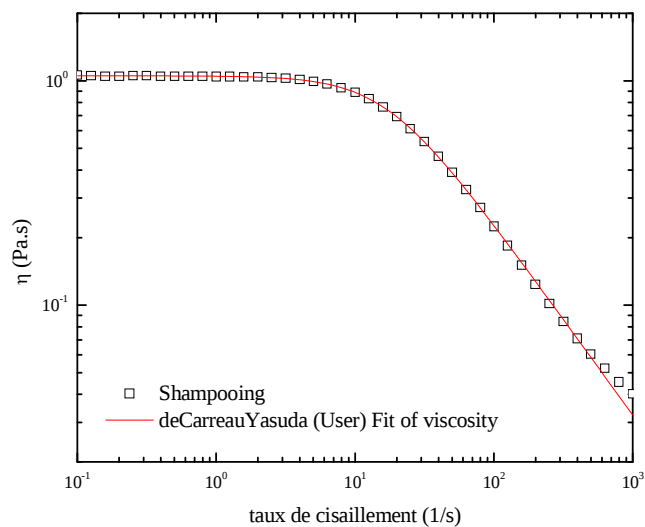


Figure 37 : Viscosité du shampoing en fonction du taux de cisaillement

L'ajustement des points expérimentaux par le modèle de Carreau-Yassuda est également présenté sur le graphe. Les valeurs des paramètres de fit sont données dans le tableau. Ceci montre un bon accord entre les points expérimentaux et le modèle rhéologique adopté. Par ailleurs, on note que le temps caractéristique τ de 0.05876 correspond à un taux de cisaillement de 17 s^{-1} . Ceci implique qu'à partir de cette valeur de cisaillement (ce qui est très bas pour une application de massage manuelle des cheveux) le shampooing se rhéofluidifie en baissant sa viscosité. Ce résultat favorise la pénétration du fluide à la racine capillaire et rend efficace le nettoyage en profondeur de la masse capillaire. On peut noter également la valeur de n (indice de pseudo plasticité) qui montre une forte sensibilité du fluide au cisaillement.

Paramètre	Valeur	Erreur standard
η_0	1.05259	9.56006E-4
τ	0.05876	0.00113
a	0.85249	0.01218
n	0.14511	0.00906

Tableau 6 : Paramètres du modèle de Carreau-Yassuda pour le shampooing

4.1.1.3. Gel pour cheveux

Le comportement du gel pour cheveux lors d'un test d'écoulement en cisaillement est reporté sur les figures Figure 38 et Figure 39. Ces représentations témoignent d'un comportement d'un fluide à seuil avec une contrainte seuil d'écoulement entre 20 et 30 Pa. L'indice de pseudoplasticité est de 0.15 ce qui induit une pente apparente en échelle log-log de η en fonction du taux de cisaillement de -0.84.

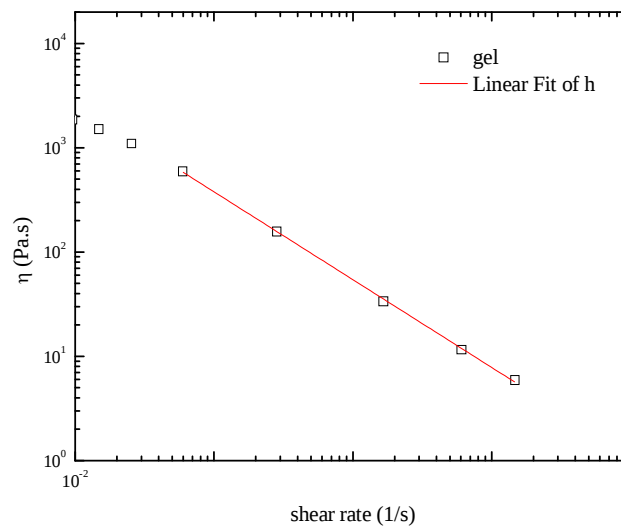


Figure 38 : Viscosité du gel pour cheveux en fonction du taux de cisaillement

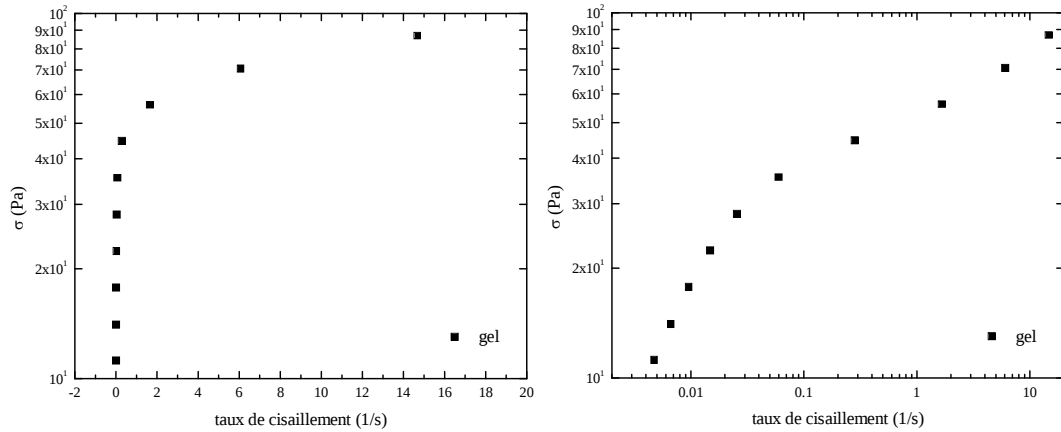


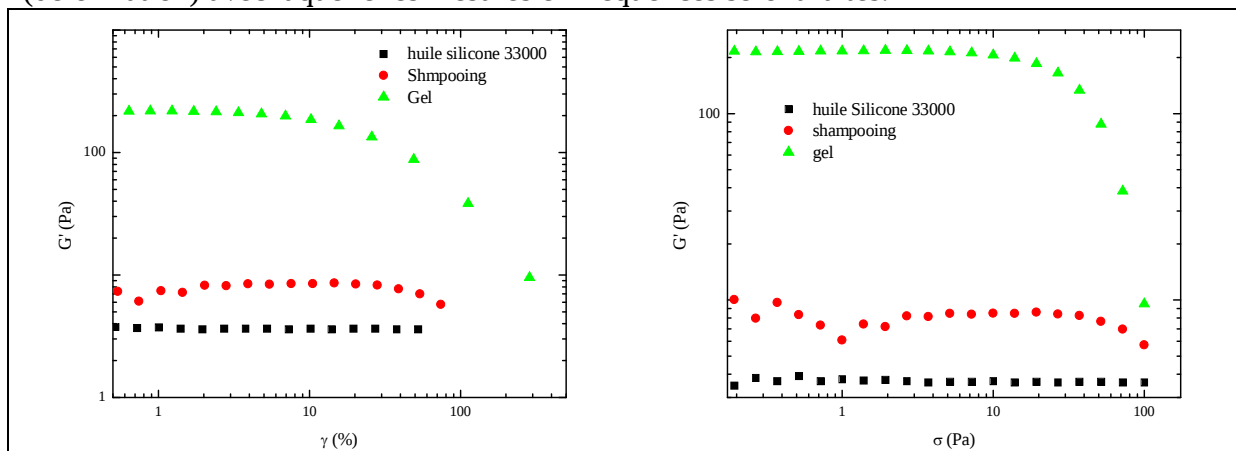
Figure 39 : Contrainte de cisaillement du gel pour cheveux en fonction du taux de cisaillement

4.1.2. Viscoélasticité linéaire

4.1.2.1. Domaine linéaire

Toute étude en cisaillement dynamique (viscoélasticité linéaire) est précédée par la recherche du domaine du comportement linéaire. Cette étape est représentée avec quelques exemples sur la Figure 40 pour une huile silicone, le shampoing et le gel. L'huile silicone montre un comportement linéaire sur toute la gamme de contrainte (ou déformation) explorée sur le rhéomètre. Le shampoing présente un domaine linéaire compris entre celui de l'huile et du gel pour cheveux. On constate par ailleurs que le module G' du shampoing sort plus tôt du domaine linéaire que le module visqueux G'' . La sortie du domaine linéaire est caractérisée par une diminution des modules ce qui est en accord avec le comportement rhéofluidifiant observé en écoulement. Le gel pour cheveux possède un domaine linéaire plus réduit et les deux modules G' et G'' sortent du domaine linéaire presque pour les mêmes valeurs de déformation ou de contrainte. On peut également constater que le module G' décroît à la sortie avec l'augmentation de la contrainte (déformation) dans la partie du comportement non linéaire alors que le modules G'' présente un maximum avant sa diminution.

Il est donc utile de bien analyser tous les modules avant de définir la contrainte (déformation) avec laquelle les mesures en fréquences seront faites.



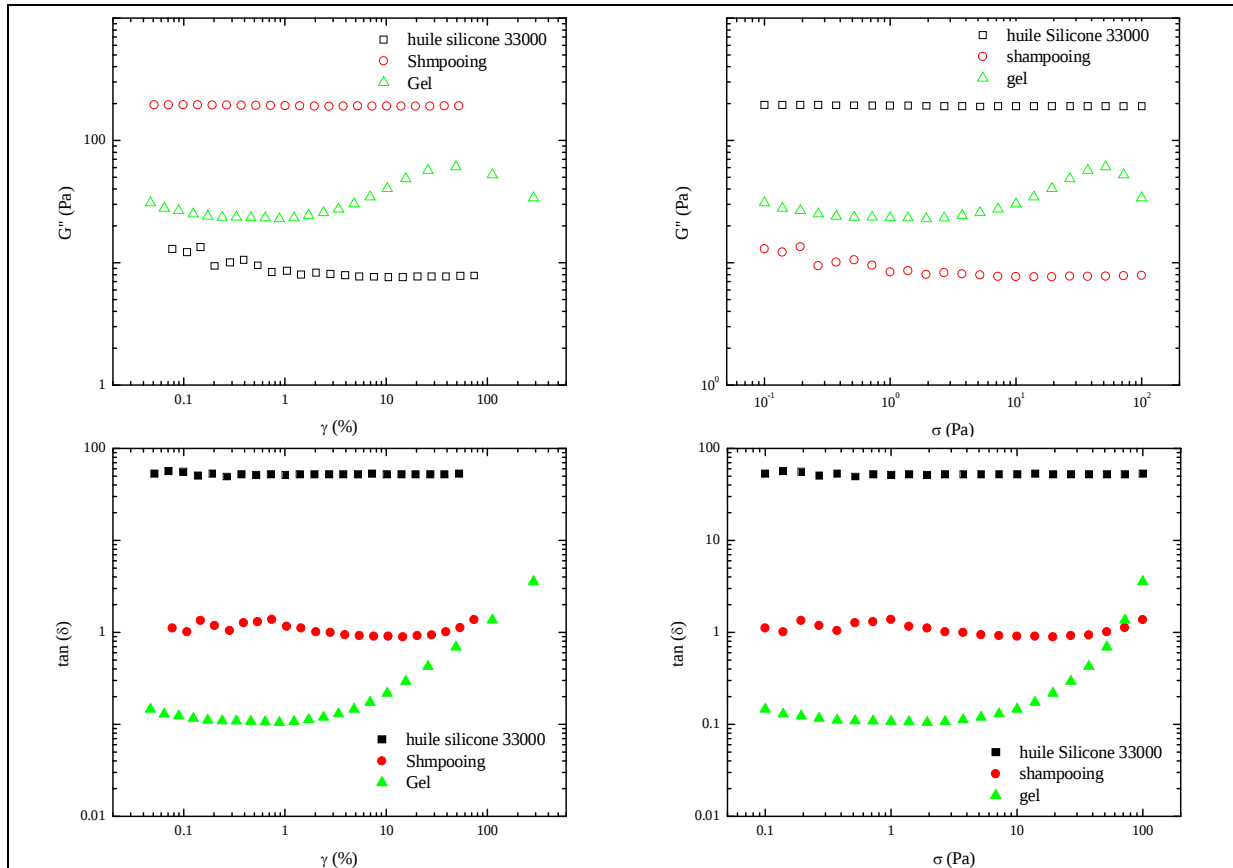


Figure 40 : Domaine linéaire

4.1.2.2. Comportement fréquentiel

Les essais suivants sont réalisés avec une contrainte fixée dans le domaine linéaire à partir des essais de la section précédente.

4.1.2.2.1. Les huiles silicones

Les modules élastiques G' et visqueux G'' sont représentés par les figures Figure 41- Figure 44. Le comportement asymptotique à basses fréquences en ω et ω^2 respectivement pour G' et G'' est visible pour toutes les huiles testées. Ce résultat est cohérent avec les courbes d'écoulement car ce comportement asymptotique est caractéristique d'un comportement newtonien.

Le module élastique de l'huile 48V 750 est inobservable car très faible pour être détecté par le capteur du couple. Pour l'huile 48V3500, on observe un bruit sur les mesures du module élastique G' à basse fréquence et une dérivation du comportement asymptotique attendu. En réalité, ce bruit est dû à la valeur faible des modules et au grand écart entre G'' et G' qui dépasse deux ordre de grandeurs à basse fréquences. Dans ces conditions, il est presque impossible de déterminer avec précision le module G' . Les modules dynamiques de l'huile 47V100000 montre une légère déviation du comportement asymptotique à hautes fréquences. En effet, la grande viscosité de cette huile reflète une masse molaire plus importante qui a pour conséquence d'induire un comportement viscoélastique appréciable à hautes fréquences.

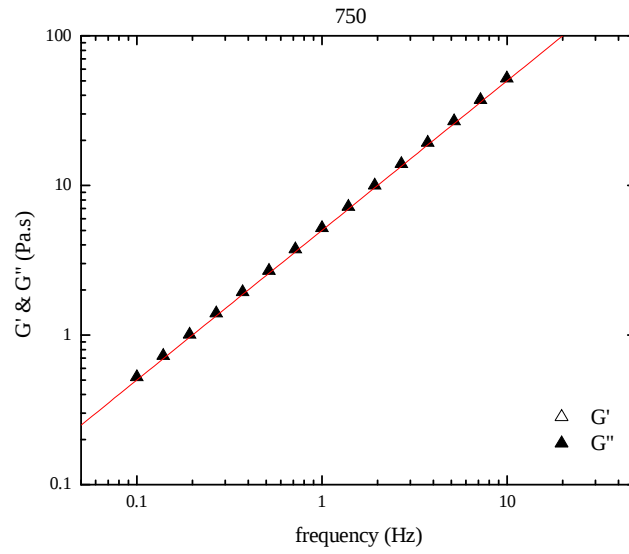


Figure 41 : Modules de cisaillement dynamique de l'huile silicone 48V750. La courbe continue représente le comportement asymptotique $G' \propto \omega$ à basses fréquences

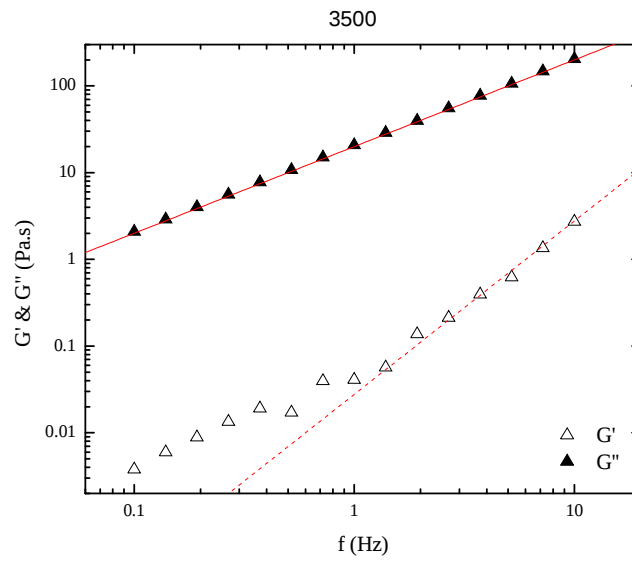


Figure 42 : Modules de cisaillement dynamique de l'huile silicone 48V3500. La courbe continue et discontinue représentent respectivement le comportement asymptotique $G' \propto \omega$ et $G'' \propto \omega^2$ à basses fréquences

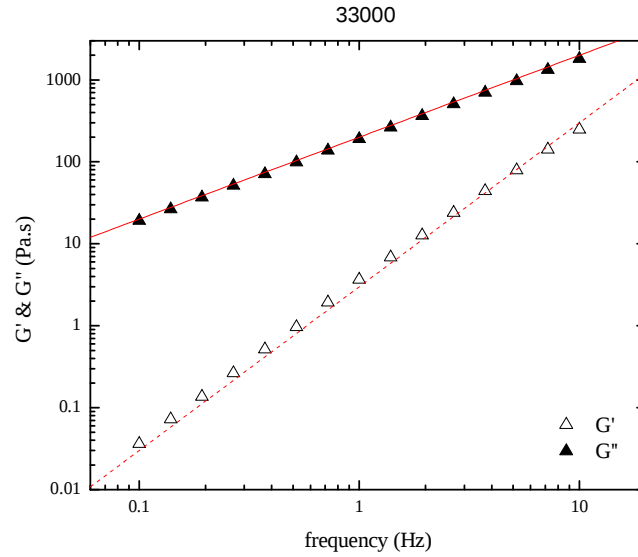


Figure 43 : Modules de cisaillement dynamique de l'huile silicone 47V33000. La courbe continue et discontinue représentent respectivement le comportement asymptotique $G' \propto \omega$ et $G'' \propto \omega^2$ à basses fréquences

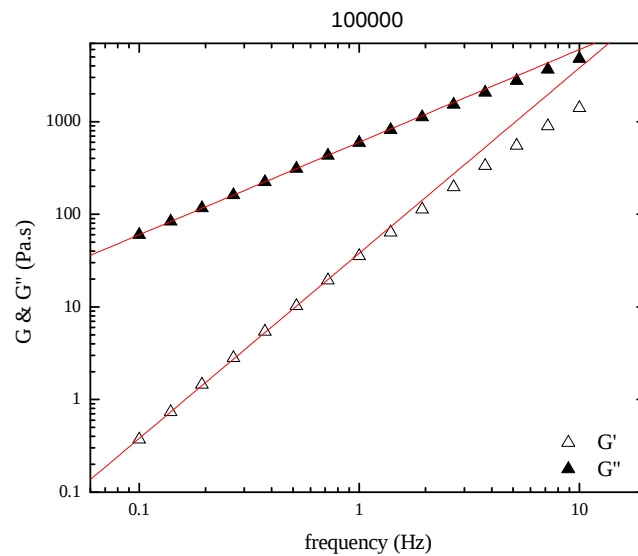


Figure 44 : Modules de cisaillement dynamique de l'huile silicone 47V100000. La courbe continue et discontinue représentent respectivement le comportement asymptotique $G' \propto \omega$ et $G'' \propto \omega^2$ à basses fréquences

4.1.2.2.2. Le shampoing

Les modules élastiques G' et visqueux G'' sont représentés par la Figure 45. Le comportement asymptotique à basses fréquences en ω et ω^2 respectivement pour G' et G'' est visible pour le shampoing ce qui est cohérent avec les courbes d'écoulement car ce comportement asymptotique est caractéristique d'un comportement newtonien.

L'ajustement des données expérimentales avec un modèle de Maxwell à temps de relaxation est également représenté sur la Figure 45. On constate un bon accord entre les

données expérimentales et le modèle surtout à basses fréquences. A haute fréquence, on constate une légère déviation car il est clair que l'approximation du comportement des matériaux avec un seul temps de relaxation est un peu brutale, car il est plus exact d'envisager une distribution. Par ailleurs, le modèle nous donne un module élastique au plateau de 15 Pa et un temps de relaxation de 0.4 s.

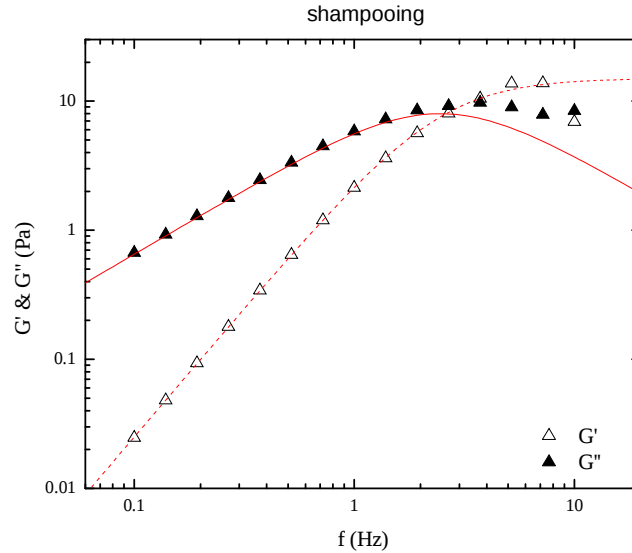


Figure 45 : Modules de cisaillement dynamique du shampooing. La courbe continue et discontinue représente l'ajustement des données par le modèle de Maxwell à un temps de relaxation

4.1.2.2.3. Gel pour cheveux

La Figure 46 montre un comportement typique d'un gel (chimique ou physique). En effet, le module élastique G' est largement supérieur au module visqueux G'' (presque un ordre de grandeur). G' est quasiment indépendant de la fréquence. G'' montre une relaxation assez faible qui se voit sur un semblant de maximum visible à haute fréquence. Le module élastique du gel à son état d'équilibre est de l'ordre de 200 Pa.

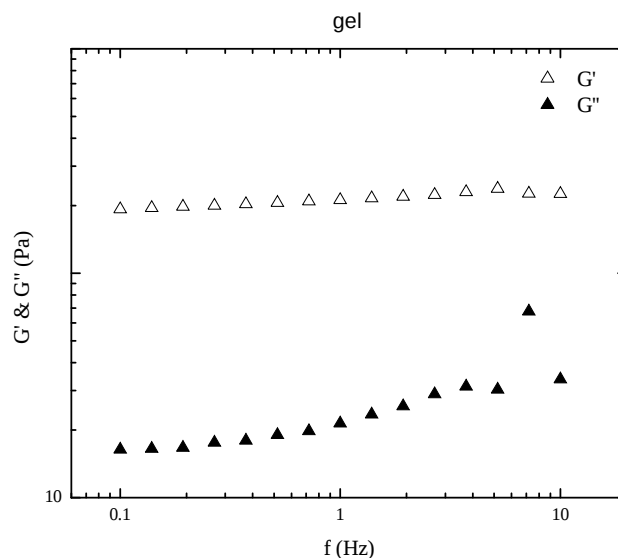


Figure 46 : modules de cisaillement dynamique du gel pour cheveux

4.1.3. Conclusion

Les essais rhéologiques en écoulement et en dynamique ont montré que :

- les huiles silicone ont un comportement newtonien sur quasiment toute la gamme de taux de cisaillement explorée,
- le shampoing peut être considéré, dans une première approximation, comme un modèle de Maxwell avec un module élastique de 15 Pa, une viscosité Newtonienne de 1.05 Pa.s et un temps de relaxation de 0.4 s,
- le gel pour cheveux comme un fluide à seuil d'une valeur entre 20 et 30 Pa et un plateau de module élastique de 200 Pa

4.2. Les mesures en ultrasons

Dans cette partie, nous allons exposer les résultats des mesures ultrasonores sur les différents matériaux de cette étude.

Pour commencer, observons l'évolution de la vitesse et de l'absorption normalisée pour l'huile silicone 48V750. La Figure 47 montre que la vitesse est quasi-constante sur la gamme de fréquence explorée par la sonde ultrason. L'absorption normalisée décroît très légèrement avec la fréquence. Même si cette diminution correspond à 50 % de la valeur à basse fréquence, il convient dans la suite de cette analyse de considérer la valeur à la valeur nominale du capteur ultrasons de 10 MHz.

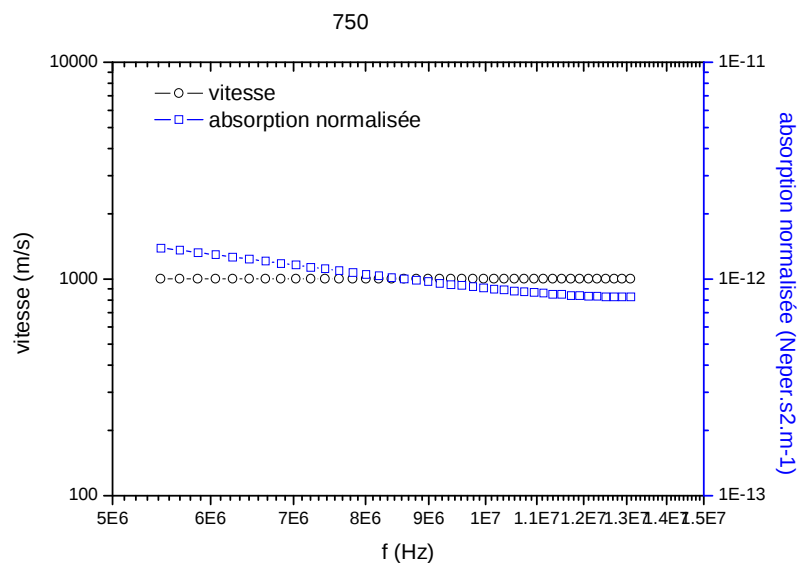


Figure 47 : Mesures ultrasons pour l'huile silicone 48V750

4.2.1. Les huiles silicones

Toutes les huiles ont été testées aux ultrasons sauf la 47V100000. En effet, la forte viscosité de cette dernière rends très difficile sont introduction et le nettoyage de la cellule de mesure. Néanmoins, les mesures laissent supposer que cette huile se comportera comme les autres.

En effet, les vitesses de propagation des trois autres huiles ainsi que les absorptions normalisées sont données sur la Figure 48. La viscosité ou la masse molaire semble ne pas avoir aucune incidence sur la vitesse ou l'absorption pour les huiles silicones testées. La vitesse est l'absorption normalisée à la valeur nominale de 10 MHz sont respectivement de 1002.6 m/s et $9 \cdot 10^{-13} \text{ Neper.s}^2\text{m}^{-1}$.

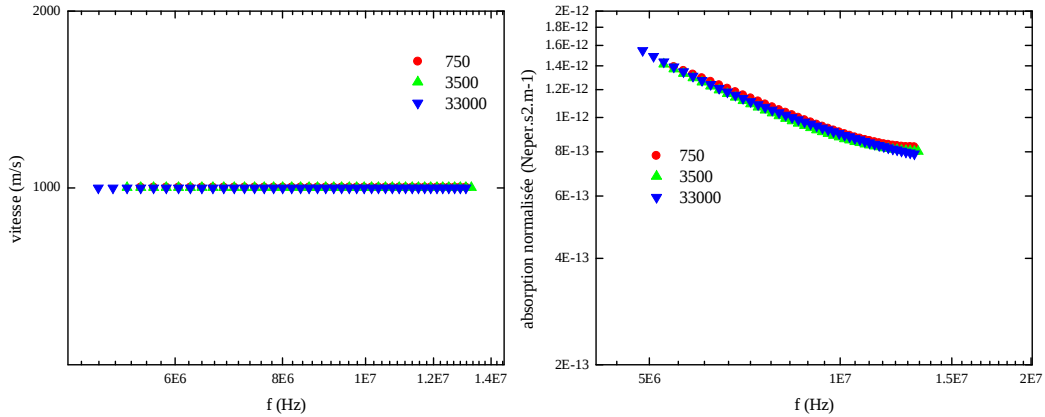


Figure 48 : Vitesse et absorption dans les huiles silicones

4.2.2. Shampoing

La Figure 49 donne la vitesse et l'absorption normalisée pour le shampoing. Le même constat établi pour les huiles s'applique également pour le shampoing : la vitesse est constante sur toute la gamme de fréquence et l'absorption décroît légèrement. La valeur nominale pour la vitesse et l'absorption normalisée sont respectivement de 1555 m/s et $2.5 \cdot 10^{-13} \text{ Neper.s}^2\text{m}^{-1}$.

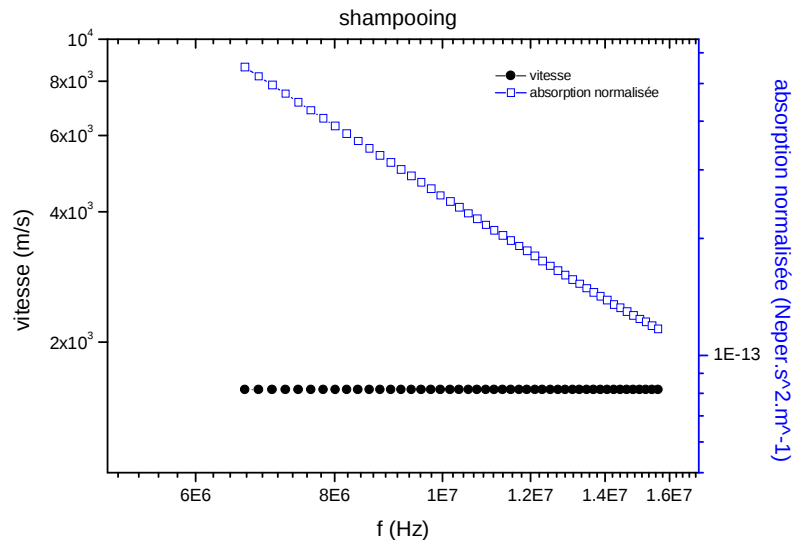
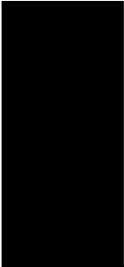


Figure 49 : Vitesse et absorption dans le shampoing

4.2.3. Gel pour cheveux

Les mesures sur le gel à cheveux n'ont pas été reportées ici. En effet, la qualité de l'échantillon, à cause des bulles d'air impossible à enlever, n'était pas satisfaisante pour avoir des mesures exploitables.



Chapitre V

Interprétation

5. Chapitre V : Interprétation

5.1. Comparaison écoulement - dynamique

Y a-t-il une relation entre les mesures en écoulement et les mesures réalisées dans le domaine linéaire par le cisaillement dynamique ? Pour ça, nous avons superposé les mesures obtenues avec les deux modes sur les figures Figure 50-Figure 52.

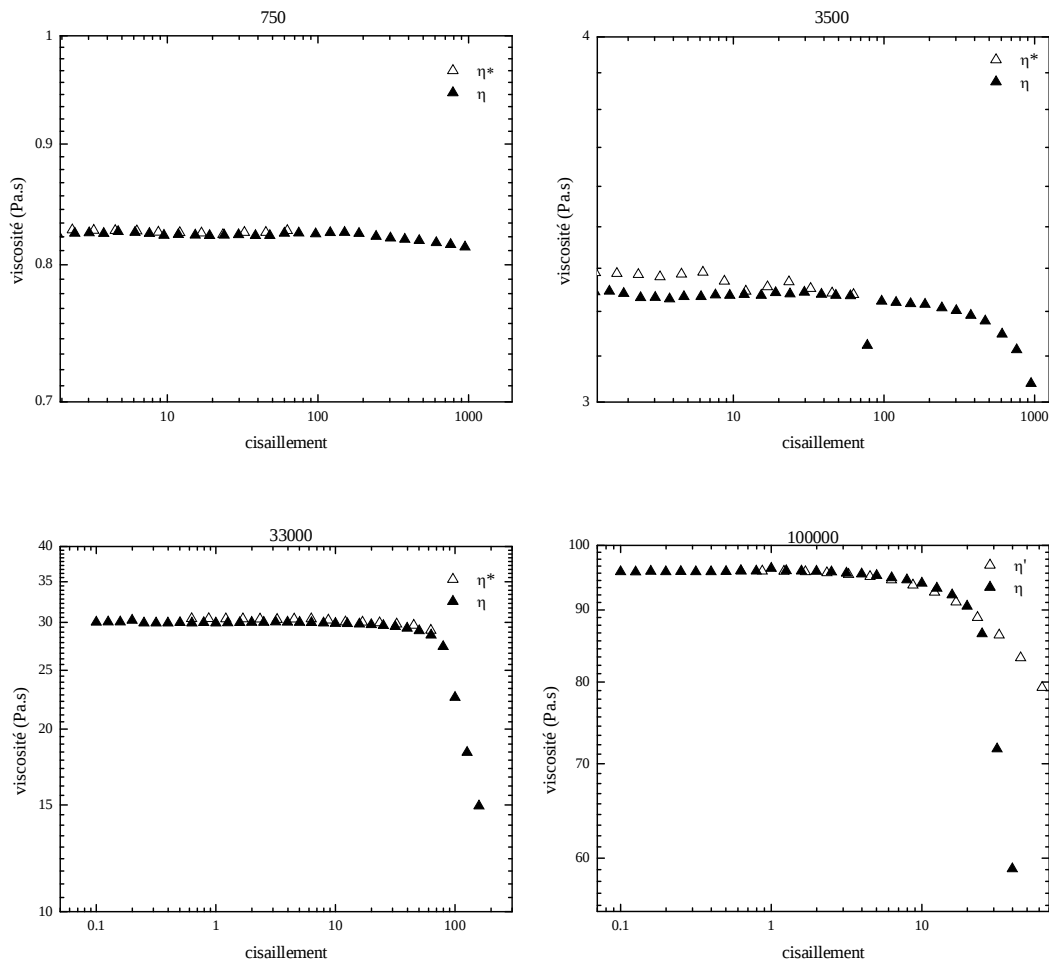


Figure 50 : Comparaison des viscosités, dynamique (η^*) et en écoulement (η), en fonction du cisaillement, respectivement ω (rad/s) et $\dot{\gamma}$ (s⁻¹) pour les huiles silicones

Pour les huiles silicone, on observe une bonne correspondance entre les deux viscosités sauf peut être pour l'huile 47V100000 à forts taux de cisaillement. En revanche, on voit quand même une diminution de la viscosité η^* avec le taux de cisaillement. Ceci implique que cette huile présente un comportement rhéofluidifiant notable à haut taux de cisaillement. Ce résultat n'est pas surprenant car on sait que l'augmentation de la viscosité pour les polymères linéaires est due à leur masse molaire. Dans ce cas, on suppose que la masse molaire de l'huile 47V100000 est suffisamment élevée pour voir un effet de

rhéofluidification à des taux de cisaillement raisonnables. D'après le principe de Cox-Merz [3], l'écoulement dans ce cas de figure ne modifie pas la structure du matériau.

Pour le shampoing, on observe une bonne correspondance entre les deux viscosités sur quasiment toute la gamme de cisaillement commune entre les deux types de test. Dans ce cas, l'écoulement n'a pas d'effet sur la structure interne du matériau. En clair, la dynamique des micelles n'est pas du tout influencée par le cisaillement car la fréquence caractéristique de cette dynamique est très supérieure à celle du cisaillement imposé.

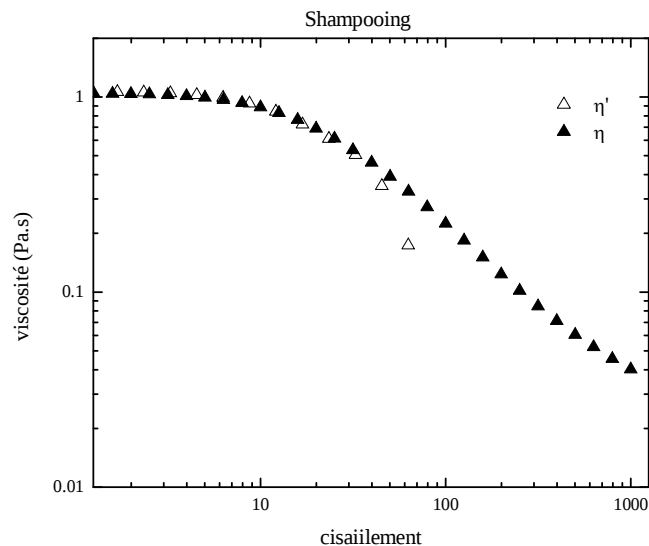


Figure 51 : Comparaison des viscosités, dynamique (η^*) et en écoulement (η), en fonction du cisaillement, respectivement ω (rad/s) et $\dot{\gamma}$ (s⁻¹) pour le shampoing

L'écart entre les viscosités, dynamique (η^*) et en écoulement (η), est visible pour le gel (Figure 52). En revanche, la loi de dépendance de la viscosité en fonction du gradient de vitesse est la même pour les deux viscosités. η est légèrement plus faible que η^* ce qui signifie que l'écoulement perturbe la structure et les interrelations internes du matériau et de ce fait change la dissipation lors d'un écoulement.

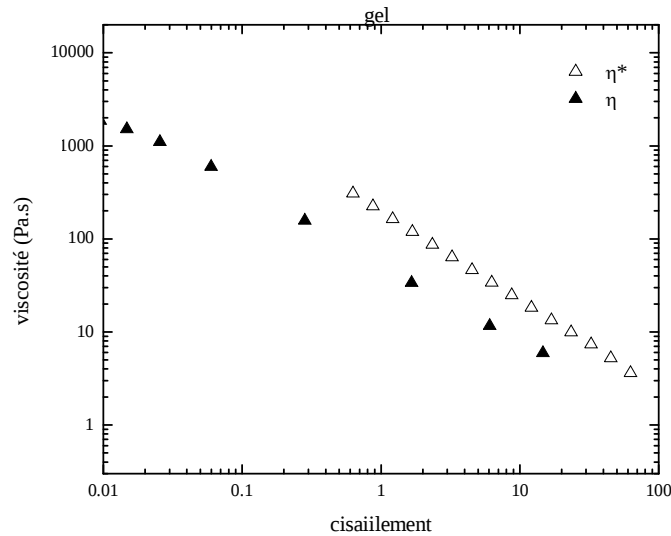


Figure 52 : Comparaison des viscosités, dynamique (η^*) et en écoulement (η), en fonction du cisaillement, respectivement ω (rad/s) et $\dot{\gamma}$ (s⁻¹) pour le gel

5.2. Les Ultrasons

A partir de l'équation 65, on peut déterminer les modules longitudinaux des huiles qui sont résumés dans le tableau suivant. On suppose dans ce cas que les masses volumiques sont de l'ordre de 1Kg/L.

	M' (GPa)	M'' (GPa)
Huiles	1	1.81
Shampooing	2.42	0.02

Tableau 7 : Modules longitudinaux des huiles silicones

Les résultats montrent que les modules sont constants pour les huiles. En effet, les huiles silicones sont issues de la même synthèse. De ce fait, l'unité élémentaire (monomère) est la même pour toutes les huiles testées. Les ultrasons mettent en œuvre des longueurs d'ondes très petites qui dans ce cas sont de l'ordre de grandeur de l'unité monomérique ou encore plus petite. Les mesures ne peuvent pas mettre en exergue les différences entre les viscosités car ces dernières concernent des longueurs d'onde beaucoup plus grande. Le module M'' pour les huiles est du même ordre de grandeur que M'.

Pour le shampooing, deux choses sont à noter. M'' est très faible devant M'. Ceci implique que la partie dissipative à haute fréquence est beaucoup moins importante que la partie élastique du module. La deuxième chose est la différence entre le shampooing et les huiles. En effet, le module M' est légèrement plus important pour le shampooing et ceci est encore une fois est du à la partie élastique du shampooing

Conclusions et perspectives

Dans ce travail, nous avons ébauché une comparaison entre les mesures rhéologiques et les ultrasons dans le but de contrôler les matériaux utilisés en électrotechnique.

Nous avons pris comme exemple les huiles des transformateurs de puissance. Ces huiles diélectriques, employées en électrotechnique (transformateurs ; disjoncteurs), ont un double rôle d'isolation électrique et de refroidissement. Au cours du temps, leurs propriétés se détériorent par la conjonction de plusieurs phénomènes :

- Dégradation des isolants cellulose liés à la température de l'huile
- Oxydation de l'huile due à la présence d'eau et d'oxygène
- Phénomène thermique et électrique au niveau des parties actives (décharges partielles, point chaudes).

Ces dégradations altèrent les composants internes de l'appareil pouvant conduire à terme au claquage du transformateur ce qui conduit non seulement à des pertes financières énormes mais aussi à provoquer des maladies graves. Les spécialistes en la matière s'accordent à dire que ces huiles ne sont pas biodégradables en milieu naturel et que leurs effets nocifs se manifestent à la suite d'un contact direct, d'une dispersion dans l'environnement ou d'une décomposition thermique.

Pour éviter tous ces dégâts, il faut procéder chaque fois à l'analyse de ces huiles. Plusieurs méthodes ont été adoptées qui sont à la fois très coûteuses et qui demandent beaucoup de temps. Dans ce travail, nous avons essayé d'évaluer la pertinence du contrôle non destructif par ultrasons, en comparaison avec des mesures rhéologiques, dans le suivi des propriétés des matériaux diélectriques mous.

Nous avons abordé dans ce travail l'étude rhéologique et ultrasons de différents matériaux à différents comportements rhéologiques. Nous avons essayé de mettre en évidence la faculté des deux méthodes de mesures sur la discrimination des comportements rhéologiques.

Trois types de comportements ont été envisagés :

- Un comportement newtonien à travers 4 huiles silicones de même nature chimique mais de masses molaires différentes offrant ainsi une gamme de viscosité relativement large.
- Un comportement de liquide viscoélastique à travers une solution de micelles géantes : le shampoing.
- Un comportement "élastique parfait" ou de fluide à seuil à travers un gel pour cheveux.

Les ultrasons offrent l'avantage de la possibilité d'une utilisation in-situ et mettent en œuvre des fréquences très élevées. En revanche, les hautes fréquences sous-entendent des longueurs d'ondes très petites et de ce fait, il n'est pas possible de différencier des huiles de même nature mais de viscosités différentes. Par ailleurs, la présence d'un caractère élastique dans le matériau est facilement détectée par les ultrasons.

La rhéologie, qui met en œuvre des fréquences plus faibles nécessite un prélèvement mais qui reste de très faible quantité. Les mesures rhéologiques sont capables de différencier aussi bien des matériaux de même nature et de viscosités différentes ou l'apparition d'une élasticité quelconque.

Références

- [1]. *Comprendre La Rhéologie : De La Circulation Du Sang A La Prise Du Beton*, ed. P. Coussot and J.-L. Grossiord. 2002, Paris (France): Edp Sciences.
- [2]. Couarraze, G. and J.-L. Grossiord, *Initiation A La Rhéologie* 2000, Paris (France): Tec Et Doc.
- [3]. Macosko, C.W., *Rheology: Principles, Measurements, and Applications*. 1994, New York, : Wiley-VCH.
- [4]. Bird, R.B., R.C. Armstrong, and O. Hassager, *Dynamics of Polymeric Liquids, Volume 1, Fluid Mechanics*. 1987: John Wiley & Sons.
- [5]. Ronald G. Larson, "Foams, emulsions, and blends", in *"The structure and rheology of complex fluids"*. Oxford University Press, New York, 1999.
- [6]. Ildefonse, B., C. Allain, and P. Coussot, *Des grands écoulements naturels à la dynamique du tas de sable : introduction aux suspensions en géologie et en physique*. 1997: CEMAGREF Edition.
- [7]. Ferry, J.D., *Viscoelastic properties of polymers*. 3rd edition ed. 1980, New-York, Chichester, Brisbane, Toronto: John Wiley & sons, inc.
- [8]. Flynn, H.G., *Physics of acoustic cavitation in liquids*, in *Physical Acoustics*, P. Warren, Editor. 1964, Mason, Academic Press: New-York.
- [9]. Lairez, D., D. Durand, and J.R. Emery. *Gelation and vitrification of epoxy-resins monitored by ultrasonic measurements*. in *10th International Symp on Polymer Networks / 10th Polymer Networks Group Meeting (Networks 90)*. 1990. Jerusalem, Israel: Huthig & Wepf Verlag.
- [10]. Meister, R., et al., *Ultrasonic Viscoelastic Properties of Associated Liquids*. J. Appl. Phys., 1960. 31(5): p. 854.
- [11]. Bruneau, M., *Introduction aux théories de l'acoustique*. 1983: Publications de l'Université du Maine.
- [12]. Dieulesaint, R. and D. Royer, *Ondes élastiques dans les solides*. 1974, Paris: Masson.
- [13]. Truesdell, C., *Hypo-elasticity*. J. Rational Mech. Anal., 1955. 2: p. 643.
- [14]. Stokes, G.C., *Viscosity and heat conduction losses*. Trans. Cambridge Phil. Soc., 1845. 8: p. 287.
- [15]. Tabellout, M., G. Ripault, and J.R. Emery, Sci. Tech. Technol., 1993. 24: p. 38.
- [16]. Schwartz, A.M. and J.W. Perry, */Chimie Et Technologie Des Agents Tensio-Actifs/*: Dunod, Paris, 1955.
- [17]. Baillif, P.Y., *Etude par spectroscopies mécaniques, diélectriques et diffusion de la lumière de la croissance de réseaux polyuréthanes*, in *Fac. Des Sci*. 1998, Université du Maine: Le Mans.

Liste des figures

Figure 1: Expérience de Newton.....	10
Figure 2: Ecoulement laminaire en cisaillement plan/plan.....	11
Figure 3: Viscosité en fonction du taux de cisaillement en représentation bilinéaire des trois comportements les plus usuelles	13
Figure 4 : Viscosité d'un shampoing en représentation bi logarithmique (a) et bilinéaire (b).....	13
Figure 5 : Comportement d'un Ketchup dans une représentation contrainte taux de cisaillement (a) et dans une représentation viscosité contrainte (b). Cette représentation montre que la viscosité diverge en dessous de 10 Pa.	14
Figure 6: Thixotropie(a) et antithixotropie (b).....	14
Figure 7: Comportement général en fonction du taux de cisaillement.....	15
Figure 8: Effet de la masse molaire sur la viscosité des polymères.....	16
Figure 9 : Courbe maîtresse de la viscosité	16
Figure 10 : Effet de la masse molaire sur la viscosité au plateau	17
Figure 11: Influence de la poly moléularité sur la viscosité des polymères	18
Figure 12: Influence des ramifications sur la viscosité des polymères	18
Figure 13: Variation de la viscosité avec la température.....	19
Figure 14 : Réponse de différents matériaux à un test dynamique	20
Figure 15: Réponses types de quelques matériaux à une sollicitation harmonique	23
Figure 16: Ressort	24
Figure 17 : Amortisseur	24
Figure 18: Liquide de MAXWELL.....	24
Figure 19: Réponse d'un fluide de MAXWELL à une sollicitation dynamique : représentation linéaire	27
Figure 20: Réponse d'un fluide de MAXWELL à une sollicitation dynamique : représentation logarithmique	27
Figure 21: Solide de KELVIN VOIGT	28
Figure 22: Réponse d'un solide de KELVIN-VOIGT à une sollicitation dynamique : représentation linéaire.....	30
Figure 23 : Réponse d'un solide de KELVIN-VOIGT à une sollicitation dynamique : représentation logarithmique.....	30
Figure 24 : Amélioration du modèle de KELVIN-VOIGT	31
Figure 25 : Amélioration du modèle de MAXWELL	31
Figure 26: Modèle de KELVIN-VOIGT généralisé.....	32
Figure 27 : Modèle de MAXWELL généralisé.....	33
Figure 28 : Spectre des temps de relaxation	34
Figure 29: Direction des contraintes appliquées pour les différents modules mécaniques et ..	37
Figure 30 : Mouvement des particules dans un réseau sous l'action d'ondes L et T.....	38
Figure 31: Modèle de Zener.....	42
Figure 32 : Géométrie de mesure	47
Figure 33 : Présentation du dispositif expérimental utilisée pour les mesures ultrasons [17]..	49
Figure 34 : Aspect des trains d'ondes ultrasonores pour différentes températures	50
Figure 35 : Transformée de Fourier du signal obtenu	51
Figure 36: Viscosité des huiles silicones en fonction du taux de cisaillement	54
Figure 37 : Viscosité du shampoing en fonction du taux de cisaillement	54
Figure 38 : Viscosité du gel pour cheveux en fonction du taux de cisaillement.....	55

Figure 39 : Contrainte de cisaillement du gel pour cheveux en fonction du taux de cisaillement	56
Figure 40 : Domaine linéaire	57
Figure 41 : Modules de cisaillement dynamique de l'huile silicone 48V750. La courbe continue représente le comportement asymptotique $G' \propto \omega$ à basses fréquences	58
Figure 42 : Modules de cisaillement dynamique de l'huile silicone 48V3500. La courbe continue et discontinue représentent respectivement le comportement asymptotique $G' \propto \omega$ et $G'' \propto \omega^2$ à basses fréquences.....	58
Figure 43 : Modules de cisaillement dynamique de l'huile silicone 47V33000. La courbe continue et discontinue représentent respectivement le comportement asymptotique $G' \propto \omega$ et $G'' \propto \omega^2$ à basses fréquences.....	59
Figure 44 : Modules de cisaillement dynamique de l'huile silicone 47V100000. La courbe continue et discontinue représentent respectivement le comportement asymptotique $G' \propto \omega$ et $G'' \propto \omega^2$ à basses fréquences.....	59
Figure 45 : Modules de cisaillement dynamique du shampoing. La courbe continue et discontinue représente l'ajustement des données par le modèle de Maxwell à un temps de relaxation	60
Figure 46 : modules de cisaillement dynamique du gel pour cheveux.....	60
Figure 47 : Mesures ultrasons pour l'huile silicone 48V750.....	61
Figure 48 : Vitesse et absorption dans les huiles silicones	62
Figure 49 : Vitesse et absorption dans le shampoing	62
Figure 50 : Comparaison des viscosités, dynamique (η^*) et en écoulement (η), en fonction du cisaillement, respectivement ω (rad/s) et $\dot{\gamma}$ (s ⁻¹) pour les huiles silicones.....	65
Figure 51 : Comparaison des viscosités, dynamique (η^*) et en écoulement (η), en fonction du cisaillement, respectivement ω (rad/s) et $\dot{\gamma}$ (s ⁻¹) pour le shampoing.....	66
Figure 52 : Comparaison des viscosités, dynamique (η^*) et en écoulement (η), en fonction du cisaillement, respectivement ω (rad/s) et $\dot{\gamma}$ (s ⁻¹) pour le gel.....	67

Liste des tableaux

Tableau 1: Valeurs types de taux de cisaillement d'applications connues	11
Tableau 2: Quelques exemples de viscosités usuelles.....	12
Tableau 3 : Modules, élastiques et visqueux, pour un ressort et un amortisseur	24
Tableau 4 : Modules et coefficients de Lamé	40
Tableau 5 : Viscosités des différentes huiles silicones.....	54
Tableau 6 : Paramètres du modèle de Carreau-Yassuda pour le shampooing	55
Tableau 7 : Modules longitudinaux des huiles silicones	67